

### 3. Th. Poleck und Bruno Grützner: Ueber eine krystallisirte Eisen-Wolfram-Legirung.

[Mittheilung aus dem pharmaceutischen Institut der Universität zu Breslau.]  
(Eingegangen am 31. Dezember, mitgeth. i. d. Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Vor einiger Zeit erhielt das pharmaceutische Institut zu Breslau aus der Biermann'schen Metallindustrie in Hannover ein grösseres Stück einer Eisen-Wolframlegirung mit einem Gehalt von 80 pCt. Wolfram. Der Director der Fabrik, Herr Rehboch, hatte die Güte uns mitzutheilen, dass die betreffende Legirung auf elektrolytischem Wege aus dem besten böhmischen Wolframstufenerz (Wolframit) erhalten worden sei, dass man aber die Fabrication dieser an Wolfram so reichen Verbindung aufgegeben habe, weil die Herstellungskosten auf diesem Wege sich für eine Verwerthung derselben in der Industrie zu hoch stellten. Ueber das Verfahren der Herstellung äusserte sich Hr. Rehboch nicht eingehender.

Das betreffende ca. 600 g schwere Stück war von ausgezeichnet krystallinischem Gefüge, mit einzelnen Drusenräumen durchsetzt, in denen sich zwar sehr kleine, aber doch gut ausgebildete Krystalle erkennen liessen. Die Krystalle sowohl, wie die krystallinische Grundmasse, besaßen eine silbergraue Farbe, einen grossen Glanz, grosse Härte und ein hohes specifisches Gewicht. Es gelang, eine wenn auch nur kleine Menge der Krystalle zu isoliren, sie krystallographisch zu bestimmen und zu analysiren.

Hr. Prof. Hintze hatte die Güte, die krystallographische Bestimmung zu übernehmen und die Messungen im mineralogischen Institut der Universität durch Hrn. Privatdocenten Dr. Milch ausführen zu lassen, wofür wir beiden Herren hier unseren verbindlichsten Dank aussprechen.

Die Krystalle der Eisen-Wolfram-Verbindung stellen flache trigonale Prismen mit Basis dar. Durch die Messungen wurde der Prismenwinkel genau zu  $60^\circ$  und die Neigung von Prisma zur Basis zu  $90^\circ$  gefunden. Da keine anderen Flächen beobachtet werden konnten, muss es unentschieden bleiben, ob die jedenfalls im hexagonalen System krystallisirende Substanz in die trapezoëdrisch-tetartoëdrische Abtheilung gehört, oder ob das trigonale Prisma durch Zusammenwirken der rhomboëdrischen Hemiëdrie mit Hemimorphie nach der Hauptaxe hervorgebracht wird. Zuweilen erscheinen zwei Krystalle symmetrisch nach einer Fläche des trigonalen Prismas verwachsen. Eine Spaltbarkeit wurde nicht beobachtet.

Bemerkenswerth ist die Härte der Krystalle, welche den Topas mit grosser Leichtigkeit ritzen und ungefähr dieselbe Härte wie der Korund besitzen.◄

Die chemische Untersuchung der Krystalle wies Eisen und Wolfram nach, während die Hauptmasse der Legirung nicht unbedeutliche Mengen Kohlenstoff chemisch gebunden enthielt.

Die Legirungen des Wolframs sind bisher nur wenig untersucht worden. In dem Lehrbuch der Chemie von Berzelius<sup>1)</sup> findet sich eine Notiz, wo es heisst: mit anderen Metallen lässt das Wolfram zusammenschmelzen und einige seiner Legirungen behalten einen gewissen Grad von Geschmeidigkeit, wie jene mit Blei und Kupfer. — Im Jahre 1858 nahm Muchet<sup>2)</sup> in England ein Patent auf die Anwendung des Wolframs bei der Stahlfabrication, durch welches dem bis dahin als werthlos betrachteten Metall, dessen Erze auf die Halden geschüttet und kaum als Wegepflasterungsmaterial benutzt wurden, in kurzer Zeit ein nicht unbedeutender Werth beigelegt wurde. — Bernoulli<sup>3)</sup> hat dann Legirungen mit Eisen, Kupfer, Blei, Antimon, Wismuth, Kobalt, Nickel, Silber und Gold darzustellen versucht.

Sein Hauptaugenmerk richtete er jedoch auf die technisch wichtigste Legirung von Wolfram mit Eisen. Nach seinen Versuchen lässt sich Eisen in jedem Verhältniss mit Wolfram legiren, bis man unter Zusatz von 80 pCt. Wolfram eine bei heftigster Weissglühhitze umschmelzbare Masse erhält. Bernoulli erhielt auf diese Weise beim Glühen von kohlenstoffhaltigem Eisen mit 80 pCt. Wolframsäure keinen Regulus, sondern nur eine unregelmässige, sich an die Wände anlegende, blasige Masse, die im muschligen Bruch eine schöne silberartige weisse Farbe zeigte und so hart war, dass sie Glas und Quarz mit Leichtigkeit ritzte. — In neuester Zeit hat »Biermann's Metall-Industrie« in Hannover die Herstellung dieser Legirungen in den verschiedensten Procentsätzen in die Hand genommen, wie sie auch eine Menge anderer interessanter Legirungen wie Ferro-Chrom, Ferro-Molybdän u. A. in den Handel bringt.

Zur vorläufigen Auswahl der Methode, welche sich am besten zur quantitativen Bestimmung des Wolframs neben dem Eisen eignen würde, wurde ein Theil der Grundmasse der Legirung höchst fein gepulvert, gebeutel und mit Königswasser längere Zeit erwärmt. Mit Zunahme des Lösungsprocesses wuchs auch die Menge der ausgeschiedenen Wolframsäure, sie legte sich jedoch so fest an die Gefässwandungen an, dass eine quantitative Bestimmung unmöglich wurde. Ausserdem zeigten sich in der mit gelbgrünlicher Farbe ausgeschiedenen Wolframsäure schwarze Pünktchen unaufgeschlossener Substanz, welche, durch die sie einhüllende Wolframsäure geschützt, selbst durch längeres Kochen mit Königswasser nicht in Lösung zu bringen waren.

1) Bd. II, 308.

2) Dingler, Polytechn. Journ. Bd. 155, 316.

3) Poggendorf, Ann. Bd. 111, 573.

Dagegen führte das Aufschliessen mit Natrium-Kaliumcarbonat zu befriedigenden Resultaten. Das staubfeine Pulver wurde mit annähernd der zehnfachen Menge des Carbonats innig gemischt und geschmolzen. Durch Behandeln der Schmelze löste sich das Alkali-Wolframat auf, das Eisen blieb auf dem Filter zurück. Nach seinem Auflösen in Salzsäure blieb ein Rückstand, der neben Kohlenstoff immer noch kleine Menge unaufgeschlossener Substanz enthielt, erst durch wiederholtes Schmelzen mit dem Carbonat konnte vollständige Aufschliessung erzielt werden. Diese Aufschliessung der Legirung wird aber wesentlich erleichtert, wenn vorher ihr feinstes Pulver im Platintiegel geglüht wird, sie bläht sich auf, oxydirt sich und durch diesen Process wird diese ungemein harte und specifisch schwere Substanz so aufgelockert, dass sie dann durch einmaliges Schmelzen mit Natriumkaliumcarbonat vollständig aufgeschlossen wird. In der wässrigen Lösung der Schmelze wurde, nach dem Neutralisiren mit Salpetersäure durch Mercuronitrat das Wolfram als flockiges, gelblich weisses Mercurwolframat gefällt. Nach 24stündigem Stehen wurde der Niederschlag abfiltrirt, mit verdünnter Mercuronitratlösung ausgewaschen, getrocknet und nach dem Glühen als Wolframsäure gewogen. Das beim Auslaugen der Schmelze auf dem Filter gebliebene Eisenoxyd wurde unter Zusatz von einigen Körbchen Kaliumchlorat in Salzsäure gelöst und als Eisenoxyd bestimmt.

Analyse der isolirten Krystalle: Gef. Proc.: Fe 13.07, W<sub>0</sub> 86.40.

Durch Division der vorstehenden Procentzahlen durch die entsprechenden Atomgewichte erhält man als einfachstes Verhältniss

$$0.2335 \text{ Fe und } 0.4695 \text{ W}_0,$$

das ziemlich genau einem Atomgewicht Eisen und zwei Atomgewichten Wolfram entspricht.

Die Zusammensetzung der Krystalle wird daher durch die Formel Fe W<sub>0</sub> ausgedrückt, sie enthalten nur Spuren von Kohlenstoff.

Die unbedeutende Menge des Untersuchungsmaterials gestattete leider nur diese eine Analyse.

Die Analyse der krystallinischen Hauptmasse der Legirung, die jedoch keine ausgebildeten Krystalle zeigte, führte zu nachstehenden Resultaten.

Gef. Proc.: W<sub>0</sub> 78.73, Fe 15.94, C 5.03, Summa 99.70.

Der Kohlenstoff wurde durch Verbrennen im Sauerstoffstrom bestimmt.

Berechnet man das einfachste Verhältniss der Atomgewichte des Wolframs, Eisens und des Kohlenstoffs, so erhält man die Zahlen

$$0.4288 \text{ W}_0 : 0.2846 \text{ Fe} : 0.4191 \text{ C}.$$

Diese entsprechen ziemlich genau dem Verhältniss 3 : 2 : 3 und damit einer chemischen Verbindung W<sub>0</sub>3 Fe<sub>2</sub> C<sub>3</sub> von krystallinischer Be-

schaffenheit und fast gleicher Härte wie die isolirten Krystalle. Das specifische Gewicht der Hauptmasse betrug in zwei Versuchen 12.92 und 13.04.

Es liegen daher hier zwei noch nicht bekannte Legirungen des Wolframs mit dem Eisen in einfachen Atomverhältnissen vor, die eine krystallisirt,  $\text{FeWo}_2$ , dem Schwefelkies  $\text{FeS}_2$  entsprechend, die andere krystallinisch,  $\text{Fe}_2\text{Wo}_3\text{C}_3$ , mit chemisch gebundenem Kohlenstoff, und ferner die interessante Thatsache, dass aus dieser letzteren Verbindung, der krystallinischen Grundmasse, die an Wolfram reichere und kohlenstofffreie Verbindung herauskrystallisirt ist.

Breslau im December 1892.

#### 4. Th. Poleck: Notiz betreffend das Vorkommen des Aethylalkohols im deutschen und türkischen Rosenöl.

(Eingegangen am 31. December; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

C. U. Eckart<sup>1)</sup> hatte bei seiner im pharmaceutischen Institut der Universität zu Breslau ausgeführten chemischen Untersuchung des deutschen und türkischen Rosenöls die Anwesenheit von Aethylalkohol im ersten Destillat zweifellos bewiesen, und da beide Oele unter Garantie der Reinheit aus der bewährten Fabrik von Schimmel & Co. in Leipzig bezogen worden waren, so musste der Aethylalkohol als ein normaler Bestandtheil des käuflichen Rosenöls angesehen werden.

Diese Thatsache hat durch den letzten Geschäfts-Bericht von Schimmel & Co. (October 1892) ihre volle und überaus interessante Bestätigung gefunden.

Die von der genannten Fabrik unter der umsichtigen Leitung ihres Besitzers, Hrn. Fritzsche, vor ungefähr sechs Jahren in Angriff genommene Gewinnung von Rosenöl aus deutschen Rosen befindet sich in erfreulichem Aufschwunge und hat immer grössere Dimensionen angenommen. Die in dem 8 Kilometer von Leipzig entfernten Gross-Miltitz angelegten, mehr als 50 Hectare umfassenden Anpflanzungen einer Varietät der *Rosa centifolia* haben sich im Sommer dieses Jahres üppig entwickelt und einen Oel-Ertrag von vorzüglicher Beschaffenheit geliefert. Die Destillation des Oels hat in diesem Jahr zum ersten Mal inmitten der Rosenfelder in einer provisorisch eingerichteten Fabrik stattgefunden, während gleichzeitig eine grössere, bleibende Fabrikanlage im Bau begriffen ist, die für die Verarbeitung von circa einer Million Kilo Rosen eingerichtet und mit allen prak-

<sup>1)</sup> Diese Berichte 24, 4205.