



Doctoral Thesis

## Ueber die amalgammetallurgische Herstellung von reinstem Indium und Antimon

**Author(s):**

Liebl, Gerhard

**Publication Date:**

1956

**Permanent Link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000098873> →

**Rights / License:**

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

Prom. Nr. 2493

ÜBER DIE AMALGAMMETALLURGISCHE  
HERSTELLUNG  
VON REINSTEM INDIUM UND ANTIMON

von der  
EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN  
HOCHSCHULE IN ZÜRICH

zur Erlangung der Würde eines Doktors  
der Technischen Wissenschaften

genehmigte  
PROMOTIONSARBEIT

vorgelegt von  
**Gerhard Liebl**  
deutscher Staatsangehöriger

Referent: Herr Prof. Dr. G. Trümpler

Korreferent: Herr P.-D. Dr. F. Held

Buchdruckerei Franz X. Seitz  
München 1956

Es gelingt somit auch bei dem in Quecksilber schwerlöslichen Antimon, auf amalgammetallurgischem Wege einen wesentlichen Raffinationseffekt zu erzielen. Das Verfahren erscheint besonders geeignet, um Verunreinigungen abzutrennen, welche mit chemischen Mitteln nur schwer oder nicht vollständig entfernt werden können. So sind von den Hauptverunreinigungen des „spectrographically standardized“-Antimons As, S, Pb, Al, Si, Cu, Fe und Ni die ersten fünf mit einem amalgammetallurgischen Verfahren quantitativ abtrennbar, da sie zum Teil bei der Primärelektrolyse nicht amalgamiert werden.

#### 4. Die Reinheitsprüfung der Ausgangs- und Endprodukte

Die Ausgangs- und Endprodukte wurden spektroskopisch mit einem großen Zeiß-Quarzspektrographen auf ihre Zusammensetzung geprüft. Die Substanzen wurden in einem Gleichstrombogen mit einer Stromstärke von 5 A unter Verwendung spektrographisch reiner Kohlen angeregt. Zugleich mit den Spektren wurde ein Vergleichsspektrum der reinen Kohlen und ein Eisenspektrum aufgenommen. Die Aufnahmen wurden auf Gevaert-Scientia-Platten bei einer Belichtungszeit von 60 sec. gemacht und mit einem Spektrenprojektor ausgewertet.

Durch Intensitätsvergleich der Linien mit Testaufnahmen von Indiumdraht (Johnson, Matthey 99,998%) und Antimon (Johnson, Matthey 99,91%) ergaben sich für die amalgammetallurgisch raffinierten Metalle folgende minimalen Reinheitsgrade:

|         | Ausgangsmetall | Raff. Metall |
|---------|----------------|--------------|
| Indium  | 99,96 %        | 99,9995 %    |
| Antimon | 99 %           | 99,99 %      |

Der Raffinationsgrad beträgt somit in beiden Fällen über 2 Zehnerpotenzen. Bei Indium ist damit bereits teilweise die Grenze der spektrographischen Nachweisbarkeit der Verunreinigungen erreicht.

#### Zusammenfassung

1. Die potentiometrische Methode nach TAMMANN zur Löslichkeitsbestimmung von in Quecksilber schwerlöslichen Metallen wurde experimentell überprüft und in eine coulometrische Methode abgeändert. Die mit dieser abgeänderten Methode bestimmte Nickellöslichkeit von  $5 \cdot 10^{-6}$  Gew.% bei Zimmertemperatur liegt um etwa 2 Zehnerpotenzen niedriger als der von TAMMANN be-

stimmte Wert und stimmt mit den neuesten Literaturwerten überein.

- Die Löslichkeit von Kupfer, Antimon und Indium in Quecksilber bei Zimmertemperatur wurde neu bestimmt. Der für Kupfer gefundene Wert von  $3,2 \cdot 10^{-3}$  Gew.‰ ist mit den Literaturwerten identisch. Für Antimon wurde eine Löslichkeit von  $2,3 \cdot 10^{-4}$  Gew.‰ gefunden. Dieser Wert liegt um rund eine Zehnerpotenz höher als die bisher einzige Löslichkeitsbestimmung von TAMMANN. Die Löslichkeit von Indium wurde zu 55 Gew.‰ bestimmt, was mit den seither veröffentlichten Literaturwerten übereinstimmt.
- Für die untere Gültigkeitsgrenze des Nernst'schen Gesetzes wurden folgende Werte gefunden:

|    |                            |
|----|----------------------------|
| Cu | $3,75 \cdot 10^{-5}$ Gew.‰ |
| Sb | $5,2 \cdot 10^{-5}$ Gew.‰  |
| In | $9 \cdot 10^{-5}$ Gew.‰    |

- Das anodische Verhalten der Amalgame von Nickel, Antimon, Kupfer, Zink und Indium wurde untersucht und die anodischen Grenzstromdichten dieser Amalgame in Funktion der Konzentration bestimmt.
- Es wurde gezeigt, daß die Bestimmung der anodischen Grenzstromdichte bei Amalgamen schwerlöslicher Metalle zur Festlegung der Größenordnung der Metalllöslichkeit und zum experimentellen Nachweis von Übersättigungen dienen kann.
- Es wurde ein amalgammetallurgisches Raffinationsverfahren zur Herstellung von spektralreinem Indium ausgearbeitet. Es gelingt mit diesem Verfahren, in einer einstufigen kontinuierlichen Elektrolyse unter Verwendung einer bipolaren Amalgamelektrode aus technischem Indium ein solches mit einer Reinheit von über 99,995 ‰ herzustellen.
- Am Beispiel des Antimons wird gezeigt, daß auch in Quecksilber schwerlösliche Metalle durch einen amalgammetallurgischen Prozeß wirksam raffiniert werden können. In einem dem Verfahren zur Herstellung von reinstem Indium analogen Prozeß wurde aus technischem Antimon ein solches mit einer Reinheit von 99,99 ‰ hergestellt.

Die in dieser Arbeit beschriebenen Verfahren sind durch folgende Patentanmeldungen geschützt:

Schweiz: Nr. 878 (11. 1. 54); Nr. 7708 (5. 7. 54).

Deutschland: Nr. 7849 VI a/40 c (1. 3. 54)

Nr. 8501 VI a/40 c (24. 7. 54).

England: Nr. 482/55 (6. 1. 55).

Canada: (6. 1. 55).

USA: Nr. 480588 (7. 1. 55).