Krystallbestimmung einiger neuer organischer Verbindungen

von

Ad. Stengel.

Aus dem mineralogischen Museum der k. k. Universität in Wien.

(Mit 2 Tafeln.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 1. März 1894.)

Die vorliegende Arbeit bezieht sich auf eine Reihe neuer chemischer Substanzen, die (1 bis 5) im I. und (6 bis 9) im II. chemischen Laboratorium der k. k. Universität in Wien dargestellt worden sind.

Für die gütige Überlassung derselben zu Zwecken der Untersuchung erlaube ich mir den Herren Dr. G. Johanny, Joh. Meyer und Fr. Pollak, insbesondere aber dem Herrn Prof. Weidel meinen geziemenden Dank auszusprechen.

1. Picolinsäureamid.¹



Krystallsystem: monosymmetrisch. Axenverhältniss: a:b:c = 1.1612:1:0.7450. $\eta = 101^{\circ}10'$.

Farblose, durchscheinende, bis 6mm lange Krystalle mit vorwiegend gut ausgebildeten Flächen, die theils gestreift

¹ Dargestellt von Herrn Joh. Meyer im I. chemischen Laboratorium der Wiener Universität; vergl. Monatshefte der kais. Akad. der Wissenschaften in Wien.

(parallel zur Verticalaxe), theils mit seichten Vertiefungen punctirt erscheinen.

Ob die an den künstlichen Krystallen auftretenden Vertiefungen respective Unebenheiten als durch störende Einflüsse, wie z. B. Temperaturschwankungen etc. während des Wachsens der Individuen hervorgerufene Unvollkommenheiten oder als nachträglich entstandene Ätzfiguren aufzufassen sind, muss unentschieden bleiben, nachdem der Autor dieses den Process der Ausscheidung nicht selbst verfolgen konnte.

Die beobachteten Flächen sind: $a\{100\}, c\{001\}, m\{110\}, D\{10\overline{1}\}$ und $\sigma 51\overline{4}$ (erhalten durch Spaltung); überdies werden an einzelnen Krystallen die Kanten zwischen den Flächen 110 und 10 $\overline{1}$ durch schlecht ausgebildete, unmessbare Pyramidenflächen abgestumpft.

Parallel zu 10 $\overline{1}$, sowie $51\overline{4}$ herrscht ziemlich vollkommene Spaltbarkeit; der Bruch ist ein muscheliger.

Die Ergebnisse der Messungen und Rechnung stellen sich wie folgt (Projection Fig. 1):

	gemessen	gerechnet
<i>c</i> : <i>a</i> 001 : 100	78° 50′	78° 52′
$c: 'a \dots 001: \overline{1}00$	101 16	101 08
<i>c</i> : <i>m</i> 001 : 110	82 41 *	
		$40 \ 38^{1}/_{2}$
001:011		36 10
001:014	_	$10 \ 21^{1}/_{2}$
001:510	_	100 51
$c:\sigma\ldots\ldots001:\overline{5}14$		$43 \ 39^{1/2}$
a:m100:110	48 43 *	
- 100:101	·	$49 \ 37$
100:111		$55 \ 42$
$a: D \dots 100: \overline{1}01$	$65\ 26\ *$	_
$D: m' \dots \bar{1}01: \bar{1}\bar{1}0$	74 37	74 05
		58 10 ¹ / ₂
— <u>100:</u> 510		12 50
<u>100:014</u>		100 57
$a: s' \dots \bar{1}00: \bar{5}14$	59 circa	58 39 ¹ / ₂
$m': s' \dots \bar{1}10: \bar{5}14$	62 circa	$62 \ 34^{1/2}$
- 111:011		25 20

An dem vorliegenden Materiale wurden 220 Beobachtungen gemacht.

Die untersuchten Krystalle stammen von zwei verschiedenen Krystallisationen und zeigen untereinander ziemlich grosse Übereinstimmung in den gemessenen Winkeln neben stark ausgeprägten Differenzen im Habitus. Während nämlich die Krystalle, erhalten bei der ersten Krystallisation (aus Äther) einen mehr tafelartigen Bau mit vorherrschendem basischen Pinakoide zeigen (Fig. 2), stellen die Krystalle nach wiederholtem Umkrystallisiren (aus Äther) säulenförmige, nach der Verticalaxe gestreckte Gebilde mit vorherrschendem Orthopinakoide vor (Fig. 3).

Die optische Untersuchung unter dem Mikroskope ergab auf 100 eine gerade Auslöschung, so wie bei den säulenförmigen Krystallen (auf 100) den Austritt zweier Axen. Die Ebene der optischen Axen liegt parallel zur Symmetrieebene; die erste Mittellinie ist, da sich der Krystall als optisch positiv erwies, zugleich Axe der kleinsten Elasticität (c).

Im Schneider'schen Axenwinkelapparat wurde der Neigungswinkel der optischen Axen in Glas für weisses Licht mit GG = 47°15' bestimmt; bei Anwendung rothen Lichtes verkleinert sich der Winkel auf GG = 46°10', für blaues Licht stellt er sich auf GG = 53°30'; daraus berechnen sich die genäherten Werthe des Axenwinkels in Luft (*EE*) mit Zuhilfenahme der Brechungsexponenten der Linse wie folgt:

2. Jodäthylpicolinsäure - Äthylester.¹



¹ Dargestellt von Herrn Joh. Meyer, siehe S. 1.

 $EE = 73^{\circ}20'$ für rothes Licht, EE = 87 15 für blaues Licht.

Krystallsystem: trimetrisch.

Axenverhältniss: a:b:c = 1.0084:1:1.2924.

Die untersuchte Substanz krystallisirt in kleinen, bis 2 mm langen, gelblichbraunen Täfelchen und Säulen mit kaum bemerkbarem Dichroismus, deren Flächen und Kanten allenthalben corrodirt und geflossen erscheinen, so dass keine Signale unter dem Goniometer zu erhalten waren, vielmehr der Berechnung Beobachtungen von geringem Genauigkeitsgrade zu Grunde gelegt werden mussten.

Beobachtet wurden folgende Flächen: $c \{001\}$ vorherrschend, $m\{110\}, d\{012\}$ (Projection Fig. 4).

Die Messungen ergaben:

	gemessen	gerechnet
<i>c</i> : <i>m</i> 001:110	90° 00′*	
<i>c</i> : <i>d</i> 001:012	$32\ 52$ *	
		$52\degree~16$ '
- 001:111		61 13
m:'m 110:110	90 10	90 29
— 110:010		44 $45^{1/2}$
$m: d \ldots 110:012$	67 20 *	
$m: d \ldots 110: 0\overline{1}2$	112 50	112 40
— 011:110		$55 \ 50$
$d: d_1 \dots 012: 01\overline{2}$	114 02	114 16
- 011:111		38 07

119 Beobachtungen.

Unter den gemessenen säulenförmigen Krystallen, bei denen das basische Pinakoid gegenüber dem Doma 012 vorherrschend ausgebildet ist und die durch je zwei Prismenflächen (110) beiderseits abgeschlossen erscheinen, befanden sich auch einige Täfelchen, deren äussere Umrisse mit ihren ein- und ausspringenden Winkeln auf einen polysynthetischen Bau deuten.

Die mikroskopischen Untersuchungen bestätigen diese Annahme, indem sowohl die säulenförmigen Krystalle, als auch die Täfelchen, deren eines in Fig. 5 abgebildet ist, neben allenthalben auftretenden Flüssigkeitseinschlüssen, in denen häufig Luftbläschen zu beobachten sind, eine grosse Anzahl

von Vertiefungen und Rissen erkennen lassen, die zumeist die Grenzen einzelner Krystallindividuen bilden.

Bei Anwendung von polarisirtem Lichte zeigen hier einzelne dieser Partien auch verschiedene Schwingungsrichtungen. Sie sind von einer im durchfallenden Lichte honiggelb durchscheinenden Masse, die keine Doppelbrechung erkennen lässt, umgeben.

Dies sowohl, als auch der Umstand, dass die Krystalle auf der Rückseite stellenweise abweichende Contouren der doppelbrechenden Partien gegenüber denjenigen der Vorderseite zeigen, berechtigt zu der Annahme, dass hier mehrere Individuen mit verschiedener krystallographischer Orientirung innerhalb einer Grundmasse an- und übereinandergelagert zur Ausbildung gelangten.

Auf der Fig. 6 wurden die doppelbrechenden Partien durch parallel zur Auslöschungsrichtung angeordnete Schraffen ersichtlich gemacht. Die Fig. 5 und 6 sind construirt auf Basis der mikroskopischen Messungen und zeigen das Detail der Formen möglichst naturgetreu. Die hier zum Ausdruck kommende Vergrösserung beträgt das 16-fache der Natur.

3. Äthylpyridinchlorid-Chloroplatinat.¹



Krystallsystem: trimetrisch.

Axenverhältniss: a:b:c = 0.98958:1:1:39768.

Die untersuchte Substanz krystallisirt in braunrothen, im durchfallenden Lichte honiggelben, unmerkbar dichroitischen dünnen Platten (Fig. 7), deren gut spiegelnde Flächen allenthalben geradlinig begrenzte, auf lamellaren Bau deutende, parallelcontourirte, treppenförmige Vertiefungen aufweisen. Die Krystallumrisse zeigen überdies häufig einspringende Winkel.

¹ Dargestellt von Herrn Joh. Meyer, siehe S. 1.

Die beobachteten Flächen sind: $a\{100\}, b\{010\}, c\{001\}$ vorherrschend, $d\{012\}, p\{111\}.$

Die Ergebnisse der 104 Winkelmessungen und die rechnerisch ermittelten Werthe stellen sich wie folgt (Projection Fig. 8):

	gemessen	gerechnet
$c: p \dots 001: 111$	63° 17′*	
<i>c</i> : <i>a</i> 001 : 100	90 00	90°00′
$c: d \dots 001: 012$	34 44	$34 \ 56$
001:011		$54 \ 25$
$b: d \dots 010: 012$	$55 \ 25$	$55 \ 04$
— 010:110		$45 \ 18$
$b: p \dots 010: 111$	51 05	51 04
$p: p_1 \dots 111: 11\overline{1}$	53 30	$53 \ 26$
p:'p 111:111	77 51 *	
- 111:012		$43 \ 15$
— 111:011		$39 \ 25$

Die Krystalle sind spaltbar parallel zu 010 und 100, nach welchen Flächen sie bei starkem Drucke zerspringen.

Die optischen Untersuchungen ergaben Doppelbrechung. Die Schwingungsrichtungen auf der Basisfläche sind senkrecht und parallel der Kante *cb*.

Im Schneider'schen Axenwinkelapparate wurde auf 001 der Austritt zweier Axen in der Ebene 001:010 beobachtet und deren Neigungswinkel für weisses Licht in Glas zu $GG = 28^{\circ}10'$ bestimmt; mit Berücksichtigung der Brechungsexponenten der Linse berechnet sich aus diesem Werthe der scheinbare Axenwinkel $EE = 44^{\circ}10'$.

Die erste Mittellinie ist, da sich die Platte bei der Untersuchung mit dem Quarzkeil als optisch negativ erwies, zugleich Axe der grössten Elasticität (a) und steht senkrecht zur Basisfläche; daraus folgt für obiges Parametersystem das optische Schema: bca.

Bei Anwendung farbigen Lichtes erkennt man $\rho > v$.

Die untersuchte Substanz stammte von zwei Krystallisationen, deren Producte sich als krystallographisch ident erwiesen.

4. α-Amidopyridin-Chloroplatinat.¹

$$2 \begin{pmatrix} CH \\ CH \\ CH \\ NH_2 \end{pmatrix} + 2 HCl + Pt Cl_4 + H_2O.$$

Krystallsystem: asymmetrisch.

Axenverhältniss:
$$a:b:c = 1.7853:1:1.5215$$
.
 $\xi = 84^{\circ} 29^{1/2}$
 $-\eta = 85 29^{3/4}$
 $-\zeta = 69 35^{1/2}$.

Kleine leisten- bis säulenförmige, durchscheinende, bräunlichgelbe, unmerklich dichroitische Krystalle, deren Flächen stellenweise mit Vertiefungen versehen sind und meist deutliche Reflexe liefern.

Die beobachteten Flächen sind: $a \{100\}, c \{001\}$ vorherrschend, $d \{011\}, m \{\overline{1}10\}$ (vergleiche Fig. 9).

Die Mittelwerthe von 110 Messungen ergaben (Projection, Fig. 10):

	gemessen	gerechnet
<i>c</i> : <i>a</i> 001 : 100	87° 14′*	
$c: 'a \dots 001: \bar{1}00$	$92 \ 48$	92° 46′
— 001:010		94 13
<i>c</i> : <i>d</i> 001:011	$61\ 22$ *	
$c: m \ldots 001: \bar{1}10$	96 02	95 59
$c:'m$ 001:1 $\overline{1}0$	84 01 *	
- 001:111		61 $37^{1}/_{2}$
- 100:010		69 53
$a:m\ldots$ 100: $\overline{1}$ 10	102 58	$102 \ 55$
$a:'m100:1\overline{1}0$	77 05 *	·
a:d100:011	70 48 *	• .
$a: d \ldots 100: 011$	109 12	$109 \ 12$
— 010:111		45 34 ¹ / ₂
- 011:111		$29 00^{1/2}$
<u> </u>		$61 \ 25^{3}/_{4}$

¹ Dargestellt von Herrn Joh. Meyer, siehe S. 1.

Unter gekreuzten Nicols zeigten die Platten Doppelbrechung; die Auslöschungsrichtung auf $00\overline{1}$ schliesst mit der Kante $\overline{1}00:00\overline{1}$ einen Winkel von $5^{\circ}30'$ ein, und zwar so, dass sie ungefähr parallel zu der Combinationskante (10 1 0): (001) verläuft.

5. Mesoweinsäurenitril¹

(Butan 2, 3 Diol 1, 4 Nitril).

```
CN
|
CH—OH
|
CH—OH
```

CN

Krystallsystem: monosymmetrisch. Axenverhältniss: a:b:c = 0.8627:1:1.4782.

 $\eta \equiv 90^{\circ} 49^{1}/_{2}$ '.

Die parallelschalig gebauten, farblosen, durchscheinenden bis wasserhellen Krystalle (Fig. 11) sind von stellenweise corrodirten, meist mattglänzenden Flächen umschlossen und lassen zwei Ausbildungsformen erkennen, von denen die eine einfache Krystalle, die andere polysynthetische Verwachsungen höheren Grades umfasst.

Die an den untersuchten Krystallen vorgefundenen Flächen sind: $c\{001\}$, $p\{111\}$, $\pi\{11\overline{1}\}$, $s\{112\}$, $\sigma\{11\overline{2}\}$, $d\{012\}$, $e\{023\}$, $i\{101\}$, $\tau'\{\overline{3}10\}$.

Ausser diesen wurden an einem Individuum mehrere undeutlich spiegelnde Flächen in vicinaler Lage zu 111 und 111 beobachtet.

Wegen den Differenzen in den Winkeln müssen einige Krystalle separat besprochen werden.

Krystall 1. Dünne Platte mit vorherrschend ausgebildetem basischem Pinakoide und stark zurücktretenden Hemipyramiden.

¹ Dargestellt von Herrn F. Pollak im I. chemischen Laboratorium der Wiener Universität. Die diesbezügliche Publikation wird in Kürze erfolgen.

$c: p \ldots$	65°	38'	$p:'\pi$		91°	26
$c:\pi'\ldots$	66	41	p:'p	••••	73	00
$p:\pi\ldots$	48	$13^{1}/_{2}$	$p:\pi'$	• • • • •	87	58
		109 Beobach	tungen.			

Krystall 2. Tafelförmiger, auf dem Prisma r' 310 aufsitzender Krystall, mit vorherrschend ausgebildetem basischen Pinakoide.

$c:p\ldots 66^{\circ}$	03 ′	$c:\sigma'\ldots\ldots$	50°	31′
$v:\pi'\ldots$ 67	25	$p:s\ldots$	17	55
$p:\pi\ldots$ 45	31	$\pi':\sigma'\ldots$	16	40
$\pi': p' \ldots 47$	00	<i>s</i> : <i>′s</i>	54	circa
p:'p72	12	π' : ' σ'	68	00
π : π 73	17	$c: r' \ldots$	86	50
$p:\pi'$ 89	33	$'\pi':r'\ldots$	60	00
$p': \pi 89$	00	$p':r'\ldots$	61	50
<i>c</i> : <i>s</i> 48	35			

95 Beobachtungen.

Krystall 3. Mit tafelartigem Baue, auf dem stark entwickelten Orthodoma aufsitzend.

$c:p\ldots$	63°	24 '	$p':\pi\ldots$	87°	14'
$c:\pi'\ldots$	66	20	<i>c</i> : σ′	47	00
$p:\pi\ldots$	45	30	$\pi':\sigma'\ldots\ldots$	16	40
$\pi':p'\ldots\ldots$	49	17	$p:\sigma'\ldots\ldots$	80	30
p:'p	70	10	<i>c</i> :' <i>i</i>	59	22
π : $'\pi$	71	35	<i>'c</i> : <i>'i</i> 1	20	23
		72 Beobachtur	ngen.		

Krystall 4. Säulenförmig ausgebildet, nur an einem Ende mit zur Messung verwendbaren Flächen, worunter das Prisma (023) stark zurücktritt.

$c:p\ldots$	62°	' 56 ′	<i>d</i> : <i>s</i>	35°	00
$c:\pi'\ldots\ldots$	69	16	$\pi': d \ldots$	47	30
$p:\pi\ldots$	48	00	$p:d\ldots$	88	10
$\pi':p'\ldots$	48	50	c: σ'	50	51
<i>c</i> : <i>s</i>	44	50	$\pi':\sigma'\ldots$	18	42
<i>p</i> : <i>s</i>	19	08	<i>c</i> : <i>e</i>	44	45
<i>c</i> : <i>d</i>	34	circa	$e:\pi'\ldots$	45	30
		100 Decte at the			

108 Beobachtungen.

Im Nachfolgenden erscheinen die Grenzwerthe obiger Beobachtungen nebst den daraus gezogenen Mitteln den Ergebnissen der Rechnung gegenübergestellt, wozu bemerkt werden muss, dass die Differenz der Winkelwerthe eher auf Asymmetrie als auf monosymmetrischen Bau deutet. In Anbetracht jedoch der geringen Genauigkeit der Messungen infolge mangelhafter Beschaffenheit der reflectirenden Flächen wurden die Krystalle als monosymmetrische Formen berechnet.

Die Rechnung stützt sich nicht auf die Mittelwerthe aus allen Beobachtungen, sondern auf die drei besten am Krystall 1 ermittelten Winkeln, die in der Colonne »gerechnet« mit * bezeichnet erscheinen (Projection, Fig. 12).

	Gren	zwerthe	Mittel ¹	berechnet
<i>c</i> : <i>p</i> 001 : 111	62° 56'	bis 66°03'	64° 34'	65° 38'*
$c:\pi'\ldots\ldots\ldots001:\overline{1}11$	66 20	» 69 16	67 07	66 41 *
$p:\pi$	$45 \ 30$	» 49 17	47 31	47 41
$p:'p111:1\overline{1}1$	70 10	» 73 00	72 08	73 00 *
π : π	$71 \ 35$	» 73 17	$72 \ 37$	73 $41^{1/2}$
$p: '\pi.\ldots\ldots 111:1\overline{11}$.—	_	$91 \ 26$	$92 \ 18$
$p:\pi'111:\overline{1}11$	87 14	» 89 33	88 12	$87 \ 42$
<i>c</i> : <i>s</i> 001:112	44 50	» 48 35	$46 \ 42$	$48 \ 10$
$c: \sigma' \ldots \ldots \ldots 001: \overline{1}12$	47 00	» 50 51	49 - 27	48 53
p:s	17 55	» 19 08	18 31	17 27
$\pi': \sigma' \ldots \ldots \overline{1}11: \overline{1}12$	$16 \ 40$	» 18 42	17 11	$17 \ 48$
$\pi': \sigma' \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot \overline{1}11: \overline{1}\overline{1}2$			68 00	68 - 46
$p: \mathfrak{c}' \dots \dots \dots 111: \overline{1}12$			80 30	$80 \ 12$
$s: s \dots \dots$	—		54 circa	$58 \ 14$
$c:r'\ldots\ldots001:\overline{3}10$			86 50	$90 - 471/_2$
$'\pi':r'\ldots\ldots\overline{1}1\overline{1}:\overline{3}10$			60 00	59 41
$p':r'\ldots\ldots\overline{1}\overline{1}\overline{1}\overline{1}:\overline{3}10$			61 50	60 09
c:'i			59 22	60 - 21
$c: i \dots $	100.000		120 - 23	119 39
$c: d \dots \dots \dots 001: 012$		—	34 circa	$36 \ 27$
<i>d</i> :s012:112			35 00	34 21
$\pi': d.\ldots\ldots\overline{1}11:012$	—	_	47 30	$47 \ 35$
$p:d\ldots\ldots\overline{1}1\overline{1}:012$			88 10	$88 \ 46$
<i>c</i> : <i>c</i> 001:023			44 45	44 56
$\epsilon:\pi'\ldots\ldots.023:\overline{1}11$	<i>.</i> ·		45 30	$45 \ 16$

¹ Die Mittel wurden mit Berücksichtigung der Güte der Beobachtung berechnet.

Die eingangs ausgesprochene Ansicht, dass die untersuchte Substanz in zwei Formen auftritt, von denen die eine als polysynthetische Verwachsung oder als Zwillingsbildung nach 001 auffassbar ist, scheint einerseits in den grossen Differenzen unter den Winkelwerthen der Krystalle 2, 3, 4, anderseits in dem constanten Auftreten von einspringenden Winkeln zwischen den Flächen 001 und 111, 111 und 111, 111 und 001 ihre Bestätigung zu finden. Die solche einspringende Winkel hervorrufende Leisten waren jedoch zu schmal, um messbare Signale zu geben.

Im polarisirten Lichte zeigten die Platten Doppelbrechung; eine Schwingungsrichtung verläuft nahezu in der Diagonalen, indem sie mit derselben einen Winkel von $1-4^{\circ}$ einschliesst.

Auf 001 ist bei besonders günstiger Beleuchtung im Mikroskope der Austritt zweier Axen mit wenig entwickelter Dispersion sichtbar. Sie liegen nahezu in der Symmetrieebene und haben einen Axenwinkel in Luft von circa 50°; die Bisectrix ist zur Plattennormale 001 ein wenig geneigt. Bei Anwendung rothen Lichtes verkleinern sich die Interferenzringe und vergrössern sich bei blauem Lichte. Mit dem Quarzkeil geprüft, erwies sich die Substanz als optisch positiv.

Durch die Ergebnisse der optischen Untersuchung, und zwar durch den Verlauf der Schwingungsrichtungen einerseits und die Lage des optischen Hauptschnittes anderseits, gewinnt die früher gemachte Annahme eines wenn auch wenig ausgeprägten asymmetrischen Aufbaues der Krystalle an Wahrscheinlichkeit.

Bei dieser, sowie bei den übrigen Substanzen musste auf die Untersuchung in optisch orientirten Dünnschliffen verzichtet werden, da die Substanzen mürbe, wenig cohärent und in Flüssigkeiten leicht löslich waren.

6. Bromlacton der α -Oxy- β -Propiliden-*n*-Buttersäure.¹ (C₇ H₁₁O₃Br).

Krystallsystem: monosymmetrisch. Axenverhältniss: a:b:c = 1.16945:1:1.47313. $\eta = 104^{\circ} 50'$.

¹ Dargestellt im II. chem. Lab. der Wiener Univ. von Herrn G. Johanny,

Kleine, farblose, tafelartig, parallelschalig gebaute Krystalle mit meist undeutlich ausgebildeten, stellenweise corrodirten Flächen, an denen noch glänzende, stark spiegelnde Partien wahrzunehmen sind.

Die Krystalle zeigen folgende Flächen: $c \{001\}$ vorherrschend, $m\{110\}, p\{111\}, \pi\{11\overline{1}\}, d\{011\}, e\{023\}.$

Die zur Untersuchung vorliegende Substanz wurde bei zwei Krystallisationen erhalten, die sich durch die Gestalt ihrer Producte, nicht aber durch die Winkelwerthe derselben unterscheiden. Bei denjenigen der Krystallisation aus Äther treten die Flächen d {011} und e {023} völlig zurück (Fig. 13), während bei den Krystallen, erhalten aus Chloroformlösung, diese Flächen deutlich ausgebildet sind, die positive Hemipyramide jedoch verschwindet (Fig. 14).

In nachstehender Tabelle erscheinen die beobachteten (302 Beobachtungen) Werthe den gerechneten gegenübergestellt (Projection, Fig. 15).

	beobachtet	gerechnet
$c: p \ldots 001: 111$	54° 47′*	—
c: m 001: 110	80 16	80° 14′
$c: m' \ldots 001: \bar{1}10$	99 50	$99 \ 46$
$c:\pi'\ldots\ldots001:\overline{1}11$	70 35	70 07
001:101		$42 \ 38$
<i>c</i> : <i>d</i> 001:011	$54 \ 47$	54 $55^{1/2}$
<i>c</i> : <i>e</i> 001:023	42 20	$43 \ 31$
100:101	<u> </u>	32 31 ¹ / ₂
100:111	<u> </u>	$48 \ 38$
010:110		41 30
010:111		$51 \ 37$
$110:1\overline{1}0$		$97 00^{1/2}$
m:p 110:111	$25\ \ 27\ \ ^{*}$	<u> </u>
$m: d \ldots 110:011$	44 51	$44 \ 44$
m:e 110:023	50 15	50 18
$m: d_1 \dots 110: 01\overline{1}$	$58 \ 45$	$58 \ 58$
p:d111:011	33 circa	32 54
p:e111:023	$31^{1/2}$ ° circa	$32 \ 15$
p:'p 111:111	76° 46′*	—
$d: d_1 \ldots 011: 01\overline{1}$	70 30	70 09
$d: e \dots 011:023$	11 12	$11 \ 24^{1}/_{2}$

Die optischen Untersuchungen zeigten auf 001 den Austritt einer Axe excentrisch in der Längsdiagonalen der Krystalltafel und eine Auslöschung parallel zur monoclinen Symmetrieebene.

Beim einfallenden rothen Lichte vergrössern sich bedeutend die Farbenringe, hingegen bei blauem verkleinern sich dieselben; das scheinbare Centrum wird kaum verschoben. Mit dem Quarzkeil geprüft, erwies sich die mit der Plattennormale auf 001 zusammenfallende Mittellinie (I oder II) als negativ.

7. Dibromid der α -**O**xy- β -Propyliden-*n*-Buttersäure.¹ $C_7 H_{12} O_3 Br_2$.

Krystallsystem: asymmetrisch. Axenverhältniss: a:b:c = 0.72861:1:0.5638. $\xi = 102^{\circ} 04'$ $\eta = 93 \ 14$ $\zeta = 91 \ 05$

Farblose, säulenförmig ausgebildete, bis zu $3^{1}/_{2}$ mm grosse Krystalle, deren Flächen meist geflossen und stellenweise mit Vertiefungen bedeckt erscheinen.

Die beobachteten acht Flächen sind: $m\{110\}, 'm\{\overline{1}10\}, d\{101\}, D\{10\overline{1}\}.$

Der Abschluss der Säulen wird gebildet entweder durch ein oder durch beide Makrodomen (Fig. 16), in welch letzterem Falle eines derselben vorherrscht.

Die Krystalle sind spaltbar nach 110 und 001.

Nachstehende Tabelle stellt die Mittel aus 220 Beobachtungen den gerechneten Werthen gegenüber (Projection, Fig. 17).

	beobachtet	gerechnet
001:101		35° 59′
001:110		$80 \ 26$
001:111		$39 \ 10$
100:101		50 $56^{1}/_{2}$
100:101		54 51

¹ Dargestellt von Herrn G. Johanny; siehe S. 11.

Chemie-Heft Nr. 3.

Ad. Stengel,

	beobachtet	gerechnet
100:110		36° 03′
100:111		56 $22^{1}/_{2}$
100:011		$86 \ 55^{1/2}$
010:101		79 40
$010:\bar{1}10$		53 $49^{1/4}$
010:110		54 $21^{3/4}$
010:111		57 55
$m:'m'\ldots 110:1\overline{1}0$	71°49′*	
$m:'m' \dots 1\overline{1}0:\overline{1}\overline{1}0$	108 00	108 11
$m':m'\ldots \bar{1}\bar{1}0:\bar{1}10$	71 30	71 49
$m': m \ldots \bar{1}10: 110$	108 20	108 11
$m: d \dots 110: 101$	$52\ 47\ *$	
m: d 110: 101	65 23 *	
$m': d \dots \overline{110}: 101$	127 20	127 13
$m':d\ldots,\overline{1}10:101$	$114 \ 42$	$114 \ 37$
$m: D \dots 110: \overline{1}01$	$111 \ 25 \ *$	
'm:'D 110:101	124 32 *	
'm':'D 110:101	$67 \ 53$	$68 \ 35$
$m': D \ldots \overline{1}10: \overline{1}01$	55 10	$55\ 28$
$d: D \ldots 101:\overline{1}01$	75 circa	$74 \ 12^{1}/_{2}$

Die Krystalle zeigen Doppelbrechung; die Schwingungsrichtungen auf den Prismenflächen 'm' und m' liegen nahezu wie die Combinationskanten der Prismen und der oberen Makrodomafläche 101, und zwar so, dass auf 'm' ($\overline{110}$) der mit der Kante $\overline{110}:\overline{110}$ eingeschlossene Winkel 30° 10', jener auf m'($\overline{110}$) 20° 30' beträgt.

8. Amid der α -Oxy- β -Propyliden-n-Buttersäure.¹ C₇ H₁₁O₂ NH₂.

Krystallsystem: asymmetrisch (?).

Die untersuchte Substanz krystallisirt in dünnen, circa $3^{1}/_{2}mm$ langen, $2^{1}/_{2}mm$ breiten, farblosen, durchscheinenden Plättchen mit gebogenen, stark corrodirten Seitenflächen, die weder unter dem Goniometer, noch unter dem Mikroskope ver-

¹ Dargestellt von Herrn G. Johanny; siehe S. 11.

lässliche Messungen ermöglichen. In Anbetracht dessen, sowie der spärlichen Anzahl der Flächen muss von einer definitiven Bestimmung des Krystallsystems abgesehen werden.

Die Mittelwerthe der Beobachtungen sind (Fig. 18):

a:c		57°	24',
a:d	=	80	28
a:d'		99	14
a:b	=:	69	52
a:b'		110	10

Der ebene Winkel $db = 124^{\circ} 00'$ auf *a* wurde unter dem Mikroskope gemessen.

Optisch zweiaxig; aber das Material zeigt auf 001 nur den nahezu centrischen Austritt einer der optischen Axen. Das Gesichtsfeld bleibt bei beliebiger Stellung der Platte selbst gegen die gekreuzten Nicols hell. Die Lage der Hauptschwingungsrichtungen kann daher nicht festgestellt werden, vergl. S. 193.

Aus dem Verhalten der Interferenzringe beim Einschieben eines Quarzkeiles lässt sich schliessen, dass die Normale auf die Basisfläche mit der kleinsten Elasticitätsaxe c zusammenfällt.

9. Baryumsalz der α -Oxy- β -Propyliden-n-Buttersäure.¹ (C₇ H₁₁O₃)₂ Ba+3H₂O.

Krystallsystem: trimetrisch.

Axenverhältniss: a:b:c = 1.0989:1:1.0673.

Die untersuchten Krystalle bilden dünne, farblose, meist wasserhelle, bis 6 mm lange, linealförmige Platten mit gekrümmten, denjenigen der Gypskrystalle nicht unähnlichen Domenflächen und wenig entwickelten Flächen an den Enden der Krystalle (Fig. 19). Sie liefern unter dem Goniometer meist nur einen schwachen Schimmer, in den wenigsten Fällen deutliche Signale.

Die leistenförmigen Plättchen kommen frei ausgebildet nur spärlich vor; sie vereinigen sich vielmehr durch parallele Verwachsung entweder zu säulenförmigen Krystallstöcken oder

¹ Dargestellt von Herrn G. Johanny; siehe S. 11.

auch zu dünnen Platten, die partienweise eine verschiedene Orientirung der aneinandergelagerten Individuen zeigen.

An den einzelnen Krystallen wurden folgende Flächen beobachtet: c {001} vorherrschend, d {041}, m {110}, p {212}, s {211}, t {421}.

Die Ergebnisse der Messung und Rechnung stellen sich wie folgt (Projection, Fig. 20).

	gemessen	gerechnet
001:012		28° 05′
001:011		-46 52
001:021	<u></u>	64 54
$c: d \dots 001: 041$	76° 49′*	
$d: d_1 \dots 041: 04\overline{1}$	$26 \ 27$	26 - 22
<i>c</i> : <i>m</i> 001:110	90 00 *	
$c: p \dots 001: 212$	48 circa	$47 \ 57$
$p:s \ldots 212:211$	$17^{1}/_{2}^{\circ}$ circa	$17 \ 47$
<i>c</i> : <i>s</i> 001:211	65°43'*	
<i>c</i> : <i>t</i> 001:421	$76 \ 56$	77 17
- 421:841		6 17
		40 35 ¹ / ₂
- 011:211	·	$53 \ 01^{1/2}$
021:421		$58 \ 44^{1/2}$
- 041:841		$-60 - 34^{1/2}$
d:s041:211	58 30	$-58 \ 35^{1/2}$
d:m 041:110	43 40	43 57
- 010:110		42 18
110:210		18 54 ¹ / ₂
<i>m</i> : <i>t</i> 110:421	$22 \ 16$	$22 \ 39^{1/2}$

An dem vorliegenden Material wurden 223 Beobachtungen gemacht.

Die optischen Untersuchungen ergaben auf der c Fläche eine gerade Auslöschung parallel zur Kante 001:041.

Zum Schlusse sei es mir gestattet, meinem hochverehrten Lehrer Herrn Prof. Schrauf, unter dessen Leitung diese Arbeit



A. Stengel: Krystallbestimmungen einiger organ. Verbindungen. Taf. I.

Sitzungsberichte d. kais. Akad. d. Wiss., math.-naturw. Classe, Bd. CIII Abth. I. 1894.



A. Stengel: Krystallbestimmungen einiger organ. Verbindungen. Taf.II.

Sitzungsberichte d. kais. Akad. d. Wiss., math.-naturw. Classe, Bd. CIII Abth. I. 1894.

entstand, für die Beihilfe und die zahlreich ertheilten Rathschläge meinen innigstgefühlten, ergebensten Dank zum Ausdrucke zu bringen.

Inhaltsverzeichniss.

						Seite
1.	Picolinsäure	amid		 	 • • •	 183
2.	Jodäthylpico	olinsäure-Äthylester	r	 	 • • •	 185
3.	Äthylpyridir	ichlorid-Chloroplati	inat	 • • •	 	 187
4.	a-Amidopyri	din-Chloroplatinat,		 	 	 189
5.	Mesoweinsä	urenitril		 	 	 190
6.	Bromlacton	der α-Oxy-β-Propyl	liden- <i>n</i> -Buttersäure	 	 	 193
7.	Dibromid	»	»	 • • •	 	 195
8.	Amid	»	*	 	 	 196
9.	Baryumsalz	»	*	 	 	 197