

# Glashohlkugel für Kristall- und Edelsteinuntersuchungen und ihre Verwendung als Zusatzgerät zum Universal-Drehtisch

Autor(en): **Waldmann, Hans**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen  
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **27 (1947)**

Heft 2

PDF erstellt am: **25.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-22407>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

# Glashohlkugel für Kristall- und Edelstein- untersuchungen

## und ihre Verwendung als Zusatzgerät zum Universal-Drehtisch <sup>1)</sup>

Von *Hans Waldmann*, Basel

Aus den wissenschaftlichen Laboratorien der  
F. Hoffmann-La Roche & Co. A.-G., Basel

### Inhaltsübersicht

	Seite
I. Problemstellung . . . . .	473
II. Instrumentarium . . . . .	475
Detaillierte Beschreibung der Glaskugel und ihres Zubehörs . . . . .	475
Verwendung der Glaskugel auf dem U-Tisch . . . . .	477
Vergleich der Messmöglichkeiten von Glaskugel und normalem U-Tisch . . . . .	478
III. Untersuchungsverfahren . . . . .	479
1. Vorbereitung eines Kristalles zur Untersuchung . . . . .	480
2. Morphologische Messungen . . . . .	481
3. Optische Untersuchungen . . . . .	482
a) Hauptschwingungsrichtungen . . . . .	482
b) Achsenausstichpunkte . . . . .	483
Vorrichtung zur Analyse mehrfacher Achsenbilder . . . . .	484
c) Beeinflussung der Messungen durch die Doppelbrechung sowie durch grosse Lichtbrechungsunterschiede . . . . .	486
IV. Anwendungsgebiete . . . . .	489
Zerstörungsfreies Untersuchungsverfahren . . . . .	489
Vollständige kristallographische Bearbeitung . . . . .	489
Chemische Kristallographie . . . . .	490
Hilfsmittel zur Edelsteinprüfung . . . . .	490
Didaktik der theoretischen Kristalloptik . . . . .	491
Vier Beispiele . . . . .	491
1. Baryt . . . . .	492
2. Ascorbinsäure . . . . .	496
3. Kupfersaccharinat . . . . .	507
4. Geschliffener Zirkon . . . . .	514
V. Zusammenfassung — Summary — Résumé . . . . .	516
Literatur . . . . .	518
Erläuterungen zur Kunstdrucktafel . . . . .	520

<sup>1)</sup> Die Apparatur wurde an der 124. Jahresversammlung der Schweizerischen Naturforschenden Gesellschaft 1944 erstmals gezeigt; vgl. diese Mitteilungen 24 (1944), 377.

### I. Problemstellung

Die klassische Methode der mikroskopisch-kristalloptischen Untersuchung arbeitet mit Schliffpräparaten der Objekte. Gegenüber diesem Verfahren ist die direkte Prüfung ganzer Kristalle, besonders der niedrigen Symmetrieklassen, nur selten erfolgreich. Durch die mehr oder weniger orientierte Schliffebene wird aber willkürlich eine Ausgangslage des Präparates festgelegt, mit der man sich bei der Bearbeitung abzufinden hat und die im wesentlichen für die Ausbeute einer optischen Untersuchung massgebend ist. Für die Untersuchung in verschiedenen, stark voneinander abweichenden Beobachtungsrichtungen benötigt man mehrere entsprechende Schnittlagen.

Eine Ausdehnung der Messmöglichkeiten, besonders für die Bestimmung des Winkels der optischen Achsen, ist in der Weise gesucht worden, dass man die Schliffpräparate um eine oder mehrere Achsen drehbar anordnet. In den einachsigen Drehapparaten, z. B. nach KLEIN-SCHLOSSMACHER, oder im Achsenwinkelinstrument (1, S. 115 und 131) bestehen Untersuchungsmöglichkeiten für eine einzelne Zone (der Übergang in eine andere Zone erfordert das Umsetzen des Objektes). Mit Hilfe des Universaldrehtisches (U-Tisch) nach FEDOROW kann das Präparat um mehrere Achsenrichtungen innerhalb gewisser Grenzen beliebig gedreht werden, was eine beträchtliche Erweiterung der Untersuchungsmöglichkeiten ergibt. Die Abhängigkeit von der einmal gegebenen Schliffebene bleibt auch für dieses Drehverfahren bestehen. Über dieses Hindernis kommt auch der Konstruktionsvorschlag von NACKEN (8) nicht hinweg. Wohl wird hier an Stelle eines flächigen Dünnschliffes ein ganzer Kristall (geschliffener Edelstein) als körperliches Gebilde in einer Hohlkugel zur Untersuchung auf dem U-Tisch eingesetzt. Die Hohlkugel selbst besteht jedoch aus zwei an ihren Rändern in Metall gefassten hohlen Halbkugeln und diese über die Kugeloberfläche vorstehenden Metallfassungen sind es, die bei einmal eingebrachtem Kristall eine bestimmte Ausgangslage gegenüber dem U-Tisch festlegen.

Die genannten Schwierigkeiten, die einer vollständigen optischen und morphologischen Untersuchung von Einzelkristallen entgegenstehen, werden in einfacher und wirkungsvoller Weise überwunden durch eine Konstruktion, die nachstehenden Anforderungen genügt:

1. Direkte Verwendung ganzer, kleiner bis mittelgrosser Kristalle, ohne Herstellung von Schliffpräparaten.
2. Unbeschränkte Drehbarkeit der Vorrichtung gegenüber einer räumlich feststehenden Beobachtungsrichtung (Mikroskopachse).

3. Anwendbarkeit der bekannten Universaldrehtisch-Methodik unter

4. Einbeziehung des konoskopischen Untersuchungsverfahrens auf dem Drehtisch.

Das neue Hilfsmittel besteht in einer aus Glas geschliffenen Hohlkugel, die keinerlei über ihre theoretische Oberfläche vorspringende Konstruktionsteile aufweist. In den Mittelpunkt dieser Hohlkugel wird der zu untersuchende Kristall gebracht und in eine auf die optischen Eigenschaften des Glases genau abgestimmte Immersionsflüssigkeit eingebettet (eine „homogene Immersion“, deren optische Wirkung im wesentlichen mit derjenigen eines Immersionsobjektivs verglichen werden kann). Durch die Immersion wird die Totalreflexion an der Kristalloberfläche bedeutend gemildert, in günstigen Fällen sogar ganz aufgehoben, das Objekt erscheint somit durchsichtiger. Das Untersuchungsobjekt befindet sich also im Zentrum einer optisch homogenen Kugel, die unter dem Mikroskop unbeschränkt drehbar ist. Dabei können Beobachtungsrichtungen und Messmöglichkeiten in einem besonders grossen Winkelbereich ausgenützt werden; vor allem kann gegenüber einem Dünnschliffpräparat die günstigste Ausgangslage für eine U-Tisch-Messung immer noch frei gewählt werden.

Für die kristalloptische Untersuchung wird die bekannte Drehtisch-Methodik in den Vordergrund gestellt. Damit erschliessen sich diesem interessanten Verfahren weitere Anwendungsgebiete, sowohl hinsichtlich der technischen Möglichkeiten als auch bezüglich der Problemstellung, das ist eine Weiterentwicklung, wie sie von REINHARD erwartet worden ist (13, S. 112). Als experimentelles Verfahren ist die oben erwähnte Verwendung der konoskopischen Methode auf dem U-Tisch nicht neu, so behandelt SCHUMANN (14, S. 236 und frühere Arbeiten) unter der Bezeichnung „Drehkonoskop“ ausführlich die Möglichkeiten der konoskopischen Beobachtung in Verbindung mit dem Drehtisch; auch TRÖGER (15) empfiehlt in gewissen Fällen diese Methode. Gegenüber diesen Verfahren kommen bei der Untersuchung ganzer Kristalle in der Glaskugel viel grössere Präparatendicken zur Anwendung, wodurch die konoskopischen Bilder ausserordentlich scharf werden; zudem kann die Glaskugel auch für sich allein, ohne U-Tisch, zu orientierenden Untersuchungen oder Demonstrationszwecken verwendet werden.

## II. Instrumentarium

Der wichtigste Teil der neuen Vorrichtung ist eine in einem Stück aus optischem Glas geschliffene Kugel. Um den zu untersuchenden Kristall ins Zentrum derselben bringen zu können, ist diese Kugel mit einer senkrecht zu ihrer Oberfläche verlaufenden und den Mittelpunkt umfassenden zylindrischen Bohrung versehen. Die Öffnung des Hohlraumes wird durch ein Metallstück verschlossen, das nirgends über die Kugeloberfläche hinausragen darf. Die Aufgabe dieses Verschlusses ist eine doppelte: einerseits dient er dazu, das Ausfliessen der zur Füllung des Hohlraumes verwendeten Immersionsflüssigkeit zu verhindern, andererseits bildet er den Kristallträger, wofür er je nach den gestellten Anforderungen besonders geformt ist. Die Konstruktion dieser Halter ist immer derart, dass das Präparat zwangsläufig in den Kugelmittelpunkt zu liegen kommt.

Abbildung 1 (Tafel nach Seite 520) zeigt eine messfertig gefüllte Glaskugel; man erkennt den Hohlraum und einen im Greiferverschluss gefassten geschliffenen Stein. Daneben sind zwei Verschlussstücke einzeln von innen und aussen gesehen abgebildet.

### Detaillierte Beschreibung der Glashohlkugel und ihres Zubehörs<sup>2)</sup>

Diese Glaskugel hat einen äusseren Durchmesser von 27 mm. Sie enthält einen zylindrischen, halbkugelig endenden Hohlraum von 12 mm lichter Weite, dessen Zylinderachse und Hohlkugelfläche genau auf den Kugelmittelpunkt zentriert sind. Die äussere Öffnung dieses Hohlraumes wird durch einen Metallzapfen verschlossen, auf dessen kalottenförmiger Aussenfläche (der Fortsetzung der gläsernen Kugeloberfläche) zwei Kerben angebracht sind; sie dienen zum Anfassen des Verschlussstückes mit den Fingernagelspitzen beim Zusammensetzen und Auseinandernehmen der Apparatur. An diesem Verschlussstück befindet sich auch die Vorrichtung zum Befestigen der Untersuchungsobjekte, die je nach deren Form und Grösse verschieden geformt ist: für grössere Kristalle ist der Halter als *Vierpunktgreifer* mit veränderlicher Öffnung der Zange ausgebildet; darin können Kristalle von ca. 5–11 mm Ø festgeklemmt werden. Zum Öffnen und Schliessen dieser Zange dient der hohle, die vier gebogenen Stahl-drähte des Greifers umfassende Gewindebolzen. Mit dem hiefür vorgesehenen Schraubenschlüssel greift man in die Schlitz am Gewindebolzen und schraubt diesen je nach Bedarf heraus oder hinein. Je weiter der Gewindebolzen herausgeschraubt wird, desto mehr schliesst sich die Zange. Ihre maximale Öffnung hat sie, wenn der Gewindebolzen ganz in den Verschluss teil versenkt ist; in dieser Stellung können grösstmögliche Kristalle noch ohne Schwierigkeiten

<sup>2)</sup> Herstellung der Apparatur: Schleifen der Glaskugel: M. GRAF, Präzisionsoptik, Basel. Feinmechanische Ausrüstung: E. WENIGER (Roche) und A. SCHIMPF, Feinmechaniker, Basel.

gefasst werden, dank der Elastizität der vier Greiferarme. Form und Grösse der Zange sind so berechnet, dass, trotz wechselnder Grösse der zu untersuchenden Kristalle, deren Mitte (bei geschliffenen Steinen die Ebene der Rundiste) immer ungefähr in den Kugelmittelpunkt zu liegen kommt. — Zur Befestigung von Kristallen mit weniger als 5 mm Ø eignet sich der Greifer nicht mehr. Für solche Objekte sind Verschlussstücke mit einem zentral angeordneten Glasstäbchen vorgesehen, auf welches der Kristall mit Kitt aufgesetzt wird. Ein einfacher, fester *Aufkitträger* ohne weitere Justiermöglichkeiten ist für Kristalle von 3—5 mm Ø brauchbar, während für kleinste Objekte (ca. 1 mm grösste Ausdehnung) ein durch Gewindebolzen in der Höhe verstellbarer Aufkitträger dient. — Zur Kontrolle und eventuellen Korrektur der Zentrierung der montierten Objekte dient ein kleiner Rohrstutzen — *Justierring* —, der mit der konischen Erweiterung voraus über das Verschlussstück gestülpt wird; die glatt abgeschliffene Fläche entspricht der Mittelpunktsebene der Glaskugel. — Diese Verschlussstücke werden alle nur lose in den äusseren, konisch erweiterten Teil der Bohrung der Glaskugel hineingesteckt und in dieser Stellung durch die Kapillarwirkung der Immersionsflüssigkeit sowie durch Reibung festgehalten.

Da beim Arbeiten mit dieser Glaskugel ihre ungeschützte Oberfläche fortwährend der Gefahr von Beschädigungen, besonders des Zerkratzens an den Auflagestellen, ausgesetzt ist, musste bei der Herstellung auf diesen Umstand Rücksicht genommen werden. Die Wahl fiel auf ein borhaltiges Kronglas, das ist ein hartes und zugleich chemisch widerstandsfähiges Glas mit der Lichtbrechung  $n_D = 1,516$  und niedriger Farbenzerstreuung. Trotz dieser günstigen Materialeigenschaften erfordert die Behandlung der Kugel grosse Sorgfalt, besonders auch, um das Auftreten von Spannungsdoppelbrechung in der grossen Glasmasse zu vermeiden. Es gelten hier die gleichen Anforderungen, die REINHARD (13, S. 38, 39) für U-Tisch-Segmente aufgestellt hat.

Die in der Hohlkugel zur Verwendung gelangenden *Immersionsflüssigkeiten* müssen möglichst genau auf die optischen Eigenschaften des Glases abgestimmt und zudem chemisch indifferent sein. Gute Erfahrungen wurden mit den folgenden 5 Flüssigkeiten gemacht:

	$n_D^{20}$	Siedepunkt (760 mm)
Cedernholzöl, eingedickt	ca. 1,515	ca. 265°
Benzoesaures Cyclohexanol	1,522	285°
Benzoessäure-methylester	1,516	199°
Pseudocumol	1,505	168°
Anisol (Phenol-methyläther)	1,519	154°

Die beiden erstgenannten Flüssigkeiten sind verhältnismässig dickflüssig und daher für länger auszudehnende Untersuchungen geeignet. Benzoesaures Cyclohexanol dürfte wohl das brauchbarste Immersionsmittel für die Untersuchung von anorganischem Material sein. Cedernholzöl ist dagegen für die Einbettung organischer Verbindungen vorzuziehen, weil das benzoesaure Cyclohexanol auf diese Substanzen meist zu stark lösend wirkt. Die übrigen drei Flüssigkeiten sind dünnflüssig und eignen sich wegen ihres relativ hohen Dampfdruckes nur für kurz dauernde Untersuchungen anorganischer Kristalle; zudem ist ihr durchdringender Geruch auf die Dauer unangenehm.

Zur Beobachtung eignen sich besonders die normalen Mikroskopobjektive Nr. 1 oder 1h und Nr. 2 (LEITZ), letzteres und eventuell das U-Tisch-Spezialobjektiv UM 3 sind mit ihrer höheren Apertur besonders zweckmässig für konoskopische Untersuchungen. Die numerische Apertur, wie auch die Eigenvergrößerung der Objektive, erfahren bekanntlich beim U-Tisch-Verfahren eine Steigerung proportional der Lichtbrechung der Glaskugel (bzw. des oberen Segmentes). Die stärkeren Objektive werden in Verbindung mit dem U-Tisch-Spezialkondensator verwendet. — Der allgemeine Gebrauch der Spezialobjektive UM 1—4 ist in Anbetracht der bedeutenden „Präparatendicke“ eines ganzen Kristalles etwas gefährlich wegen gegenseitigen Zerkratzens infolge des geringen Abstandes der Frontlinse vom Scheitel der Glaskugel.

Bei der Einmessung morphologischer Elemente auf dem U-Tisch, die im Gesichtsfeld häufig weit vom Schnittpunkt des Fadenkreuzes entfernt liegen, wird — da im Gegensatz zum Dünnschliff eine Parallelverschiebung des Präparates unmöglich ist — sehr erleichtert durch die Verwendung eines Okulars mit orientiertem Netzmikrometer an Stelle des einfachen Fadenkreuzes. Auf diese Weise kann auch für Flächen in grossem Abstand von der Mikroskopachse die genaue Einstellung senkrecht zur K-Achse des U-Tisches sicher bewerkstelligt werden.

Die Ausrüstung wird vervollständigt durch eine Spezialpinzette, mit der man die Kristallträger-Verschlusstücke am Rande der Kugelkalotte fassen kann. Mit Hilfe dieser Pinzette lassen sich die Vorbereitungen für eine Untersuchung (Aufkitten) und das Einsetzen des Verschlusstückes in die flüssigkeitsgefüllte Kugel sehr leicht und sauber bewerkstelligen.

### Verwendung der Glaskugel auf dem U-Tisch

Bei der Verwendung auf dem U-Tisch nimmt die oben beschriebene Glashohlkugel den Platz der sphärischen Segmente ein und hat auch deren Aufgabe zu erfüllen. In ihren Abmessungen ist die Glaskugel den sogenannten Standardsegmenten von 13,5 mm Radius angepasst, mit denen verschiedene Firmen ihre U-Tische ausrüsten, so die Optischen Werke E. LEITZ, Wetzlar (UT 4, Modell 1931), ferner BAUSCH & LOMB, Rochester (5-kreisiger UT nach EMMONS, 5)<sup>3)</sup>.

Zur Befestigung der Glaskugel auf einem U-Tisch wird an Stelle der herausnehmbaren zentralen Glasplatte ein metallener Träger in Form eines Kreisringes gebracht, in dessen leicht konische Öffnung die Glaskugel bis zum „Äquator“ einsinkt. Die Halterung der Kugel erfolgt durch ein den Segmentfassungen nachgebildetes Metallstück. Spannungsfreie Befestigung gewährleisten die zur normalen U-Tisch-Ausrüstung gehörenden Federklemmen.

---

<sup>3)</sup> Bei anderen bekannten Fabrikaten (FUESS, LEISS, WINKEL-ZEISS) mit Segmenten von nur 14—20 mm Ø kann die Glashohlkugel möglicherweise nicht ohne weiteres verwendet werden.

Die Einstellung des Präparates (Kugelmittelpunkt) auf den Schnittpunkt der horizontalen Achsen des U-Tisches wird prinzipiell in gleicher Weise vorgenommen wie die Höheneinstellung eines Dünnschliffes. Dieses Verfahren ist meist etwas mühsam, da die Lage des Kugelmittelpunktes innerhalb des Untersuchungsobjektes kaum zu fixieren ist. Rascher führt folgender Weg zum Ziel: unter Verwendung eines mittelstarken Objektivs (z. B. LEITZ Nr. 3) stellt man in der Ruhestellung des U-Tisches ein Stäubchen auf dem Kugelscheitel scharf ein, dann wird — nach Abnehmen des Objektivs, aber ohne Veränderung der Tubuseinstellung — der Drehtisch um die K- oder H-Achse <sup>4)</sup> um 180° gedreht („durchgeschlagen“) und nun mit dem gleichen Objektiv wiederum ein Stäubchen auf der Kugeloberfläche in der Nachbarschaft der Mikroskopachse scharf eingestellt. Der Höhenunterschied gegenüber der vorherigen Einstellung gibt eindeutig Auskunft über Richtung und Grösse der erforderlichen Korrektur. Indem man dieses Verfahren 2 bis 3 mal wiederholt, kann eine sehr genaue Höheneinstellung des Kugelmittelpunktes erreicht werden.

Wie verhalten sich nun die Messmöglichkeiten mit der Glashohlkugel zu denjenigen an einem normal mit Dünnschliff ausgerüsteten U-Tisch?

Bei Schliffpräparaten bildet — wie schon weiter oben ausgeführt wurde — die Präparatenebene bzw. die Schliffnormale eine unabänderliche Ausgangslage. Von dieser ausgehend, sind Neigungswinkel bis zu 60° nach jeder Seite um die Horizontalachsen H und K praktisch ausnützlich, während in der Umgebung der Schliffebene eine Kugelzone von etwa 60 „Breitengraden“ (je 30° über und unter der Schliffebene) der Beobachtung nicht zugänglich ist. Die selbe Begrenzung der Messmöglichkeiten gilt auch für das Instrument nach NACKEN (8), mit dem einzigen Unterschied, dass in morphologischer Hinsicht Ober- und Unterseite des Präparates (bezogen auf die Ebene des innersten Messkreises) meistens nicht identisch sein werden, wie dies bei einem Dünnschliff immer der Fall ist.

Bei der Glashohlkugel dagegen wird die Sicht auf das Objekt nur durch den Verschluss verdeckt und zwar innerhalb eines Kugelsektors, gegeben durch den inneren Rand des Verschlusssteiles. Der ganze Öffnungswinkel dieses Kugelsektors beträgt etwa 96°. In einem gleich grossen Kugelsektor, wie durch den Verschluss verdeckt wird, kann das Objekt nur in der Aufsicht, dagegen nicht im durchfallenden Licht beobachtet werden; in diesem Bereich sind also allenfalls noch morphologische Messungen durchführbar.

Zahlenmässig verglichen, verhalten sich die der Beobachtung zugänglichen Winkelräume bei der Glashohlkugel und beim normal ausgerüsteten U-Tisch wie 5:4 für Messungen im durchfallenden Licht, also vor allem für optische Untersuchungen, während die Sicht auf das Objekt überhaupt in einem um weitere 30% grösseren Winkelbereich möglich ist. Ausschlaggebend für die Überlegenheit der Glashohlkugel ist aber, dass in der Ebene senkrecht zum Kristallträger eine volle Kugelzone in der Breite von mindestens 80° der

<sup>4)</sup> Wir bedienen uns in diesen und den nachfolgenden Ausführungen der Bezeichnungsweise von M. REINHARD (13), Teil I B; vgl. ferner die Fussnote 7, Seite 487.



ungehinderten Beobachtung zugänglich ist. Bei geeigneter Orientierung des Kristalles auf dem Träger (vgl. S. 480) kann also in diesem Bereich ein Maximum an Messmöglichkeiten herausgeholt werden. — Zur Erhöhung der Beobachtungsmöglichkeiten (des Wirkungsgrades) könnte unter Verzicht auf den grossen Hohlraum der beschriebenen Vorrichtung der tote Winkelbereich noch merklich verkleinert werden.

### III. Untersuchungsverfahren

Mit Hilfe dieser Glashohlkugel können also kleinere, ganze, durchsichtige Kristalle unter Ausnutzung der Messkreise eines U-Tisches morphologisch und kristalloptisch untersucht und gemessen werden. Hierfür kann im Prinzip die bei der Feldspat-Bestimmung übliche Methodik angewendet werden; Besonderheiten des neuen Untersuchungsverfahrens, die sich gegenüber der normalen FEDOROW-Methode ergeben, werden eingehend besprochen werden.

Die Darstellung und Auswertung der Messresultate erfolgt am übersichtlichsten in der stereographischen Projektion. Auf diesem Wege lassen sich nach bekannten Verfahren (vgl. z. B. die Zusammenstellung von BOEKE (3)) alle erforderlichen Bestimmungen morphologischer Elemente mit einer den U-Tisch-Messungen entsprechenden Genauigkeit auf graphischem Wege durchführen, so auch die Bestimmung der zur Aufstellung eines Achsenverhältnisses notwendigen Kantenwinkel, vorausgesetzt, dass die entsprechenden Winkelmessungen vorliegen. Projektionsebene für die stereographische Projektion wird hier die mit dem untersuchten Kristall in keiner Beziehung stehende Ebene des innersten Messkreises (Normalenebene zu N). Die Möglichkeit einer sphärisch-trigonometrischen Berechnung direkt aus den am U-Tisch gemessenen Winkeln wird in der Fussnote 7 (Seite 487) sowie an Hand der Beispiele (Seiten 495, 504 und 513) behandelt.

Die Voraussetzungen für eine einwandfreie mikroskopische Abbildung sind nur bei Verwendung kleiner Kristalle einigermaßen erfüllt, d. h. nur dann, wenn der Objektdurchmesser gegenüber dem Kugelradius in den Hintergrund tritt; am günstigsten erweisen sich 1—3 mm grosse Kriställchen. Je kleiner aber das zu untersuchende Objekt ist, umso höhere Anforderungen müssen an die Genauigkeit der Justierung gestellt werden. Kristalle von 4 und mehr mm Durchmesser umfassen auch bei mangelhafter Zentrierung immer noch den Kugelmittelpunkt. Für den Abbildungsvorgang dürfen allerdings so grosse Kristalle nicht einmal mehr näherungsweise als „im Kugelmittelpunkt befindlich“ betrachtet werden; die Bildqualität, beson-

ders auch die Tiefenschärfe, nimmt mit zunehmender Kristallgrösse rasch ab. Zudem ist es auch bei schwächster mikroskopischer Vergrösserung nicht mehr möglich, so ausgedehnte Objekte vollständig im Gesichtsfeld des Okulars abzubilden. Besonders der letztgenannte Umstand erschwert bei grossen Kristallen die Festlegung morphologischer Bezugsrichtungen ausserordentlich. Wir befassen uns in den folgenden Ausführungen daher ausschliesslich mit kleinen, für alle Messungen geeigneten Objekten.

### 1. Vorbereitung eines Kristalls zur Untersuchung

Ist eine eingehende Untersuchung in der Glaskugel geplant, so lohnt es sich, den Kristall zuerst unter dem Mikroskop etwas zu studieren. Für optische Untersuchungen hat es sich als zweckmässig erwiesen, den Kristall so zu befestigen, dass die Richtung der optischen Normalen ( $n_\beta$ ) ungefähr mit der Achse des Kristallträgers zusammenfällt.

Alle nun zu beschreibenden vorbereitenden Handlungen lassen sich in viel kürzerer Zeit bewerkstelligen, als zur Anfertigung eines Dünnschliffes erforderlich wäre.

Der zu untersuchende kleine Kristall wird mit möglichst wenig Leim in geeigneter Stellung auf dem Kristallträger befestigt. Wir verwenden hierzu zweckmässigerweise den in der Höhe einstellbaren Aufkitträger. Unter Kontrolle mit dem Justierring wird die Höheneinstellung so lange reguliert, bis sich der Kristall genau in der Höhe der Mittelpunktsebene der Glaskugel befindet. Nun benetzt man den Kristall mit der Immersionsflüssigkeit und füllt gleichzeitig alle Hohlräume auf der Innenseite des Kristallträgers (z. B. die Schlitze am Gewindebolzen) sorgfältig mit Flüssigkeit. Hierauf taucht man das so vorbereitete Präparat in die mit Immersionsflüssigkeit angefüllte Bohrung der Glashohlkugel. Sobald das Verschlussstück bis zum Anschlag in die Kugel versenkt ist, befindet sich der Kristall im Mittelpunkt und ist zur Untersuchung bereit. Wesentlich ist, dass weder beim Einfüllen der Flüssigkeit noch beim nachfolgenden Einsetzen des Kristalles Luftblasen zurückbleiben oder eingeschleppt werden. Selbst kleinste Luftbläschen stören, da sie sich immer an der höchsten Stelle des Hohlraumes, welche meist in unmittelbarer Nähe der Mikroskopachse liegt, sammeln und so die Beobachtung beeinträchtigen. Ebenso sehr wie Luftblasen stören grössere Staubteilchen, Stoffasern usw. wegen ihres Aufleuchtens im polarisierten Licht.

Nun sucht man unter dem Mikroskop die günstigste Ausgangslage für eine Messung auf, d. h. diejenige Stellung, in welcher die Drehungen des U-Tisches am ergiebigsten werden. Je nach Bedarf können — infolge der unbeschränkten Drehbarkeit der Glaskugel — am gleichen Objekt Messungen in verschiedenen Ausgangslagen vor-

genommen werden. Solche mehrfachen Messungen ergänzen sich gegenseitig, wie an einem Beispiel gezeigt werden soll:

Ein monokliner Kristall mit ausgeprägter Zone der *b*-Achse. Die Ebene der optischen Achsen ist (010),  $2V = \text{ca. } 60\text{--}90^\circ$ . Die Ausbeute der Untersuchung ergibt in der

Orientierung	morphologisch	kristalloptisch
A. <i>b</i> -Achse in Richtung der Achse des Kristallträgers.	In der Zone [010] nicht alle Flächen einstellbar; Endflächen je nach Lage meist gut messbar.	2 Hauptschwingungsrichtungen (darunter $n_\beta$ ) und beide Achsenausstichpunkte einstellbar; 2 <i>H</i> direkt messbar.
B. <i>b</i> -Achse senkrecht zur Achse des Kristallträgers.	Alle Flächen der Zone [010] messbar, Endflächen wie in Lage A.	Alle 3 Hauptschwingungsrichtungen, aber nur ein Achsenausstichpunkt einstellbar.

## 2. Morphologische Messungen

Eine Flächenlage wird auf dem U-Tisch eingemessen durch Drehen des Präparates um die Achsen *N* und *H*, bis bei Kontrolle mit der *K*-Achse die gewünschte Fläche senkrecht zu dieser Richtung steht, d. h. sich in sich selbst dreht; die Richtung der *K*-Achse entspricht dann der gesuchten Flächennormalen. Messtechnisch ist es vorteilhaft, einerseits die Einstellung einer Flächenlage während einer ganzen Umdrehung der *K*-Achse zu verfolgen, andererseits durch Kombination von durchfallendem Licht und Auflicht die Begrenzungen der Fläche möglichst scharf hervortreten zu lassen. — In Fällen, wo diese Art der Einstellung einer Flächennormalen ohne Versetzen der Kugel unmöglich wäre, hilft häufig noch — in analoger Weise ausgeführt — das Einstellen von Kantenrichtungen parallel zur *K*-Achse und Konstruktion des Flächenpols aus dem Schnitt zweier Kanten. Bei ausgeprägt prismatischen bis nadeligen Kristallen kann die betreffende Zonenachse meist recht genau durch Einstellen parallel *K* festgelegt werden. Auf die Nützlichkeit eines orientierten Netzmikrometers an Stelle des einfachen Fadenkreuzes für die morphologischen Messungen ist bereits Seite 477 hingewiesen worden. Alle diese morphologischen Bestimmungen reichen jedoch bei weitem nicht an die Genauigkeit der üblichen goniometrischen Messungen heran, denn bei diesem streifenden Anvisieren stören eventuell vorhandene Aufwachsungen und Unebenheiten (z. B. Vizinflächen) ausserordentlich stark.

Bei guter Ausbildung der Kristallflächen ist es natürlich möglich, den Kristall vorgängig der optischen Untersuchung auf einem Reflexionsgoniometer zu vermessen, wobei man z. B. den schon fertig auf dem Kristallträger der Glaskugel montierten Kristall zweikreisig messen kann. In solchen Fällen ist es aber trotzdem notwendig, in der Glaskugel einige morphologische Elemente auf dem U-Tisch einzumessen, um die Optik auf das Kristallgebäude beziehen zu können. Kristalle mit matten, z. B. verätzten Flächen, die auf dem Goniometer überhaupt keine brauchbaren Reflexe mehr geben, können nach dem oben beschriebenen Verfahren immerhin noch orientierend vermessen werden.

### 3. Optische Untersuchungen

Die wesentliche, mit Hilfe des U-Tisches durchführbare Bestimmung ist die Festlegung der Orientierung und der relativen Form des Indexellipsoides im untersuchten Kristall (Hauptschwingungsrichtungen, Richtungen der optischen Achsen und optischer Charakter). Dies gilt ebensogut für die Untersuchung ganzer Kristalle in der Glashohlkugel wie für Dünnschliffpräparate zwischen den sphärischen Segmenten. Die Bestimmung einzelner Hauptbrechungsquotienten gehört eigentlich nicht mehr in den Bereich der U-Tisch-Messung (vgl. dazu NIKITIN, 12, S. 54 ff.); diese werden im allgemeinen besser nach anderen bekannten Verfahren ermittelt, z. B. mittels der Immersionsmethode. In gewissen, besonders günstigen Fällen können bestimmte Brechungsindices (keine Hauptbrechungsindices!) direkt in der Glaskugel gemessen werden, nämlich dann, wenn die Lichtbrechung des Immersionsmittels zwischen zwei Hauptbrechungsindices des untersuchten Kristalles liegt (Einzelheiten siehe beim Beispiel Ascorbinsäure, Seite 505. Wünschenswert für unsere Untersuchungen ist die Kenntnis von mindestens einem Hauptbrechungsindex, am zweckmässigsten ist  $n_{\beta}$ .

#### a) Hauptschwingungsrichtungen

Die Ermittlung der Hauptschwingungsrichtungen erfolgt in der bei der FEDOROW-Methodik üblichen Weise durch Aufsuchen der Auslöschungslagen, d. h. man orientiert den zur untersuchten Ellipsoid-Hauptachse senkrecht stehenden Hauptschnitt parallel zu einem der Nicol-Hauptschnitte und gleichzeitig senkrecht zur K-Achse. Die Schwingungsrichtungen der im eingestellten Hauptschnitt sich fortpflanzenden Wellenzüge liegen in diesem Hauptschnitt bzw.

senkrecht dazu und verlaufen somit parallel den Hauptschnitten der gekreuzten Nicols.

Bei grossen Unterschieden in der Lichtbrechung von Kristall (eingestellter Hauptschwingungsrichtung) und Einbettungsflüssigkeit bzw. Glaskugel ist es häufig recht schwierig, saubere Auslöschungsstellungen zu erzielen. Oft muss man sich mit angenäherten Bestimmungen zufrieden geben. In solchen Fällen werden folgende Erscheinungen beobachtet: beim Schwenken des Präparates um die K-Achse hellt der Kristall ganz schwach, aber deutlich auf. Diese Aufhellung ist nicht gleichmässig über den ganzen Kristall, sondern individuell für einzelne Kristallflächen mehr oder weniger stark, aber sie ist unabhängig vom Auftreten von Totalreflexion. Diese Art der Aufhellung gibt dem Kristall das Aussehen eines *Phantoms*. Durch Neigen um H lässt sich meistens die Auslöschungslage nicht wieder herstellen, oder doch nur für einzelne der aufgehellten Flächen, während die anderen noch heller werden. Drehen um M zeigt, dass die Schwingungsrichtungen einzelner benachbarter aufgehellter Flächen meistens nicht einheitlich, sondern in entgegengesetztem Richtungssinn aus der Auslöschungslage verdreht sind. Nach den bisherigen Untersuchungen scheinen die beschriebenen Aufhellungen sekundäre Effekte zu sein, also nicht prinzipiell mit der U-Tischmethode verknüpft zu sein; die Erscheinungen beruhen sehr wahrscheinlich auf einer Drehung der Polarisationsrichtung bei Brechung oder Totalreflexion der Strahlen unter sehr grossen Einfallswinkeln.

#### b) *Achsenausstichpunkte*

In Anbetracht der gegenüber einem Dünnschliff bedeutenden Dicke der zu untersuchenden Kristalle und der hieraus resultierenden hohen Gangunterschiede treten — auch bei stärkster Aperturbeschränkung — in der Nachbarschaft der Ausstichpunkte der optischen Achsen so kräftige Aufhellungen ein, dass deren genaue Lage nicht mehr in der üblichen Weise orthoskopisch durch Dunkelstellungen festgelegt werden kann. Als vollwertiger Ersatz dafür ist es aber fast immer möglich, einwandfreie konoskopische Bilder zu erhalten — trotz der niedrigen Apertur der abbildenden Optik.

Im Interferenzbild kann man die Achsenpositionen sehr scharf einstellen sowie den Achsenwinkel  $2H$  (= scheinbarer Achsenwinkel in der Immersionsflüssigkeit) genau messen<sup>5)</sup>, insbesondere bei Dia-

<sup>5)</sup> Über die für diese Messungen erforderliche genaue Zentrierung der BERTRAND-Linse vgl. TRÖGER (15), S. 188.

gonalstellung der K-Achse; auch kann der optische Charakter in dieser Stellung gut ermittelt werden. Die niedrige Beobachtungsapertur lässt natürlich nur kleinste Ausschnitte der Interferenzfigur sichtbar werden, dafür erscheinen diese Teile so gross, dass noch geringfügige Achsendispersionen erkannt und untersucht werden können, welche bei der üblichen Erzeugung der Achsenbilder durch Objektive hoher Apertur nicht mehr sichtbar sind (siehe die Beispiele Ascorbinsäure und Kupfersaccharinat, Seite 505 und 513).

Häufig gelangen mehrere Achsenbilder gleichzeitig zur Abbildung; das rührt davon her, dass der Austritt einer optischen Achse in der Nähe einer Kante oder Ecke erfolgt und somit die Interferenzfigur gleichzeitig durch verschiedene Kristallflächen sichtbar wird. Für genaue Auswertungen gilt es in solchen Fällen festzustellen, welches Achsenbild durch welche Kristallfläche gesehen wird. Die Entscheidung hierüber lässt sich im allgemeinen in einfacher Weise treffen durch vergleichende orthoskopische und konoskopische Beobachtung bei geeigneter Ausschaltung einzelner Partien des Strahlenganges. Für diese Analyse mehrfacher Achsenbilder ist ein metallener Schieber mit Abdeckvorrichtung entwickelt worden, passend für den Tubusschlitz (Fig. 4).

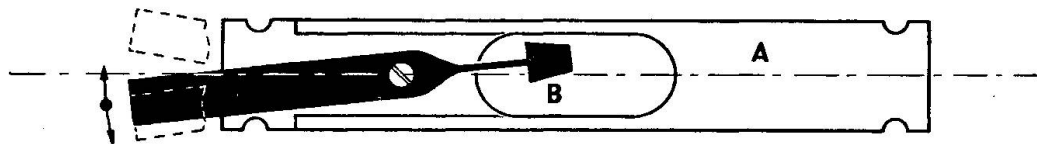


Fig. 4. Abdeckschieber zur Analyse mehrfacher Achsenbilder

Der metallene Schieber A, in der Form wie ein Quarzkeil, trägt in der Mitte eine Öffnung für den Durchtritt des Strahlenganges. Diese ist etwas mehr als doppelt so lang wie breit, wobei die Breite der lichten Weite eines Gips- oder Glimmerplättchens (Ausführung LEITZ) entspricht. Die eine Hälfte der Öffnung ist vollkommen frei (ein sog. Leerloch), während in der anderen Hälfte ein spatenförmiges Metallstück B in seitlicher Richtung verschiebbar angebracht ist. Die Spatenform wurde gewählt, damit auch Randpartien vollkommen bestrichen werden können. Durch Verschieben der ganzen Vorrichtung in Richtung des Tubusschlitzes einerseits und seitliche Bewegung des spatenförmigen Teiles andererseits kann nun jeder beliebige Teil des Strahlenganges vom Tubusschlitz aus abgedeckt werden. Die Wirksamkeit der Vorrichtung bei Untersuchungen auf dem U-Tisch, bzw. mit der Glaskugel beruht darauf, dass bei den

zur Verwendung kommenden schwachen Objektiven (vgl. Seite 477) die hintere Brennebene, in welcher das Interferenzbild<sup>6)</sup> entsteht, ungefähr in der Höhe des Tubusschlitzes liegt. In der Interferenzfigur vorgenommene Abdeckungen bewirken nun im reellen mikroskopischen Bild nur Helligkeitseffekte ohne wesentliche Störung der „Zeichnung“. An Hand dieser Helligkeitseffekte kann der Verlauf einzelner Strahlenbündel festgestellt werden. — Dieser Schieber hat sich für die Analyse mehrfacher Achsenbilder als überaus nützlich und zuverlässig erwiesen. Er kann aber auch bei anderen Untersuchungen wertvolle Dienste leisten, z. B. wenn es sich darum handelt, unabhängig von Achsenrichtungen den Verlauf einzelner Strahlenbündel zu verfolgen.

Man deckt bei konoskopischer Beobachtung mit Hilfe des eben beschriebenen Schiebers eines der mehrfachen Achsenbilder ab und beobachtet nach Ausschaltung der BERTRAND-Linse, welche Kristallfläche durch die vorgenommene Abdeckung verdunkelt erscheint, bzw. bei Entfernen der Abdeckung aufhellt. Die BERTRAND-Linse ist für diese Untersuchungen mit maximaler Öffnung zu verwenden, wogegen es zweckmässig sein kann, die Beleuchtungsapertur mehr oder weniger zu beschränken, um die sich meistens überlagernden Achsenbilder voneinander zu trennen. Für die richtige Interpretation dieser Verdunkelungserscheinungen ist zu beachten, dass mikroskopisches Bild und Interferenzfigur gegeneinander seitenverkehrt liegen. Die Abbildungen 2 und 3 (Tafel nach Seite 520) veranschaulichen diese Ausführungen; vgl. auch die zu diesen Figuren gehörenden Erläuterungen.

Bei den verschiedenen optischen Messungen auf dem U-Tisch gibt es mannigfache, voneinander unabhängige Einstellmöglichkeiten, die zu Kontrollmessungen ausgezeichnet geeignet sind. So können die Positionen der Achsenausstichpunkte zweiachsiger Kristalle nicht nur durch die  $k$ -Werte bei Einstellung der Achsenebene senkrecht  $K$  ermittelt werden, sondern jede Achsenlage kann einzeln nur nach  $n$  und  $h$  (bzw.  $r$ ), ohne Mitwirkung der  $K$ -Achse ( $k = 0^0$ ), eingemessen werden. Ferner kann man Auslöschungsschiefen in be-

---

<sup>6)</sup> Unter dem „Interferenzbild“ ist hier die nach der ABBE'schen Theorie bei jeder mikroskopischen Abbildung in der hinteren Brennebene des Objektivs entstehende Interferenzerscheinung zu verstehen, die dort immer und unabhängig von der Verwendung polarisierten Lichtes (gekreuzte Nicols) vorhanden ist. — Bei den Objektiven von höherer Apertur liegt die hintere Brennebene schon so weit unterhalb des Tubusschlitzes, dass eine Abdeckung in dieser Höhe bereits zu empfindlichen Störungen des Abbildungsvorganges führt.

stimmten Ebenen direkt messen, die sonst aus der stereographischen Projektion entnommen werden müssten, wenn man auf Grund morphologischer Messungen die betreffende Ebene senkrecht zur Beobachtungsrichtung  $M$  einstellt. In den Beispielen wird auf diese Möglichkeiten besonders hingewiesen werden.

c) *Beeinflussung der Messungen durch die Doppelbrechung sowie durch grosse Lichtbrechungsunterschiede*

Der für optische Arbeiten ideale Zustand, nämlich ein optisch homogenes System, lässt sich für die vorliegenden Untersuchungen nicht verwirklichen. Die Angleichung der zur Einbettung des Kristalles benötigten Flüssigkeit an die optischen Eigenschaften der Glashohlkugel kann (für monochromatisches Licht) fast vollkommen erreicht werden, aber nur selten wird sich die mittlere Lichtbrechung der zu untersuchenden Kristalle hier einfügen. Immer bleibt jedoch die Doppelbrechung als komplizierender Faktor bestehen (z. B. BERK (2), S. 15).

Es gilt nun abzuklären, wie diese vom Idealfall mehr oder weniger stark abweichenden Bedingungen die U-Tisch-Messung beeinflussen. Eine Diskussion der kristalloptischen Verhältnisse, welche die theoretischen Voraussetzungen für die U-Tisch-Methode bilden, überschreitet jedoch den Rahmen dieser Abhandlung. Diese Untersuchungen bleiben einer späteren Veröffentlichung vorbehalten. Hier geben wir nur die für das Arbeiten mit der Glashohlkugel wesentlichen Folgerungen:

A. Ein Einfluss der Doppelbrechung irgendwelcher Grösse auf die Eindeutigkeit der Messungen am U-Tisch ist bei der Ermittlung der Lage der optischen Vektoren (Hauptschwingungsrichtungen und optische Achsen) nicht vorhanden, wie TRÖGER (15) und SCHUMANN (14) nachgewiesen haben. Dies ist eminent wichtig für die allgemeine Anwendbarkeit der Glashohlkugel, da die Doppelbrechung bei organischen Verbindungen überraschend häufig ausserordentlich hohe Beträge erreicht, wie sie bei Mineralien nur selten angetroffen werden (WALDMANN, 16, Seite 337).

Gelegentlich zu beobachtende Aufhellungen bei der Einstellung von Hauptschwingungsrichtungen, die bei grossem Unterschied in der Lichtbrechung Glas/Kristall verbunden mit hoher Doppelbrechung auftreten, sind auf S. 483 ausführlich besprochen worden.

B. Die Unterschiede in der Lichtbrechung von Kristall und Einbettungsmedium beeinflussen die Messungen in ver-



schiedener Beziehung und wechselndem Ausmass, je nachdem, ob man eine optische Achse oder eine Hauptschwingungsrichtung einzumessen hat.

$\alpha$ ) Stellt man eine optische Achse in die Beobachtungsrichtung  $M$  ein, so ist eine Korrektur nach dem Kippwinkel  $h$  (oder  $r$ ), bzw. nach dem Winkel zwischen  $M$  und der Durchtrittsfläche am Kristall erforderlich. Die Korrektur erfolgt nach dem SNELLIUS'schen Brechungsgesetz. Wir haben es ja mit einer Wellennormalenrichtung zu tun, ferner herrscht längs der optischen Achse keine Doppelbrechung; der wirksame Brechungsquotient im Kristall ist  $n_\beta$ . Wir schreiben das Brechungsgesetz am zweckmässigsten in der Form der Gleichung konstanter Apertur:

$$N_i \cdot \sin r = n_\beta \cdot \sin r^*, \quad (I)$$

dabei bedeuten:

$N_i$  = Brechungsindex des Immersionsmittels, bzw. der Glaskugel,  
 $r$  = Neigungswinkel der Flächennormalen der Durchtrittsfläche gegen die Beobachtungsrichtung  $M$  (= scheinbare Richtung der optischen Achse <sup>7)</sup>),

<sup>7)</sup> Bei dieser mathematischen Formulierung drängt sich eine Ergänzung der REINHARD'schen Bezeichnungsweise auf, die im Hinblick auf ihre Anwendung bei den Beispielen (Seite 492—515) sowie zur rechnerischen (sphärisch-trigonometrischen) Auswertung der Messergebnisse (siehe auch Seite 479) hier erläutert werden soll:

Bei der notwendigen strengen Unterscheidung zwischen Einstellungen in die Beobachtungsrichtung  $M$  [siehe oben  $B\alpha$ ], insbesondere für die Einmessung optischer Achsen nur nach  $n$  und  $h$ : vgl. Seite 485], bzw. in die dazu senkrechte Richtung der K.-Achse [siehe  $B\beta$ ] sowie bei den morphologischen Messungen] muss auch in der Schreibweise eine eindeutige Kennzeichnung getroffen werden. In Anlehnung an die bei goniometrischen Messungen übliche Bezeichnung der Poldistanz mit  $\varrho$ , wählen wir für die analoge Kippung um die H-Achse bis zur Einstellung der gewünschten Richtung parallel  $M$  die Bezeichnung  $r$ ; daneben bleibt aber für Kippungen um  $H$  zwecks Einstellung einer Richtung parallel zur K-Achse die Bezeichnung  $h$  bestehen. Je nach den Umständen können folgende zahlenmässigen Beziehungen zwischen  $h$  und  $r$  auftreten: a)  $h$  und  $r$  sind voneinander unabhängige Grössen; b)  $h$  und  $r$  hängen miteinander zusammen, wobei entweder  $h = r$  ist, aber mit verschiedenem Richtungssinn (Vorzeichen), oder  $h + r = 90^\circ$  wird.

Den letzten Fall wird man besonders zu berücksichtigen haben bei der rechnerischen Auswertung der Messresultate. Dabei handelt es sich darum, sphärische Dreiecke zu suchen, welche gemessene Grössen in solcher Verbindung enthalten, dass die gesuchten Stücke daraus berechnet werden können. Dies ist am einfachsten, wenn solch ein Dreieck aus zwei nach  $n$  und  $h$  bzw.  $r$  gemessenen Elementen und der Position der Normalenachse

$r^*$  = Neigungswinkel derselben Flächennormalen gegen die optische Achse im Kristall (= wahre Richtung der optischen Achse)<sup>7)</sup>.

Bei dieser Berechnung erkennt man wieder die auf Seite 484 besprochene Bedeutung der richtigen Zuordnung von eingemessener scheinbarer Achsenposition und der zugehörigen Durchtrittsfläche am Kristall.

$\beta$ ) Stellt man dagegen eine Hauptschwingungsrichtung parallel zur K-Achse ein, so trifft man recht verwickelte Verhältnisse an, die noch nicht befriedigend geklärt sind. Theoretisch sollte man nämlich erwarten, dass Hauptschwingungsrichtungen am U-Tisch eingemessen werden können, ohne vom Lichtbrechungsunterschied Kristall/Glashohlkugel (oder Segment) irgendwie abhängig zu sein. Man vergleicht ja immer eine Hauptschwingungsrichtung mit den gegebenen Polarisationsrichtungen der Nicol-Hauptschnitte. Nun findet man tatsächlich Fälle mit sehr hohen Lichtbrechungsunterschieden, in denen die beobachtete Abhängigkeit von der Lichtbrechung der Segmente innerhalb der Messgenauigkeit liegt.

N (= Zentrum der stereographischen Projektion) gebildet wird. Zum Beispiel: gemessen sei eine scheinbare Achsenposition A nach  $n$  und  $r$  sowie der Pol der zugehörigen Durchtrittsfläche X nach  $n$  und  $h$ . Von dem Dreieck ANX kennt man die Seiten

$$\begin{aligned} \text{AN:} & \quad r_A \\ \text{XN:} & \quad 90 - h_X = r_X, \quad \text{sowie den eingeschlossenen Winkel bei} \\ \text{N:} & \quad n_X - n_A. \end{aligned}$$

Aus diesen Daten lässt sich der Meridiankreisbogen zwischen dem Achsenausstichpunkt A und dem Flächenpol X berechnen (Cosinus-Satz), sowie gegebenenfalls der Winkel des Dreiecks an der Ecke X. Eine übersichtliche Zusammenstellung der erforderlichen trigonometrischen Formeln hat C. KLEIN (7) gegeben. — Anwendungen solcher Berechnungen finden sich in den Beispielen.

Die durch graphische oder numerische Verfahren auf eine „wahre“ Richtung korrigierten Winkel  $h$ ,  $r$  oder  $k$  werden im folgenden als  $h^*$ ,  $r^*$  bzw.  $k^*$  geschrieben. Der Vollständigkeit halber sei das ganze Bezeichnungsschema ausgehend von den REINHARD'schen Benennungen nochmals zusammengestellt:

Drehachsen am UT 4	spezielle Einstellung	gemess. Winkel	korrig. Winkel
Normalenachse N	—	$n$	—
Horizontalachse H	// K	$h$	$h^*$
	// M	$r$	$r^*$
Auxiliärachse A	—	$a$	—
Kontrollachse *) K	// M	$k$	$k^*$
Mikroskopachse M	—	$m$	—

\*) Bei vereinfachten Messverfahren werden gelegentlich mittels der Kontrollachse K Einstellungen vorgenommen, die effektiv als  $h$  bzw.  $r$  notiert werden müssen.

Meistens ist dagegen eindeutig eine gewisse Abhängigkeit von der Lichtbrechung der Segmente festzustellen; diese ist aber viel kleiner, als nach dem SNELLIUS'schen Brechungsgesetz erwartet werden müsste. Bei einachsigen Kristallen kann in Spezialfällen das Brechungsgesetz wieder Gültigkeit haben.

Das bisherige Tatsachenmaterial zeigt, dass es beim Einmessen der Hauptschwingungsrichtungen sicher nicht richtig ist, die abgelesenen Kippwinkel in jedem Falle nach dem SNELLIUS'schen Brechungsgesetz zu korrigieren, wie dies z. B. BEREK (2), TRÖGER (15) und SCHUMANN (14) angeben. Man verzichtet darum hier besser auf jede Kippwinkelkorrektur, wie dies auch NIKITIN (12, S. 45) empfiehlt. Ergeben sich beispielsweise bei einer Auswertung mit unkorrigierten Kippwinkeln Widersprüche, so spürt man am besten von Fall zu Fall die Fehlerquelle und ihre Ursache auf. Besondere experimentelle Schwierigkeiten bereitet häufig die Einmessung der Hauptschwingungsrichtung  $n_{\beta}$ .

Die für diese Messungen von TRÖGER (15, S. 181) vorgeschlagene Orientierung des U-Tisches mit der K-Achse parallel zum Polarisatorhauptschnitt (d. h. gegenüber der üblichen Aufstellung um  $90^{\circ}$  um M gedreht) hat nur für Untersuchungen über dem Polarisator allein eine Bedeutung; beim Arbeiten zwischen gekreuzten Nicols ist sie auf das Messergebnis ohne Einfluss, gibt sogar häufig weniger saubere Auslöschungen als die übliche Aufstellung des U-Tisches.

Diese stark ins Theoretische gehenden Probleme mussten hier prinzipiell erörtert werden, weil davon die richtige Anwendbarkeit der Glashohlkugel abhängt. Eine eingehende Darstellung dieser kristaloptisch-theoretischen Zusammenhänge soll mit dem dazugehörigen experimentellen Material demnächst veröffentlicht werden.

#### IV. Anwendungsgebiete

Das Arbeiten mit der Glashohlkugel bietet manche interessante Möglichkeiten:

Für Kristalle geeigneter Grösse besitzen wir hier ein zerstörungsfreies Untersuchungsverfahren; das ist überall dort von Nutzen, wo das Untersuchungsobjekt entweder infolge besonderer Materialeigenschaften oder aus anderen Gründen nicht in die üblichen Dünnschliffe zerlegt werden kann.

Für Kristallographen und Mineralogen ergibt sich hieraus die Möglichkeit der vollständigen kristallographischen Bearbeitung von Einzelkristallen, umfassend goniometrische,

röntgenographische und kristalloptische Untersuchungen, insbesondere auch das Studium gesetzmässiger Verwachsungen. Ferner sind auch Einschlüsse, Oberflächen- und Zonarstrukturen sowie der Pleochroismus der Beobachtung leicht zugänglich gemacht.

Das beschriebene Verfahren ist hervorragend geeignet zur Bearbeitung von Problemen der chemischen Kristallographie im Sinne von P. GROTH, das ist die einwandfreie kristallographische Charakterisierung natürlicher und synthetischer, anorganischer wie organischer Verbindungen, anzuwenden auf loses Kristallmaterial, wie es bei präparativ-chemischen Arbeiten gewonnen wird. Mit Polarisationsmikroskop, Glashohlkugel und U-Tisch wird der kristallographisch interessierte Chemiker in die Lage versetzt, seine Produkte durch präzise kristallographische Angaben zu charakterisieren. Auf die Notwendigkeit, unsere Kenntnisse auf diesem grossen Gebiete der chemischen Kristallographie ständig zu erweitern, weisen P. NIGGLI & K. FAESY (11) eindringlich hin und geisseln die in der heutigen chemischen Literatur üblichen, völlig unzureichenden Beschreibungen, wie z. B. kristallisiert in „Prismen“, „Stengeln“, „Oktaedern“ oder „rhombischen Tafeln“ usw. — Neben dem grossen theoretischen Interesse, das die chemische Kristallographie als Mittel zur Erforschung des räumlichen Aufbaues der Materie beanspruchen darf, bietet sie dem Chemiker auch wertvolle neue Möglichkeiten für die analytische Praxis bei der Identifizierung kristallisierter Verbindungen. In der Petrographie verwendet man die kristalloptische Untersuchung schon längst mit grossem Erfolg analytisch zur Erkennung von Produkten bestimmter chemischer Zusammensetzung.

Als Hilfsmittel zur Edelsteinprüfung vermag die Glashohlkugel ebenfalls sehr wertvolle Dienste zu leisten. Der Grösse ihres Hohlraumes entsprechend kann man darin Schmucksteine bis zu 11 mm Durchmesser untersuchen. An allgemeinen, den Gemmologen interessierenden mikroskopisch-kristalloptischen Untersuchungen sind zu nennen: Zonarstrukturen (z. B. die gekrümmten Zuwachsstreifen bei synthetischen Korunden), Einschlüsse (fremde Mineralien, Hohlräume, Fahnen), Pleochroismus, optische Anomalien und Verzwilligung. Von besonderem Wert für den Edelsteinforscher ist aber die handliche Art, in der ihm mit der Glaskugel die k o n o s k o p i s c h e n Untersuchungsmethoden zugänglich gemacht werden, welche bisher auf diesem Gebiete der praktischen Kristallographie nur in Ausnahmefällen anwendbar waren. In gewissen kritischen Fällen bietet ja die Entscheidung, ob einachsiger oder zweiachsiger, „positiv“ oder „negativ“, das einzig sichere Erkennungsmerkmal sonst

sehr ähnlicher, als Edelsteine verwendeter Mineralien. Für diese Untersuchungen kann die Glaskugel auch ohne U-Tisch erfolgreich benutzt werden.

Als Beispiele dieser Art seien genannt: die Differenzierung von *Turmalin* (einachsiger negativ) und *Andalusit* (zweiachsig negativ), die in ihren grünlich-braunen bis gelbbraunen Varietäten leicht miteinander verwechselt werden, weil sie sowohl im spezifischen Gewicht (3,1–3,2) wie in der Lichtbrechung (um 1,65) und in der Doppelbrechung (0,01–0,02) praktisch übereinstimmen; ferner die Unterscheidung des *Phenakits* (einachsiger positiv, spez. Gewicht 3,0,  $n = 1,65$ – $1,68$ , Doppelbrechung = 0,016) vom *Turmalin* (einachsiger negativ, siehe oben), die in farblosen bis leicht gefärbten Varietäten kaum voneinander unterschieden werden können.

Für die weiter oben genannten, allgemeinen mikroskopisch-kristalloptischen Untersuchungen an Schmucksteinen kann man sich je nach den Umständen verschiedene Beleuchtungsmöglichkeiten des Objektes zu Nutze machen, zum Beispiel:

- a) gewöhnliches Licht für verschieden intensiv gefärbte Zonarstrukturen,
- b) Dunkelfeldbeleuchtung oder Auflicht zur Sichtbarmachung von Fahnen, Hohlräumen und fein verteilten Fremdmineralien („Seide“),
- c) linear polarisiertes Licht zur Prüfung auf Pleochroismus, sowohl in homogenem Material als auch bei Zonarstrukturen,
- d) gekreuzte Nicols zur Erkennung durchsichtiger Fremdmineralien, von Zwillingslamellen oder Verwachsungen, ferner zur Prüfung auf optische Anomalien, sowie für normale kristalloptische Studien.

In didaktischer Hinsicht ist der U-Tisch zum Studium und zur Veranschaulichung der theoretischen Kristalloptik vielseitig verwendbar, worauf sowohl REINHARD (13, S. 5) wie auch SCHUMANN (14, S. 251) hingewiesen haben. Dieser zieht in seinem „Drehkonoskop“ auch Achsenbilder als Anschauungsmaterial heran. Mit der Glaskugel sind bei geeigneter Auswahl der Kristalle die Interferenzfiguren viel eindrucklicher und in einem weiteren Winkelbereich ausnutzbar als bei einem Dünnschliff- oder Körnerpräparat. Für Demonstrationszwecke kann — im Gegensatz zur SCHUMANNschen Anordnung — die Glaskugel auch ohne U-Tisch erfolgreich eingesetzt werden.

Vier Beispiele sollen die Anwendungsmöglichkeiten der Glashohlkugel in Verbindung mit dem U-Tisch erläutern. Es werden behandelt: Ein Kluftmineral (Baryt), zwei organische Verbindungen mit sehr hoher Doppelbrechung (Ascorbinsäure und Kupfersaccharinat) und ein geschliffener Edelstein (blauer Zirkon). Dies sind die interessantesten Typen aus einer grösseren Anzahl von Messungen an bekanntem, kristallographisch gut untersuchtem Material, die zwecks Überprüfung der Zuverlässigkeit des neuen Verfahrens

vorgenommen wurden. Insbesondere die speziellen optischen Verhältnisse der beiden organischen, monoklin kristallisierenden Verbindungen — d. h. je ein Hauptbrechungsquotient in der Nähe des Immersionsöles ( $N_i = 1,516$ ), verbunden mit sehr hoher Doppelbrechung ( $n_\gamma - n_\alpha$  um 0,26) und der Ebene der optischen Achsen senkrecht (010) — geben Gelegenheit, die Einflüsse grosser Lichtbrechungsunterschiede und hoher Doppelbrechung zu studieren. Auch die erwähnte gegenseitige Orientierung von Kristallgebäude und Indikatrix bietet der experimentellen Untersuchung grössere Schwierigkeiten als ein Kristall, bei dem die Achsenebene mit der monoklinen Symmetrieebene zusammenfällt.

Die Messdaten und ihre Darstellung in stereographischer Projektion und Kristallskizze (Fig. 5—8) sind so wiedergegeben, wie sie in der am günstigsten befundenen Lage der Glaskugel zum U-Tisch angetroffen wurden; einzig in Beispiel 4 wurde eine Transformation vorgenommen, welche die gegenseitige Lage von Schliiform und Kristalloptik besser hervortreten lässt. Ferner sind nirgends Korrekturen von Neigungswinkeln nach Lichtbrechungsunterschieden (sog. „Kippwinkelkorrekturen“) angebracht, ausser wenn diese aus vorangehenden Messungen abgeleitet und in ihrer Bedeutung genau begründet werden können.

Wie die ersten 3 Beispiele zeigen, gibt die Untersuchung in der Glashohlkugel die charakteristischen Züge dieser relativ niedrigsymmetrischen Kristalle gut wieder, während die zahlenmässige Genauigkeit, besonders der morphologischen Messungen, etwas zu wünschen übrig lässt.

### 1. B a r y t - N a d e l ( $B a S O_4$ )

Das 2,8 mm lange und knapp 1 mm breite Kriställchen (Fig. 5) muss nach der optischen Orientierung als säulige Ausbildung nach der b-Achse angesprochen werden. Die im folgenden gewählten Bezeichnungen entsprechen der Aufstellung von HAUY nach den Angaben des Lehrbuches von P. NIGOLI (10). Die Lichtbrechung ist mit 1,63—1,65 merklich höher als diejenige der Glaskugel; die Doppelbrechung von 0,012 lässt die Interferenzfarben noch sehr schön zur Geltung kommen.

#### 1. Morphologische Messungen

a) Die Zone der b-Achse parallel zur K-Achse eingestellt:

$$\begin{array}{r}
 n = 96,9^{\circ} \\
 \quad 96,7 \\
 \quad \underline{97,0} \\
 \quad 96,9^{\circ}
 \end{array}
 \qquad
 \begin{array}{r}
 h = 10,0^{\circ} \\
 \quad 10,0 \\
 \quad \underline{9,4} \\
 \quad 9,8^{\circ}
 \end{array}$$

Dies ergibt gleichzeitig die Position der kleinen Endfläche  $b$  (010). Vgl. dazu die Position der Achsenebene, 2a), S. 494).

b) Einstellung der Flächen senkrecht zur K-Achse:

Die Prismenflächen der Form  $d \{102\}$ :

Flächenpaar $d$ (102)/( $\bar{1}0\bar{2}$ )	$n = 191,2^0$	$h = 25,4^0$
	191,9	26,4
	191,3	25,7
	191,3	25,9
	<u>191,4<sup>0</sup></u>	<u>25,8<sup>0</sup></u>

Flächenpaar $d'$ (10 $\bar{2}$ )/( $\bar{1}02$ )	$n = 355,0^0$	$h = 51,0^0$
	355,4	50,7
	354,0	51,5
	354,0	51,2
	<u>354,6<sup>0</sup></u>	<u>51,1<sup>0</sup></u>

Die Flächen des Kopfbildes:

Form $m \{110\}$ : Fläche $m$ (110)	$n = 117,5^0$	$h = 59,1^0$
	118,0	57,0
	119,0	57,5
	<u>118,2<sup>0</sup></u>	<u>57,9<sup>0</sup></u>

Fläche $m'$ ( $\bar{1}10$ )	$n = 263,6^0$	$h = 39,9^0$
	262,4	40,3
	<u>263,0<sup>0</sup></u>	<u>40,1<sup>0</sup></u>

Form $o \{011\}$ : Fläche $o$ (01 $\bar{1}$ ) (mit Streifung, erscheint etwas gewölbt)	$n = 64,0^0$	$h = 13,5^0$
	63,0	15,0
	62,4	15,0
	63,2	13,0
	<u>63,2<sup>0</sup></u>	<u>14,1<sup>0</sup></u>

(ungenau)

Fläche $o'$ (011) (stark gekrümmte Fläche)	$n = 314,5^0$	$h = 6,2^0$
	314,5	6,4
	313,6	6,3
	308,5	6,5
	313,5	8,0
<u>312,9<sup>0</sup></u>	<u>6,7<sup>0</sup></u>	

(sehr ungenau)

Form $z \{111\}$ : Fläche $z$ (111)	$n = 147,7^0$	$h = 42,6^0$
	147,8	41,9
	146,2	43,9
	<u>147,2<sup>0</sup></u>	<u>42,8<sup>0</sup></u>

Die verbleibenden kleinen Flächen  $\mu$ ,  $\nu$ ,  $\varphi$  und  $\psi$  waren wegen ihrer geringen Ausdehnung einer Messung nicht mehr zugänglich.  $\mu$  und  $\nu$  gehören wahrscheinlich zur Form  $z \{111\}$ .

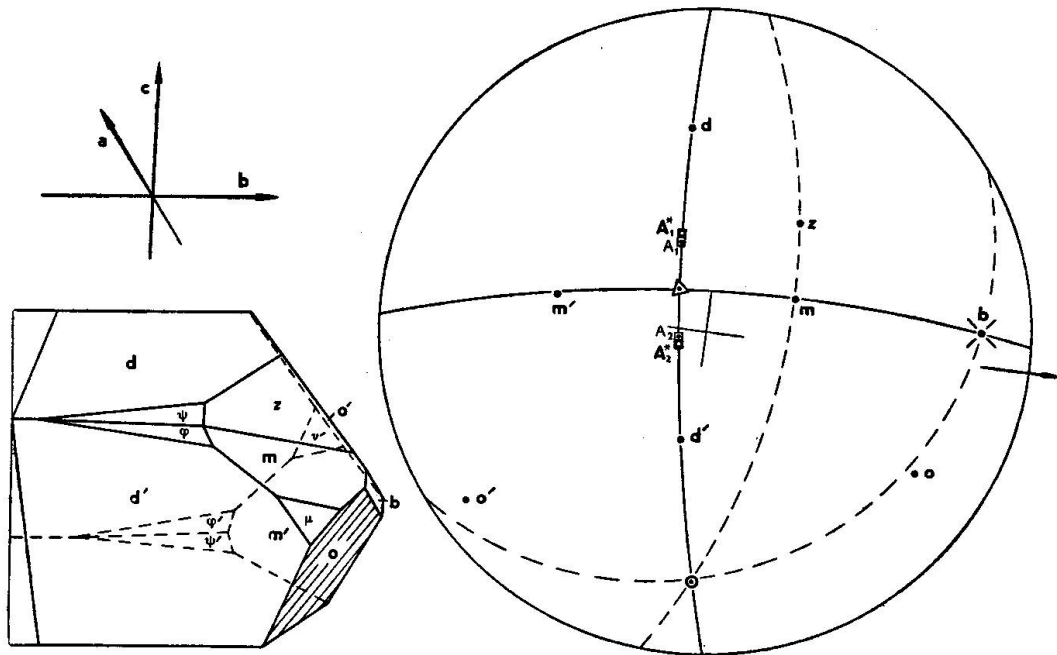


Fig. 5. Barytnadel

## 2. Kristalloptische Messungen

a) Achsenebene senkrecht zur k-Achse, Einstellungen und Messungen konoskopisch:

$n = 97,0^{\circ}$	$r = 9,8^{\circ}$	Achsenausstichpunkte
<u>96,7</u>	<u>9,7</u>	(Messungen mit Rotfilter, um $700\text{ m}\mu$ )
<u>96,8^{\circ}</u>	<u>9,8^{\circ}</u>	$\longrightarrow k_1 = 329,3^{\circ}$
		$k_2 = 1,2^{\circ}$
		329,4
		329,2
		329,4
		329,3
		<u>329,3^{\circ}</u>
		<u>1,3^{\circ}</u>

Scheinbarer Achsenwinkel (in Cedernholzöl) durch  $\{102\}: 2H = 32,0^{\circ}$ . Aus dieser Messung berechnet man für die Koordinaten der spitzen Bisektrix:

$$n = 96,8^{\circ}, \quad h = 9,8^{\circ}, \quad k = 345,3^{\circ}.$$

Mittels M in die Diagonalstellung gebracht, findet man für obige Einstellung den optischen Charakter

des Achsenbildes: positiv, d. h. spitze Bisektrix =  $n_{\gamma}$ ;  
in bezug auf die Nadelachse: ebenfalls positiv, d. h.  $n_{\beta}$  in Richtung der Nadelachse.

Als Auslöschungslage ist die Einstellung  $n = 96,8^{\circ}$ ,  $h = r = 9,8^{\circ}$  nicht sehr günstig wegen der starken Aufhellungen in der Umgebung der Achsenausstichpunkte; in genügendem Abstand vom Achsenbild, also in Extremlagen von K, ist die Dunkelstellung sehr gut.



- b) Bestimmung der anderen Indikatrix-Hauptachsen durch Aufsuchen der Auslöschungslagen:

Für die Hauptschwingungsrichtung  $n_\alpha$  findet man:

$$\begin{array}{r} n = 4,1^\circ \\ \quad 4,3 \\ \hline 4,2^\circ \end{array} \qquad \begin{array}{r} h = 14,1^\circ \\ \quad 14,8 \\ \hline 14,4^\circ \end{array}$$

In dieser Position „b-Achse  $\perp$  K“ wird keine vollständige Auslöschung erreicht, sondern sie entspricht nur einem Minimum an Helligkeit und zwar sowohl in der Messtellung nach REINHARD wie nach TRÖGER<sup>8)</sup>. Einzig für eine Stellung  $k$  um  $10^\circ$  erfolgt völlige Auslöschung; diese Lage entspricht der Richtung der spitzen Bisektrix parallel M.

Die dritte Hauptschwingungsrichtung, nämlich  $n_\gamma$ , ist in dieser Aufstellung einer Messung nicht mehr zugänglich ( $n = \text{ca. } 220^\circ$ ,  $h = \text{ca. } 73^\circ$ ).

### 3. Sphärisch-trigonometrische Berechnungen

Das Prinzip dieser Berechnungen ist in der Fussnote 7 (S. 487) im Zusammenhange mit der Begründung der Bezeichnung  $r$  für die Poldistanz erläutert worden.

- a) Berechnung des Flächenwinkels der Form  $d\{102\}$  aus den gemessenen Flächenpositionen:

Von dem sphärischen Dreieck, gebildet aus den Flächennormalen von  $d(102)$ ,  $d'(10\bar{2})$  und der Achsenrichtung  $N$  des U-Tisches (= Zentrum der Projektion) sind bekannt:

$$\begin{array}{l} \text{Die beiden Seiten} \\ r_d = 90^\circ - h_d = 64,2^\circ \\ r_{d'} = 90^\circ - h_{d'} = 38,9^\circ \end{array}$$

und der von ihnen eingeschlossene Winkel  $\alpha = n_{d'} - n_d = 163,2^\circ$

Aus diesen Daten kann man nach den bekannten Formeln der sphärischen Trigonometrie (KLEIN, 7) die gesuchte Seite des Dreiecks berechnen: Für den Winkel  $(102)/(10\bar{2})$  wird gefunden  $101,7^\circ$ , während dieser Flächenwinkel nach P. NIGGLI (10, S. 504)  $102^\circ 17' = 102,3^\circ$  beträgt.

- b) Berechnung des wahren Achsenwinkels aus der Neigung der eingemessenen scheinbaren Achsenrichtungen zu den entsprechenden Flächennormalen unter Berücksichtigung des Lichtbrechungsquotienten  $N_i/n_\beta$ :

Das Problem ist in diesem Falle recht einfach, da (im rhombischen System) das Achsenbild symmetrisch zur Form  $d\{102\}$  liegt, durch welche es beobachtet wird. Man kann sich die Verhältnisse am besten veranschaulichen auf einem Schnitt parallel  $(010)$ . Die gemessenen scheinbaren Richtungen der optischen Achsen weisen gegenüber den Flächennormalen von  $\{102\}$  einen Winkel  $\varrho$  auf:

$$\varrho = 1/2 \cdot [\sphericalangle (102)/(10\bar{2}) - 2H] = 34,9^\circ.$$

<sup>8)</sup> Erläuterung dieser Bezeichnung auf Seite 499 und 500.

Dieser Winkel muss für den Übergang Glas (Cedernöl,  $n_j$ )/Kristall ( $n_\beta$ ) nach dem Brechungsgesetz korrigiert werden (Formel I, Seite 487):

$$1,516 \cdot \sin 34,9^\circ = 1,637 \cdot \sin \varrho^*; \quad \varrho^* = 32,0^\circ.$$

Nun findet man für den wahren Achsenwinkel für rotes Licht (um  $700 \text{ m}\mu$ ):

$$2 V\gamma_{\text{rot}} = [\angle (102)/(10\bar{2}) - 2\varrho^*] = 37,7^\circ,$$

während nach P. NIGGLI (10, S. 508) der Achsenwinkel für die Wellenlänge  $656 \text{ m}\mu$   $36,5^\circ$  (ber.) beträgt.

## 2. Ascorbinsäure, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ (COX & GOODWIN, 4; E. NIGGLI, 9)

Der zur Messung ausgewählte Kristall (Fig. 6; 1,5 mm lang und 0,9 mm breit) ist ein kurzes Prisma nach der b-Achse, deren positives Ende (nach E. NIGGLI) gut ausgebildet ist, während das negative Ende fehlt (Spaltfläche

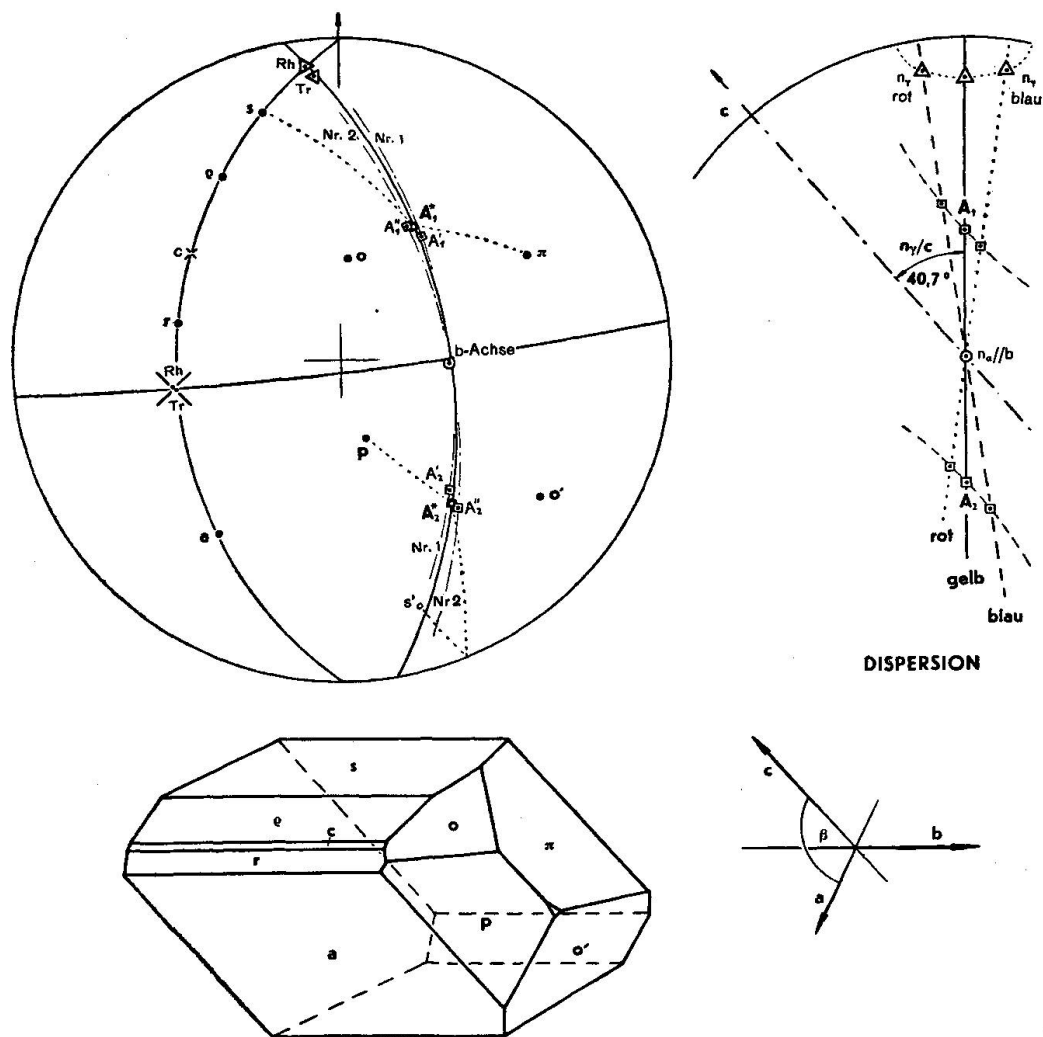


Fig. 6. Ascorbinsäure

nach (010)). Die Form  $a\{100\}$  ist vorherrschend, während andere Flächen der Zone [010] sehr schmal und dadurch kaum messbar sind. Die kristallographische Orientierung ist folgende:  $n_\alpha$  verläuft parallel der b-Achse, die Ebene der optischen Achsen steht somit senkrecht zur monoklinen Symmetrieebene; der Achsenwinkel beträgt ungefähr  $90^\circ$ .  $n_\alpha = 1,476$  liegt in der Nähe der Lichtbrechung von Immersionsmittel und Glaskugel ( $N_i = 1,516$ ), während  $n_\beta = 1,602$  merklich grösser und  $n_\gamma = 1,75$  sehr viel grösser sind. Die Doppelbrechung  $(n_\gamma - n_\alpha) = 0,274$  ist sehr hoch.

1. Morphologische Messungen (Bezeichnungen nach E. NIGOLI)

a) Die Zone der b-Achse lässt sich sehr genau parallel zur K-Achse einstellen:

$n = 359,3^0$	$h = 53,7^0$
359,9	53,6
360,0	53,7
359,5	53,7
359,7	53,5
359,3	53,5
<u>359,6<sup>0</sup></u>	<u>53,6<sup>0</sup></u>

b) Einmessung der Flächen senkrecht zur K-Achse:

In der Zone der b-Achse das Flächenpaar $a\{100\}$	$n = 234,9^0$	$h = 23,7^0$	
	234,4	23,8	
	234,5	23,1	
	234,5	23,1	
	234,6	23,1	
	234,8	23,6	
	<u>234,6<sup>0</sup></u>	<u>23,4<sup>0</sup></u>	
das Flächenpaar $r\{101\}$	$n = 167,5^0$	$h = 35,9^0$	
	167,1	36,0	
	165,5	35,2	
	165,5	35,8	
	167,4	36,5	
	<u>166,6<sup>0</sup></u>	<u>35,9<sup>0</sup></u>	
die Einzelfläche $e\{\bar{1}01\}$	$n = 122,0^0$	$h = 22,0^0$	
	122,3	22,1	
	122,0	21,8	
	122,1	22,1	
	121,9	22,4	
	<u>122,1<sup>0</sup></u>	<u>22,1<sup>0</sup></u>	
das Flächenpaar $s\{\bar{2}01\}$	$n = 106,8^0$	$h = 12,6^0$	
	107,5	12,6	
	106,6	12,2	
	107,0	12,0	
	106,8	12,3	
	<u>106,9<sup>0</sup></u>	<u>12,3<sup>0</sup></u>	

Die wichtige Fläche  $c \{001\}$  war äusserst schmal ausgebildet und konnte daher nicht gemessen werden. Nach den Angaben von E. NIGGLI würde sie folgende sphärischen Koordinaten erhalten: ( $n = 144^\circ$ ,  $h = 31^\circ$ ).

Die übrigen Flächen:

Form $\{\bar{1}11\}$ , die Fläche $o (\bar{1}11)$	$n =$	$h =$
	85,8	54,2
	86,8	54,2
	88,4	54,2
	84,0	56,7
	83,2	56,8
	86,8	53,8
	85,5	54,9
	<u>85,8<sup>0</sup></u>	<u>55,0<sup>0</sup></u>
die Fläche $o' (\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$n =$	$h =$
	324,6	16,5
	324,5	17,6
	323,4	16,7
	323,6	17,0
	324,2	17,8
	<u>324,1<sup>0</sup></u>	<u>17,1<sup>0</sup></u>
Form $\{210\}$ , die Fläche $p (210)$	$n =$	$h =$
	287,7	ca. 61—61,5
	285,8	„ 62,0
	285,6	„ 62,0
	287,0	„ 61,5—62
	287,2	„ 61,5
	<u>286,7<sup>0</sup></u>	<u>ca. 61,7<sup>0</sup></u>
die Fläche $\pi (\bar{2}10)$	$n =$	$h =$
	30,5	23,3
	30,5	23,8
	29,8	24,3
	28,7	23,8
	28,9	24,1
	<u>29,7<sup>0</sup></u>	<u>23,9<sup>0</sup></u>

## 2. Kristalloptische Messungen

Allgemeines: Die wesentlichen optischen Untersuchungen (Auslöschungslagen, Achsenausstichpunkte, Lichtbrechung) wurden streng monochromatisch im Natriumlicht durchgeführt. Die Dispersion der Indikatrix-Hauptachsen im optischen Schnitt parallel (010) sowie die Dispersion im Achsenbild wurde auch im weissen Licht bzw. unter Verwendung geeigneter Lichtfilter untersucht, worauf an den betreffenden Stellen hingewiesen wird. Für konoskopische Messungen diente stets das Objektiv Nr. 2, im übrigen wurde meistens mit Objektiv Nr. 1 gemessen, weil dessen weiter Objektstand eine ausgiebigere Betätigung der Achsen H und K erlaubt.

a) Auslöschungsschiefe und Dispersion  $n_\gamma/c$  im optischen Schnitt parallel (010) (vgl. Seite 485).

Die kristallographische b-Achse wird auf Grund der oben angeführten morphologischen Messungen senkrecht, d. h. in die Beobachtungsrichtung M eingestellt:

$$n = 179,6^\circ \quad r = 36,4^\circ \quad (k = 0,0^\circ).$$

Hierauf wird mit Hilfe der A-Achse das Flächenpaar  $a\{100\}$  senkrecht zur K-Achse eingestellt:

$$\begin{array}{r}
 a = 318,6^\circ \\
 318,6 \\
 318,2 \\
 318,6 \\
 318,3 \\
 318,3 \\
 318,8 \\
 \hline
 318,5^\circ \text{ (ausgehend von der Position } a = 270^\circ \text{)}.
 \end{array}$$

In dieser Stellung  $n = 179,6^\circ$ ,  $r = 36,4^\circ$ ,  $a = 318,5^\circ$  und  $k = 0,0^\circ$  werden nun durch Drehen um M die Auslöschungslagen aufgesucht. Parallel zum Polarisatorhauptschnitt befindet sich:

kenntlich am	Richtung $n_\beta$ rel. flachen Relief	Richtung $n_\gamma$ sehr hohen Relief	Differenz
monochromatisch:	$m_1 = 48,8^\circ$	$m_2 = 318,9^\circ$	
	49,5	319,2	
	49,6	319,7	
	49,8	319,4	
	49,0	319,0	
	48,7	319,5	
	49,0	319,3	
	<u>49,2<sup>0</sup></u>	<u>319,3<sup>0</sup></u>	89,9 <sup>0</sup>
	$n_\gamma/c = 360 - 319,3^\circ = 40,7^\circ$		

Untersuchung der Dispersion im weissen Licht:	rötlich-gelbe Seite (d. h. Blau ausgelöscht > 319,3 <sup>0</sup> )	bläulich-weiße Seite (Rot ausgelöscht) < 319,3 <sup>0</sup>
Daraus folgt:	$n_\gamma/c$ für Blau < 40,7 <sup>0</sup> .	für Rot > 40,7 <sup>0</sup>

b) Bestimmung der Lage der Hauptschwingungsrichtungen.

Vorbemerkungen:

Die für diese Messungen verwendete minimale Beobachtungspertur betrug 0,03 (konoskopisch bestimmt mit Hilfe eines Achsenbildes).

Die Ermittlung der Lage der Hauptschwingungsrichtungen erfolgte in unabhängigen Bestimmungen in der üblichen Aufstellung des U-Tisches und in der davon abweichenden Orientierung nach TRÖGER (siehe auch Seite 489). Im folgenden werden die beiden Messanordnungen der Kürze halber als „Stellung Reinhard“ (in Analogie zur gewählten Bezeichnungsweise der Drehachsen usw.) bzw. als „Stellung Tröger“ angeführt; ihre Charakteristika sind:

Stellung Reinhard (Rh;  $m = 360^\circ$ ):

K-Achse des U-Tisches rechts-links, d. h. senkrecht zum Polarisatorhauptschnitt verlaufend. Bei Einstellung einer Hauptschwingungsrichtung parallel zur K-Achse liegt ein Ellipsoidhauptschnitt im Polarisatorhauptschnitt. Beim Rotieren um K kommt dadurch ein variabler Brechungsindex  $n'_{\text{Krist.}}$  zur

Wirkung (je nach der eingestellten Hauptachse, z. B.  $n_\alpha$  eingestellt,  $n_\gamma$  bis  $n_\beta$  im Hauptschnitt wirksam usw.). Dies ist in günstigen Fällen bei Beobachtung über dem Polarisator allein sehr gut sichtbar und kann diagnostisch verwertet werden.

Stellung Tröger (Tr;  $m = 270^\circ$ ):

Der ganze U-Tisch wird um  $90^\circ$  um die M-Achse gedreht, so dass die Richtung der K-Achse mit dem Polarisatorhauptschnitt zusammenfällt. Beim Einstellen einer Hauptschwingungsrichtung parallel K kommt nur ein dieser Hauptschwingungsrichtung entsprechender Brechungsindex zur Wirkung; bei Rotation um K tritt keine Änderung der Lichtbrechungsverhältnisse ein.

Ellipsoid-Hauptachse  $n_\alpha$  (parallel der kristallographischen b-Achse):

Beobachtung im durchfallenden Licht ist nur in den beiden Extremlagen  $k = 318$  bis ca.  $310^\circ$  bzw.  $k = 41$  bis ca.  $57^\circ$  möglich; zwischen  $k = 318^\circ$  und  $41^\circ$  wird das einfallende Licht durch den Verschluss der Glaskugel abgehalten. — Diese Messungen sollten mit der morphologischen Einstellung der Zone der b-Achse parallel K identisch sein; die mit „kristallographische Orientierung“ überschriebenen Rubriken enthalten eine qualitative Beurteilung der Übereinstimmung.

Stellung Reinhard ( $m = 360^\circ$ )		krist. Orientierung	Stellung Tröger ( $m = 270^\circ$ )		
$n = 359,4^\circ$	$h = 53,8^\circ$		nicht gz. genau	$n = 358,4^\circ$	$h = 53,6^\circ$
357,2	53,1	anständig	357,2	53,0	
(357,0)	54,1		359,4	53,8	
357,9			n schlecht	357,6	53,2
357,5	53,6		n verbessert	357,2	54,0
358,8	53,3		358,2	53,4	
<u>358,2<sup>0</sup></u>	<u>53,6<sup>0</sup></u>		<u>358,0<sup>0</sup></u>	<u>53,5<sup>0</sup></u>	

Bei diesen Messungen wurden — soweit der Kristall sichtbar war — folgende Lichtbrechungsverhältnisse festgestellt:

$$n'_{\text{Krist.}} \geq 1.516$$

$$n_{\text{Krist.}} = n_\alpha > 1,516; \text{Relief flach.}$$

Vergleiche mit obigen Zahlen die Einmessung der kristallographischen b-Achse, Seite 497.

Ellipsoid-Hauptachse  $n_\gamma$ .

Der Kristall ist im Schwenkbereich der K-Achse sichtbar von  $k = 347$  bis  $65^\circ$ . Bei Einmessung dieser Hauptschwingungsrichtung erhält man keine einwandfreie Auslöschung, sondern man erreicht nur ein Minimum an Helligkeit, wobei der Kristall das Aussehen eines Phantoms annimmt (siehe Seite 483). Es besteht ein geringer, jedoch nicht eindeutiger Unterschied zwischen den Messstellungen Reinhard und Tröger, insbesondere ist die Auslöschung in der erstgenannten Anordnung viel besser, während in der Stellung Tröger merkliche Unterschiede in der Auslöschung für die einzelnen Flächen bestehen.

Stellung Reinhard (m = 360°)

(Relief stark wechselnd)

$n'_{\text{Krist.}}$  immer > 1,516

n = 96,6°	h = 4,0°
96,6	4,0
95,4	6,6
96,2	5,2
(94,6)	(7,5) °)
96,8	6,0
(94,3)	(7,5) °)
<u>96,3°</u>	<u>5,2°</u>

(ohne die eingeklammerten Werte)

Stellung Tröger (m = 270°)

(Relief ausserordentlich hoch, viel Totalreflexion)

$n_{\gamma}$   $\geq$  1,516

n = 96,0°	h = 5,0°
94,4	7,7
95,0	8,0
95,5	8,2
93,6	8,5
95,0	6,0
<u>94,9°</u>	<u>7,2°</u>

Bei der Auswertung in der stereographischen Projektion fügen sich die in „Stellung Tröger“ gemessenen Werte für die Richtung  $n_{\gamma}$  schlecht ein.

Ellipsoid-Hauptachse  $n_{\beta}$ .

Im Schwenkbereich der K-Achse ist die Beobachtung im ganzen Gebiet von  $k = \text{ca. } 305^{\circ}$  bis  $\text{ca. } 65^{\circ}$  möglich, wobei jedoch in der Gegend der optischen Achsen ( $k = \text{ca. } 315^{\circ}$ , bzw.  $\text{ca. } 35^{\circ}$ ) kräftige Aufhellung herrscht. In Stellung Reinhard ist die erzielte Auslöschungslage recht gut, während in Stellung Tröger für die einzelnen Flächen wieder deutlich verschiedene Auslöschungslagen bestehen (der Kristall erscheint wieder als Phantom). Ein wesentlicher Unterschied zwischen den Messungen „nach Reinhard“ bzw. „nach Tröger“ besteht nicht.

Stellung Reinhard (m = 360°)  
(sehr starke Änderung des Reliefs im Schnitt  $n_{\gamma}/n_{\alpha}$ )

n = 189,5°	h = 35,7°
188,5	35,0 (sehr gut)
188,3	35,0
189,3	34,5
188,9	34,5
<u>188,9°</u>	<u>34,9°</u>

Stellung Tröger (m = 270°)  
(Relief mässig)

n = 190,3°	h = 36,3°
190,0	35,5
188,8	35,1
189,9	34,9
190,1	34,9
<u>189,8°</u>	<u>35,3°</u>

c) Konoskopische Untersuchungen in der Ebene der optischen Achsen.

An Ascorbinsäurekristallen wurde das Auftreten mehrfacher Achsenbilder in besonders grosser Anzahl beobachtet (siehe Fig. 2 und die dazugehörigen Erläuterungen, Seite 520). Diese Verhältnisse müssen schon bei der Einmessung der scheinbaren Achsenebene, bzw. der scheinbaren Achsenpositionen nach den Interferenzfiguren berücksichtigt werden. Die 4 wichtigsten Austritte jeder Achsenrichtung konnten mit Hilfe der auf Seite 485 beschriebenen Methodik bezüglich der Austrittsfläche sicher identifiziert werden (siehe die Numerie-

°) Diese Einstellungen wurden erhalten bei Beobachtung durch die Flächen des Kopfbildes und Übergang nach  $a'(\bar{1}00)$ , während sonst vorwiegend durch  $a(100)$  beobachtet wurde.

nung in der schematischen Skizze 3 c). Sie sind nachstehend für das Achsenbild  $A_2$  in der Reihenfolge abnehmender Intensität aufgeführt:

No. 1	gesehen durch	$s'$ ( $20\bar{1}$ )	(Hauptachsenbild)
4	„	„	a (100)
3	„	„	$o'$ ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )
2	„	„	p (210).

Brauchbare Messungen waren nur möglich für die durch die Form  $s\{\bar{2}01\}$  bzw.  $p\{210\}$  als Austrittsfläche beobachtbaren Achsenausstichpunkte. Bei den anderen Achsenbildern war infolge des Auftretens von Totalreflexion eine Einstellung in die Beobachtungsrichtung M nicht mehr möglich.

Die Messungen erfolgten einerseits in der üblichen Weise durch Einstellen der scheinbaren Achsenebene nach n und r und Aufsuchen der Ausstichpunkte mittels der K-Achse, andererseits durch Einstellung jedes einzelnen Achsenausstichpunktes nur nach n und r (ohne Betätigung der K-Achse, siehe Seite 485). Diese zweite Messungsart führt selbstverständlich zu denselben Punkten wie die übliche Messung, sie ist jedoch zweckmässiger für anschließende rechnerische Auswertungen. — Die einwandfreie Einstellung der Achsenrichtung in die Mikroskopachse wurde jeweils durch Rotation um M kontrolliert. Die Messungen sind hier nach den Achsenrichtungen  $A_1$  und  $A_2$  geordnet dargestellt:

Achsenbild No. 1: sichtbar durch die Fläche	Achse $A_1$ $s$ ( $\bar{2}01$ )	Achse $A_2$ $s'$ ( $20\bar{1}$ )
a) die scheinbare Achsenebene eingestellt:		
$n = 187,9^0$ $r = 36,6^0$	$k_1 = 34,4^0$	$k_2 = 315,2^0$
187,7    36,7	34,4	315,2
188,0    36,6	34,3	315,2
187,8    36,7	34,4	315,4
187,7    36,7	34,6	315,4
<u>187,8<sup>0</sup></u> <u>36,7<sup>0</sup></u>	<u>34,4<sup>0</sup></u>	<u>315,3<sup>0</sup></u>
Scheinbarer Achsenwinkel:	$2H_\alpha = 79,1^0$	
b) Die Achsenausstichpunkte nur nach n und r eingestellt:		
$n = 236,9^0$ $r = 48,7^0$		$n = 128,8^0$ $r = 55,2^0$
237,0    48,7		128,7    55,2
237,0    48,7		128,8    55,2
237,0    48,7		128,8    55,1
236,8    48,7		128,7    55,1
<u>236,9<sup>0</sup></u> <u>48,7<sup>0</sup></u>		<u>128,8<sup>0</sup></u> <u>55,2<sup>0</sup></u>
Achsenbild No. 2: sichtbar durch die Fläche	$\pi$ ( $\bar{2}10$ )	$p$ (210)
a) die scheinbare Achsenebene eingestellt:		
$n = 191,7^0$ $r = 33,8^0$ $k_1 = 34,2^0$		$k_2 = 307,2^0$
b) Die Achsenausstichpunkte nur nach n und r eingestellt:		
$n = 243,8^0$ $r = 49,5^0$		$n = 127,5^0$ $r = 60,1^0$
243,9    49,3		127,4    60,1
<u>243,8<sup>0</sup></u> <u>49,4<sup>0</sup></u>		<u>127,4<sup>0</sup></u> <u>60,1<sup>0</sup></u>



Die Messungen 1a und 2a zeigen, dass die durch zusammengehörige Punkte gehenden scheinbaren Achsenebenen Nr. 1 und Nr. 2 deutlich gegeneinander verdreht sind; ihre gemeinsame Schnittlinie ist — wie zu erwarten — die Bisektrix  $n_\alpha$ .

Die Identifizierung der zwischen den Achsenbildern ausstechenden Mittellinie als  $n_\alpha$  wurde in der Interferenzfigur mit Hilfe eines Quarzkeiles vorgenommen.

Für die Bestimmung der wahren Achsenpositionen und des Achsenwinkels aus den vorangehenden Messungen bietet nun die Einmessung mehrfacher Achsenbilder eine sehr elegante graphische Lösung: nach dem Brechungsgesetz liegen der einfallende Strahl (= wahre Achsenrichtung im Kristall<sup>10)</sup>), der gebrochene Strahl (= scheinbare Achsenrichtung, gemessen) und das Einfallslot (= Flächennormale der Durchtrittsfläche) in einer Ebene, die sich in der stereographischen Projektion als Grosskreisbogen präsentiert. Für die Achsenrichtung  $A_1$  verläuft nun ein solcher Kreisbogen durch den Pol  $s$  ( $\bar{2}01$ ) und den scheinbaren Achsenausstichpunkt  $A_1'$ , ein zweiter durch den Pol  $\pi$  ( $\bar{2}10$ ) und den Achsenausstichpunkt  $A_1''$ . Die gesuchte wahre Achsenposition  $A_1^*$ <sup>11)</sup> befindet sich im Schnittpunkt der zwei Grosskreise. Die Unterschiede zwischen den scheinbaren und wahren Achsenpositionen sind hier nicht sehr gross, da das Verhältnis der Brechungsquotienten  $N_1/n_\beta = 1,516:1,602 = 0,945$  nur wenig von 1 verschieden ist.

Den Beweis für die Richtigkeit dieser Ableitung erhält man durch die systematische sphärisch-trigonometrische Berechnung (analog den Ableitungen in Beispiel 1). In der folgenden Tabelle sind die einzelnen Stufen der Berechnung zusammengestellt. Zuerst werden die in Frage kommenden Messdaten aufgeführt, anschliessend die für die Anwendung des Brechungsgesetzes erforderlichen Winkel, dann folgen die berechneten wahren Positionen von  $A_1$  und  $A_2$  einschliesslich des Winkels der optischen Achsen und zum Schluss (aus der Grösse des Achsenwinkels abgeleitet) die Position der spitzen Bisektrix  $n_\alpha$ .

Die beiden in der Tabelle enthaltenen Angaben über den Achsenwinkel zeigen übereinstimmend, dass der optische Charakter negativ ist, wobei allerdings der Achsenwinkel  $2V_\gamma = 93^\circ$  nur wenig grösser ist als  $90^\circ$ . Die abweichende Interpretation der Form der Indikatrix durch COX & GOODWIN (4, S. 774) dürfte auf eine zu weitgehende Anwendung der MALLARD'schen Näherungsformeln für die Abschätzung des Achsenwinkels zurückzuführen sein (vgl. dazu auch WALDMANN, 16, S. 328).

#### *Untersuchung der Achsendispersion im weissen Licht*

Bei der konoskopischen Untersuchung im weissen Licht findet man um  $n_\alpha$  als Mittellinie eine Farbverteilung, die der gekreuzten Dispersion entspricht. Sie stimmt auch mit den anlässlich der Ermittlung der Auslöschungsschiefe (Seite 499) festgestellten Farbsäumen überein (siehe die schematische Skizze „Dispersion“ bei Fig. 6; hinsichtlich der Kreuzung der Achsenebenen ist die

<sup>10)</sup> Die auf kristalloptische Verhältnisse übersetzten Bezeichnungen sind jeweils in Klammern beigefügt.

<sup>11)</sup> In den stereographischen Projektionen Fig. 5—7 ist die wahre Achsenposition  $A^*$  dargestellt durch ein schwarzes Quadrat mit weissem Mittelpunkt.

Berechnung der wahren Positionen sowie des Winkels der optischen Achsen bei Ascorbinsäure

Beobachtet durch die Flächen	Achsenausstichpunkt $A_1$ $\pi$ ( $\bar{2}10$ ) (Kristall-Oberseite <sup>12)</sup> )	Achsenausstichpunkt $A_2$ $s'$ ( $20\bar{1}$ ) (Kristall-Unterseite <sup>12)</sup> )	$p$ ( $210$ )
1. Gemessene Daten: Flächenpol: $n + 180 = 90 - h = r =$ Zugehöriger scheinbarer Achsenausstichpunkt:	209,7° 66,1° $n = 243,8^\circ$ $r = 49,4^\circ$	286,9° 77,7° $n = 236,9^\circ$ $r = 48,7^\circ$	106,7° ca. 28,3° $n = 128,8^\circ$ $r = 55,2^\circ$ $n = 127,4^\circ$ $r = 60,1^\circ$

2. Berechnete Daten:

a) $\nabla$ Flächennormale/ scheinbare Achsenrichtung	$\alpha_1 = 33,0^\circ$	$\alpha_2 = 52,2^\circ$	$\alpha_3 = 51,4^\circ$	$\alpha_4 = 34,6^\circ$
b) $\nabla$ Flächennormale/ wahre Achsenrichtung (nach dem Brechungsgesetz)	$\alpha_1^* = 31,0^\circ$	$\alpha_2^* = 48,4^\circ$	$\alpha_3^* = 47,7^\circ$	$\alpha_4^* = 32,5^\circ$
c) Wahre Achsenpos. Mittelwerte	$n^* = 241,4^\circ$ $r^* = 50,1^\circ$ $A_1^* : n^* = 241,5^\circ$	$n^* = 241,6^\circ$ $r^* = 50,0^\circ$ $r^* = 50,0^\circ$	$n^* = 126,7^\circ$ $r^* = 58,6^\circ$ $A_2^* : n^* = 126,7^\circ$	$n^* = 126,7^\circ$ $r^* = 58,1^\circ$ $r^* = 58,4^\circ$
d) Wahrer Winkel d. optischen Achsen Messungen an anderen Kristallen <sup>13)</sup>	$2 V_\alpha = 86,4^\circ$ bzw. $2 V_\gamma = 93,6^\circ$ $2 V_\beta = 92,5^\circ - 93,0^\circ$			

e) Position der Hauptschwingungsrichtung  $n_\alpha$   $n^* = 180 + 179,4 = 359,4^\circ$   $h^* = 90 - 36,8 = 53,2^\circ$   
 $=$  kristallographische b-Achse  
 gemessen für krist. b-Achse:  $n = 359,6^\circ$   $h = 53,6^\circ$  (siehe Seite 497)  
 „ „ Auslöschungslage:  $n = 358,0^\circ$   $h = 53,5^\circ$  (siehe Seite 500)

<sup>12)</sup> und <sup>13)</sup>. Diese Fußnoten siehe nächste Seite.

Zeichnung stark übertrieben). Bei Beobachtung durch die Form  $s\{20\bar{1}\}$  wurde die Achsenebene für die D-Linie eingestellt und hierauf unter Verwendung von Lichtfiltern jeder Achsenausstichpunkt einzeln eingemessen; seitliche Abweichungen, d. i. die Kreuzung der Achsenebenen wurden mit Hilfe der A-Achse auskorrigiert:

$$\text{Achsenebene}^{14)} \quad n = 189,6^\circ \quad r = 36,4^\circ \quad (a = 270^\circ)$$

Bestimmung der Achsenausstichpunkte für verschiedenfarbiges Licht:

Farbe des Lichtes ( $m\mu$ )	Messungen (Mittelwerte aus je 5 Einzelbeobachtungen)			scheinbarer Achsenwinkel $2H_\alpha$
	a	$k_1 (A_1)$	$k_2 (A_2)$	
Rot (um 700)	269,5 <sup>0</sup>	30,6 <sup>0</sup>	312,2 <sup>0</sup>	78,4 <sup>0</sup>
Gelb (589 = D)	270,1 <sup>0</sup>	31,0 <sup>0 14)</sup>	311,8 <sup>0 14)</sup>	79,2 <sup>0</sup> 79,1 <sup>0 15)</sup>
Blaugrün (um 495)	270,7 <sup>0</sup>	31,5 <sup>0</sup>	311,3 <sup>0</sup>	80,2 <sup>0</sup>

Optische Aktivität: im Aussehen des Achsenbildes findet man keinen Hinweis auf das Vorliegen eines stärkeren Drehungsvermögens.

d) Untersuchungen über die Lichtbrechung.

$\alpha$ ) Die Bestimmung der Hauptbrechungsindices erfolgte unabhängig von den Messungen in der Glaskugel nach der Immersionsmethode:

$$\left. \begin{array}{l} n_\alpha = 1,476 \pm 0,001 \\ n_\beta = 1,602 \pm 0,002 \\ n_\gamma > 1,74 \end{array} \right\} \left\{ \begin{array}{l} \text{bestimmt an Kristalltafeln nach (100),} \\ \text{bestimmt auf Spaltstücken nach (010), wobei die} \\ \text{Qualität dieser Spaltstücke konoskopisch nach der} \\ \text{Lage der Bisektrix } n_\alpha \text{ beurteilt wurde.} \end{array} \right.$$

Zur exakten Messung von  $n_\gamma$  fehlten die apparativen Hilfsmittel.

$\beta$ ) Die Ermittlung bestimmter Werte von Brechungsquotienten in der Glashohlkugel (siehe Seite 482).

Liegt — wie für Ascorbinsäure — die Lichtbrechung der Glashohlkugel bzw. des Immersionsöles zwischen den Extremwerten der Hauptbrechungs-

<sup>12)</sup> Bezogen auf die Ebene des innersten Messkreises N, d. i. die Projektionsebene für das Stereogramm. — Da es sich bei  $A_2$  im Falle von  $s'(20\bar{1})$  um eine Fläche der Kristallunterseite handelt, sind die Koordinaten n, bzw.  $r = 90 + h$ .

<sup>13)</sup> Diese Messungen wurden an Ascorbinsäurekristallen vorgenommen, deren Ausbildung ausgesprochen tafelig nach a (100) war. Die Untersuchung erfolgte ebenfalls auf dem U-Tisch, aber unter Verwendung der normalen Segmente, wobei die Fläche (100) die „Dünnschliffebene“ darstellte; die Beobachtung erfolgte ausschliesslich durch diese Fläche, und die Messungen wurden auf die Normale von (100) als „Schliffnormale“ bezogen.

<sup>14)</sup> Die Glaskugel hat sich in ihrer Halterung gegenüber den vorangehenden Messungen etwas verdreht.

<sup>15)</sup> Siehe die Messungen auf Seite 502.

indices, so ist es möglich, im Hauptschnitt  $n_\alpha/n_\gamma$  oder, je nach den Umständen,  $n_\alpha/n_\beta$  bzw.  $n_\beta/n_\gamma$  diejenigen Richtungen festzustellen, für welche wie bei der Immersionsmethode die BECKE'sche Linie verschwindet.

Für die Bestimmung dieser speziellen Lagen im Hauptschnitt  $n_\alpha/n_\gamma$  des Ascorbinsäurekristalles wird zuerst die b-Achse, das ist die Richtung  $n_\alpha$ , in die Beobachtungsrichtung M gebracht (vgl. Seite 499):

$$n = 179,6^\circ \quad h = 36,4^\circ \quad k = 0,0^\circ,$$

In dieser Stellung wird mit Hilfe der A-Achse die Hauptschwingungsrichtung  $n_\gamma$  in den Polarisatorhauptschnitt eingestellt:

$$a = \begin{array}{r} 277,9^\circ \\ 278,0 \\ 277,9 \\ \hline 277,9^\circ \end{array}$$

berechnet aus der Auslöschungsschiefe:  $277,8^\circ$ , d. i.  $318,5-40,7^\circ$  (vgl. 2a, Seite 499).

Die Benutzung der A-Achse ist erforderlich, damit die K-Achse senkrecht zum Polarisatorhauptschnitt verbleibt. — Nach Ausschalten des Analysators sucht man nun mit Hilfe der K-Achse diejenigen Stellungen, für welche die BECKE'sche Linie verschwindet:

$k = 0^\circ - 30^\circ$	Totalreflexion sehr stark,
40	$n'_{\text{Krist.}} \geq 1,516$
50	„ „ $> 1,516$
60	„ „ wenig $> 1,56$
65 (Anschlag)	„ „ deutlich $< 1,516$

Die genaue Einstellung zwischen 60 und  $65^\circ$  ergibt im Mittel  $k = 63,3^\circ$  für die Stellung der optischen Homogenität, d. h. für das Verschwinden der BECKE'schen Linie. Die symmetrische Stellung für  $k = \text{ca. } 297^\circ$  war einer Messung nicht zugänglich, da die Durchsicht durch den Kristall vom Verschlussstück der Glaskugel verdeckt wurde.

Berechnet man den mit Hilfe der K-Achse bestimmten Kippwinkel aus den optischen Daten für den Hauptschnitt  $n_\alpha/n_\gamma$  ( $n_\alpha = 1,476$ ,  $n_\gamma = 1,750$ ), so findet man für die Position  $n'_{\text{Krist.}} \equiv N_1 = 1,516$  den Winkel  $k = 64,8^\circ$ .

Die hier beschriebenen ausführlichen Messungen sind so angelegt worden, dass sie sich in wichtigen Punkten gegenseitig bestätigen. Die untersuchten optischen Verhältnisse stimmen mit den aus der Literatur bekannten Tatsachen befriedigend überein und ergänzen die bisherigen Kenntnisse in wesentlichen Stücken:

Auslöschungsschiefe:  $n_\gamma/c = 40,7^\circ$  im spitzen Winkel  $\beta$  mit  $\rho > v$ ,  
 Achsenwinkel:  $2V_\gamma (D) = 92,5 - 93,6^\circ$ , ferner  $\rho > v$ ,  
 Achsendispersion über  $n_\alpha$ : gekreuzt,  
 $n_\alpha = 1,476$ ;  $n_\beta = 1,602$ ;  $n_\gamma > 1,74$ .

3. Kupfersaccharinat  $(C_7H_4O_3NS)_2 \cdot (Cu \cdot 6H_2O)$   
(KLASSENS & TERPSTRA, 6)

Die vorwiegend nach der c-Achse gestreckten Kristalle (Fig. 7, Grösse: 2,7 mm lang, 1,3 mm breit) weisen relativ lange Prismenflächen sowie kleine Endflächen auf, die alle in ihrer Art ungünstig sind für eine genaue Einstellung senkrecht zur K-Achse des U-Tisches; einzig die Richtung der c-Achse lässt sich sehr gut bestimmen. Die kristalloptischen Besonderheiten sind:  $n_\alpha = 1,491$  liegt in der Nähe der Lichtbrechung von Immersionsflüssigkeit und Glaskugel ( $N_i = 1,516$ ), während  $n_\beta = 1,700$  und  $n_\gamma = 1,746$  sehr viel höher liegen; die Doppelbrechung  $n_\gamma - n_\alpha = 0,255$  ist sehr hoch. Die Orientierung der Indikatrix ist:  $n_\gamma // b$ -Achse, die Ebene der optischen Achsen steht also senkrecht zur monoklinen Symmetrieebene und ungefähr senkrecht zur Kante  $[101]$  der Flächen  $(\bar{1}11)/(\bar{1}\bar{1}1)$ .

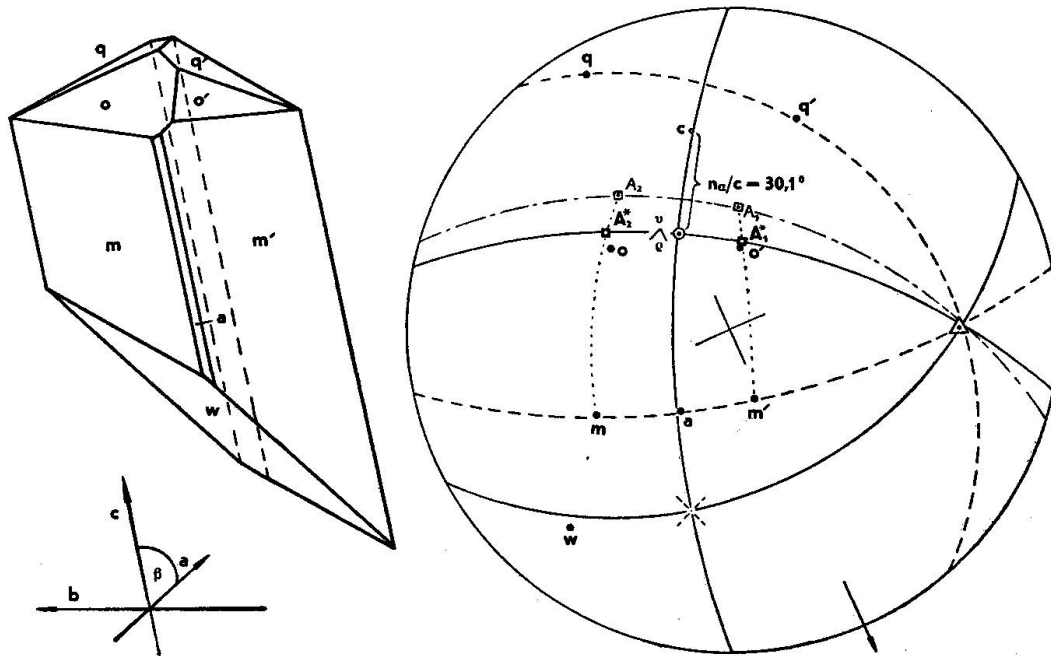


Fig. 7. Kupfersaccharinat

1. Morphologische Messungen

a) Die Zone der c-Achse parallel zur K-Achse eingestellt:

$n = 257,7^0$	$h = 25,3^0$
257,7	25,7
257,5	26,2
257,8	25,8
<u>257,7<sup>0</sup></u>	<u>25,8<sup>0</sup></u>

Die Einstellung lässt sich an den nadeligen Kristallen recht genau durchführen.

## b) Einmessung der Flächen senkrecht zur K-Achse:

Die Flächen der Zone der c-Achse:

Prisma m {110}, Flächenpaar m ( $\bar{1}10$ )/(1 $\bar{1}0$ )	n =	7,8 <sup>0</sup>	h =	37,0 <sup>0</sup>
		9,2		37,8
		9,2		36,9
		9,0		38,0
		8,8		37,5
		<u>8,8<sup>0</sup></u>		<u>37,4<sup>0</sup></u>

Flächenpaar m' ( $\bar{1}\bar{1}0$ )/(110)	n =	87,2 <sup>0</sup>	h =	ca. 66 <sup>0</sup>
		83,4		„ 64,5
		83,8		„ 64
		83,7		„ 64
		86,3		„ 64
		<u>84,9<sup>0</sup></u>		<u>ca. 64,5<sup>0</sup></u>

(extrapoliert)

Flächenpaar a {100}: dies sind zwei äusserst schmale und langgestreckte Flächen, die kaum einzumessen sind:

n =	35,0 <sup>0</sup>	h =	57,0 <sup>0</sup>	Für k = 40 <sup>0</sup> (ber. 38,2 <sup>0</sup> ) ist die kristallographische c-Achse parallel zur Mikroskopachse orientiert. In dieser Position kann man mittels M direkt den Prismenwinkel messen, bzw. diese Messmöglichkeit zu Kontrollzwecken verwenden:
	36,8		57,7	
	33,2		56,3	
	(26,0?)		(52,3?)	
	<u>ca. 35,0<sup>0</sup></u>		<u>ca. 57,0<sup>0</sup></u>	

$$m_1 = -24,9^{\circ}$$

$$m_2 = +25,2^{\circ}$$

$$50,1^{\circ} = \text{Prismenwinkel};$$

berechnet aus den weiter oben angegebenen Messungen 50,9<sup>0</sup> (gemessen von KLASENS & TERPSTRA, l. c., 53<sup>0</sup> 26').

Die Flächen des Kopfbildes sind kleine Flächen, die sich nicht besonders gut einstellen lassen:

Form o { $\bar{1}11$ }, Fläche o ( $\bar{1}11$ )	n =	301,9 <sup>0</sup>	h =	41,8 <sup>0</sup>	} Messungen ungenau
		302,1		41,8	
		301,5		42,5	
		<u>301,8<sup>0</sup></u>		<u>42,0<sup>0</sup></u>	
Fläche o' ( $\bar{1}\bar{1}1$ )	n =	240,0 <sup>0</sup>	h =	62,0 <sup>0</sup>	
		239,5		60,0	
		239,7		61,5	
		<u>239,7<sup>0</sup></u>		<u>61,2<sup>0</sup></u>	
Form q {011}, Fläche q (011)	n =	275,5 <sup>0</sup>	h =	5,3 <sup>0</sup>	
		276,3		6,8	
		275,6		5,5	
		<u>275,8<sup>0</sup></u>		<u>5,9<sup>0</sup></u>	
Fläche q' (0 $\bar{1}1$ )	n =	229,0 <sup>0</sup>	h =	20,7 <sup>0</sup>	
		230,5		22,7	
		229,3		21,0	
		228,2		20,0	
		<u>229,2<sup>0</sup></u>		<u>21,1<sup>0</sup></u>	

Die Aufwachsfläche  $w$  gehört wahrscheinlich zur Form  $\{011\}$ :

$$\begin{array}{r} n = 27,3^{\circ} \\ 27,5 \\ 27,5 \\ \hline 27,4^{\circ} \end{array} \quad \begin{array}{r} h = 13,8^{\circ} \\ 14,0 \\ 13,5 \\ \hline 13,8^{\circ} \end{array}$$

## 2. Kristalloptische Messungen

Allgemeines: Siehe die Ausführungen beim Beispiel Ascorbinsäure (Seite 498).

a) Auslöschungsschiefe  $n_{\alpha}/c$  im optischen Schnitt parallel (010):

Die Richtung der kristallographischen  $b$ -Achse ist nicht besonders gekennzeichnet, so dass eine Orientierung derselben parallel  $M$  indirekt erfolgen muss. Wir wählen dazu die Position der Schwingungsrichtung  $n_{\gamma}: n = 156,5^{\circ}$   $h = 20,5^{\circ}$  (die Messungen siehe unter 2b, S. 510), welche mit der  $b$ -Achse zusammenfällt. Für die Einstellung dieser Richtung parallel  $M$  erhält man die Position:

$$n = \underline{336,5^{\circ}}, \quad h = \underline{69,5^{\circ}}.$$

In dieser Stellung bildet die Richtung der  $c$ -Achse noch einen Winkel von  $28,1^{\circ}$  mit dem Polarisator-Hauptschnitt; die Einzelmessungen für  $m_c$  finden sich weiter unten in der Rubrik „Zonenachse [001]“. Die Auslöschungslagen befinden sich dann — bezogen auf den Polarisator-Hauptschnitt — für die

Richtung $n_{\beta}$	Zonenachse [001]	Richtung $n_{\alpha}$	Differenz
$n_{Kr.} \geq 1,516 = n_{\beta}$	$m_c = 28,0^{\circ}$	$n_{Kr.} < 1,516 = n_{\alpha}$	$m_2 - m_1$
Relief sehr hoch	28,1	Relief deutlich	
	28,1		
$m_1 = 327,4^{\circ}$	28,3	$m_2 = 58,1^{\circ}$	
327,5	28,2	57,9	
327,8	28,3	57,9	
327,5	28,0	58,6	
328,2	28,1	58,3	
	28,2		
	28,0		
<u>327,7<sup>0</sup></u>	<u>28,1<sup>0</sup></u>	<u>58,2<sup>0</sup></u>	90,5 <sup>0</sup>

Auslöschungsschiefe  $n_{\alpha}/c = 30,1^{\circ}$  im spitzen Winkel  $\beta$ .

Im weissen Licht lässt sich eine Dispersion der Hauptschwingungsrichtungen  $n_{\alpha}$  bzw.  $n_{\beta}$  nicht nachweisen (dies im Gegensatz zur konoskopischen Untersuchung, siehe Seite 513); dagegen ist kräftiger Pleochroismus festzustellen:

Hauptschwingungsrichtung $n_{\alpha}$ :	Hellblau
„ „ $n_{\gamma}$ :	Kräftig blau bis blaugrün
„ „ $n_{\beta}$ :	Dunkel blaugrün (bei anderer Gelegenheit beobachtet).

b) Bestimmung der Lage der Hauptschwingungsrichtungen:

Vorbemerkungen, besonders hinsichtlich der Messtellungen Reinhard und Tröger siehe die Ausführungen beim Beispiel Ascorbinsäure, Seite 499—500.

Ellipsoid-Hauptachse  $n_\alpha$ .

Stellung Reinhard ( $m = 360^\circ$ )		Stellung Tröger ( $m = 270^\circ$ ) Relief durchwegs sehr niedrig, $n_{\text{Krist.}} < 1,516$	
$n = 275,7^\circ$	$h = 51,7^\circ$	$n = 275,5^\circ$	$h = 51,5^\circ$
275,2	51,7	273,5	52,6
275,5	51,5	274,3	53,2
274,3	53,2	274,5	53,2
273,5	52,6	274,1	52,9
Gesamtmittelwert:	$n = 274,6^\circ$	$h = 52,4^\circ$	

Ein Unterschied in den Messungen zwischen den Stellungen Reinhard und Tröger ist nicht feststellbar.

Ellipsoid-Hauptachse  $n_\gamma$ .

Diese Hauptschwingungsrichtung fällt mit der kristallographischen b-Achse zusammen. Zur Kontrolle der Auslöschungslage an Hand morphologischer Bezugselemente wurde bei einer Anzahl Einstellungen durch Kippen um K die kristallographische c-Achse parallel zur Beobachtungsrichtung eingestellt und dann an M die Orientierung der Prismenflächen kontrolliert.

	Auslöschungslage $n_\gamma$			Morphologische Kontrollmessungen				
	$n^\circ$	$h^\circ$	Beurteilung	$k^\circ$	$m_1^\circ$	$m_2^\circ$	$m_2 - m_1^\circ$	Symmetriestellung
Stellung Reinhard				298,0	-25,5	+25,4	50,9	Nach vorangehender Messung
Relief für k um $24^\circ$ sehr flach,	156,0	20,5	gut sehr gut	297,5	-25,3	25,1	50,4	gut
für k um $300-330^\circ$ sehr hoch.	156,8	19,3						
	155,2	24,0						
	155,2	22,0						
	157,0	20,3	gut	297,0	-23,9	25,8	49,7	schlecht
	156,0	20,2		298,0	-25,9	26,5	52,4	gut
Stellung Tröger	157,0	19,3	kein Unterschied geg. Reinhard	297,2	-25,0	24,9	49,9	gut
durchwegs sehr hohes Relief.	156,3	23,3	nicht sehr schön befriedigend	298,4	-21,8	28,8	50,6	sehr schlecht
Kristall erscheint mehr oder weniger als Phantom.	156,3	19,0		298,4	-25,1	25,2	50,3	gut
	157,6	19,0		298,1	-25,5	24,6	50,1	mässig
	158,2	19,5		297,5	-25,6	24,4	50,0	mässig
	156,2	20,1		gut	298,5	-23,8	25,9	49,7
Gesamtmittelw.	156,5 <sup>0</sup>	20,5 <sup>0</sup>		297,8 <sup>0</sup>	-24,7 <sup>0</sup>	25,7 <sup>0</sup>	50,4 <sup>0</sup>	



Ellipsoid-Hauptachse  $n_\beta$ .

Die Auslöschungslage für diese Indikatrix-Hauptachse sollte nach der stereographischen Projektion bei  $n = 54,0^\circ$  und  $h = 30,5^\circ$  zu finden sein. Aus vorläufig unerklärlichen Gründen entsprechen jedoch diese Koordinaten keiner Auslöschungslage. Lange und sorgfältige Versuche, abwechselnd in den Messstellungen Reinhard und Tröger durchgeführt, haben immer wieder ergeben, dass die Richtung  $n_\beta$  nicht eingestellt werden kann, trotzdem die experimentellen Bedingungen dafür günstig wären<sup>16)</sup>. Erschwerend ist allerdings in diesem Falle das Erscheinen beider optischen Achsen im Schwenkbereich von K, wobei in ihrer Nachbarschaft sehr starke Aufhellungen eintreten.

Verschiedene Versuche und Überlegungen sollen noch einzeln besprochen werden:

$\alpha$ ) Nimmt man für den vorliegenden Fall die Richtigkeit der Kippwinkelkorrektur nach TRÖGER an (vgl. dazu Seite 489) und berechnet danach die möglichen Positionen der scheinbaren Auslöschungslage bezogen auf die Durchtrittsflächen  $m$ ,  $m'$  und  $a$ , so findet man folgende Verhältnisse: die möglichen Positionen für die wahre und die verschiedenen scheinbaren Richtungen liegen in einem Gebiet zwischen  $n = 52-60^\circ$  und  $h = 25-30,5^\circ$ . In diesem Bezirk gibt es aber keine Stelle, die man als brauchbare Auslöschungslage bezeichnen könnte.

$\beta$ ) Ausgehend von der konoskopischen Einstellung der Achsenebene (siehe Seite 512)  $n = 50,7^\circ$  und  $r = 41,0^\circ$  beobachtet man bei Durchsicht durch die Fläche  $m$  gute Auslöschung für maximale Kippung um K ( $k = 53-57^\circ$ ); demgegenüber fehlt in dieser Position beim Durchblick durch die Fläche  $m'$  die Auslöschung.

$\gamma$ ) Ausgehend von der aus der stereographischen Projektion für  $n_\beta$  entnommenen Position  $n = 54^\circ$  und  $h = 30,5^\circ$  gelangte man über die Koordinaten  $n = 355,5^\circ$  und  $h = -1,5^\circ$  zu einer Auslöschungslage bei  $n = 335,4^\circ$  und  $h = -18,5^\circ$ , das ist aber ungefähr die Position von  $n_\gamma$  ( $n = 156,5^\circ$ ,  $h = 20,5^\circ$ ).

$\delta$ ) Die Untersuchung dieser eigenartigen Erscheinung wurde in ganz anderer Orientierung des Kristalles zum U-Tisch weitergeführt. Die Glaskugel wurde so gedreht, dass die monokline Symmetrieebene (010) möglichst genau mit der Ebene des innersten Messkreises N zusammenfällt. Diese Anordnung erlaubt ausgiebigste Schwenkungen  $k$  um jede Richtung in der Ebene des innersten Messkreises, also auch um die Richtungen  $n_\alpha$  und  $n_\beta$ . In dieser Orientierung gelangen auch die störenden Aufhellungen in der Umgebung der optischen Achsen nicht mehr in den Messbereich. Für die Hauptschwingungsrichtung  $n_\alpha$  wurde unter diesen Bedingungen gemessen:  $n = 104,4^\circ$   $h = 0,9^\circ$  (Mittelwerte; kein Unterschied zwischen den Messstellungen Reinhard und Tröger). Diese Position ist als die erste Dunkelstellung in der Ruhelage des U-Tisches zu werten; die andere Dunkelstellung wurde bestimmt zu  $n = 194,6^\circ$  ( $193,5^\circ-195,1^\circ$ ). Diese zweite Dunkelstellung wird durch Kippen um die H-Achse nicht zerstört (das ist verständlich, da die Hauptschwingungsrichtung  $n_\alpha$  praktisch mit der H-Achse zusammenfällt).

<sup>16)</sup> Nach den Erfahrungen von NIKITIN (12, S. 45) ist bei zweiachsigen Kristallen das Einmessen der optischen Normalen meist mit Schwierigkeiten und grossen Fehlern behaftet.

Beim Neigen um K tritt dagegen mässige Aufhellung ein, die durch Kippen um H weder nach der einen noch nach der anderen Seite irgendwie beeinflusst wird. Einzig durch Drehen um N kann eine mehr oder weniger gute Dunkelstellung wieder hergestellt werden, dann besteht aber in der Nullstellung ( $k = 0^\circ$ ) wieder eine Aufhellung, die durch Kippen um H nicht behoben werden kann, sondern nur durch Drehen um N. Diese Feststellung wurde in gleicher Weise für die Messtellungen Reinhard und Tröger gemacht. Somit schliessen sich diese Messungen an die vorangehenden Beobachtungen an, d. h. aus unbekanntem Gründen ist es hier nicht möglich, eine brauchbare Auslöschungslage für die Hauptschwingungsrichtung  $n_\beta$  zu erhalten.

c) Konoskopische Untersuchungen in der Ebene der optischen Achsen.

Für die scheinbare Lage der Ebene der optischen Achsen — nach dem Interferenzbild eingestellt — findet man:

gesehen durch die Fläche		Achse $A_1$ $m' (\bar{1}\bar{1}0)$	Achse $A_2$ $m (\bar{1}10)$
$n = 50,7^\circ$	$r = 41,1^\circ$	$k_1 = 7,6^\circ$	$k_2 = 43,6^\circ$
50,5	40,7	7,7	43,7
50,8	41,2	7,7	43,6
50,8	40,9	7,4	43,3
<u>50,7<sup>0</sup></u>	<u>41,0<sup>0</sup></u>	<u>7,6<sup>0</sup></u>	<u>43,5<sup>0</sup></u>

Scheinbarer Achsenwinkel:

$$2H\alpha = 35,9^\circ$$

Achsenausstichpunkte nur

nach  $n$  und  $r$  eingestellt:

$$(k = 0,0^\circ)$$

$n = 62,2^\circ$	$r = 41,4^\circ$
62,4	41,8
<u>62,3<sup>0</sup></u>	<u>41,6<sup>0</sup></u>

$n = 106,2^\circ$	$r = 57,1^\circ$
106,2	56,7
<u>106,2<sup>0</sup></u>	<u>56,9<sup>0</sup></u>

Während bei der Einstellung der scheinbaren Achsenebene die Ausstichpunkte einzig durch die zu den Richtungen der optischen Achsen stark geneigten Prismenflächen  $\{110\}$  zur Beobachtung gelangen, sieht man bei der zweiten Messanordnung am Rande des konoskopischen Gesichtsfeldes weitere Achsenbilder  $A_1'$  und  $A_2'$ . Das Auftreten von Totalreflexion verhinderte ihre Einstellung in die Mikroskopachse; trotzdem wurde ihre ungefähre Lage gemessen und in Beziehung zu den Durchtrittsflächen  $o$  und  $o'$  gesetzt. Der Durchtritt der optischen Achsen durch diese Flächen erfolgt nahezu senkrecht:

$A_1'$  sichtbar durch  $o' (\bar{1}\bar{1}1)$

mit den Koordinaten

Position von  $A_1'/o'$

$$n + 180 = 59,7^\circ$$

$$n = \text{ca. } 61^\circ$$

$$90 - h = r = 28,8^\circ$$

$$r = \text{ca. } 30^\circ$$

$A_2'$  sichtbar durch  $o (\bar{1}11)$

Position von  $A_2'/o$

$$n + 180 = 121,8^\circ$$

$$n = \text{ca. } 117^\circ$$

$$90 - h = r = 48,0^\circ$$

$$r = \text{ca. } 51^\circ$$

Die zwischen den beiden Achsen ausstechende Bisektrix wurde als  $n_\alpha$  charakterisiert. Abgesehen von den Lichtbrechungsverhältnissen ist dies erkennbar am Wandern der isochromatischen Kurven im Interferenzbild beim Einschieben des Quarzkeiles.

Im weissen Licht ist im Achsenbild deutlich die für horizontale Dispersion charakteristische Farbverteilung zu erkennen. Aus der Anordnung der roten und blauen Farbsäume ergibt sich für die Dispersion der Schwingungsrichtungen  $n_\alpha/c \rho > v$ , die in der Auslöschungslage (Seite 509) nicht hatte erkannt werden können.

Berechnungen: Trägt man die gemessenen Positionen der Achsenausstichpunkte in die stereographische Projektion ein, so bemerkt man, dass die durch diese Punkte verlaufende „scheinbare“ Achsenebene mit der durch die Hauptschwingungsrichtungen  $n_\gamma$  und  $n_\alpha$  bestimmten wahren Achsenebene einen Winkel von ungefähr  $11^\circ$  einschliesst. Korrigiert man die scheinbare Neigung jeder optischen Achse in bezug auf die Normale ihrer Durchtrittsfläche, so fallen beide Achsenausstichpunkte gemeinsam mit den Positionen von  $n_\alpha$  und  $n_\gamma$  auf einen Grosskreis. Die wichtigsten Daten der Berechnung werden nachstehend gegeben:

	Achse $A_1$	Achse $A_2$
scheinbare Winkel:	$\sphericalangle A_1/(\bar{1}10) \quad \alpha_1 = 65,7^\circ$	$\sphericalangle A_2(\bar{1}10) \quad \alpha_2 = 65,3^\circ$
nach Brechungsgesetz		
korrigierte Winkel:	$\alpha_1^* = 54,3^\circ$	$\alpha_2^* = 54,1^\circ$
wahre Achsen-		
positionen:	$n^* = 58,2^\circ \quad r^* = 30,3^\circ$	$n^* = 118,6^\circ \quad r^* = 51,9^\circ$
wahrer Winkel der optischen Achsen:	$2 V_\alpha = 43,2^\circ$	
Position der Hauptschwingungsrichtung $n^\alpha$ :		
gemessen (siehe S. 508):	$n = 180 + 95,7^\circ = 275,7^\circ$	$h^* = 90 - 37,2^\circ = 52,8^\circ$
	$n = 274,6^\circ$	$h = 52,4^\circ$

Die stereographische Projektion (Fig. 7) zeigt gewisse Unschönheiten, die auf messtechnische Unvollkommenheiten zurückzuführen sind: Der Pol von  $a(\bar{1}00)$  liegt merklich ausserhalb der monoklinen Spiegelebene; die Neigung der Flächennormalen von  $\{111\}$  gegen die optischen Achsen zeigt grosse Unterschiede. Die Ursache beider Abweichungen ist wahrscheinlich in mangelhaften morphologischen Messungen an den schmalen und kleinen Flächen zu suchen. Demgegenüber werden andere Bestimmungsstücke wiederum sehr genau wiedergegeben (siehe unten). Im grossen und ganzen wird jedoch der Charakter dieser Verbindung durch die Messungen befriedigend dargestellt.

Abschliessend sollen die mit Hilfe der Glashohlkugel gewonnenen kristallographischen Daten den Befunden von KLASENS & TERPSTRA gegenübergestellt werden:

	Messungen in der Glashohlkugel <sup>17)</sup>	KLASENS & TERPSTRA (6)
<b>Achsenverhältnis:</b>		
a : b : c	0,51 : 1 : 0,44 <sub>5</sub> (gr. St.)	0,513 : 1 : 0,448
$\sphericalangle \beta$	79° (101°) (gr. St.)	78° 46'
<b>Flächenwinkel:</b>		
o — o' = ( $\bar{1}11$ )/( $\bar{1}\bar{1}1$ )	41° (gr. St.)	40° 28'
o — m' = ( $\bar{1}11$ )/( $\bar{1}10$ )	50,5°; 52,5° (gr. St.)	50° 43'
m — m' = (110)/(1 $\bar{1}0$ )	50,2°; 50,9° (ber.)	53° 26'
q — q' = (011)/(0 $\bar{1}1$ )	47° (gr. St.)	47° 30'
q — o = (011)/( $\bar{1}11$ )	40,5°; 37,5° (gr. St.)	42° 29'
q' — b' = (0 $\bar{1}1$ )/(0 $\bar{1}0$ )	67,5°; 65° (gr. St.)	66° 16'
<b>Kristalloptik:</b>		
n <sub>α</sub>	n <sub>α</sub> < 1,516	1,491
n <sub>α/c</sub>	30,1° im spitzen $\sphericalangle \beta$ (gem.)	31,9° im spitzen $\sphericalangle \beta$
n <sub>β</sub>	n <sub>β</sub> ≥ 1,516	1,700
n <sub>γ</sub> // b-Achse	n <sub>γ</sub> ≥ 1,516	1,746
2 V <sub>γ</sub>	136,8° (ber.)	135° (ber. aus n <sub>α</sub> , n <sub>β</sub> , n <sub>γ</sub> )
<b>Dispersion d. opt. Achsen:</b>	Horizontal, bezogen auf n <sub>α</sub> als spitze Bisektrix	
$\sphericalangle$ zwischen je 1 optischen Achse und der Flächen- normalen { $\bar{1}11$ }	5,5° bzw. 2,5° (gr. St.)	3,5°

#### 4. Geschliffener Zirkon

Der als Tafelstein (Fig. 8) geschnittene blaue Zirkon misst an der Rundiste  $9,9 \times 7,7$  mm und ist 5,0 mm dick; seine grösste Ausdehnung (diagonal) beträgt 11,0 mm. Gewicht 0,949 g =  $4\frac{3}{4}$  Karat, spezifisches Gewicht = 4,71.

Untersucht wurde die gegenseitige Lage von Indexellipsoid und Schliffform, wobei die Orientierung der Indikatrix-Hauptachse gegenüber der Tafelfläche einerseits und der Richtung der Längskanten andererseits festgestellt wurde. Die Einzelmessungen ergaben:

Längskanten (= „Zonenachse“) parallel zur K-Achse eingestellt

$$n = \begin{matrix} 76^\circ \\ 78^\circ \end{matrix} \quad h = \begin{matrix} 45\frac{1}{2}^\circ \\ 46\frac{1}{2}^\circ \end{matrix}$$

Tafelfläche (T) senkrecht zur K-Achse

$$n = \begin{matrix} 267^\circ \\ 266^\circ \end{matrix} \quad h = \begin{matrix} 45\frac{1}{2}^\circ \\ 45\frac{1}{2}^\circ \end{matrix}$$

<sup>17)</sup> Die hier verwendeten Abkürzungen („gr. St.“) bedeuten: graphische Auswertung in der stereographischen Projektion, zum Unterschied gegenüber den aus den Messdaten berechneten Zahlen („ber.“), bzw. den direkt genau messbaren Grössen („gem.“).

Position des Achsenausstichpunktes (schön einachsige Interferenzfigur von positivem Charakter)

$n = 259\frac{1}{2}^{\circ}$	$r = 23\frac{1}{2}^{\circ}$	$k = 23^{\circ}$ <sup>18)</sup>
$24\frac{1}{2}^{\circ}$	$10\frac{1}{2}^{\circ}$	$329\frac{1}{2}^{\circ}$
$312^{\circ}$	$32^{\circ}$	$359\frac{1}{2}^{\circ}$
$311\frac{1}{2}^{\circ}$	$32^{\circ}$	<u><math>0^{\circ}</math></u> (so eingestellt)

Deutlicher Pleochroismus wurde festgestellt:

parallel  $\omega$ : hellblau  
parallel  $\varepsilon$ : farblos bis schwach gelblich.

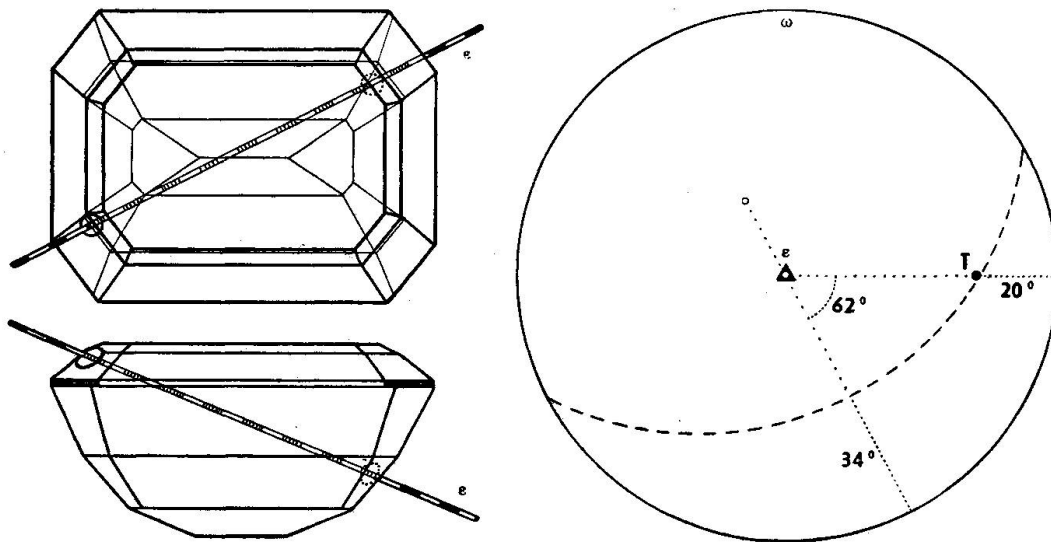


Fig. 8. Geschliffener Zirkon

Die optische Achse des einachsig-positiven Minerals bildet im vorliegenden Falle eine „Körperdiagonale“, deren Neigung gegen die Tafelfläche  $T$  ca.  $20^{\circ}$  und gegen die Längskanten ca.  $34^{\circ}$  beträgt. Um die gegenseitige Lage von Indikatrix und Schliffform klarer hervortreten zu lassen, ist die stereographische Projektion (Fig. 8) auf den Kreisschnitt des Indexellipsoides als Grundkreis transformiert dargestellt: in der Stellung  $n = 311\frac{1}{2}^{\circ}$  wurde das Stereogramm um die NS-Richtung um  $32^{\circ}$  gegen E rotiert.

Die relativ geringe Genauigkeit dieser Messungen liegt hier an der Grösse des untersuchten Edelsteines, nicht etwa am grossen Lichtbrechungsunterschied zwischen dem Zirkon ( $n_{\text{Krist.}}$  um 1,93) und der Immersionsflüssigkeit ( $N_i = 1,516$ ); das Achsenbild konnte gut erkannt und eingestellt werden. Entsprechend dem Lichtbrechungsunterschied war die Totalreflexion stark hervortretend, aber für die verschiedenen Einstellungen immer noch erträglich.

<sup>18)</sup> Diese verschiedenen Messungen des Achsenausstichpunktes führen zum selben Punkt in der stereographischen Projektion.

### V. Zusammenfassung

Ein neues Mikroskopierhilfsmittel zur kristalloptischen und morphologischen Untersuchung von ganzen Kristallen bis zu 11 mm grösster Ausdehnung wird beschrieben und seine Anwendung an Hand einiger Beispiele erläutert.

Das Instrument ist eine aus optischem Glas geschliffene hohle Kugel, in deren Mittelpunkt sich das Untersuchungsobjekt, homogen eingebettet, befindet. In ihrer Grösse ist die Glaskugel den bekannten Universaldrehtischen der optischen Firmen E. LEITZ oder BAUSCH & LOMB (U.S.A.) angepasst und kann auf einem solchen Messinstrument mit dessen normaler optischer Ausrüstung verwendet werden. Da keinerlei Konstruktionsteile über die Kugeloberfläche hinausragen, ist die Glaskugel — mit dem Präparat in ihrem Zentrum — unter dem Mikroskop oder gegenüber dem U-Tisch unbeschränkt drehbar; dies erlaubt, eine solche Mannigfaltigkeit an räumlich verschiedenen Beobachtungsrichtungen einzustellen, wie kein anderes bekanntes Instrument oder Verfahren.

Die kristallographischen Eigenschaften, welche mit dem neuen Instrument untersucht werden können, sind: in erster Linie die Orientierung der optischen Vektoren und ihre relative Grösse, ferner die Lage gut ausgeprägter morphologischer Elemente. Während das Vorgehen bei diesen Bestimmungen prinzipiell identisch ist mit den bekannten U-Tisch-Verfahren, so bietet die Verwendung ganzer Kristalle die Vorteile sehr dicker Schiffe. Daher kann die konoskopische Untersuchungsmethode auch auf dem U-Tisch erfolgreich angewendet werden, trotz der niedrigen Apertur der hierzu brauchbaren Optik.

Die Anwendungsmöglichkeiten für das neue Instrument sind mannigfaltig. Durchsichtige Einzelkristalle geeigneter Grösse können so ohne vorgängige zerstörende Eingriffe, insbesondere ohne Anfertigung von Dünnschliffen, auf einfache Weise der mikroskopischen Untersuchung zugänglich gemacht werden. Ausser für rein mineralogische Fragestellungen ist das beschriebene Verfahren hervorragend geeignet zur Bearbeitung von Problemen der chemischen Kristallographie, insbesondere zur einwandfreien kristallographischen Charakterisierung natürlicher und synthetischer, anorganischer wie organischer Verbindungen. Für die Edelsteinkunde bietet die Glashohlkugel in handlicher Form die Möglichkeit der Heranziehung konoskopischer Untersuchungsmethoden zur Kennzeichnung von Schmucksteinen.

Bei diesen Untersuchungen durfte ich mich vielseitiger Unterstützung erfreuen: Den Herren Prof. Dr. P. NIGGLI und Prof. Dr. R. L. PARKER, Zürich, verdanke ich wertvolle Anregungen. Herr Prof. Dr. M. REINHARD, Basel, ermöglichte mir durch die Überlassung eines Universaldrehtisches die experimentelle Überprüfung des neuen Verfahrens. Von Herrn Dr. E. GÜBELIN, Luzern, stammen interessante Vorschläge zur technischen Ausgestaltung des Apparates. Ihnen allen sei auch hier der herzlichste Dank ausgesprochen.

**A hollow ground glass-sphere for the examination of crystals or precious stones and its application as an accessory to the universal stage**

S u m m a r y

A new microscopic accessory is described for use in the optical and morphological examination of entire crystals of a diameter up to 11 mm. The usefulness and accuracy of the device is demonstrated by several examples.

The instrument is a sphere, ground out of optical glass. No part of the instrument rises above the surface of the sphere. The object (crystal) is placed in the centre of the sphere and is immersed in a liquid of the same refractive index as the glass. In its dimensions this sphere fits the universal stage as manufactured by LEITZ or BAUSCH & LOMB, and for quantitative work may be used with this instrument in conjunction with the normal optical equipment of the latter. The sphere with the crystal in its centre may be turned at will on the stage of a microscope or in its position on the universal stage. It is thus possible to bring a far greater number of directions into the line of vision than is the case with any other instrument.

The crystallographic properties which can be determined with the new device are (1) the orientation of the principal vibration directions and of the optic axes, (2) the positions of well marked morphological elements. While these investigations are in principle identical with those carried out with the well-known universal stage methods, the use of entire crystals brings all the advantages of very thick sections. Interference figures can therefore be produced on the universal stage despite the small numerical aperture of the low and medium power objectives which alone can be used.

The applications of the new instrument are very varied. Single, transparent crystals of suitable size can easily be examined microscopically without preliminary manipulations such as the preparation of the usual thin sections. This procedure is excellently adapted for the application of crystallographic methods to chemical problems, whether of mineral or of artificial products arising out of chemical research. Especially in the latter connection and for both inorganic or organic compounds the accurate determination of crystallographic properties seems especially important and essential for the development of „Chemical Crystallography“ as initiated by P. GROTH. For research on precious stones the new instrument offers a convenient possibility of using interference figures for characterising gemstones.

**Globe creux en verre pour l'étude de cristaux et de pierres précieuses,  
et son emploi comme accessoire de la platinethéodolite**

R é s u m é

Un nouvel accessoire pour l'examen microscopique des propriétés optiques et morphologiques de cristaux entiers est décrit. Cet instrument permet l'étude de tous les cristaux transparents de moins d'un mm jusqu'à 11 mm de diamètre. Son utilisation est expliquée à l'aide de plusieurs exemples.

L'instrument consiste en un globe de verre optique taillé de 27 mm de diamètre, au centre duquel est placé l'objet à étudier immergé dans un liquide dont la réfraction correspond à celle du verre. Le globe est adaptable à la platine théodolite de LEITZ ou BAUSCH & LOMB, ce qui permet l'emploi combiné des deux instruments sans recourir à des accessoires supplémentaires. Aucun élément de construction ne s'élevant au-dessus de la surface sphérique, ce globe de verre, contenant le cristal en son centre, se laisse tourner en tous sens relativement à l'axe optique du microscope ou à la platine théodolite. Grâce à cette propriété, les possibilités d'observation dans les différentes directions sont infiniment plus variées qu'avec les appareils et procédés employés jusqu'à présent.

Les possibilités de recherches et les méthodes sont en principe les mêmes que celles développées pour la platine théodolite, c'est-à-dire que l'on détermine d'abord les coordonnées sphériques des éléments optiques du cristal (axes principaux de l'ellipsoïde et axes optiques) ainsi que leurs dimensions relatives, et ensuite les positions d'éléments morphologiques bien prononcés. L'usage de cristaux entiers présente tous les avantages de préparations très épaisses. Ceci permet avec succès l'emploi de la méthode conoscopique avec la platine théodolite, malgré la faible ouverture de l'optique.

Les possibilités d'emploi de cet instrument sont multiples. Les cristaux transparents de grandeur appropriée peuvent être ainsi soumis directement à l'observation microscopique, c'est-à-dire sans traitement préalable plus ou moins préjudiciable comme par exemple la préparation de coupes minces. La méthode décrite ne sert pas seulement aux recherches minéralogiques, mais elle est aussi éminemment appropriée à l'étude de problèmes de cristallographie chimique, spécialement à la détermination cristallographique précise de produits naturels ou synthétiques, inorganiques et organiques. En joaillerie, l'instrument permet sous une forme très pratique d'appliquer les méthodes conoscopiques pour l'identification des pierres précieuses.

**Literatur**

1. BAUER, M., SCHLOSSMACHER, K.: Edelsteinkunde, 3. Aufl. (1932, Tauchnitz, Leipzig).
2. BEREK, M.: Mikroskopische Mineralbestimmung mit Hilfe der Universaldreh-tischmethoden (1924, Gebr. Borntraeger, Berlin).
3. BOEKE, H. E.: Die Anwendung der stereographischen Projektion bei kristallographischen Untersuchungen (1911, Gebr. Borntraeger, Berlin).



4. COX, E. G. & GOODWIN, T. H.: The Crystalline Structure of the Sugars. Part III. Ascorbic Acid and Related Compounds. Journ. Chem. Soc., London, 1936, 769; vgl. auch HENDRICKS, S. B.: Nature 133 (1934), 178.
5. EMMONS, R. C.: The Universal Stage (with five axes of rotation). (1943, Geological Society of America, Memoir No. 8).
6. KLASSENS, H.-A. & TERPSTRA, P.: Cristallographie du Saccharinate Cuivrique. Rec. Trav. Chim. Pays-Bas 56 (1937), 673.
7. KLEIN, C.: Einleitung in die Krystallberechnung (1876, Stuttgart).
8. NACKEN, R.: Über einen Apparat zur Untersuchung von geschliffenen Steinen, insbesondere von Edelsteinen. Zbl. f. Mineralogie etc., 1935 (A), 123.
9. NIGGLI, E.: Kristallographische Untersuchungen an Vitaminen. Schweiz. Min. Petr. Mitt. 22 (1942), 189.
10. NIGGLI, P.: Lehrbuch der Mineralogie, II: Spezielle Mineralogie, 2. Aufl. (1926, Gebr. Borntraeger, Berlin).
11. NIGGLI, P. & FAESY, K.: Auszüge (Besprechungen): Organische Verbindungen, Allgemeines. Z. Krist. 63 (1926), 322.
12. NIKITIN, W.: Die Fedorow-Methode (1936, Gebr. Borntraeger, Berlin).
13. REINHARD, M.: Universal-Drehtischmethoden. (1931, Wepf & Cie., Basel).
14. SCHUMANN, H.: Über den Anwendungsbereich der konoskopischen Methodik. Fortschr. Min., Krist., Petr. 25 (1941), 217.
15. TRÖGER, E.: Nomogramme zur Reduktion von Kippwinkeln am Universal-drehtisch. Zbl. f. Mineralogie etc. 1939 (A), 177.
16. WALDMANN, H.: Über eine graphische Auswertung der Achsenwinkel-Gleichung. Schweiz. Min. Petr. Mitt. 25 (1945), 327.

Eingegangen: Juli 1947.

## Erläuterungen zu nebenstehender Tafel

Fig. 1. Glashohlkugel mit geschliffenem Stein im Greiferverschluss, dazu ein Greiferverschluss einzeln und derselbe von aussen. Man beachte die vergrössernde Wirkung der Glaskugel, die dem Brechungsindex des verwendeten Glases proportional ist.

Fig. 2 und 3. Analyse mehrfacher Achsenbilder.

*Ascorbinsäurekristall* (optisch zweiachsig mit  $2V = \text{ca. } 90^\circ$ ) in Richtung der optischen Achse  $A_2$  aufgenommen (Beispiel 2, Seite 502 ff.:  $n = \text{ca. } 190^\circ$ ;  $r = \text{ca. } 37^\circ$ ;  $k = \text{ca. } 315^\circ$ ;  $m = 315^\circ$ , d. h. K-Achse in Diagonalstellung, gekreuzte Nicols).

- a) Kristallbilder (Vergrösserung  $22\times$ ),
- b) die zugehörigen Achsenbilder (durch Objektiv 2, Gesamt-Apertur 0,27).

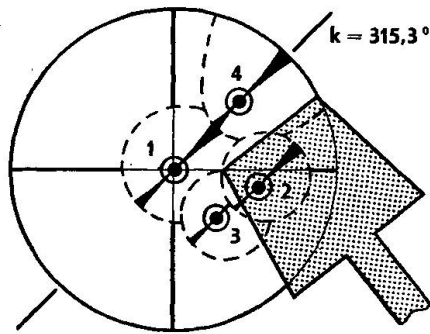
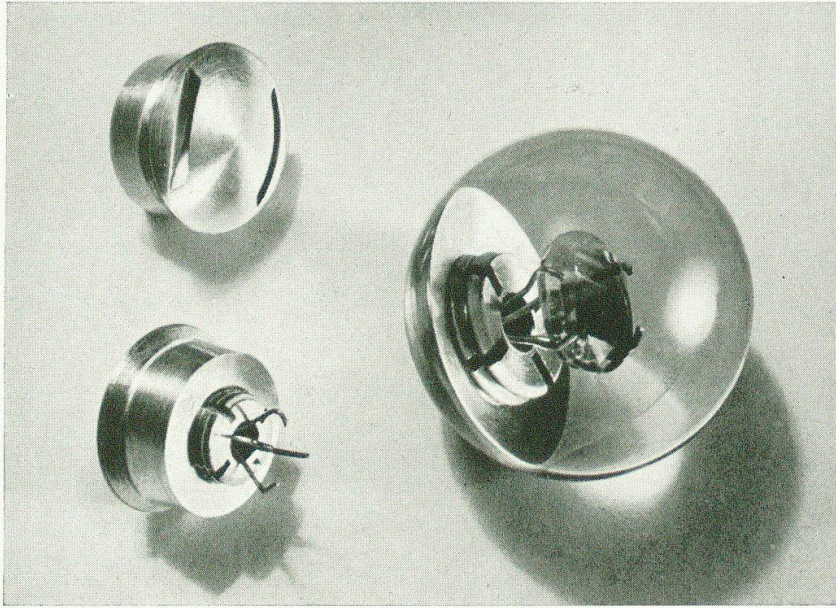


Fig. 3c. Analyse mehrfacher Achsenbilder

Fig. 2: Durch die an der (ungefähr im Zentrum sichtbaren) Ecke zusammenstossenden 4 Kristallflächen gelangen 4 sich mehr oder weniger überdeckende Achsenbilder ins Gesichtsfeld; sie sind dort durch starke Ablendung (Zuziehen der Aperturblende im Kondensator) möglichst voneinander getrennt worden.

In Fig. 3 ist eines dieser 4 Achsenbilder (Nr. 2, vgl. hierzu die nebenstehende schematische Figur 3c) durch den in den Tubusschlitz eingeführten Abdeckschieber (Fig. 4, Seite 484) abgedeckt, was in der Kristallansicht 3a eine Verdunkelung der entsprechenden Durchtritts-

fläche  $p(210)$  bewirkt. Man beachte an den Fig. a und b, dass das abgedeckte Achsenbild und die verdunkelte Kristallfläche seitenverkehrt zueinander liegen (bildumkehrende Wirkung der BERTRAND-Linse!).



Phot. Hoffmann

Fig. 1. Glashohlkugel

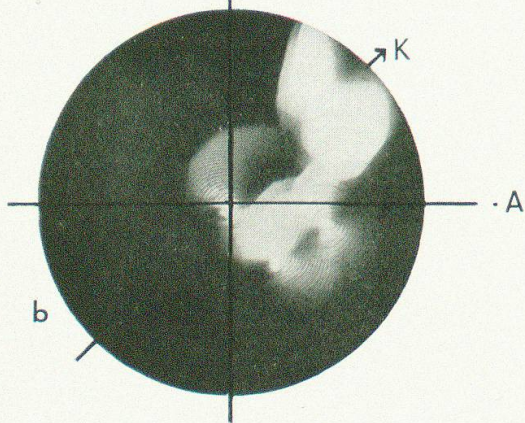
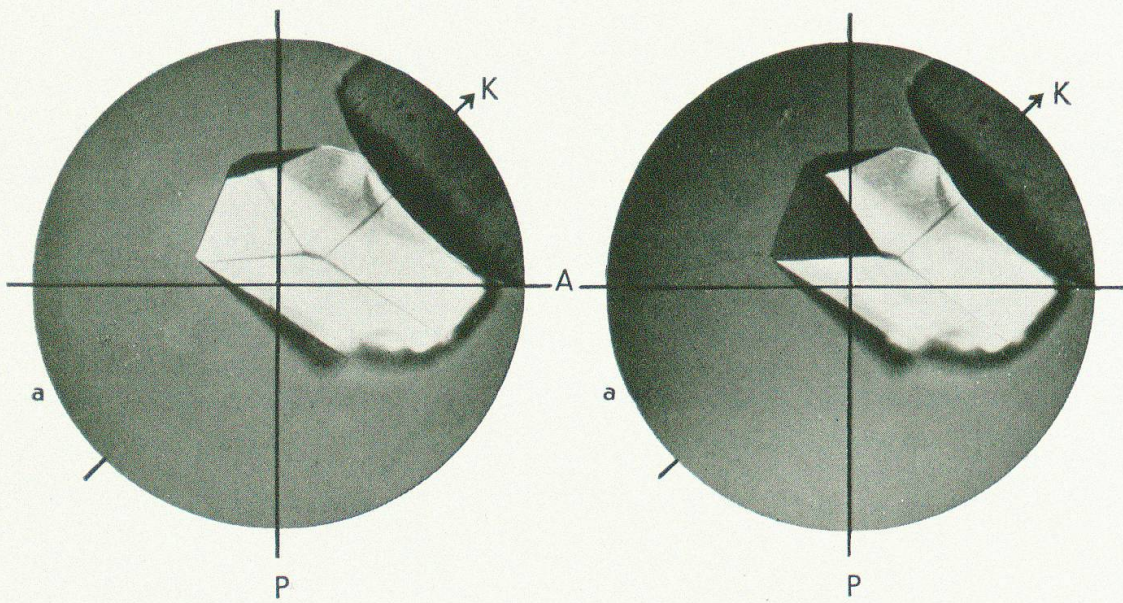
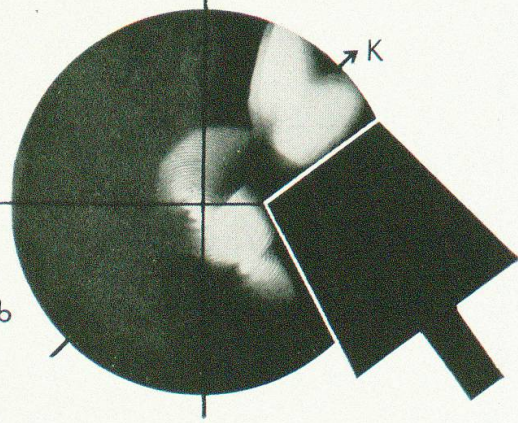


Fig. 2.



Phot. M. Breitschmid

Fig. 3.

Mehrfache Achsenbilder