

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.  $1000^\circ$ ; 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.

Beim Umschmelzen im Kalkblock ist besondere Sorgfalt darauf zu verwenden, daß hierbei eine Aufnahme von Calcium vermieden wird. Diese ist sehr gering, wenn die Knallgasflamme oxydierend, dagegen ziemlich stark, wenn sie reduzierend brennt. Eine Reduktion von CaO wird vollkommen vermieden bei Verwendung eines elektrischen Induktionsofens; es ist dann möglich, ein Platin mit 0,0001% Ca herzustellen.

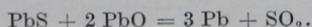
Die reinsten heute hergestellten Platinsorten (von Heraeus, Hanau) enthalten 99,99% Pt, 0,001% Fe.

Ältere Verfahren der Weiterverarbeitung des Platinkonzentrates sind:

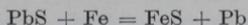
Das Verfahren von Ste. Claire Deville und Debray (1856):

Direktes Verschmelzen in einem ausgehöhlten Block aus gebranntem Kalk oder in dem Fig. 73 dargestellten Tiegel in der Knallgasflamme, evtl. unter Zusatz von Ätzkalk. Die meisten Verunreinigungen werden verschlackt und als Schlacke von dem porösen Kalk aufgesaugt oder bei der herrschenden Temperatur verflüchtigt. Natürlich gelang es so nur, ein sehr unreines Platin herzustellen, das hauptsächlich noch durch Ir und Rh verunreinigt war.

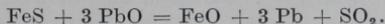
Das Verschmelzen mit Bleiglanz und Glätte mit nachträglichem Abreiben des Bleies. Die Abscheidung des Bleies erfolgte hier nach der Gleichung:



Enthielt der Platinsand, wie dies häufig der Fall ist, metallisches Eisen, so wirkte dieses nach den Gleichungen:



und



Das Blei wirkte also auch hier als Sammler, der Pt und die meisten anderen Platinmetalle mit Ausnahme des Osmiridium aufnimmt; die sehr spröde Legierung wurde in einem Treibofen (s. d.) abgetrieben, wobei die übrigen Verunreinigungen verschlackten; der so gewonnene noch bleihaltige Platinkönig wurde dann im Kalkgebläseofen weiter gereinigt.

Wegen der Unmöglichkeit, auf diese Weise ein den heutigen Ansprüchen genügendes Platin herzustellen und die übrigen Platinmetalle zu gewinnen, sind diese Verfahren inzwischen wieder aufgegeben worden.

Die Gewinnung des Platins und seiner Begleiter aus den Gold-Silber-Legierungen, die man schließlich bei der Verarbeitung edelmetallhaltiger Erze und Krätzen auf trockenem oder nassem Wege erhält, erfolgt in der Weise, daß man zunächst nach einer der bereits im Abschnitt „Gold-Silber-Scheidung“ des Kapitels „Silber“ geschilderten Methoden das Gold und Silber (elektrolytisch oder durch Affination) trennt, wobei die Platinmetalle mit dem Gold zusammengehen. Die hierbei gewonnene Gold-Platin-Legierung wird der Goldelektrolyse (s. S. 139) unterworfen, wobei sich das Gold kathodisch abscheidet, während Platin und Palladium anodisch in Lösung gehen und die übrigen Platinmetalle einen unlöslichen Schlamm bilden, aus dem sie durch sinngemäße Anwendung der obengeschilderten Verfahren zu gewinnen sind. Aus dem an Platin und Palladium angereicherten Elektrolyten fällt man Pt durch Salmiak und kann das Pd im Filtrat durch Fe niederschlagen.