

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENT SCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 288 113 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 / 330 298 8	(22)	03.07.89	(44)	21.03.91
------	-----------------------	------	----------	------	----------

- (71) VEB Bergbau- und Hüttenkombinat „Albert Funk“, Straße des Friedens 8, O - 9200 Freiberg, DE
(72) Knothe, Max, Dr. rer. nat. Dipl.-Ing.; Förster, Helmut, 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 Iridiumpulvers**

(55) verunreinigtes Iridium; Legieren mit Unedelmetall; Herauslösen des Unedelmetalls; Behandlung des Iridiumpulvers mit einem Reduktionsmittel

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

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Iridiumpulvers mittels Legieren des Iridiums mit einem Unedelmetall, wie Aluminium oder Zink, mittels Lösen des Unedelmetalls in einer nichtoxydierenden Säure oder Base, wie HCl oder NaOH, mittels Abtrennen des verbleibenden Iridiumpulvers von der Lösung und mittels thermischer Nachbehandlung, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachbehandlung des Iridiumpulvers derart erfolgt, daß es 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 Iridiumpulver 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 Iridiumpulvers.

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). Dabei werden solche Unedelmetalle bevorzugt, die mittels eines nichtoxydierenden Mediums gelöst werden können, da beim Arbeiten mit oxydierenden Medien, beispielsweise mit Salpetersäure, ein merklicher Anteil des feinverteilten Platinmetalls Iridium in Lösung geht und damit dem Ausbringen verlorengeht (US 4 406 693, Spalte 1, Absatz 6 und Spalte 2, Absatz 1).

Es ist jedoch auch bekannt, daß der beim Lösen mit einem nichtoxydierenden Medium entstehende feinteilige Iridiumrückstand in vielen Fällen explosibel ist, d. h. beim Erhitzen in beliebiger Atmosphäre explodiert (Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, System Nr. 77, Iridium, S. 40, Weinheim an der Bergstraße 1939).

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

Um Iridium beispielsweise einem Schmelzaufschluß unterziehen zu können, ist vorgeschlagen worden, das Iridiumpulver vorher thermisch in einer siedenden wäßrigen Lösung während 20 bis 48 h oder in einem gasförmigen Medium zu behandeln. Die Behandlung in einem gasförmigen Medium erfolgt in einem Temperaturbereich zwischen 100 und 300°C während einer Dauer von 20 bis 60 min, wobei mit einem Temperaturgradienten von 2 bis 5 $\text{grd} \cdot \text{min}^{-1}$ auf Behandlungstemperatur erwärmt wird.

Die Nachteile dieser Lösungsvorschläge bestehen darin, daß entweder eine Langzeitbehandlung oder ein sehr kleiner Temperaturgradient angewendet werden muß, um die durch die Explosionsneigung des Iridiumpulvers verursachte Gefährdung der Arbeitskräfte einzudämmen.

Ziel der Erfindung

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

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein solches Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Iridiumpulvers zu entwickeln, das in einem Legieren des Iridiums mit einem Unedelmetall, einem Herauslösen des Unedelmetalls durch ein nichtoxydierendes Medium und in einer Nachbehandlung des entstandenen Iridiumpulvers besteht und die Explosionsneigung des Iridiumpulvers bei der thermischen Weiterverarbeitung ausschließt.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das Iridiumpulver, welches in an sich bekannter Weise durch Legieren des Vorlaufmaterials mit einem Unedelmetall, wie Aluminium oder Zink, und durch Lösen des Unedelmetalls 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 Iridiumpulver mit der Reduktionsmittellösung in Berührung kommt und in Berührung bleibt, bis das feuchte Iridiumpulver einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre, wie Stickstoff, Wasserstoff, Kohlendioxid, Edelgas, ausgesetzt wird. In dieser Atmosphäre wird das Iridiumpulver einer Temperatur größer/gleich 100°C für eine Dauer von mindestens 20 min ausgesetzt. Die Obergrenze der

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.

0,3kg metallisches Iridium mit 2,1 Massenanteilen in % Eisen und Chrom wird in einer Aluminumschmelze von 1,2kg bei einer Temperatur von etwa 900°C im Vakuuminduktionsofen eingeschmolzen. Die Legierung wird zu einem Block vergossen, zu Blech ausgewalzt und bei Raumtemperatur in 4,5M Natronlauge eingegeben. Das Aluminium geht in Lösung. Das verbleibende Iridiumpulver wird abfiltriert, mit verdünnter Salzsäure gewaschen und danach von der Waschlösung getrennt. Das Iridiumpulver, welches noch Aluminium und Sauerstoff enthält, ist beim Erwärmen explosibel und wird deshalb nach dem Abtrennen der Waschlösung in einem Schiffchen mit einem Überschuß von Ethanol bedeckt, verrührt und etwa 10min lang bei Raumtemperatur stehengelassen. Danach wird das Schiffchen mit dem feuchten Iridiumpulver in einen Röhrenofen, der mit Stickstoff gespült wurde, eingesetzt. Der Ofen wird auf eine Temperatur von 450°C erwärmt, wobei Wasserstoff hindurchgeleitet wird, und bei dieser Temperatur etwa 30min lang gehalten. Nach dem Abkühlen ist das Iridiumpulver thermisch beständig und läuft einer bekannten Chlorierungsapparatur vor, in der es mittels Chlor und Natriumchlorid zu wasserlöslichen Iridium-Chlor-Verbindungen aufgeschlossen wird, ohne daß die Gefahr einer Verpuffung besteht.

Die Vorteile der erfindungsgemäßen Lösung bestehen darin, daß ein in feinverteilter Form vorliegendes Iridium thermisch weiterverarbeitet werden kann, ohne daß eine Explosionsneigung auftritt. Auf erfindungsgemäße Weise wird eine Gefährdung der Arbeitskräfte und das Auftreten von Iridiumverlusten 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, wodurch die erfindungsgemäße Behandlung verkürzt und vereinfacht wird. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht die Wahl eines der späteren Weiterverarbeitung angepaßten Reduktionsmittels. Es ist möglich, erfindungsgemäß eine Vielzahl von Iridiumrückläufen in einer solchen Weise zu behandeln, daß das Iridiumpulver gefahrlos thermisch weiterverarbeitet werden kann.