

2. Ausfällen des Platins und Erzeugung des Platinschwammes.

Durch Versetzen der auf 30° Bé verdünnten, von der Hauptmenge des Ir befreiten Lösung mit der doppelten Menge einer konzentrierten Salmiaklösung unter starkem Rühren fällt Platin als kanariengelber Niederschlag aus (einschließlich Auswaschen braucht man 30 l Salmiaklösung auf 1 kg Pt); den so gewonnenen Platinsalmiak wäscht man in Saugfiltern aus Steingut oder in Filtersäcken so lange aus, bis mit Kaliumferrocyanid keine Reaktion mehr eintritt, und erhitzt ihn darauf in zylindrischen Gefäßen (30 cm hoch, 20 cm Durchmesser) aus Quarz, mit Deckel versehen, in einem Flammofen mit reduzierender Flamme langsam auf 700 bis 800° ; Erhitzungsdauer: 8 Std. Der so gewonnene unreine Platinschwamm enthält noch geringe Mengen Eisen, die durch Kochen mit 20%-HCl gelöst werden können, und bis zu 1% Ir. Dieses kann durch nochmaliges Behandeln mit verdünntem Königswasser und Wiederausfällen des Pt, falls erforderlich, entfernt werden. So gereinigtes Platin enthält z. B. 99,23% Pt, 0,32% Ir, 0,13% Rh, 0,04% Ru, 0,20% Fe. Beim Erhitzen des Schwammes in einem Schamottetiegel im Windofen erhält man einen zusammengesinterten Block, der durch Pressen bzw. Ausschmieden in kompakte Form gebracht wird. Da er, will man ihn schmelzen, zu groß ist, um ihn auf einmal in einen Tiegel zu bringen, so sintert man in diesem Falle in mehreren, durch Filtrierpapier getrennten Schichten, die sich nachher leicht trennen lassen.

Das Schmelzen des Platins erfolgt in der Knallgasflamme nach einer bereits 1856 von Ste. Claire Deville und Debray angegebenen Methode im (gebrannten) Kalkblock oder bei größeren Mengen in einem Tiegel nach Fig. 73.

Dabei ist zu berücksichtigen, daß Platin genau wie Silber im geschmolzenen Zustand Sauerstoff aufnimmt und diesen beim Erstarren unter „Spratzen“ wieder ausstößt. Am Ende der Schmelzperiode muß daher der Sauerstoff des Knallgasgebläses abgedrosselt und mit Wasserstoffüberschuß gearbeitet werden; man erreicht damit, daß der aufgenommene Sauerstoff wieder herausbrennt.

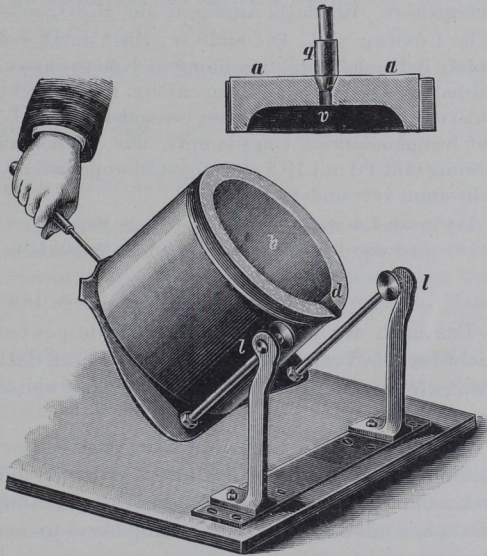


Fig. 73. Schmelztiegel zum Schmelzen von 15 bis 20 kg Platin im Knallgasgebläse. (Aus Schnabel, Hdb. Bd. II.) Der Tiegel *b* ist mit gebranntem Kalk ausgekleidet; das Gasgemisch wird durch eine Düse *q* im Deckel *a* eingeführt.

Verbrauch an Sauerstoff: 60 bis 70 l je kg Platin; erforderlicher Druck: 12 bis 15 cm Quecksilbersäule.

Die Gießformen bestehen aus Eisen, an der Oberfläche oxydiert und mit Graphit eingerieben oder innen mit Platin überzogen, auch solche aus (gebranntem) Kalk sind zu gebrauchen.

Beim Schmelzen verdampft noch etwa vorhandenes Osmium als Osmiumsäure, Kieselsäure wird durch CaO verschlackt.

3. Weiterbehandlung der Mutterlaugen vom Ausfällen des Pt.

Diese Lösungen enthalten noch sehr geringe Mengen Pt (infolge einer geringen Löslichkeit des Pt-Salmiak), ferner alles Pd, etwas Ir und Rh, Cu.

Zunächst fällt man alle diese Metalle nach dem Ansäuern mit H_2SO_4 durch met. Fe (evtl. auch Zn) aus: erster schwarzer Schlamm („premier noir“). Nach dem Rösten auf dem Scherben im Muffelofen und nach Behandeln (Dekapieren) mit H_2SO_4 zum Lösen des Cu behandelt man mit verdünntem Königswasser:

A. Unlöslicher Rückstand (Rh, Ir): mit BaO_2 geglüht, in Königswasser ($15 HCl + 2 HNO_3$) gelöst, Ba durch H_2SO_4 , Ir als schwarzviolett Ammoniumchloroiridat durch NH_4Cl abgeschieden, dieses durch vorsichtiges Erhitzen in Metall übergeführt. Rh nach Ansäuern mit H_2SO_4 mittels Fe ausgefällt.

B. Lösung (Pd, Pt, Spur Ir, Rh): durch Salmiak Pt + Ir ausgefällt, beide durch Behandeln mit verdünntem Königswasser, in dem Ir unlöslich, getrennt. Pd-haltige Lösung mit Fe zementiert, Fe-Überschuß durch HCl gelöst; Rückstand mit verdünntem Königswasser behandelt; Pd in Lösung, diese bei schwacher Hitze auf Sirupkonsistenz eingedampft, mit Ammoniak aufgenommen; aus der klaren Lösung fällt Pd mit HCl als gelbes Chloropalladium aus, durch Glühen in Palladiumschwamm verwandelt.

Der nach Lösen des Pd verbleibende Rückstand enthält Rh und geringe Mengen Ir, er wird wie der Rückstand unter A. behandelt.

4. Die Raffination des Platins.

Das nach der beschriebenen Methode gewonnene gereinigte Platin genügt nicht für alle Verwendungszwecke und muß daher, z. B. wenn daraus Thermo-elemente gemacht werden sollen, einem weiteren Raffinationsprozeß unterworfen werden.

Nach dem Verfahren von Ste. Claire Deville und Debray legiert man mit der 10fachen Menge Blei und erhitzt während 4 bis 5 Stunden auf ca. 1000° ; wenn man die aus dieser Legierung durch Eingießen in Wasser hergestellten Granalien mit stark verdünnter Salpetersäure in der Hitze behandelt, geht alles Pd zusammen mit dem Pb, Fe, Cu und geringen Pt- und Rh-Mengen in Lösung, während die Hauptmenge des Pt im Rückstand bleibt. Behandelt man diesen mit verdünntem Königswasser ($8 HCl, 2 HNO_3, 90 H_2O$), so löst sich Pt, während Ir und Ru ungelöst bleiben; aus der Lösung kann man Pt durch NH_4Cl in Gegenwart von NaCl (um Rh in Lösung zu halten) ausfällen. Durch Glühen des Niederschlags erhält man ein Produkt mit 99,98% Pt, je 0,01% Rh und Ag.

Durch wiederholtes Auflösen in Königswasser und Ausfällen durch Salmiak kann man noch größeren Reinheitsgrad erzielen.