

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 286 527 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 22 F 9/16

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD B 22 F / 330 297 1

(22) 03.07.89

(44) 31.01.91

- (71) VEB Bergbau- und Hüttenkombinat „Albert Funk“, Straße des Friedens 8, O - 9200 Freiberg, DE
(72) Knothe, Max, Dr. rer. nat. Dipl.-Ing.; Förster, Heintut, Dr. sc. nat. Dipl.-Chem.; Kühne, Margot; Uebel, Ernst-Volkmar, Dipl.-Chem., DE
(73) VEB Bergbau- und Hüttenkombinat „Albert Funk“, O - 9200 Freiberg; VEB Mansfeld-Kombinat „Wilhelm Pieck“, Forschungsinstitut für NE-Metalle, O - 9200 Freiberg, DE

(54) Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rutheniumpulvers

(55) Verunreinigtes Ruthenium; Legieren mit Unedelmetall; Herauslösen des Unedelmetalls; Behandlung des Rutheniumpulvers in einem Reduktionsmittel

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rutheniumpulvers. Ziel der Erfindung ist es, die Explosionsneigung von Rutheniumpulver bei der Weiterverarbeitung auszuschließen. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rutheniumpulvers zu entwickeln, welches im Legieren des Rutheniums mit einem Unedelmetall, im Herauslösen des Unedelmetalles zur Herstellung von Rutheniumpulver und in einer Nachbehandlung des Rutheniumpulvers besteht. Das Verfahren besteht im Herauslösen des Unedelmetalles mittels eines nichtoxydierenden Mediums und in einer anschließenden Behandlung des Rutheniumpulvers in einem Reduktionsmittel sowie in einer thermischen Behandlung in nichtoxydierender Atmosphäre.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rutheniumpulvers mittels Legieren des Rutheniums mit einem Unedelmetall, wie Aluminium oder Zink, mittels Lösen des Unedelmetalles in einer nichtoxydierenden Säure oder Base, wie HCl oder NaOH, und mittels Abtrennen des verbleibenden Rutheniumpulvers von der Lösung, dadurch gekennzeichnet, daß das Rutheniumpulver bei Raumtemperatur einem Überschuß der Lösung eines organischen Reduktionsmittels, wie Methanol, Ethanol, Formaldehyd, Ameisensäure, Ascorbinsäure, Hydrochinon, oder eines anorganischen Reduktionsmittels, wie Hydroxylammoniumchlorid, Hydrazinhydrat, Natriumhypophosphit, wenigstens 5 min lang ausgesetzt wird und danach das feuchte Rutheniumpulver einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre, wie Stickstoff, Wasserstoff, Kohlendioxid, Edelgas, einer Temperatur größer/gleich 100°C für eine Dauer von mindestens 20 min ausgesetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rutheniumpulvers.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, die Platinmetalle aus unterschiedlichsten festen Vorlaufmaterialien in ein Konzentrat oder in eine für die Weiterverarbeitung günstige feinverteilte Form dadurch zu überführen, daß das Vorlaufmaterial mit einem Unedelmetall legiert und anschließend durch eine naßchemische Behandlung das Unedelmetall abgetrennt wird (Stand der Technik zu US 4 188 362 Spalte 1 Absatz 6).

Es ist jedoch auch bekannt, daß der beim Lösen mit einem nichtoxydierenden Medium entstehende feinteilige Rutheniumrückstand in vielen Fällen explosibel ist, d. h. beim Erhitzen in beliebiger Atmosphäre explodiert (V. Tafel, Lehrbuch der Metallhüttenkunde, 2. Auflage, Leipzig 1951, Band 1, S. 203).

Die thermische Weiterverarbeitung eines auf diese Weise hergestellten Rutheniumpulvers führt zu einer Gefährdung der Arbeitskräfte.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, eine Gefährdung der Arbeitskräfte bei der thermischen Weiterverarbeitung von Rutheniumpulver auszuschließen.

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein solches Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rutheniumpulvers zu entwickeln, das in einem Legieren des Rutheniums mit einem Unedelmetall, in einem Herauslösen des Unedelmetalles durch ein nichtoxydierendes Medium und in einer Nachbehandlung des entstandenen Rutheniumpulvers besteht und die Explosionsneigung des Rutheniumpulvers bei der Weiterverarbeitung ausschließt. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das Rutheniumpulver, welches in an sich bekannter Weise durch Legieren des Vorlaufmaterials mit einem Unedelmetall, wie Aluminium oder Zink, und durch Lösen des Unedelmetalles mittels eines nichtoxydierenden wäßrigen Mediums, wie Salzsäure oder Natronlauge, gewonnen wurde, zunächst vom wäßrigen Medium abgetrennt und danach bei Raumtemperatur einem Überschuß der Lösung eines organischen oder anorganischen Reduktionsmittels wenigstens 5 min lang ausgesetzt wird. Es hat sich gezeigt, daß eine exakte Dosierung des Reduktionsmittels und die Einhaltung einer genauen Reaktionsdauer nicht erforderlich sind. Wesentlich ist, daß das gesamte Rutheniumpulver mit der Reduktionsmittellösung in Berührung kommt und in Berührung bleibt, bis das feuchte Rutheniumpulver einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre, wie Stickstoff, Wasserstoff, Kohlendioxid, Edelgas, ausgesetzt wird. In dieser Atmosphäre wird das Rutheniumpulver einer Temperatur größer/gleich 100°C für eine Dauer von mindestens 20 min ausgesetzt. Die Obergrenze der Temperatur für diese Behandlung liegt zweckmäßigerweise bei etwa 500°C. Als organisches Reduktionsmittel wird Methanol, Ethanol, Formaldehyd, Ameisensäure, Ascorbinsäure, Hydrochinon oder dergleichen, als anorganisches Reduktionsmittel Hydroxylammoniumchlorid, Hydrazinhydrat, Natriumhypophosphit oder dergleichen eingesetzt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird anhand eines Ausführungsbeispiels erläutert.

0,3 kg metallisches Ruthenium mit 4,5 Massenanteilen in % Nickel wird in einer Zinkschmelze von 5,5 kg bei einer Temperatur von etwa 750°C eingeschmolzen. Die Legierung wird zu einem Block vergossen, zu Blech ausgewalzt und bei Raumtemperatur in 4 M Salzsäure eingesetzt. Das Zink geht weitgehend in Lösung. Das verbleibende Rutheniumpulver wird abfiltriert, mit verdünnter Salzsäure gewaschen und danach von der Waschlösung getrennt. Das Rutheniumpulver ist beim Erwärmen

explosibel und wird in einem Keramikgefäß mit einem Überschuß von Amfelsensäure bedeckt, verrührt und etwa 10 min lang bei Raumtemperatur stehengelassen. Das Keramikgefäß mit dem feuchten Ruthenumpulver wird in einen mit Kohlendioxid gefluteten Röhrenofen eingesetzt, auf eine Temperatur von etwa 500°C erwärmt und bei dieser Temperatur etwa 30 min lang gehalten. Nach dem Abkühlen ist das Ruthenumpulver thermisch beständig und wird zu Rutheniumverbindungen weiterverarbeitet. Eine Verpuffungsneigung wurde nicht beobachtet.

Die Vorteile der erfindungsgemäßen Lösung bestehen darin, daß das in feinverteilter Form vorliegende Ruthenium thermisch weiterverarbeitet werden kann, ohne daß eine Explosionsneigung auftritt. Auf erfindungsgemäße Weise wird eine Gefährdung der Arbeitskräfte und das Auftreten von Rutheniumverlusten durch eine mögliche Verpuffung ausgeschlossen. Vorteilhaft ist weiterhin, daß beim erfindungsgemäßen Verfahren eine exakte Dosierung des Reduktionsmittels und – außer der Einhaltung einer Mindestreaktionsdauer – eine exakte Einhaltung einer Reaktionsdauer sowie eines bestimmten Temperaturgradienten und einer bestimmten Temperatur -- außer der angegebenen Mindesttemperatur -- nicht erforderlich sind. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht die Wahl eines der späteren Weiterverarbeitung angepaßten Reduktionsmittels. Es ist möglich, erfindungsgemäß eine Vielzahl von Rutheniumrückläufen in einer solchen Weise zu behandeln, daß das Ruthenumpulver gefahrlos thermisch weiterverarbeitet werden kann.