

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges

Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum

27. Oktober 2016 (27.10.2016)



WIPO | PCT



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer

WO 2016/169674 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C22B 5/12 (2006.01) C22B 11/00 (2006.01)

C22B 7/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2016/053818

(22) Internationales Anmeldedatum:

24. Februar 2016 (24.02.2016)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

15164448.1 21. April 2015 (21.04.2015) EP

(71) Anmelder: HERAEUS DEUTSCHLAND GMBH & CO. KG [DE/DE]; Heraeusstr. 12-14, 63450 Hanau (DE).

(72) Erfinder: STETTNER, Martin; Bornfelderstr. 14, 63674 Altenstadt (DE). GÜNTHER, Magdalena; Heinrichstr. 2, 63599 Biebergemünd (DE). FUCHS ALAMEDA, Stefanie; Biebertalstr. 28, 63599 Biebergemünd (DE). THIEL, Vasco; Wasserloser Str. 34, 63755 Alzenau (DE). VOSS, Steffen; Dolmenring 14, 63694 Limeshain (DE).

(74) Anwalt: HERAEUS IP; Heraeus Holding GmbH, Heraeusstr. 12 - 14, 63450 Hanau (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: METHOD FOR BREAKING DOWN A SOLID PARTICLE MIXTURE CONTAINING IRIIDIUM METAL AND/OR IRIIDIUM OXIDE

(54) Bezeichnung : VERFAHREN ZUM AUFSCHLUSS EINES METALLISCHES IRIIDIUM UND/ODER IRIIDIUMOXID UMFASSENDE GEMISCHS VON FESTSTOFFPARTIKELN

(57) Abstract: The invention relates to a method for breaking down fine iridium, having the following steps: (a) breaking down 1 wt.% of fine iridium in an alkalinely oxidizing manner with 3 to 20 wt.% of a combination of 40 to 70 wt.% of sodium hydroxide, 15 to 30 wt.% of sodium nitrate, and 10 to 40 wt.% of sodium peroxide in the melt, the sum of the weight percentages equaling 100 wt.%, (b) cooling down the broken down material formed in step (a) to 20 to 70 °C, (c) dissolving the acid-soluble components of the cooled broken down material in water/hydrohalic acid until an acidic aqueous solution with a pH value ranging from -1 to +1 is obtained, and (d) boiling down the acidic aqueous solution obtained in step (c) until the formation of nitrogen oxide gases has ended, wherein a step (e) of separating insoluble components from the acidic aqueous solution can be carried out prior to or after step (d) if required.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zum Aufschluss von Iridiumfeine, umfassend die Schritte: (a)alkalisch oxidierendes Aufschliessen von 1 Gewichtsteil Iridiumfeine mit 3 bis 20 Gewichtsteilen einer Kombination umfassend 40 bis 70 Gewichtsanteile Natriumhydroxid, 15 bis 30 Gewichtsanteile Natriumnitrat und 10 bis 40 Gewichtsanteile Natriumperoxid in der Schmelze, wobei die Summe der Gewichtsanteile 100 Gewichtsanteile beträgt, (b) Abkühlen des in Schritt (a) gebildeten Aufschlussmaterials auf 20 bis 70 °C, (c) Lösen der säurelöslichen Anteile des abgekühlten Aufschlussmaterials in Wasser/Halogenwasserstoffsäure bis zum Erhalt einer sauren wässrigen Lösung mit einem pH-Wert im Bereich von -1 bis +1, und (d) Verkochen der in Schritt (c) erhaltenen sauren wässrigen Lösung bis zum Ende der Bildung nitroser Gase, wobei vor oder nach Schritt (d) bei Bedarf ein Schritt (e) des Abtrennens unlöslicher Bestandteile aus der sauren wässrigen Lösung erfolgen kann.



WO 2016/169674 A1

Verfahren zum Aufschluss eines metallisches Iridium und/oder Iridiumoxid umfassenden Gemischs von Feststoffpartikeln

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufschluss eines metallisches Iridium und/oder Iridiumoxid umfassenden Gemischs von Feststoffpartikeln. Ziel des Verfahrens ist der vollständige Aufschluss des Iridiums und die Gewinnung einer wässrigen Lösung, die eine weitere Aufreinigung und Gewinnung von Iridium oder Iridiumverbindungen erlaubt.

Iridiumoxid bedeutet hier und in der weiteren Folge Ir_2O_3 und/oder IrO_2 .

Schwierig aufzuschliessende Gemische anorganischer Feststoffpartikel, welche metallisches Iridium und/oder Iridiumoxid bei einem Gesamtiridiumanteil von 20 bis 99 Gew.-% (Gewichts-%) im Gemisch enthalten, können verschiedenen Quellen entstammen. Es kann sich bei solchen Gemischen beispielsweise um Erzkonzentrate aus der Erzaufbereitung oder um Iridium enthaltende Rückstände aus Edelmetallaufbereitungsprozessen handeln. Bei der Anmelderin werden solche Gemische als „Iridiumfeine“ bezeichnet, ein Begriff, der in der weiteren Folge für derartige Gemische verwendet wird.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung handelt es sich bei Iridiumfeine insbesondere um solche Gemische von Feststoffpartikeln, die aus

- (A) 0 bis 99 Gew.-% metallischen Iridiums,
- (B) 0 bis 20 Gew.-% mindestens eines von Iridium verschiedenen, elementar vorliegenden Metalls ausgewählt aus der Gruppe der Metalle der Ordnungszahlen 13, 21-30, 39-50, 72-76 und 78-82,
- (C) 0 bis 99 Gew.-% Iridiumoxid,
- (D) 0 bis 70 Gew.-% mindestens eines von Iridiumoxid verschiedenen Metalloxids,
- (E) 0 bis 30 Gew.-% mindestens einer von (A) bis (D) verschiedenen anorganischen Substanz, und
- (F) 0 bis 1 Gew.-% organischer Substanz

bestehen, wobei die Summe der Gew.-% der Komponenten (A) bis (F) 100 Gew.-% und der Gesamtiridiumgehalt der Iridiumfeine 20 bis 99 Gew.-% beträgt.

Bei den Metalloxiden der Komponente (D) handelt es sich um Oxide der Metalle der Komponente (B), Alkalimetalloxide und/oder Erdalkalimetalloxide; um
Missverständnisse auszuschliessen: Peroxide oder Superoxide dieser Metalle sind ausgeschlossen. Die Metalle der Metalloxide der Komponente (D) weisen im allgemeinen Oxidationsstufen im Bereich von +1 bis +4 auf. Die Metalloxide der Komponente (D) sind Feststoffe.

Die mindestens eine von (A) bis (D) verschiedene anorganische Substanz der Komponente (E) umfasst insbesondere weder (i) sauer reagierende Substanzen wie beispielsweise Säuren, saure Salze, Säureanhydride oder dergleichen, noch (ii) mittels Natriumperoxid oder Natriumnitrat unter Feuererscheinung oder gar Explosion oxidierbare Substanzen wie beispielsweise anorganische Reduktionsmittel. Die mindestens eine von (A) bis (D) verschiedene anorganische Substanz der Komponente (E) kann beispielsweise aus der aus (i) festen Nichtmetalloxiden wie beispielsweise Siliziumdioxid, (ii) einfachen oder Komplexsalzen wie beispielsweise Silikaten, Sulfiden, Phosphiden, Sulfiten, Phosphiten, Sulfaten, Phosphaten und Metallaten, (iii) von Oxiden, einfachen Salzen und Komplexsalzen der Komponente (ii) verschiedenen Oxo-, Schwefel- und/oder Phosphorverbindungen eines oder mehrerer Metalle der Ordnungszahlen 13, 21-30, 39-50, 72-82 und (iv) Kohlenstoff, beispielsweise Russ oder Graphit, bestehenden Gruppe ausgewählt sein. Es handelt sich bei den anorganischen Substanzen der Komponente (E) im wesentlichen um Feststoffe, d.h. die Komponente (E) besteht zu 95 bis 100 Gew.-%, bevorzugt zu 99 bis 100 Gew.-%, insbesondere vollständig aus Feststoffen.

Bevorzugt umfasst die Iridiumfeine keine Komponente (F). Es kann jedoch sein, dass sie > 0 bis 1 Gew.-% Komponente (F) enthält, dann jedoch im allgemeinen technisch bedingt und insofern unvermeidbar.

Visuell betrachtet sind die Iridiumfeine-Gemische praktisch homogen, nicht zuletzt als Folge der absoluten Korngrößen der sie ausmachenden Feststoffpartikel, die im Bereich von beispielsweise 50 bis 200 µm liegen. Die einzelnen oder einzelne Feststoffpartikel können dabei eine oder mehrere der Komponenten (A) bis (F) umfassen.

Bekannt ist die Aufarbeitung von Iridiumfeine zwecks Aufschluss des darin enthaltenen Iridiums mittels Trockenchlorierung oder alkalisch oxidativer Schmelze mit KOH. Diese Prozesse sind zeitaufwendig und teuer; außerdem kann Kalium bei der anschliessenden weiteren Edelmetallscheidung stören.

Ein alkalisch oxidativer Aufschluss von Iridiumfeine mittels einer NaOH-Schmelze gelingt nicht bzw. nur unvollständig.

Aus GB2413323A ist der Aufschluss von metallischem Iridium durch Sintern mit Bariumperoxid bei hoher Temperatur bekannt.

Die Anmelderin hat erfolgreich versucht, Iridiumfeine mittels einer NaOH/Na₂O₂-Schmelze alkalisch oxidativ aufzuschliessen. Jedoch stellen solche NaOH/Na₂O₂-Schmelzen sehr aggressive, selbst Stähle und mithin übliche Apparaturen angreifende und daher ungünstige Medien dar.

Wie sich herausgestellt hat, können die vorbeschriebenen Nachteile durch das in der weiteren Folge erläuterte Aufschlussverfahren für Iridiumfeine vermieden werden.

Die vorliegende Erfindung besteht in einem Verfahren zum Aufschluss von Iridiumfeine, umfassend die Schritte:

- (a) alkalisch oxidierendes Aufschliessen von 1 Gewichtsteil Iridiumfeine mit 3 bis 20 Gewichtsteilen einer Kombination umfassend 40 bis 70 Gewichtsanteile Natriumhydroxid, 15 bis 30 Gewichtsanteile Natriumnitrat und 10 bis 40 Gewichtsanteile Natriumperoxid in der Schmelze, wobei die Summe der Gewichtsanteile 100 Gewichtsanteile beträgt,

- (b) Abkühlen des in Schritt (a) gebildeten Aufschlussmaterials auf 20 bis 70 °C,
- (c) Lösen der säurelöslichen Anteile des abgekühlten Aufschlussmaterials in Wasser/Halogenwasserstoffsäure bis zum Erhalt einer sauren wässrigen Lösung mit einem pH-Wert im Bereich von -1 bis +1, und

- 5 (d) Verkochen der in Schritt (c) erhaltenen sauren wässrigen Lösung bis zum Ende der Bildung nitroser Gase,

wobei vor oder nach Schritt (d) bei Bedarf ein Schritt (e) des Abtrennens unlöslicher Bestandteile aus der sauren wässrigen Lösung erfolgen kann.

- 10 Die in der Beschreibung und den Ansprüchen verwendeten Begriffe „Halogen“, „Halogenwasserstoffsäure“ bzw. „halogenwasserstoffsauer“ bedeuten Brom und/oder Chlor, bevorzugt Chlor, Bromwasserstoffsäure und/oder Salzsäure, bevorzugt Salzsäure bzw. bromwasserstoffsauer und/oder salzsauer, bevorzugt salzsauer.

- 15 In Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird 1 Gewichtsteil Iridiumfeine mit 3 bis 20 Gewichtsteilen, bevorzugt 3 bis 10 Gewichtsteilen einer Kombination umfassend 40 bis 70 Gewichtsanteile Natriumhydroxid, 15 bis 30 Gewichtsanteile Natriumnitrat und 10 bis 40 Gewichtsanteile Natriumperoxid in der Schmelze alkalisch oxidierend aufgeschlossen, wobei die Summe der Gewichtsanteile
- 20 100 Gewichtsanteile beträgt. Bevorzugt umfasst die Kombination 45 bis 60 Gewichtsanteile Natriumhydroxid, 15 bis 25 Gewichtsanteile Natriumnitrat und 15 bis 25 Gewichtsanteile Natriumperoxid, wobei die Summe der Gewichtsanteile 100 Gewichtsanteile beträgt. Besonders bevorzugt umfasst die Kombination neben Natriumhydroxid, Natriumnitrat und Natriumperoxid keine weiteren Substanzen.

- 25 Grundsätzlich besteht für die Zugabereihenfolge von Iridiumfeine, Natriumhydroxid, Natriumnitrat und Natriumperoxid innerhalb des Verfahrensschritts (a) keine Beschränkung, außer dass zweckmäßigerweise Natriumhydroxid vorgelegt und das Natriumperoxid zuletzt, also nach Zugabe der Iridiumfeine, zugesetzt wird. Zweckmäßig
- 30 wird also zunächst eine Natriumhydroxid-Schmelze oder eine Schmelze aus Natriumhydroxid und einem Anteil des, beispielsweise 20 bis 60 Gew.-% des Natriumnitrats bereitet.

- Dabei kann die Iridiumfeine jederzeit zugegeben werden, beispielsweise vor, während und/oder nach vollständigem Aufschmelzen des Natriumhydroxids bzw. des Natriumhydroxids/Natriumnitrats; mit anderen Worten, die Zugabe der Iridiumfeine kann dabei auf einmal oder in mehreren Teilmengen erfolgen. Die Temperatur in der
- 5 Schmelze liegt in bzw. bis zu diesem Stadium des Verfahrensschritts (a) im Bereich von beispielsweise 400 bis 450 °C. Im Anschluss werden das Natriumnitrat oder der noch nicht zugegebene Anteil des Natriumnitrats sowie das Natriumperoxid unter Beachtung der dabei üblicherweise erfolgenden Temperatursteigerung zugegeben; bevorzugt wird dabei eine Temperatur in der Schmelze von 580 °C nicht überschritten. Nach
- 10 vollständiger Zugabe aller Komponenten wird die so erhaltene Schmelze auf eine Temperatur im Bereich von beispielsweise 600 bis 660 °C gebracht und dort für beispielsweise 2 bis 5 Stunden gehalten, bevorzugt unter Durchmischen, beispielsweise Rühren.
- 15 In Verfahrensschritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das in Schritt (a) gebildete Aufschlussmaterial auf 20 bis 70 °C abgekühlt, wobei es erstarrt. Es kann zweckmäßig sein, das Aufschlussmaterial noch als Schmelze in ein oder mehrere Behältnisse zu verbringen, in dem/denen der Folgeverfahrensschritt (c) stattfindet, und das Abkühlen darin erfolgen zu lassen. Der Abkühlvorgang erfolgt üblicherweise passiv
- 20 ohne unterstützende Kühlung.
- In Verfahrensschritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die säurelöslichen Anteile des auf 20 bis 70 °C abgekühlten Aufschlussmaterials in Wasser/Halogenwasserstoffsäure bis zum Erhalt einer sauren wässrigen Lösung mit
- 25 einem pH-Wert im Bereich von -1 bis +1 gelöst. Die pH-Wert-Bestimmung stellt keine besonderen Anforderungen und kann mit einem üblichen pH-Meter erfolgen.
- Zweckmäßig kann beispielsweise so vorgegangen werden, dass man das Aufschlussmaterial zunächst in Wasser aufnimmt bzw. Wasser zum Aufschlussmaterial
- 30 gibt und danach Halogenwasserstoffsäure, insbesondere starke Halogenwasserstoffsäure, z.B. 8N- bis 12N-Halogenwasserstoffsäure bis zum Erhalt einer sauren wässrigen Lösung mit einem pH-Wert im Bereich von -1 bis +1 zugibt.

Beispielsweise kann ein während Verfahrensschritt (c) zur Anwendung kommendes Gewichtsverhältnis von Aufschlussmaterial : Wasser : 8N- bis 12N-

Halogenwasserstoffsäure im Bereich von 1 : 2-5 : 3-10 liegen. Zweckmäßigerweise wird das Aufschlussmaterial in der wässrigen Phase suspendiert, beispielsweise durch
5 Rühren.

Die saure wässrige Lösung oder, genauer, die von unlöslichen Bestandteilen an sich freie, schon befreite oder noch zu befreiende saure wässrige Lösung wird in

Verfahrensschritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens bis zum Ende der Bildung
10 nitroser Gase (NO_x) verkocht, also bei Siedetemperatur. Das Ende der Bildung nitroser Gase kann visuell und, falls gewünscht, ergänzend analytisch verfolgt werden, beispielsweise durch Bestimmung des Nitrit- und Nitrat-Gehaltes in der wässrigen Lösung. Während der Verkochung, die neben der Entfernung von Nitrit bzw. Nitrat als
15 nitrose Gase auch einer Aufkonzentrierung dient, kann Wasser und/oder Halogenwasserstoffsäure zugesetzt werden, um den pH-Wert im Bereich von -1 bis +1 zu halten. Der Verkochungsvorgang dauert üblicherweise 5 bis 15 Stunden.

Nach Beendigung von Verfahrensschritt (d) erhält man eine saure wässrige Lösung, die das aufgeschlossene Iridium in gelöster Form, vermutlich als Halogenid und/oder

20 Halogenoiridat, enthält.

Wie schon angedeutet, kann das erfindungsgemäße Verfahren bei Bedarf einen Verfahrensschritt (e) umfassen. Sollte das Aufschlussmaterial also geringe Anteile von

in der sauren wässrigen Lösung unlöslichen Bestandteilen enthalten bzw. sollte die in
25 Verfahrensschritt (c) erhaltene saure wässrige Lösung geringe Anteile von unlöslichen Bestandteilen enthalten, beispielsweise in einer auf das in den Verfahrensschritten (a) bzw. (b) erhaltene Aufschlussmaterial bezogenen Größenordnung von bis zu 5 Gew.-%, so können diese Bestandteile in diesem optionalen Verfahrensschritt (e) abgetrennt werden. Dabei können übliche dem Fachmann bekannte Fest-Flüssig-Trennverfahren
30 eingesetzt werden, beispielsweise Dekantieren, Abhebern, Abfiltrieren oder geeignete Kombinationen solcher Trennverfahren. Verfahrensschritt (e) kann vor oder nach Verfahrensschritt (d) erfolgen.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich aus durch eine hohe Iridium-Wiederfindungsrate in der in Verfahrensschritt (d) erhaltenen sauren wässrigen Lösung. Beispielsweise liegt die Wiederfindungsrate bei 97-100 %, bezogen auf das in der in Verfahrensschritt (a) eingesetzten Iridiumfeine enthaltene Iridium. Mit anderen Worten, das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt einen vollständigen oder zumindest nahezu vollständigen Aufschluss von Iridiumfeine im Hinblick auf die Überführung darin enthaltenen Iridiums in eine wässrig gelöste Form. Die in Verfahrensschritt (d) erhaltene saure wässrige Lösung erlaubt eine weitere Aufreinigung und Gewinnung von Iridium oder Iridiumverbindungen mittels dem Fachmann bekannter üblicher Verfahren.

Beispiele

Beispiel 1:

In einem Schmelztiegel wurden 35 kg Natriumnitrat sowie 200 kg Natriumhydroxid vorgelegt und bei 410 °C aufgeschmolzen. Unter Rühren wurden über einen Zeitraum von 1,5 Stunden weitere 35 kg Natriumnitrat sowie 70 kg einer Iridiumfeine (Zusammensetzung gemäß Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA), jeweils in Gew.-%: 9 Iridium, 3,4 Aluminium, 7 Silizium, 1,8 Calcium, 1,8 Chrom, 15 Eisen, 11 Kupfer, 9 Zink, 3,2 Rhodium, 1,5 Platin) zugegeben. Anschließend wurden 70 kg Natriumperoxid portionsweise zugegeben, wobei die Temperatur der Schmelze anstieg. Nach der Zugabe des Natriumperoxids wurde noch 1 h nachgerührt. Danach wurde die Temperatur auf 610 °C erhöht und über einen Zeitraum von 5 Stunden gehalten. Anschliessend wurde die Schmelze in zwei Schmelzwannen ausgegossen. Nach dem Abkühlen auf 20 °C wurde die erstarrte Schmelze mit insgesamt 1000 l Wasser versetzt und 4 Stunden aufsuspendiert. Die so erhaltene stark alkalische Suspension wurde in einem Kessel mit 1400 l 10N-Salzsäure unter Mantelkühlung auf einen pH-Wert von -0,5 eingestellt. Dabei stieg die Temperatur auf 70 °C an. Die so erhaltene Lösung wurde über einen Zeitraum von 12 Stunden unter Freisetzung nitroser Gase verkocht, wobei zur Einhaltung des pH-Wertes der Lösung von -0,5 insgesamt weitere 900 l 10N-Salzsäure zugesetzt wurden. Danach wurde die Lösung filtriert.

Die Wiederfindungsrate für Iridium betrug 97 % (errechnet aus dem mittels induktiv gekoppelter Plasmaemission (ICP) bestimmten Iridiumgehalt der sauren Lösung unter Bezug auf die eingesetzte Iridiumfeine mit 9 Gew.-% Iridiumanteil).

5 Beispiel 2:

In einem Schmelztiegel wurden 35 kg Natriumnitrat sowie 200 kg Natriumhydroxid vorgelegt und bei 410 °C aufgeschmolzen. Unter Rühren wurden über einen Zeitraum von 1,5 Stunden weitere 35 kg Natriumnitrat sowie 70 kg einer Iridiumfeine (Zusammensetzung gemäß Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA), jeweils in Gew.-%: 53 Iridium, 2,8 Aluminium, 6,1 Platin, 2,6 Eisen, 3,3 Silizium, 0,8 Chrom, 0,3 Nickel) zugegeben. Anschließend wurden 80 kg Natriumperoxid portionsweise zugegeben, wobei die Temperatur der Schmelze anstieg. Nach der Zugabe des Natriumperoxids wurde noch 1 h nachgerührt. Danach wurde die Temperatur auf 610 °C erhöht und über einen Zeitraum von 5 Stunden gehalten. Anschliessend wurde die Schmelze in zwei Schmelzwannen ausgegossen. Nach dem Abkühlen auf 20 °C wurde die erstarrte Schmelze mit insgesamt 1000 l Wasser versetzt und 4 Stunden aufsuspendiert. Die so erhaltene stark alkalische Suspension wurde in einem Kessel mit 1400 l 10N-Salzsäure unter Mantelkühlung auf einen pH-Wert von -0,5 eingestellt. Dabei stieg die Temperatur auf 70 °C an. Die so erhaltene Lösung wurde über einen Zeitraum von 12 Stunden unter Freisetzung nitroser Gase verkocht, wobei zur Einhaltung des pH-Wertes der Lösung von -0,5 insgesamt weitere 900 l 10N-Salzsäure zugesetzt wurden. Danach wurde die Lösung filtriert. Die Wiederfindungsrate für Iridium betrug 99 % (errechnet aus dem mittels induktiv gekoppelter Plasmaemission (ICP) bestimmten Iridiumgehalt der sauren Lösung unter Bezug auf die eingesetzte Iridiumfeine mit 53 Gew.-% Iridiumanteil).

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufschluss von Iridiumfeine, umfassend die Schritte:
 - 5 (a) alkalisch oxidierendes Aufschliessen von 1 Gewichtsteil Iridiumfeine mit 3 bis 20 Gewichtsteilen einer Kombination umfassend 40 bis 70 Gewichtsanteile Natriumhydroxid, 15 bis 30 Gewichtsanteile Natriumnitrat und 10 bis 40 Gewichtsanteile Natriumperoxid in der Schmelze, wobei die Summe der Gewichtsanteile 100 Gewichtsanteile beträgt,
 - 10 (b) Abkühlen des in Schritt (a) gebildeten Aufschlussmaterials auf 20 bis 70 °C,
 - (c) Lösen der säurelöslichen Anteile des abgekühlten Aufschlussmaterials in Wasser/Halogenwasserstoffsäure bis zum Erhalt einer sauren wässrigen Lösung mit einem pH-Wert im Bereich von -1 bis +1, und
 - (d) Verkochen der in Schritt (c) erhaltenen sauren wässrigen Lösung bis zum
15 Ende der Bildung nitroser Gase,
wobei vor oder nach Schritt (d) bei Bedarf ein Schritt (e) des Abtrennens unlöslicher Bestandteile aus der sauren wässrigen Lösung erfolgen kann.
2. Verfahren nach Anspruch 1,
20 wobei die Kombination 45 bis 60 Gewichtsanteile Natriumhydroxid, 15 bis 25 Gewichtsanteile Natriumnitrat und 15 bis 25 Gewichtsanteile Natriumperoxid umfasst.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
25 wobei die Kombination neben Natriumhydroxid, Natriumnitrat und Natriumperoxid keine weiteren Substanzen umfasst.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
wobei Natriumhydroxid vorgelegt und das Natriumperoxid nach Zugabe der
30 Iridiumfeine zugesetzt wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
wobei nach vollständiger Zugabe aller Komponenten die so erhaltene Schmelze
auf eine Temperatur im Bereich von 600 bis 660 °C gebracht und dort für 2 bis 5
Stunden gehalten wird.

5

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
wobei ein während Verfahrensschritt (c) zur Anwendung kommendes
Gewichtsverhältnis von Aufschlussmaterial : Wasser : 8N- bis 12N-
Halogenwasserstoffsäure im Bereich von 1 : 2-5 : 3-10 liegt.

10

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
wobei die Iridiumfeine ein Gemisch anorganischer Feststoffpartikel ist, welches
metallisches Iridium und/oder Iridiumoxid bei einem Gesamtiridiumanteil von 20
bis 99 Gew.-% im Gemisch enthält.

15

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7,
wobei die Iridiumfeine ein Gemisch von Feststoffpartikeln ist, das aus
(A) 0 bis 99 Gew.-% metallischen Iridiums,
(B) 0 bis 20 Gew.-% mindestens eines von Iridium verschiedenen, elementar
vorliegenden Metalls ausgewählt aus der Gruppe der Metalle der
Ordnungszahlen 13, 21-30, 39-50, 72-76 und 78-82,
(C) 0 bis 99 Gew.-% Iridiumoxid,
(D) 0 bis 70 Gew.-% mindestens eines von Iridiumoxid verschiedenen
Metalloxids,

20

- (E) 0 bis 30 Gew.-% mindestens einer von (A) bis (D) verschiedenen
anorganischen Substanz, und

25

- (F) 0 bis 1 Gew.-% organischer Substanz
besteht,

wobei die Summe der Gew.-% der Komponenten (A) bis (F) 100 Gew.-% und der
Gesamtiridiumgehalt der Iridiumfeine 20 bis 99 Gew.-% beträgt.

30

9. Verfahren nach Anspruch 8,
wobei das mindestens eine Metalloxid der Komponente (D) ausgewählt ist aus der
aus Oxiden der Metalle der Komponente (B), Alkalimetalloxiden und
Erdalkalimetalloxiden bestehenden Gruppe.

5

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9,
wobei die mindestens eine anorganische Substanz der Komponente (E) weder (i)
sauer reagierende Substanzen, noch (ii) mittels Natriumperoxid oder Natriumnitrat
unter Feuererscheinung oder gar Explosion oxidierbare Substanzen umfasst.

10

11. Verfahren nach Anspruch 8, 9 oder 10,
wobei die mindestens eine anorganische Substanz der Komponente (E) aus der
aus (i) festen Nichtmetalloxiden, (ii) einfachen oder Komplexsalzen, (iii) von
Oxiden, einfachen Salzen und Komplexsalzen der Komponente (ii) verschiedenen
Oxo-, Schwefel- und/oder Phosphorverbindungen eines oder mehrerer Metalle der
Ordnungszahlen 13, 21-30, 39-50, 72-82 und (iv) Kohlenstoff bestehenden
Gruppe ausgewählt ist.

15

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 11,
wobei die absoluten Korngrößen der Feststoffpartikel der Iridiumfeine im Bereich
von 50 bis 200 μm liegen.

20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2016/053818

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C22B5/12 C22B7/00 C22B11/00
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C22B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 002 470 A (ISA ISAO ET AL) 11 January 1977 (1977-01-11) "Table I"	1-12
A	US 6 458 183 B1 (PHILLIPS JAMES E [US] ET AL) 1 October 2002 (2002-10-01) Sp. 1, Z. 55ff	1-12
A	EP 2 090 669 A2 (HERAEUS GMBH W C [DE]) 19 August 2009 (2009-08-19) [0013]-[0016]	1-12
A	KR 2010 0131238 A (SUNGEEL HITECH CO LTD [KR]) 15 December 2010 (2010-12-15) [0040]	1-12
	----- -/-	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 April 2016

Date of mailing of the international search report

24/05/2016

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Radeck, Stephanie

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2016/053818

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009 235513 A (DOWA ECO SYSTEM CO LTD; ECO SYSTEM RECYCLING CO LTD) 15 October 2009 (2009-10-15) [0029] - [0032] -----	1-12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2016/053818

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4002470	A	11-01-1977	GB 1527758 A
			US 4002470 A
			11-10-1978
			11-01-1977
US 6458183	B1	01-10-2002	US 6458183 B1
			US 2004202593 A1
			01-10-2002
			14-10-2004
EP 2090669	A2	19-08-2009	DE 102008006796 A1
			EP 2090669 A2
			EP 2236633 A1
			EP 2348137 A1
			JP 5376437 B2
			JP 2009179880 A
			TW 200944597 A
			US 2009191107 A1
			US 2011165041 A1
			ZA 200900657 A
			27-08-2009
			19-08-2009
			06-10-2010
			27-07-2011
			25-12-2013
			13-08-2009
			01-11-2009
			30-07-2009
			07-07-2011
			30-12-2009
KR 20100131238	A	15-12-2010	NONE
JP 2009235513	A	15-10-2009	JP 5291968 B2
			JP 2009235513 A
			18-09-2013
			15-10-2009

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 INV. C22B5/12 C22B7/00 C22B11/00
 ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 C22B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 4 002 470 A (ISA ISAO ET AL) 11. Januar 1977 (1977-01-11) "Table I"	1-12
A	US 6 458 183 B1 (PHILLIPS JAMES E [US] ET AL) 1. Oktober 2002 (2002-10-01) Sp. 1, Z. 55ff	1-12
A	EP 2 090 669 A2 (HERAEUS GMBH W C [DE]) 19. August 2009 (2009-08-19) [0013]-[0016]	1-12
A	KR 2010 0131238 A (SUNGEEL HITECH CO LTD [KR]) 15. Dezember 2010 (2010-12-15) [0040]	1-12
	-/-	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

29. April 2016

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

24/05/2016

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Radeck, Stephanie

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	JP 2009 235513 A (DOWA ECO SYSTEM CO LTD; ECO SYSTEM RECYCLING CO LTD) 15. Oktober 2009 (2009-10-15) [0029] - [0032] -----	1-12

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2016/053818

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 4002470	A	11-01-1977	GB	1527758 A	11-10-1978
			US	4002470 A	11-01-1977

US 6458183	B1	01-10-2002	US	6458183 B1	01-10-2002
			US	2004202593 A1	14-10-2004

EP 2090669	A2	19-08-2009	DE	102008006796 A1	27-08-2009
			EP	2090669 A2	19-08-2009
			EP	2236633 A1	06-10-2010
			EP	2348137 A1	27-07-2011
			JP	5376437 B2	25-12-2013
			JP	2009179880 A	13-08-2009
			TW	200944597 A	01-11-2009
			US	2009191107 A1	30-07-2009
			US	2011165041 A1	07-07-2011
			ZA	200900657 A	30-12-2009

KR 20100131238	A	15-12-2010	KEINE		

JP 2009235513	A	15-10-2009	JP	5291968 B2	18-09-2013
			JP	2009235513 A	15-10-2009
