

# Krystallbestimmung einiger neuer organischer Verbindungen

von

Ad. Stengel.

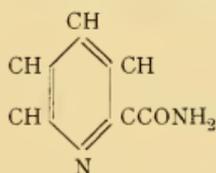
Aus dem mineralogischen Museum der k. k. Universität in Wien.

(Mit 2 Tafeln.)

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.<sup>1</sup>



Krystallsystem: monosymmetrisch.

Axenverhältniss:  $a : b : c = 1 \cdot 1612 : 1 : 0 \cdot 7450$ .

$\eta = 101^\circ 10'$ .

Farblose, durchscheinende, bis  $6\text{ mm}$  lange Krystalle mit vorwiegend gut ausgebildeten Flächen, die theils gestreift

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

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

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

	gemessen	gerechnet
$c : a \dots\dots 001 : 100$	$78^\circ 50'$	$78^\circ 52'$
$c : 'a \dots\dots 001 : \bar{1}00$	101 16	101 08
$c : m \dots\dots 001 : 110$	82 41 *	—
— $001 : 111$	—	40 $38\frac{1}{2}$
— $001 : 011$	—	36 10
— $001 : 014$	—	10 $21\frac{1}{2}$
— $001 : \bar{5}10$	—	100 51
$c : \sigma \dots\dots 001 : \bar{5}14$	—	43 $39\frac{1}{2}$
$a : m \dots\dots 100 : 110$	48 43 *	—
— $100 : 101$	—	49 37
— $100 : 111$	—	55 42
$'a : 'D \dots\dots \bar{1}00 : \bar{1}01$	65 26 *	—
$'D : m' \dots\dots \bar{1}01 : \bar{1}\bar{1}0$	74 37	74 05
— $\bar{1}00 : \bar{5}04$	—	58 $10\frac{1}{2}$
— $\bar{1}00 : \bar{5}10$	—	12 50
— $\bar{1}00 : 014$	—	100 57
$'a : \sigma' \dots\dots \bar{1}00 : \bar{5}14$	59 circa	58 $39\frac{1}{2}$
$m' : \sigma' \dots\dots \bar{1}10 : \bar{5}14$	62 circa	62 $34\frac{1}{2}$
— $111 : 011$	—	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).

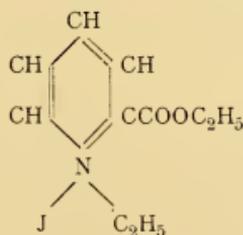
Die optische Untersuchung unter dem Mikroskope ergab auf 100 eine gerade Auslöschung, so wie bei den säulenförmigen Krystallen (auf 100) den Austritt zweier Axen. Die Ebene der optischen Axen liegt parallel zur Symmetrieebene; die erste Mittellinie ist, da sich der Krystall als optisch positiv erwies,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

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

$$EE = 73^{\circ}20' \quad \text{für rothes Licht,}$$

$$EE = 87 \quad 15 \quad \text{für blaues Licht.}$$

## 2. Jodäthylpicolinsäure-Äthylester.<sup>1</sup>



<sup>1</sup> Dargestellt von Herrn Joh. Meyer, siehe S. 135.

Krystallsystem: trimetrisch.

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

Die untersuchte Substanz krystallisiert 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
$c : m \dots \dots 001 : 110$	$90^\circ 00' *$	—
$c : d \dots \dots 001 : 012$	$32 \ 52 \ *$	—
— $001 : 011$	—	$52^\circ 16'$
— $001 : 111$	—	$61 \ 13$
$m : 'm \dots \dots 110 : \bar{1}10$	$90 \ 10$	$90 \ 29$
— $110 : 010$	—	$44 \ 45\frac{1}{2}$
$m : d \dots \dots 110 : 012$	$67 \ 20 \ *$	—
$m : 'd \dots \dots 110 : 0\bar{1}2$	$112 \ 50$	$112 \ 40$
— $011 : 110$	—	$55 \ 50$
$d : d_1 \dots \dots 012 : 01\bar{2}$	$114 \ 02$	$114 \ 16$
— $011 : 111$	—	$38 \ 07$

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

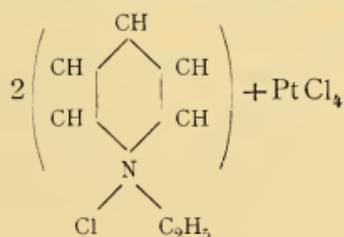
von Vertiefungen und Rissen erkennen lassen, die zumeist die Grenzen einzelner Krystallindividuen bilden.

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 construiert 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.<sup>1</sup>



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.

<sup>1</sup> Dargestellt von Herrn Joh. Meyer, siehe S. 135.

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
$c:p \dots\dots 001:111$	$63^\circ 17' *$	—
$c:a \dots\dots 001:100$	90 00	$90^\circ 00'$
$c:d \dots\dots 001:012$	34 44	34 56
— 001:011	—	54 25
$b:d \dots\dots 010:012$	55 25	55 04
— 010:110	—	45 18
$b:p \dots\dots 010:111$	51 05	51 04
$p:p_1 \dots\dots 111:11\bar{1}$	53 30	53 26
$p:p' \dots\dots 111:1\bar{1}1$	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  $cb$ .

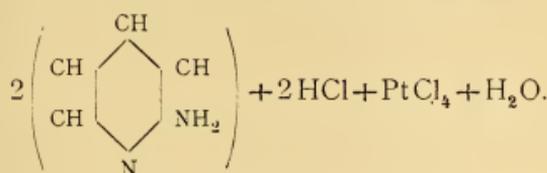
Im Schneider'schen Axenwinkelapparate wurde auf 001 der Austritt zweier Axen in der Ebene 001:010 beobachtet und deren Neigungswinkel für weisses Licht in Glas zu  $GG = 28^\circ 10'$  bestimmt; mit Berücksichtigung der Brechungs-exponenten der Linse berechnet sich aus diesem Werthe der scheinbare Axenwinkel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

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:  $bc_a$ .

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

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

4.  $\alpha$ -Amidopyridin-Chloroplatinat.<sup>1</sup>



Krystallsystem: asymmetrisch.

Axenverhältniss:  $a : b : c = 1.7853 : 1 : 1.5215$ .

$$\xi = 84^\circ 29\frac{1}{2}'$$

$$- \eta = 85^\circ 29\frac{3}{4}'$$

$$- \zeta = 69^\circ 35\frac{1}{2}'$$

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,  $d\{011\}$ ,  $m\{\bar{1}10\}$  (vergleiche Fig. 9).

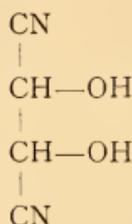
Die Mittelwerthe von 110 Messungen ergaben (Projection, Fig. 10):

	gemessen	gerechnet
$c : a \dots\dots 001 : 100$	$87^\circ 14' *$	—
$c : 'a \dots\dots 001 : \bar{1}00$	$92 \quad 48$	$92^\circ 46'$
— $001 : 010$	—	$94 \quad 13$
$c : d \dots\dots 001 : 011$	$61 \quad 22 \quad *$	—
$c : m \dots\dots 001 : \bar{1}10$	$96 \quad 02$	$95 \quad 59$
$c : 'm \dots\dots 001 : 1\bar{1}0$	$84 \quad 01 \quad *$	—
— $001 : \bar{1}11$	—	$61 \quad 37\frac{1}{2}'$
— $100 : 010$	—	$69 \quad 53$
$a : m \dots\dots 100 : \bar{1}10$	$102 \quad 58$	$102 \quad 55$
$a : 'm \dots\dots 100 : 1\bar{1}0$	$77 \quad 05 \quad *$	—
$a : d \dots\dots 100 : 011$	$70 \quad 48 \quad *$	—
$'a : d \dots\dots \bar{1}00 : 011$	$109 \quad 12$	$109 \quad 12$
— $010 : \bar{1}11$	—	$45 \quad 34\frac{1}{2}'$
— $011 : \bar{1}11$	—	$29 \quad 00\frac{1}{2}'$
— $\bar{1}01 : 111$	—	$61 \quad 25\frac{3}{4}'$

<sup>1</sup> Dargestellt von Herrn Joh. Meyer, siehe S. 135.

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

5. Mesoweinsäurenitril<sup>1</sup>  
(Butan 2, 3 Diol 1, 4 Nitril).



Krystallsystem: monosymmetrisch.

Axenverhältniss:  $a:b:c = 0.8627:1:1.4782$ .

$$\eta = 90^{\circ}49\frac{1}{2}'.$$

Die parallelschalig gebauten, farblosen, durchscheinenden bis wasserhellen Krystalle (Fig. 11) sind von stellenweise corrodirt, 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:  $c\{001\}$ ,  $p\{111\}$ ,  $\pi\{11\bar{1}\}$ ,  $s\{112\}$ ,  $\sigma\{11\bar{2}\}$ ,  $d\{012\}$ ,  $e\{023\}$ ,  $i\{101\}$ ,  $r'\{\bar{3}10\}$ .

Ausser diesen wurden an einem Individuum mehrere undeutlich spiegelnde Flächen in vicinaler Lage zu  $111$  und  $11\bar{1}$  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.

---

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

$c:p \dots \dots 65^\circ 38'$	$p:'\pi \dots \dots 91^\circ 26'$
$c:\pi' \dots \dots 66 \ 41$	$p:'p \dots \dots 73 \ 00$
$p:\pi \dots \dots 48 \ 13\frac{1}{2}$	$p:\pi' \dots \dots 87 \ 58$

109 Beobachtungen.

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

$c:p \dots \dots 66^\circ 03'$	$c:\sigma' \dots \dots 50^\circ 31'$
$c:\pi' \dots \dots 67 \ 25$	$p:s \dots \dots 17 \ 55$
$p:\pi \dots \dots 45 \ 31$	$\pi':\sigma' \dots \dots 16 \ 40$
$\pi':p' \dots \dots 47 \ 00$	$s:'s \dots \dots 54 \text{ circa}$
$p:'p \dots \dots 72 \ 12$	$\pi':\sigma' \dots \dots 68 \ 00$
$\pi:'\pi \dots \dots 73 \ 17$	$c:r' \dots \dots 86 \ 50$
$p:\pi' \dots \dots 89 \ 33$	$'\pi':r' \dots \dots 60 \ 00$
$p':\pi \dots \dots 89 \ 00$	$'p':r' \dots \dots 61 \ 50$
$c:s \dots \dots 48 \ 35$	

95 Beobachtungen.

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

$c:p \dots \dots 63^\circ 24'$	$p':\pi \dots \dots 87^\circ 14'$
$c:\pi' \dots \dots 66 \ 20$	$c:\sigma' \dots \dots 47 \ 00$
$p:\pi \dots \dots 45 \ 30$	$\pi':\sigma' \dots \dots 16 \ 40$
$\pi':p' \dots \dots 49 \ 17$	$p:\sigma' \dots \dots 80 \ 30$
$p:'p \dots \dots 70 \ 10$	$c:'i \dots \dots 59 \ 22$
$\pi:'\pi \dots \dots 71 \ 35$	$'c:'i \dots \dots 120 \ 23$

72 Beobachtungen.

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

$c:p \dots \dots 62^\circ 56'$	$d:s \dots \dots 35^\circ 00'$
$c:\pi' \dots \dots 69 \ 16$	$\pi':d \dots \dots 47 \ 30$
$p:\pi \dots \dots 48 \ 00$	$'p':d \dots \dots 88 \ 10$
$\pi':p' \dots \dots 48 \ 50$	$c:\sigma' \dots \dots 50 \ 51$
$c:s \dots \dots 44 \ 50$	$\pi':\sigma' \dots \dots 18 \ 42$
$p:s \dots \dots 19 \ 08$	$c:e \dots \dots 44 \ 45$
$c:d \dots \dots 34 \text{ circa}$	$e:\pi' \dots \dots 45 \ 30$

108 Beobachtungen.

Im Nachfolgenden erscheinen die Grenzwerte 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).

	Grenzwerte	Mittel <sup>1</sup>	berechnet
$c:p \dots\dots 001:111$	62° 56' bis 66° 03'	64° 34'	65° 38'*
$c:\pi' \dots\dots 001:\bar{1}11$	66 20 > 69 16	67 07	66 41 *
$p:\pi \dots\dots 111:1\bar{1}\bar{1}$	45 30 > 49 17	47 31	47 41
$p:p' \dots\dots 111:\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	70 10 > 73 00	72 08	73 00 *
$\pi:\pi' \dots\dots 11\bar{1}:\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	71 35 > 73 17	72 37	73 41 <sup>1/2</sup>
$p:p' \dots\dots 111:\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	— —	91 26	92 18
$p:\pi' \dots\dots 111:\bar{1}11$	87 14 > 89 33	88 12	87 42
$c:s \dots\dots 001:112$	44 50 > 48 35	46 42	48 10
$c:\sigma' \dots\dots 001:\bar{1}12$	47 00 > 50 51	49 27	48 53
$p:s \dots\dots 111:112$	17 55 > 19 08	18 31	17 27
$\pi:\sigma' \dots\dots \bar{1}11:\bar{1}12$	16 40 > 18 42	17 11	17 48
$\pi:\sigma' \dots\dots \bar{1}11:\bar{1}\bar{1}2$	— —	68 00	68 46
$p:\sigma' \dots\dots 111:\bar{1}12$	— —	80 30	80 12
$s:s' \dots\dots 112:\bar{1}\bar{1}2$	— —	54 circa	58 14
$c:r' \dots\dots 001:\bar{3}10$	— —	86 50	90 47 <sup>1/2</sup>
$\pi:r' \dots\dots \bar{1}\bar{1}\bar{1}:\bar{3}10$	— —	60 00	59 41
$p:r' \dots\dots \bar{1}\bar{1}\bar{1}:\bar{3}10$	— —	61 50	60 09
$c:i \dots\dots 001:\bar{1}01$	— —	59 22	60 :1
$c:i \dots\dots 00\bar{1}:\bar{1}01$	— —	120 23	119 39
$c:d \dots\dots 001:012$	— —	34 circa	36 27
$d:s \dots\dots 012:112$	— —	35 00	34 21
$\pi:d \dots\dots \bar{1}11:012$	— —	47 30	47 35
$p:d \dots\dots \bar{1}\bar{1}\bar{1}:012$	— —	88 10	88 46
$c:e \dots\dots 001:023$	— —	44 45	44 56
$e:\pi' \dots\dots 023:\bar{1}\bar{1}1$	— —	45 30	45 16

<sup>1</sup> 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  $11\bar{1}$ ,  $11\bar{1}$  und  $00\bar{1}$  ihre Bestätigung zu finden. Die solche einspringende Winkel hervorrufende Leisten waren jedoch zu schmal, um messbare Signale zu geben.

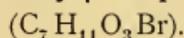
Im polarisirten Lichte zeigten die Platten Doppelbrechung; eine Schwingungsrichtung verläuft nahezu in der Diagonalen, indem sie mit derselben einen Winkel von  $1-4^\circ$  einschliesst.

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  $50^\circ$ ; 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 $\alpha$ -Oxy- $\beta$ -Propiliden-*n*-Buttersäure.<sup>1</sup>



Krystallsystem: monosymmetrisch.

Axenverhältniss:  $a : b : c = 1 \cdot 16945 : 1 : 1 \cdot 47313$ .

$$\eta = 104^\circ 50'.$$

<sup>1</sup> Dargestellt im II. chem. Lab. der Wiener Univ. von Herrn G. Johannny.

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

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

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).

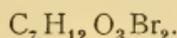
In nachstehender Tabelle erscheinen die beobachteten (302 Beobachtungen) Werthe den gerechneten gegenübergestellt (Projection, Fig. 15).

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

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 $\alpha$ -Oxy- $\beta$ -Propyliden-*n*-Buttersäure.<sup>1</sup>



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  $3\frac{1}{2}$  mm grosse Krystalle, deren Flächen meist geflossen und stellenweise mit Vertiefungen bedeckt erscheinen.

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

Der Abschluss der Säulen wird gebildet entweder durch ein oder durch beide Makrodomen (Fig. 16), in welchem 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).

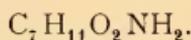
	beobachtet	gerechnet
001 : 101	—	$35^\circ 59'$
001 : 110	—	80 26
001 : 111	—	39 10
100 : 101	—	$50 \ 56\frac{1}{2}$
$\bar{1}00 : \bar{1}01$	—	54 51

<sup>1</sup> Dargestellt von Herrn G. Johanny; siehe S. 193.

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

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  $'m'$  ( $\bar{1}\bar{1}0$ ) der mit der Kante  $\bar{1}\bar{1}0 : \bar{1}10$  eingeschlossene Winkel 30° 10', jener auf  $m'$  ( $\bar{1}10$ ) 20° 30' beträgt.

### 8. Amid der $\alpha$ -Oxy- $\beta$ -Propyliden- $n$ -Buttersäure.<sup>1</sup>



Krystallsystem: asymmetrisch (?).

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

<sup>1</sup> Dargestellt von Herrn G. Johann; siehe S. 193.

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):

$$a : c = 57^{\circ} 24',$$

$$a : d = 80 \quad 28$$

$$a : d' = 99 \quad 14$$

$$a : b = 69 \quad 52$$

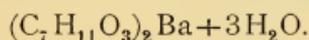
$$a : b' = 110 \quad 10$$

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 $\alpha$ -Oxy- $\beta$ -Propyliden- $n$ -Buttersäure.<sup>1</sup>



Krystallsystem: trimetrisch.

Axenverhältniss:  $a : b : c = 1 \cdot 0989 : 1 : 1 \cdot 0673$ .

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

<sup>1</sup> Dargestellt von Herrn G. J o h a n n y; siehe S. 193.

auch zu dünnen Platten, die partienweise eine verschiedene Orientierung 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	—	64 54
$c : d$ . . . . . 001 : 041	76° 49'*	—
$d : d_1$ . . . . . 041 : 04 $\bar{1}$	26 27	26 22
$c : m$ . . . . . 001 : 110	90 00 *	—
$c : p$ . . . . . 001 : 212	48 circa	47 57
$p : s$ . . . . . 212 : 211	17½° circa	17 47
$c : s$ . . . . . 001 : 211	65° 43'*	—
$c : t$ . . . . . 001 : 421	76 56	77 17
— 421 : 841	—	6 17
— 012 : 212	—	40 35½
— 011 : 211	—	53 01½
— 021 : 421	—	58 44½
— 041 : 841	—	60 34½
$d : s$ . . . . . 041 : 211	58 30	58 35½
$d : m$ . . . . . 041 : 110	43 40	43 57
— 010 : 110	—	42 18
— 110 : 210	—	18 54½
$m : t$ . . . . . 110 : 421	22 16	22 39½

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

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

---

## Inhaltsverzeichniss.

---

	Seite
1. Picolinsäureamid . . . . .	135
2. Jodäthylpicolinsäure-Äthylester . . . . .	137
3. Äthylpyridinchlorid-Chloroplatinat . . . . .	139
4. $\alpha$ -Amidopyridin-Chloroplatinat . . . . .	141
5. Mesoweinsäurenitril . . . . .	142
6. Bromlacton der $\alpha$ -Oxy- $\beta$ -Propyliden- <i>n</i> -Buttersäure . . . . .	145
7. Dibromid       »                       »                       » . . . . .	147
8. Amid           »                       »                       » . . . . .	148
9. Baryumsalz   »                       »                       » . . . . .	149

---









# ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse](#)

Jahr/Year: 1894

Band/Volume: [103](#)

Autor(en)/Author(s): Stengel Ad.

Artikel/Article: [Krystallbestimmung einiger neuer organischer Verbindungen 135-151](#)