



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

(19) DD (11) 246 679 A3

4(51) C 01 B 31/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 01 B / 273 204 3

(22) 12.02.85

(45) 17.06.87

(71) VEB Rationalisierung beim WdB Potsdam, 1500 Potsdam, Geschwister-Scholl-Straße 76–77, DD
(72) Herfurth, Frank; Rericha, Adolf, Dr. rer. nat.; Krüger, Stefan, DD

(54) Verfahren zur Abtrennung von Dichtmaterial und darin eingeschlossenem Graphit von Synthesediamanten

(57) Die Erfindung wird angewendet bei der Herstellung von Synthesediamanten. Die Aufgabe besteht in der Schaffung eines Verfahrens zur schonenden Abtrennung von Alumosilikaten und von ihnen eingeschlossenem Graphit von Synthesediamanten bei Temperaturen unterhalb 150°C und bei Normaldruck. Die erfindungsgemäße Lösung besteht insbesondere darin, daß nacheinander eine Behandlung mit Flußsäure, Schwefelsäure bzw. einem Oxidationsgemisch und/oder einer Laugenbehandlung erfolgt, wobei die Reaktionstemperatur 150°C nicht übersteigt und die Behandlung bei Normaldruck erfolgt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur schonenden Abtrennung von Alumosilikaten und von ihnen eingeschlossenem Graphit von Synthesediamanten durch eine Behandlung mit Flußsäure, Oxidationsmitteln und Natronlauge, **dadurch gekennzeichnet**, daß unmittelbar nach der Behandlung mit 40%iger Flußsäure eine oxidative Behandlung erfolgt, worauf sich unmittelbar danach eine Behandlung mit 25–35%iger Natronlauge anschließt, wobei alle Verfahrensschritte bei Temperaturen bis 150°C und bei Normaldruck erfolgen.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei der Flußsäurebehandlung bis zur Trockne eingedampft wird und dieser Schritt zweimal wiederholt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Reaktionstemperatur 130–140°C und die Reaktionszeit 15–20 Minuten beträgt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

~Die Erfindung wird angewendet bei der Herstellung von Synthesediamanten und betrifft ein Verfahren zum Abtrennen von Alumosilikaten und deren graphitischer Einschlüsse.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Synthesediamanten sind unmittelbar nach der Herstellung in eine Matrix aus Katalysatormaterial, Graphit und silikatischem Material, besonders Alumosilikate eingebettet.

Die Katalysatorentfernung ist mittels Säurebehandlung durchführbar. Graphit kann mit einer bekannten Methode beseitigt werden. Als besonders schwierig erweist sich aber eine diamantschonende Abtrennung der alumosilikatischen Komponenten. Mit Flußsäure bzw. Flußsäure im Gemisch mit anderen Säuren erfolgt in der Regel nur ein unvollständiger Aufschluß der Alumosilikate, besonders bei Anwesenheit weiterer Metalloxide wie Titanoxid. Die Behandlung mit Natronlauge unter Druck nach dem BAYER-Verfahren führt wiederum nicht zu einer Auflösung der Siliziumverbindungen. Es ist bekannt, durch das USA-Patent Nr. 3386805, die genannten Materialien mit Alkalihydroxid- und/oder Alkalikarbonatschmelzen zu entfernen, jedoch wird bei den dabei auftretenden Temperaturen von mehr als 400°C Diamant merklich angegriffen. Auch eine Behandlung mit Natriumtetraborat (Borax) und Natriumfluorid unter Inertgasatmosphäre ist aufgrund der hohen Temperaturen bis zu 1200°C nicht diamantschonend.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur schonenden Abtrennung von alumosilikatischem Dicht- und Stützmaterial und darin eingeschlossenem Graphit von auf synthetischem Wege hergestellten Diamanten, zu finden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur schonenden Abtrennung von Alumosilikaten und von ihnen eingeschlossenem Graphit von Synthesediamanten durch eine Behandlung mit Flußsäure, Oxidationsmitteln und Natronlauge zu schaffen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß unmittelbar nach der Behandlung mit 40%iger Flußsäure eine oxidative Behandlung erfolgt, worauf sich unmittelbar danach eine Behandlung mit 25–35%iger Natronlauge anschließt.

Alle Verfahrensschritte erfolgen bei Temperaturen bis 150°C unter Normaldruck. Kennzeichnend ist weiterhin, daß bei der Flußsäurebehandlung bis zur Trockne eingedampft wird und dieser Schritt zweimal wiederholt wird. Die Reaktionstemperatur bei dem erfindungsgemäßen Verfahren beträgt 130–140°C und die Reaktionszeit liegt zwischen 15–20 Minuten. Durch das erfindungsgemäße Verfahren werden neben den ursprünglich vorhandenen Mineralphasen auch die unter Synthesebedingungen neu entstandenen Alumosilikate hochgradig abgetrennt.

Ausführungsbeispiel

Das erfindungsgemäße Verfahren soll anhand von drei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Entsprechend dem ersten Ausführungsbeispiel werden 2g Syntheseproduktgemisch auf üblichem Wege von Katalysatormaterial und freigesetztem Graphit befreit und dann in einem Platin- oder PTFE-Tiegel mit 5ml Flußsäure 40%ig und einem Tropfen konzentrierter Schwefelsäure unter Rühren mit einem PTFE-Rührer zur Trockne eingedampft. Die Temperatur beträgt 115°C. Der Vorgang wird zweimal mit jeweils 2,5ml Flußsäure wiederholt. Es wird eine regelbare Heizplatte verwendet. Unmittelbar anschließend wird der Rückstand in ein geeignetes Reaktionsgefäß überführt und mit 50ml Natronlauge 25–35%ig 1,5 Stunden unter Rühren am Rückfluß gekocht. Anschließend wird mit Salzsäure im Reaktionsgefäß ein pH-Wert < 3 eingestellt und die Flüssigkeit von den Diamanten durch Filtration abgetrennt.

In der weiteren Ausgestaltung werden im zweiten Ausführungsbeispiel 2g Syntheseproduktgemisch gemäß Beispiel 1 bis zur Flußsäurebehandlung bearbeitet. Daran schließt sich ein 30minütiges Erhitzen mit 5ml konzentrierter Schwefelsäure an. Die Säuremischung wird mit 50ml Wasser in ein Becherglas überführt und filtriert, wobei zum Verbessern der Filtrationseigenschaften geeignete Verbindung zugesetzt werden können (z. B. Karbonate, Hydrogenkarbonate, Chloride, Erdalkalioxide oder Alkalihydroxide) bzw. die Lösung erhitzt wird.

Der Filtrationsrückstand wird mit 50 ml Wasser in ein geeignetes Reaktionsgefäß überführt. Es werden 12 g Natriumhydroxid dazugegeben. Dann wird zum Sieden erhitzt und 15 Min. in der Siedehitze gelassen. Nach dem Abkühlen wird mit Salzsäure ein pH-Wert < 3 eingestellt und die Flüssigkeit von den Diamanten durch Filtration abgetrennt.

In einem dritten Ausführungsbeispiel werden 2 g Syntheseproduktgemisch gemäß Beispiel 1 bis zur Flußsäurebehandlung bearbeitet. Daran schließt sich eine Säurebehandlung mit einem überwiegend Schwefelsäure enthaltenden Säuregemisch (Volumen 20 ml) mit Oxidation von freigesetztem Graphit nach einem bekannten Verfahren an. Die Mischung wird mit 150 ml Wasser in ein Becherglas überführt und filtriert. Unmittelbar daran wird der Filtrationsrückstand mit 50 ml Wasser in ein geeignetes Reaktionsgefäß überführt. Es werden 12 g Natriumhydroxid dazugegeben. Dann wird zum Sieden erhitzt und 15 Min. in der Siedehitze gelassen. Nach dem Abkühlen wird mit Salzsäure ein pH-Wert ≤ 3 eingestellt und die Flüssigkeit von den Diamanten durch Filtration abgetrennt.
