

16/353

Sidorov, N.S., Kusaev, Ju.I.

METHODE ZUR REINIGUNG VON NICKELCHLORID

- Patentbeschreibung zum Erfinder-Patent Nr 654545, eingereicht von N.S. Sidorov und Ju.I. Kusaev am 26.8.1976, erteilt und veröffentlicht am 30.3.1979.

Deutsche Vollübersetzung aus:

Opisanie izobrenenija k avtorskomu svidetel'stvu. Moskva, 1979, Nr 654545, 30.3., Sp. 1 - 4.

Russ.: СПОСОБ ОЧИСТКИ ХЛОРИДА НИКЕЛЯ
Sposob očistki chlorida nikelja

are removed by zone sublimation at 10^{-3} - 10^{-4} torr in a Cl atm. ^{Metal impurities}

Die Erfindung befaßt sich mit der Reinigung von Nickelchlorid, das für die Gewinnung von Nickel besonderer Güte eingesetzt wird.

Bekannt ist das Verfahren zur Reinigung von Metallchloriden, darunter auch Nickelchlorid, durch Zonensublimation. Das ursprüngliche Nickelchlorid wird in einen Quarzreaktor zwischen zwei Stopfen eingegeben. Im System wird ein Vakuum von 10^{-5} torr erzeugt, anschließend wird die auf 200° C erhitzte Zone verlagert. Nach jedem Durchgang wird die Zone zwischen den Stopfen um die Breite der Zone in der zur Bewegung entgegengesetzten Richtung verlagert.

Ein Mangel dieser Methode ist der niedrige Reinigungsgrad: der Gehalt an Beimischungen im Produkt beträgt $1 \cdot 10^{-4}$ Vol.% und mehr.

Bekannt ist auch ein Verfahren, in dem Nickelchlorid von Metallbeimischungen durch die Zonensublimation bei erhöhten Temperaturen in der Chloratmosphäre gereinigt wird. Der Druck der Chloratmosphäre wird dabei auf Luftdruck gehalten.

Diese Methode besitzt jedoch keinen ausreichenden Reinigungsgrad. Der Gehalt der wichtigsten Beimischungen sieht folgendermaßen aus (%): Fe $2 \cdot 10^{-5}$, Co $\sim 5 \cdot 10^{-5}$, Cu $7 \cdot 10^{-5}$, Mn $1 \cdot 10^{-4}$, Cr $1 \cdot 10^{-5}$.

Zweck dieser Erfindung ist die Erhöhung des Reinigungsgrades.

Dieser Zweck wird dadurch erreicht, daß dieser Prozeß im vorgeschlagenen Verfahren zur Reinigung von Nickelchlorid durch die Zonensublimation bei erhöhter Temperatur durchgeführt wird bei einem Druck von 10^{-3} bis 10^{-4} torr.

Dadurch läßt sich der Reinigungsgrad steigern und der Gehalt an Beimischungen bis auf $< 1 \cdot 10^{-5}$ Gew.% senken.

Wenn der Prozeß bei einem Druck unter 10^{-4} torr durchgeführt wird, kann der Reinigungsgrad wegen der ungenügenden Chlormenge beim Chlorieren der im Nickelchlorid enthaltenen Beimischungen nicht erhöht werden. Bei einem höheren Druck als 10^{-3} torr sinkt die Prozeßleistung.

B e i s p i e l. In das Quarz-Reaktionsgefäß wird entwässertes Nickelchlorid mit Metallbeimischungen gegeben.

Der Reaktor wird mit Chlor gefüllt, verlötet und mit flüssigem Stickstoff gekühlt.

Auf diese Weise entsteht im System ein diverses Vakuum. Dann wird der Zonenschmelzofen bei einer Temperatur von 900° C mit

einer Geschwindigkeit von 40 mm/h in Bewegung gebracht. Nach 10 Zonendurchgängen wird das gereinigte Nickelchlorid entnommen und nach der Massenspektralanalyse analysiert. Die Ergebnisse der Nickelchlorid-Analyse in Abhängigkeit vom Chlor-Restdruck im System sind in der Tabelle angegeben.

Bei- mischung	Gehalt, Beimischungen (Gew.%) bei Chlordruck im System, torr				
	$5 \cdot 10^{-3}$	10^{-3}	$5 \cdot 10^{-4}$	10^{-4}	$5 \cdot 10^{-5}$
Fe	$2 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
Co	$5 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Cu	$7 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$5-7 \cdot 10^{-5}$
Mn	$7 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Cr	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
Al	$3 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
Mg	$5 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Na	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$
Mo	$5 \cdot 10^{-5}$	$< 5 \cdot 10^{-5}$	$< 5 \cdot 10^{-5}$	$< 5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
W	$3 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$
Si	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$
K	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$

P a t e n t a n s p r u c h

Das Verfahren, in dem Nickelchlorid von Metallbeimischungen durch die Zonensublimation bei erhöhten Temperaturen in der Chloratmosphäre gereinigt wird, zeichnet sich dadurch aus, daß der Prozeß zum Zweck der Erhöhung des Reinigungsgrades bei einem Druck von 10^{-3} bis 10^{-4} torr durchgeführt wird.

Stuttgart, den 25. August 1989

übersetzt von

Andrea Ulrich-v. Oertzen
(Andrea Ulrich-v. Oertzen)
Dipl.-Übersetzerin

Ottmar Pertschi
(Ottmar Pertschi)
Dipl.-Übersetzer

**Übersetzungsstelle
der Universitätsbibliothek Stuttgart**