

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENT SCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 286 528 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 / 330 299 6

(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, 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 Rhodiumpulvers**

(55) verunreinigtes Rhodium; Legieren mit Unedelmetall; Herauslösen des Unedelmetalls; Behandlung des Rhodiumpulvers in einem Reduktionsmittel

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

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung eines thermisch stabilen Rhodimpulvers mittels Legierens des Rhodiums mit einem Unedelmetall, wie Aluminium oder Zink, mittels Lösens des Unedelmetalls in einer nichtoxydierenden Säure oder Base, wie HCl oder NaOH und mittels Abtrennens des verbleibenden Rhodimpulvers von der Lösung, dadurch gekennzeichnet, daß das Rhodimpulver 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 Rhodimpulver 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 Rhodimpulvers.

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 Rhodiumrückstand 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. 197).

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

Ziel der Erfindung

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

Wesen der Erfindung

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

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das Rhodimpulver, 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 einen 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 Rhodimpulver mit der Reduktionsmittellösung in Berührung kommt und in Berührung bleibt, bis das feuchte Rhodimpulver einer folgenden inerten oder reduzierenden Atmosphäre, wie Stickstoff, Wasserstoff, Kohlendioxid, Edelgas, ausgesetzt wird. In dieser Atmosphäre wird das Rhodimpulver einer Temperatur größer/gleich 100 °C für eine Dauer von mindestens 20 min ausgesetzt. Die Obergrenze für die Temperatur dieser 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.

0,4 kg metallisches Rhodium mit 1,9 Massenanteilen in % Nickel wird in einer Zinkschmelze von 3,2 kg bei einer Temperatur von etwa 800 °C eingeschmolzen. Die Legierung wird zu einem Block vergossen, zu Blech ausgewalzt und bei Raumtemperatur in 2 M Salzsäure eingesetzt. Das Zink geht in Lösung. Das verbleibende Rhodimpulver wird abfiltriert, mit verdünnter Salzsäure gewaschen und danach von der Waschlösung getrennt. Das Rhodimpulver ist beim Erhitzen explosibel und wird in einem Quarzgefäß mit einem Überschuß von Hydrazinhydrat bedeckt, verrührt und etwa 5 min lang bei Raumtemperatur

stehengelassen. Danach wird das Quarzgefäß mit dem noch feuchten Rhodiumpulver in einen Röhrenofen eingesetzt, der mit Argon geflutet wird, und auf eine Temperatur von 280°C erwärmt und bei dieser Temperatur 60 min lang gehalten. Nach dem Abkühlen ist das Rhodiumpulver thermisch beständig, es läuft einer bekannten Chlorierungsapparatur vor, in der es zu wasserlöslichen Rhodium-Chlor-Verbindungen aufgeschlossen wird, ohne daß eine Verpuffungsgefahr besteht.

Die Vorteile der erfindungsgemäßen Lösung bestehen darin, daß das in feinverteilter Form vorliegende Rhodium thermisch weiterverarbeitet werden kann, ohne daß eine Explosionsneigung auftritt. Auf erfindungsgemäße Weise wird eine Gefährdung der Arbeitskräfte und das Auftreten von Rhodiumverlusten 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 Rhodiumrückläufen in einer solchen Weise zu behandeln, daß das Rhodiumpulver gefahrlos thermisch weiterverarbeitet werden kann.