



ÖGUSSA

PLATINGERÄTE  
Beständigkeit und Handhabung

## Inhalt

Richtiger Umgang mit Platingeräten	1
Grenzen der Anwendbarkeit	3
Behandlung der Platingeräte	6
Lebensdauer der Platingeräte	8
Temperaturbelastung	8
Physikalische und chemische Daten	9
Beständigkeit der Platingruppen-Metalle	10



# Richtiger Umgang mit Platingeräten

## Vorzüge der Platingeräte

**Platin** ist eines der widerstandsfähigsten Metalle. Wie kein zweiter Werkstoff ist es wegen seiner Beständigkeit gegen chemische Angriffe, seines hohen Schmelzpunktes (1768 °C) und seines niedrigen Dampfdruckes für Geräte des chemischen Laboratoriums geeignet. Seine Säurefestigkeit, vor allem seine vollkommene Widerstandsfähigkeit gegen Flusssäure – auch im Gemisch mit Schwefelsäure und/oder Salpetersäure – zusammen mit seiner Glühbeständigkeit, die in der Gewichtskonstanz auch stark geglühter Geräte ihren praktisch wertvollen Ausdruck findet, wird von keinem anderen metallischen Werkstoff erreicht. Seine einzigartige katalytische Wirksamkeit erleichtert die Veraschung organischer Stoffe, besonders auch der Filtersubstanzen.

Von großem Wert ist schließlich, dass sich das Platin in jeder Beziehung einwandfrei verarbeiten läßt, sodass die Formgebung kaum einer Einschränkung unterworfen ist. Besonders vorteilhaft ist hierbei noch, daß es sich fehlerlos homogen verschweißen läßt, so dass Lötungen, die im allgemeinen Stellen geringerer chemischer und thermischer Widerstandsfähigkeit darstellen, gänzlich vermieden werden können.

## Qualität der Platingeräte

Es ist verständlich, dass die beschriebenen guten Eigenschaften der Platingeräte nur von einem in jeder Hinsicht einwandfreien Platin in vollkommener Weise erreicht werden. Der Reinheitsgrad des Ausgangsmaterials und völlige Homogenität sind wichtigste Voraussetzungen; aber zur Erzeugung von in jeder Beziehung befriedigenden Geräten gehört ferner eine werkstoffgerechte Verarbeitung, wie sie nur durch jahrzehntelangen Umgang mit dem Werkstoff Platin gewährleistet werden kann.

Reines Platin ist sehr weich und verliert eine bei seiner Verarbeitung zu Geräten eingetretene Verfestigung bereits während des Glühens bei 700 bis 1000 °C, was beim Gebrauch von Laboratoriumsgeräten nachteilig ist. Es wird deshalb durch geringe Zusätze anderer Edelmetalle, wie Iridium, Rhodium oder Gold, gehärtet, wobei seine Beständigkeit gegen chemische Angriffe erhalten bleibt oder in manchen Fällen sogar noch verbessert wird.

Für die verschiedenen Verwendungszwecke stehen die in **Tabelle 1** verzeichneten Werkstoffe zur Verfügung.

**Tabelle 1: Edelmetall-Werkstoffe für Laborgeräte mit unterschiedlichen Funktionen**

Werkstoff	Gerät	Anwendungen
Pt/Ir 97/3 %	Tiegel, Schalen	Normale analytische Operationen, z.B.: saure und alkalische Aufschlüsse, Abrauchungen von HF, Glühen von Filterrückständen
	Gooch- bzw. Neubauer- Filtertiegel	Filtration aggressiver Flüssigkeiten mit anschließender Trocknung oder Glühung des Rückstandes
Pt/Ir 95/5% Pt/Ir 90/10% Pt/Ir 75/25%	Elektroden Kapillaren, Spatel Kapillaren	Elektroanalytische Bestimmung von Metallen wie z.B. Ag, Cu, Zn, Cd, Pb
Pt/Au 95/5	Tiegel und Schalen	Normale analytische Operationen, insbesondere aber auch für Verkokung und Erschmelzen von Proben für die RFA
	Tiegel und Rotationskörper	Rotationsviskosimeter für Glasschmelzen, auch aus Pt/Rh 90/10% und Pt/Rh 80/20%
Pt/Rh 90/10%	Tiegel	Aufschlüsse bei hohen Temperaturen in Keramik-, Zement- und Hüttenlabors. Bei störender Wirkung des bei alkalischen Aufschlüssen gebildeten $Rh_2O_3$ Innenplattierung mit Pt/Ir 97/3% möglich
Pt/Rh 80/20%	Schalen	Aufschlüsse von Ferrophosphor und Ferrosilizium
Au/Pt 90/10%	Schalen	Mehlveraschungen
Pt/Pd 80/20	Schalen	Mehlveraschungen
Rh oder Ir	Tiegel	Züchtung von oxidischen Einkristallen

# Grenzen der Anwendbarkeit

Frühe Erfahrungen im Umgang mit Platingeräten haben sich in folgenden Versen niedergeschlagen, die in den alten Bergakademien Freiberg oder Clausthal entstanden sein sollten:

In dem Tiegel von Platin  
schmelz nicht Cu, Ag, Au und Zinn,  
Antimon, Arsen und Blei,  
Wismut, ätzend Alkalei!  
Auch dient zu des Platins Wohle  
Phosphorsäure nicht und Kohle;  
Königswasser schadet hier,  
so wie Schwefel, merk' es Dir!  
Tust Du's doch, dann – lieber Gott –  
geht der Tiegel Dir kapott.

Die Vielzahl der guten Werkstoffeigenschaften läßt leicht vergessen, daß das äußerst widerstandsfähige Platin in besonderen Fällen recht reaktionsfähig sein kann. Von einigen wenigen Reagenzien wird es stark angegriffen, ja teilweise völlig zerstört.

## Allgemeines über schädigend wirkende Stoffe

Die den Platingeräten schädlichen Stoffe sind in den meisten Lehrbüchern der anorganischen und vor allem der analytischen Chemie mehr oder weniger vollzählig angegeben. Hauptsächlich werden genannt freies Chlor, Chlor aus Salzsäure-Salpetersäure-Gemischen (Königswasser), Salzsäure mit anderen Oxidationsmitteln, wie z.B. Chromsäure, Manganaten oder Eisen(III)-Salzen, sowie gewisse Salzsäuremelzen, von denen Platin chemisch gelöst wird; ferner die niedrig schmelzenden Metalle, wie z.B. Blei, Zinn, Zink, Silber, Aluminium, Quecksilber, Alkali-Metalle, Antimon, Wismut, primär vorhanden oder sekundär durch Reduktion aus Verbindungen entstehend, elementarer Phosphor, Arsen, Bor und Silizium, die sich mit Platin unter starker Erniedrigung seines Schmelzpunktes legieren.

Es bedarf keines Hinweises, dass die Schädlichkeit dieser verschiedenen Stoffe beträchtliche graduelle Unterschiede aufweist. In manchen Fällen vermögen wenige hundertstel Milligramm ein Platingerät völlig unbrauchbar zu machen, während andere schädliche Stoffe lange Zeit mit dem Gerät in

Berührung kommen können, ohne seine Brauchbarkeit wesentlich zu verringern. Gerade hierüber sind aber kaum nähere Angaben zu finden, was um so bedauerlicher ist, als die Verwendung von Platingeräten beim Arbeiten mit manchen an sich schädlichen Stoffen große Vorteile bietet. Wir geben deshalb im folgende einen Überblick über die wichtigsten schädigend auf das Platin wirkenden Stoffe unter Berücksichtigung der Stärke des Einflusses auf das Platin. Wir hoffen, mit unseren Ausführungen einen Beitrag zur Kenntnis des Geräteplatins zu leisten, der nicht nur den Benutzern der Geräte manchen Ärger erspart, sondern auch den Geräten eine längere Lebensdauer und unter Umständen ein erweitertes Anwendungsgebiet verschafft.

## Zerstörend wirkende Stoffe

Sieht man von der rein chemisch lösenden Wirkung von atomarem Chlor in Flüssigkeiten – z.B. aus Salzsäure-Salpetersäure-Gemischen – und von einigen Salzsäuremelzen ab, so ist wohl jede ausgesprochene Zerstörung von Platingeräten auf eine Legierungsbildung des Platins mit anderen Metallen oder Metalloiden zurückzuführen. Diese Legierungen haben meist einen viel niedrigeren Schmelzpunkt als das Platin, der bei den üblichen Arbeitstemperaturen überschritten wird; durch örtliches Aufschmelzen kommt es dann in den Geräten zur Bildung von Löchern oder Rissen.

## Legierungsbildung mit Metallen

An erster Stelle in bezug auf die Schädlichkeit stehen die niedrig schmelzenden Metalle, wie z.B. Blei, Zinn, Antimon oder Wismut, die schon in geringen Konzentrationen den Schmelzpunkt des Platins stark erniedrigen, wodurch Löcher in den Geräten entstehen. Dabei ist es nicht nötig, dass die Metalle als solche in das Gerät eingebracht werden. Wohl nur in den allerseltensten Fällen wird versucht, diese Metalle in Platingeräte zu erhitzen, aber gelegentlich wird übersehen, daß sich ein Teil ihrer Verbindungen – namentlich ihrer Oxide – sehr leicht, z.B. durch Filterkohle zum Metall reduzieren läßt. Es kommt auch gelegentlich vor, daß Spuren von leichtschmelzendem Metall – vorwiegend winzige Weichlotpartikel -

von außen an die Platingeräte gelangen, daran hängenbleiben und beim nächsten Erhitzen Löcher erzeugen.

Was von den leichtschmelzenden Metallen (einschließlich Quecksilber) und ihren Verbindungen gesagt wurde, gilt im Prinzip auch für die höher schmelzenden, wenn die Erhitzung bis in die Nähe ihres Schmelzpunktes ausgedehnt wird, was deshalb in Berührung mit Platingeräten grundsätzlich vermieden werden sollte.

Wenn bei einer Legierungsbildung mit einem höher schmelzenden Metall, wie z.B. Eisen, der Schmelzpunkt noch nicht soweit erniedrigt wird, dass es unmittelbar zur Zerstörung des Gerätes kommt, so wird doch durch diese Legierungsbildung die allgemeine Korrosionsbeständigkeit des Gerätes stark herabgesetzt, und der Werkstoff versprödet, so dass dann sekundäre Einflüsse die völlige Zerstörung hervorrufen können. Eine Platin-Eisen-Legierung entsteht zum Beispiel, wenn ein Platingerät in Gegenwart von Eisenoxid auf Temperaturen über 1200 °C erhitzt wird.

Als Reduktionsmittel für Metalloxide kommen – ebenso wie in allen Fällen, die später noch erwähnt werden – neben freiem Kohlenstoff, wobei nochmals auf die Filterkohle verwiesen sei, alle organischen Verbindungen, z.B. Metallsalze organischer Säuren, in Frage. Reduzierende Flammgase aus den Heizquellen wirken ähnlich. Es ist besonders zu beachten, dass Wasserstoff, bei 400 °C beginnend, zuerst von Platin okkludiert wird und bei höheren Temperaturen durch die Gerätewandung diffundiert. Der Wasserstoff alleine ist zwar, im Gegensatz zu irigen Schriftumsangaben, nicht als Schädlingstoff zu betrachten, gefährlich ist jedoch seine Einwirkung auf reduzierbare Verbindungen im Glühgut.

## Legierungsbildung mit Metalloiden

Ähnlich wie die Metalle bilden auch die Metalloide mit Platin niedrig schmelzende Legierungen, was aber oft noch nicht genügend beachtet wird. Besonders genannt seien Silizium, Phosphor und Arsen, über deren Wirkung als Schädlingstoffe Angaben im neueren Schrifttum vorliegen und auf die auf Grund ihres topochemisch spezifischen Angriffs in besonderem Maße zu achten ist. Während sich nämlich die Bildung etwa einer Platin-Zinn-Legierung über die gesamte

Oberfläche ausdehnt, erfolgt die Legierungsbildung mit Phosphor und Arsen bevorzugt entlang der Korngrenzen, in denen sie rasch fortschreitet und sehr schnell zu Rissen führt. (Bild 1)



Bild 1: Topochemischer Unterschied bei Korrosionsangriffen von Platin (nach J. Fischer)

**Silizium** bildet unter starker Herabsetzung des Platin-Schmelzpunktes das Silizid  $Pt_3Si$ , das seinerseits mit Platin ein bei 830 °C schmelzendes Eutektikum ergibt.

Die Legierungsbildung bei Gegenwart freien Siliziums, ggf. durch Reduktion primär anwesenden Siliziumdioxids durch Kohlenstoff oder Wasserstoff (in kleinsten Mengen) entstanden, führt über das niedrig schmelzende Eutektikum  $Pt-Pt_3Si$  zur Perforation der Tiegelwandung.

Phosphor reagiert in ähnlicher Weise. Er verbindet sich bereits in Bruchteilen eines Milligramms mit dem Platin zu dem Platinphosphid  $Pt_{20}P_7$ , das mit Platin ein besonderes tief schmelzendes (588 °C) Eutektikum  $Pt-Pt_{20}P_7$  ausbildet. Die Schmelztemperatur des mit Phosphor infizierten Platins sinkt örtlich sofort auf rd. 600 °C (eutektische Schmelze), wobei Risse und Löcher unvermeidlich werden. Besonders gefährlich ist dieser Vorgang bei Veraschungen von organischen Stoffen, wie z.B. Mehl, so klein auch der jeweilige Phosphorgehalt sein mag. In derartigen Fällen muß peinlich darauf geachtet werden, daß die Operationen bei möglichst tiefer Temperatur und unter hinreichendem Luftzutritt vorgenommen werden.

Ist eine gewisse Phosphoraufnahme durch das Platin nicht zu vermeiden, so empfiehlt sich die Verwendung von Geräten aus Platin/Rhodium-Legierungen (z.B. mit 20% Rh) oder aus reinem Rhodium, dessen Legierungen mit Phosphor erst bei wesentlich höheren Temperaturen schmelzen als das Eutektikum Pt-Pt<sub>20</sub>P<sub>7</sub>.

Für die Veraschung von phosphorhaltigen organischen Substanzen (Getreide und Mehl) hat sich die Legierung Au/Pt 90/10% bewährt. Da sie knapp oberhalb 1100 °C zu schmelzen beginnt, ist die Gebrauchstemperatur solcher Geräte auf max. 950 °C beschränkt.

**Arsen** und Platin bilden ebenfalls ein niedrig schmelzendes Eutektikum (bei 597 °C), das, lange bekannt, sogar das erste Verfahren zur Herstellung von bearbeitbarem Platin (Achard, 1779) ermöglichte; über das Arsenid gewann Berzelius 1836 Rhodium-Metall. In analoger Weise wie beim Phosphor kann durch Verglühen arsenhaltiger Verbindungen, z.B. Mg<sub>2</sub>As<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, bei Gegenwart reduzierender Stoffe (Flammgase oder Filterkohle) die Bildung von Platinarseniden veranlaßt werden. Zur Einschränkung des Arsenangriffs empfehlen sich die gleichen Maßnahmen wie bei der Phosphorkorrosion.

### Schädigende Stoffe

Während die Schädlichkeit der vorstehend genannten Stoffe im allgemeinen unterschätzt wird, ist die Schädigung der Platingeräte durch die nachfolgend erwähnten Substanzen meist geringer, als vielfach angenommen wird.

So löst sich beispielsweise Platin in Königswasser in der Kälte nur langsam, und auch bei Wasserbadtemperatur dauert das Auflösen eines Tiegels noch eine ganze Reihe von Stunden.

Alkalihydroxide, Karbonate, Sulfide, Cyanide und Thiocyanate greifen das Platin bei höheren Temperaturen zwar etwas an (vgl. Tabelle 4), oft bietet jedoch die Verwendung von Platingeräten so viele Vorteile, dass man einen gewissen Substanzverlust in Kauf

nehmen kann. Bei Schmelzen mit Ätzalkalien bzw. Alkalikarbonaten kann durch Zufügen von Alkalinitrat (bei Ätzalkalien die doppelte Menge Nitrat, bei Karbonaten die Hälfte Nitrat) und Einhalten der oberen Temperaturgrenze von 700 bzw. 550 °C der Angriff stark eingeschränkt werden. Für Natriumperoxid- und Cyanidschmelzen liegt die kritische Temperatur bei 500 °C, bei Karbonaten und Neutralsalzen etwa bei 800 °C. In allen diesen Fällen empfiehlt es sich, im Gegensatz zu der Arbeitsweise bei Glühungen oder Veraschungen, stets mit bedecktem Tiegel zu arbeiten, da bei vermindertem Luftzutritt der Korrosionsangriff geringer bleibt. Durch Kalisalze werden Platingeräte, wie auch andere Tiegelwerkstoffe, im allgemeinen stärker angegriffen als durch die entsprechenden Natriumsalze.

Bei Gläsern und keramischen Stoffen ist zu prüfen, ob durch sekundäre Reduktionsprozesse aus Schwermetalloxiden metallische Komponenten (z.B. Blei, Antimon, Arsen, Eisen u.a.) auftreten können. Von Magnesiumsilikaten (Asbest) wird Platin in oxidierender Atmosphäre bis zu 1400 °C nicht angegriffen, dagegen tritt in schwach reduzierender Atmosphäre schon bei Rotglut eine Verschmelzung zu einer Schlackenmasse unbekannter Zusammensetzungen ein.

Bei der Einwirkung von Kohlenstoff oder reduzierenden Flammgasen (aus leuchtenden Gasflammen oder aus dem inneren Kegel einer Gasflamme) auf leere Platingeräte wird deren Oberfläche aufgeraut. Diese Aufrauhung kann durch starkes Glühen des Gerätes in oxidierender Atmosphäre nur teilweise rückgängig gemacht werden. So dass die ursprüngliche Glätte der Oberfläche nicht ganz wieder erreicht wird. Die Schädigung des Platins durch Kohlenstoff und reduzierende Flammgase ist nur so lange gering und nicht tiefgreifender Natur, als keine reduzierbaren Verbindungen der erwähnten Platingifte, z.B. Metalloxide, anwesend sind. Anderenfalls findet eine Legierungsbildung des Platins mit den durch die Reduktion in Freiheit gesetzten Elementen statt. Durch Schwefel und schwefelhaltige Gase dürften Platingeräte erst ab 1550 °C geschädigt werden.



# Behandlung der Platingeräte

## Erhitzen

Glühungen und Veraschungen in Platingeräten sollen grundsätzlich in oxidierender Atmosphäre, d.h. im offenen Tiegel bei ungehindertem Luftzutritt, vorgenommen werden, um eine Reduktion von evtl. anwesenden Metall- oder Metalloidverbindungen, z.B. durch Filterkohle, zu vermeiden. Zweckmäßig ist es, das Glühgut zunächst bei niedriger Temperatur vorzuwärmen, bis alle organischen Substanzen verbrannt sind. Lediglich bei Aufschlußschmelzen mit alkalischen Salzgemischen ist es erfahrungsgemäß vorteilhafter, durch Arbeiten mit bedecktem Tiegel den Zutritt von Luftsauerstoff zum Tiegelinhalt zu erschweren.

Am schonendsten erfolgt die Erhitzung von Platingeräten im elektrischen Tiegelofen oder in der Muffel. Beim Glühen über dem Brenner oder dem Gebläse darf der innere Flammenkegel nicht mit dem Tiegel in Berührung kommen, da sonst eine Aufnahme von Wasserstoff erfolgen kann, der reduzierend auf den Tiegelinhalt wirkt.

Unnötig langes Erhitzen von Platingeräten auf hohe Temperaturen ist zu vermeiden, da dies zur Vergrößerung ihres Kristallgefüges, zur Versprödung und zur Rissbildung führen kann.

Glühende Platingeräte dürfen nicht mit Fremdmetallen in Berührung kommen. Bei Glühungen im elektrischen Ofen achte man auf peinliche Sauberkeit des keramischen Materials, auf das die Tiegel gestellt werden; dies gilt auch für die Unterlagen auf denen man Platingeräte nach beendeter Glühung abkühlen läßt. Beim Erhitzen über dem Brenner oder Gebläse bringe man Platingeräte nicht unmittelbar mit eisernen Dreiecken oder Drahtnetzen in Berührung, sondern verwende solche Dreiecke, die entweder mit 3 Distanzpunkten aus Platin-Iridium oder mit Röhrcchen aus einem geeigneten keramischen Werkstoff versehen sind.

Sehr haltbar sind Dreiecke, die aus hitzebeständigem Stahldraht und Quarzutröhrcchen hergestellt sind.

Beim Arbeiten auf dem Wasserbad vermeide man die Verwendung von Metallringen und bediene sich am zweckmäßigsten passender Porzellanringe. Die Zangen und Pinzetten, mit denen die glühenden Geräte gehandhabt werden, dürfen nicht aus Eisen oder gar aus Messing bestehen. Am besten sind Zangen und Pinzetten mit Platinspitzen oder -schuhen.

Beim gleichzeitigen Glühen mehrerer neuer Platingeräte in einer Muffel ist damit zu rechnen, daß sich berührende, polierte Wandungen bzw. Tiegelrand und Deckel infolge Selbstdiffusion schon bei Rotglut miteinander verschweißen können, d.h. aneinander kleben. Mit zunehmendem Einsatz der Geräte klingt diese Neigung ab.

## Reinigung und Pflege

Eine sorgfältige Pflege und Reinigung der Platingeräte nach dem Gebrauch ist eine selbstverständliche Notwendigkeit. Nach dem Auskochen mit dem jeweils geeigneten Lösungsmittel empfiehlt es sich, die Geräte gelegentlich mit feinem Seesand auszureiben, wodurch ihr Aussehen und ihre Lebensdauer nicht unwesentlich verbessert werden. Das Abscheuern mit den runden Sandkörnern entfernt nicht nur oberflächlich gebildete Legierungen, sondern glättet gleichzeitig die Oberfläche und macht sie dadurch gegen Angriffe widerstandsfähiger.

Eine energische Reinigung erzielt man auch durch Ausschmelzen der Tiegel und Schalen mit Kaliumhydrogensulfat oder Kaliumdisulfat. Falsch ist es, Verunreinigungen durch energisches Glühen aus dem Platin fortbrennen zu wollen. Nur in ganz wenigen Fällen führt dieses Verfahren zum Ziel, es ist aber immer besser, vor dem Glühen eines Platingerätes alle Verunreinigungen auf mechanischem oder chemischem Wege zu entfernen.

Vielbenutzte Platingeräte erhalten leicht Knicke, die bald zu einem faltigen Aussehen der Wandungen führen.

Diese Fältelung erschwert nicht nur das Reinigen der Tiegel und das Entfernen eines Schmelzkuchens, sondern beeinträchtigt auch die Lebensdauer des Gerätes. Es ist deshalb zweckmäßig, die Tiegelwandung dauernd glatt zu halten, was man mit Hilfe einer Holz- oder Kunststoffform oder einfacher durch Rollen der Tiegel auf einer ebenen Fläche unter gleichzeitigem Andrücken eines runden Holzstäbchens von etwa Bleistiftstärke an die Innenwandung leicht erreichen kann. Es wird viel zu leicht vergessen, daß die mechanischen Deformationen in vielen Fällen zu einem frühzeitigen Verschleiß der Geräte beitragen, der den geringfügigen chemischen Angriff bei weitem übertrifft. Man wähle daher von Anbeginn an die Wanddicken der Tiegel und Schalen nicht zu gering, um ein Verbiegen und Verwinden beim Halten mit der Tiegelzange zu vermeiden. Es ist selbstverständlich, dass die Backen der Tiegelzangen mit nicht zu kurzen Platinschuhen versehen sein sollten.

Zur Auflösung schwerlöslicher Disulfat- und Natriumkarbonat-Schmelzen (Aufschlüsse) aus Platintiegeln kann man verschiedene Kunstgriffe anwenden. Besonders bequem ist es, nach dem Vorschlag von **H. und W. Biltz** in dem Schmelzkuchen kurz vor dem Erstarren einen starken Platindraht „einfrieren“ zu lassen und diesen durch zweimaliges Umbiegen zusammen mit dem Platintiegel (siehe Bild 2) in die Löseflüssigkeit einzuhängen. Die im Tiegel entstehende schwere Salzlösung sinkt zu Boden und wird selbsttätig durch frisches Lösemittel ersetzt. Durch diesen Zirkulationsvorgang erfolgt schnelle quantitative Lösung bei äußerster Schonung des Tiegelwerkstoffes.

Erwähnt sei, dass sich der Werkstoff Pt/Au 95/5% unter anderem dadurch auszeichnet, daß er von vielen Gläsern und Salzsäuren schlecht benetzt wird. In solchen Fällen lassen sich deshalb Schmelzkuchen nach dem Erkalten durch einfaches Stürzen aus diesen Tiegeln entfernen.

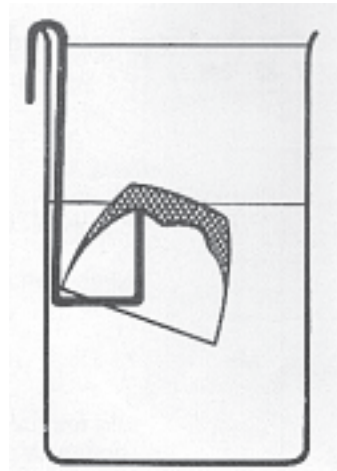


Bild 2: Herauslösen erstarrender Schmelzen aus einem Platintiegel (nach H. und W. Biltz (18))

Das Lösen der Metallniederschläge von den **Elektroden** nach Beendigung der elektrolytischen Bestimmungen kann – im Gegensatz zu anderen Schriftumsangaben – mit hochkonzentrierten, analytisch reinen Säuren geschehen, sofern man einen geringfügigen Angriff (<0,1 mg) zulassen will. Bei elektrolytisch auf nackter, nicht vorverkupferter Platin-Elektrode abgeschiedenem Zink darf infolge teilweiser oberflächlicher Legierungsbildung mit konzentrierter Salpetersäure abgelöst werden, da Salzsäure das Platin mit löst und Schwefelsäure das Zink nicht quantitativ entfernt.

Das Ausglühen der Netzelektrode in der freien Flamme ist nicht empfehlenswert, da in einem toten Winkel festhaftende Metallspuren einbrennen können, ferner eine unerwünschte Grobkornbildung gefördert wird, und schließlich in der Wärme mechanische Deformationen schon wegen des Eigengewichts der Elektrode eintreten. Ein Reißen der Netzbespannung ist dabei mit Sicherheit zu erwarten. Man trockne daher die mit destilliertem Wasser und mit Alkohol gespülte Elektrode im Trockenschrank zwischen 100 und 150 °C und bewahre sie zweckmäßig, in einem hohen Becherglas stehend, im Exsiccator auf.

# Lebensdauer der Platingeräte

Wenn bei Berücksichtigung des vorstehend Gesagten und einiger Aufmerksamkeit eine vorzeitige Zerstörung des Platingerätes auch mit Sicherheit zu vermeiden ist, so kann doch keine unbegrenzte Haltbarkeit gewährleistet werden. Ihre Lebensdauer ist zwar wesentlich größer als die der allermeisten anderen Laborgeräte, aber stark beanspruchte Tiegel, wie etwa Verkokungstiegel, werden nach einer größeren Anzahl von Bestimmungen brüchig und unansehnlich. Für Tiegel, Schalen und

Laboratoriumselektroden wird man eine mittlere Benutzungszahl von 1000 Operationen annehmen dürfen. Eine Umarbeitung der Geräte nach angemessenen Betriebszeiten ist in jedem Fall zu empfehlen.

Sollten bei dem Umgang mit Platingeräten Schwierigkeiten auftreten oder dabei die Lösung spezieller Probleme notwendig sein, so sind unsere Untersuchungslaboratorien zu einer Mitarbeit gerne bereit.

Die maximal zulässigen Temperaturen, bis zu denen Schmelzen in Platin-Tiegeln gehandhabt werden können, sind in der Tabelle 2 festgehalten.

Einen Überblick über den Einfluss von Platinschmelzen und die physikalischen Daten von Edelmetallen sowie die Beständigkeit von Platin gegen gebräuchliche chemische Reagenzien finden sie in den nachfolgenden Tabellen 3 und 4.

Tabelle 2

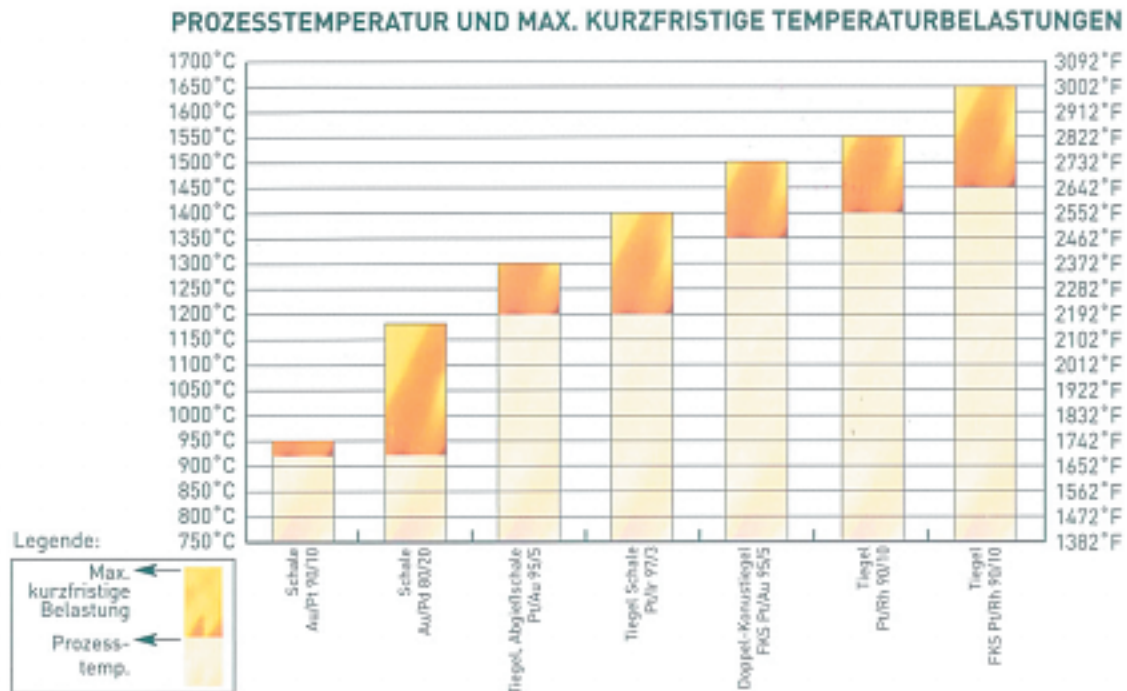


Tabelle 3

## EINFLUSS VON PLATINSCHÄDLINGEN AUF DIE SCHMELZTEMPERATUR

Element	Pt		Pd		Au		Ag		Rh		Ir	
	°C	°F	°C	°F	°C	°F	°C	°F	°C	°F	°C	°F
B	825	1517	743	1369	1050	1922	961	1762	1131	2068	1046	1915
Si	830	1526	798	1468	370	698	835	1535	1389	2532	1470	2678
P	588	1090	788	1450	935	1715	878	1612	1245	2273	1262	2304
As	597	1107	-	-	665	1229	540	1004	-	-	-	-
Sn	1070	1958	-	-	278	532,4	221	429,8	-	-	-	-
Sb	633	1171	590	1094	360	680	485	905	610	1130	-	-
Pb	290	554	265	509	213	415,4	304	579,2	-	-	-	-
Bi	730	1346	-	-	241	465,8	262	503,6	-	-	-	-
S	1260	2264	623	1153	-	0	742	1368	925	1697	-	-

## PHYSIKALISCHE DATEN VON EDELMETALLEN UND EDELMETALL-LEGIERUNGEN

Werkstoff	Schmelzpunkt Schmelzintervall		Dichte (g/cm <sup>3</sup> )	Längenausdehnungs- koeffizient (20-100°C) 10 <sup>-6</sup> (K <sup>-1</sup> ) (68-212°F) 10 <sup>-6</sup> (K <sup>-1</sup> )	Spezifischer, elektrischer Widerstand (gegüht) bei 20° C (0*mm <sup>2</sup> *m <sup>-1</sup> ) 68° F (0*mm <sup>2</sup> *m <sup>-1</sup> )	Temperaturkoeffizient des spezifischen elektr. Wider- standes (0-100°C) 10 <sup>-4</sup> (K <sup>-1</sup> ) (32-212°F) 10 <sup>-4</sup> (K <sup>-1</sup> )
	°C	°F				
Pt	1769	3216,2	21,45	9,1	0,107	39,0
Ir	2447	4436,6	22,45	6,8	0,049	43,0
Pd	1554	2829,2	12,02	11,1	0,099	38,0
Rh	1963	3565,4	12,41	8,3	0,043	46,0
Os	3050	5522,0	22,61	6,1	0,096	42,0
Ru	2315	4199,0	12,20	9,1	0,073	46,0
Au	1063	1945,4	19,32	14,1	0,027	40,0
Ag	961	1761,8	10,49	18,7	0,016	41,0
PtRh 10	1840-1870	3344-3398	20,00	10,0	0,200	16,3
PtRh 20	1870-1910	3398-3470	18,10	9,3	0,208	13,4
PtIr 10	1780-1800	3236-3272	21,60	8,6	0,250	12,0
PtIr 20	1830-1855	3326-3371	21,70	7,7	0,310	7,5
PtAu 5	1675-1745	3047-3173	21,32	-	0,100	21,0
FKS-Pt*	1769	3216,2	21,45	-	-	-
FKS-PtAu5*	1675-1745	3047-3173	21,32	-	-	-
FKS-PtRh10*	1840-1870	3344-3398	20,00	-	-	-

Werkstoff	Wärmeleitfähigkeit bei 20°C (Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ) 68°F (Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	Streckgrenze (MPa)		Zugfestigkeit (MPa)		Bruchdehnung (%)		Vickers Härte		Elastizitätsmodul (GPa)
		gegüht	hart	gegüht	hart	gegüht	hart	gegüht	hart	
Pt	74	70	290	150	330	40	3,0	42	98	170
Ir	59	93	-	450	-	7	-	210	453	528
Pd	75	65	400	180	480	35	3,0	40	210	121
Rh	88	68	-	800	1925	9	-	130	410	380
Os	87	-	-	-	-	-	-	350	1000	570
Ru	105	38	-	500	-	3	-	240	750	430
Au	312	50	260	180	300	40	3,0	40	90	78
Ag	419	120	320	140	380	37	3,0	35	110	80
PtRh 10	30	180	670	300	680	32	1,5	102	204	255
PtRh 20	-	110	920	380	940	32	2,0	113	273	268
PtIr 10	31	220	630	340	650	32	2,0	105	215	220
PtIr 20	-	380	920	570	940	21	2,0	190	300	230
PtAu 5	-	370	610	460	635	7	1,0	139	194	180
FKS-Pt*	-	180	-	265	-	25	-	85	-	-
FKS-PtAu5*	-	260	-	350	-	19	-	115	-	-
FKS-PtRh10*	-	330	-	445	-	16	-	115	-	-

Weitere physikalische Daten siehe auch Landolf Bärnstein, 1996, 19. Band, Teil 2, Springer Verlag

\* Prüfung nach Ögussa-Standard, 2001

Tabelle 4

## BESTANDIGKEIT DER PLATINGRUPPEN-METALLE BZW. GOLD UND SILBER IN KORROSIVEN MEDIEN

Korrosives Medium	Bedingungen	[°C]	[°F]	Pd	Pt	Rh	Ir	Ru	Os	Au	Ag
Chlorwasserstoffsäure	36%ig	20	68	1	1	1	1	1	1	1	1
Chlorwasserstoffsäure	36%ig	100	212	2	1	1	1	1	3	1	2
Salpetersäure	65%ig	20	68	4	1	1	1	1	3	1	4
Salpetersäure	65%ig	100	212	4	1	1	1	1	4	1	4
Schwefelsäure	96%ig	20	68	1	1	1	1	1	1	1	2
Schwefelsäure	96%ig	100	212	3	1	2	1	1	1	1	4
Schwefelsäure	96%ig	300	572		2	3			1	3	4
Bromwasserstoffsäure	60%ig	20	68	4	2	2	1	1	1		3
Bromwasserstoffsäure	60%ig	100	212	4	4	3	1	1	3	1	4
Iodwasserstoffsäure	57%ig	20	68	4	1	1	1	1	2	1	4
Iodwasserstoffsäure	57%ig	100	212	4	4	1	1	1	3	1	4
Fluorwasserstoffsäure	40%ig	20	68	1	1	1	1	1	1	1	1
Phosphorsäure		100	212	2	2	1	1	1	4	1	1
Essigsäure	99%ig	100	212	1	1	1	1	1		1	1
Chlorwasserstoffsäure/Chlor	20%ig/gesätt.	20	68	3	2					4	4
Chlorwasserstoffsäure/Chlor	20%ig/gesätt.	80	176	4	4					4	4
Chlorwasserstoffsäure/Chlor	20%ig/gesätt.	100	212	3	3	2	2			4	4
Chlorwasserstoffsäure/Brom		20	68	4	2	2					4
Chlorwasserstoffsäure/Brom		100	212	4	2						4
Königswasser		20	68	4	4	1	1		4	4	4
Königswasser		100	212	4	4	1	1		4	4	4
Königswasser		150	302	4	4		3			4	4
Chlorwasserstoffsäure/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		20	68	4						4	4
Chlorwasserstoffsäure/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		100	212	4	2					4	4
Bromwasserstoffsäure/Brom	60%ig	100	212			4					
Wasser/Brom		20	68	2	1	1	1	1	1	4	2
Ethanol/Iod		20	68	2	1	2	1	1		3	4
Natriumhypochlorid-Lösung		20	68	3	1	2		4	4	1	1
Natriumhypochlorid-Lösung		100	212	4	1	2	2	4	4	1	2
Kaliumcyanid-Lösung		20	68	3	1					4	4
Kaliumcyanid-Lösung		100	212	4	3					4	4
Kupfer(II)-chlorid-Lösung		100	212	2	1					1	
NaOH-Schmelze	Luftzutritt	500	932	2	2	2		4	4	2	2
KOH-Schmelze	Luftzutritt	500	932	2	3	2		4	4	4	3
NaOH-Schmelze	Luftzutritt	800	1472	3		2		4	4	4	4
KOH-Schmelze	Luftzutritt	800	1472	3		2		4	4	4	4
KHSO <sub>4</sub> -Schmelze	Luftzutritt	440	824	2	1	3	1			2	4
NaCN-Schmelze	Luftzutritt	700	1292	3	3	4	3	3		4	4
KCN-Schmelze	Luftzutritt	700	1292	4	4	3	3	3		4	4
NaCN/KCN-Schmelze (2:1)	Luftzutritt	550	1022	3	3	4	3	3		4	4
Chlor, gasförmig	trocken	20	68	3	2	1	1	1	1	3	1
Chlor, gasförmig	feucht	20	68	4	2	1	1	1	3	4	2
Brom, flüssig	trocken	20	68	4	3	1	1	1	4	4	1
Brom, flüssig	feucht	20	68	4	3	1	1	1	3	4	1
Iod, fest	trocken	20	68	1	1	1	1	1	2		
Iod, fest	feucht	20	68	2	1	2	1	1	1		4
Fluor, gasförmig		20	68		2					1	1
Schwefelwasserstoff, gasf.	feucht	20	68	1	1	1	1	1	1	1	1


1 = kein Angriff  
 2 = geringer Angriff  
 3 = merklicher Angriff  
 4 = zerstörender Angriff

Die Angaben sind Richtwerte ohne Gewähr für einen speziellen Einsatzfall.  
 Edelmetall-Taschenbuch / Degussa AG,  
 Frankfurt / Hüthig-Verlag Heidelberg 1995



Österreichische Gold- und Silberscheideanstalt Ges.m.b.H.  
Liesinger Flur-Gasse 4  
A-1235 Wien

T +43/1/866 46 -4201 bis -4211, F -4224  
platin@oegussa.at  
www.oegussa.at

Ein Unternehmen der  **umicore**

DIE WELT DER EDELMETALLE