



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

260997

(11) B₁

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 31/06

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 11 85
(21) PV 8120-85.T
(32)(31)(33) 12 02 85 (C 01 B/273204) DD
(89) 246679, DD

(40) Zveřejněno 15 02 88
(45) Vydáno 30.05.89

(75)
Autor vynálezu

RERICH ADOLF, FALKENSEE,
HERFURTH FRANK, POTSDAM,
KRÜGER STEFAN, MICHENDORF (DD)

(54)

Způsob šetrného oddělování hliníto-
křemičitanů a v nich obsaženého grafitu
od syntetických diamantů

Způsob šetrného oddělování hliníto-
křemičitanů a v nich obsaženého grafitu
od syntetických diamantů zpracováním ky-
selinou fluorovodíkovou, kyselinou sírovou
nebo oxidickou směsí a/nebo zpracování
zásadami, přičemž teplota reakce nepřesahu-
je 150 °C a působení se provádí při normál-
ním tlaku.

Название изобретения

Способ отделения связывающего материала и заключенного в нем графита от синтетических алмазов.

Область применения изобретения

Изобретение применяется при получении синтетических алмазов и касается способа отделения алюмосиликатов и их графитных включений.

Характеристика известных технических решений

Непосредственно после синтеза синтетические алмазы заделываются в матрицу, состоящей из материала катализатора, графита и силикатного материала, в частности алюмосиликатов.

Удаление катализатора возможно производить с помощью обработки кислотами. Графит может быть устранен по известному методу. Однако особенно сложным оказывается отделение алюмосиликатных компонентов, не повреждающее алмазы. С помощью фтористоводородной кислоты или смеси фтористоводородной кислоты с другими кислотами происходит как правило только неполное разложение алюмосиликатов, особенно при присутствии других окисей металлов, как например окиси титана. Обработка раствором едкого натра под давлением согласно способу Байера также не приводит к растворению соединений кремния. Из патента США № 3 386 805 известно удаление названных материалов с помощью расплавов гидроокисей щелочных металлов и/или карбонатов щелочных металлов, однако при возникающих при этом температурах выше 400°С алмаз заметно повреждается. Обработка тетраборатом натрия (бура) и фторидом натрия в атмосфере инертных газов из-за высоких температур до 1200°С также не является берегающим для алмазов.

Цель изобретения

Цель изобретения состоит в нахождении способа бережного отделения алюмосиликатного, связывающего и вспомогательного, материала и заключенного в нем графита от алмазов, полученных синтетическим путем.

Изложение сущности изобретения

В основе изобретения лежит задача создания способа бережного отделения алюмосиликатов и заключенного в них графита от синтетических алмазов при температуре ниже 150°C и при нормальном давлении.

Согласно изобретению, после отделения материала катализатора и основного количества графита, смесь синтеза сначала обрабатывается фтористоводородной кислотой, после чего следует обработка серной кислотой или окисляющей смесью и/или обработка щелочами, причем температура реакции не превышает 150°C и обработка производится при нормальном давлении. При этом фтористоводородная кислота 40%-ая и выпаривают насухо, причем процесс два раза повторяется. Фтористоводородная кислота содержит незначительное количество другой кислоты, например серной кислоты. Кроме того, возможно применить обработку раствором концентрированной едкой щелочи при температуре ниже 150°C .

Концентрация раствора едкой щелочи составляет 25-45%, а продолжительность воздействия от 0,25 до 3 часов.

В дальнейшем продолжении изобретения непосредственно после обработки фтористоводородной кислотой следует подогрев с серной кислотой с последующей обработкой щелочью с продолжительностью воздействия в пределах от 5 до 30 минут. Кроме того, согласно изобретению, вместо обработки серной кислотой может производиться окисление графита, заключенного в силикатном материале и освобожденного затем вследствие обработки фтористоводородной кислотой. Затем следует обработка щелочью.

Пример исполнения

Способ, согласно изобретению, описывается более подробно при помощи трех примеров исполнения.

Согласно первому примеру исполнения 2 г смеси продукта синтеза обычным путем избавляют от материала катализатора и освобожденного графита, а затем после добавления 5 мл 40%-ой фтористоводородной кислоты и одной капли концентрированной серной кислоты, перемешивая с помощью мешалки покрытой политетрафторэтиленом в платиновом или покрытом политетрафторэтиленом тигеле, выпаривают насухо. Температура составляет 115°C . Процесс два раза повторяется с добавлением 2,5 мл фтористоводородной кислоты каждый раз. Применяется регулируемая подогревательная плита.

Непосредственно после этого остаток переводят в пригодный для реакции сосуд и 1,5 часа кипятят с 30-35%-ым раствором едкого натра, перемешивая у обратного потока. Затем с помощью соляной кислоты в сосуде для реакции устанавливают водородный показатель ниже 3 и отделяют жидкость от алмазов путем фильтрации.

В дальнейшем, по второму примеру исполнения, 2 г смеси продукта синтеза обрабатываются согласно примеру 1 до стадии обработки фтористоводородной кислотой. Затем следует подогревание в течение 30 минут с 5 мл концентрированной кислоты. Кислотный раствор вместе с 50 мл воды переводят в химический стакан и фильтруют, причем с целью улучшения фильтрационных свойств могут быть добавлены пригодные соединения (например карбонаты, бикарбонаты, хлориды, окиси или гидроокиси щелочноземельных металлов) или раствор может быть подогреть.

Остаток фильтрации вместе с 50 мл воды переводится в пригодный для реакции сосуд. Добавляют 12 г гидроокиси натрия. Затем нагревают до кипения и в те-

чение 15 минут оставляют при температуре кипения. После охлаждения с помощью соляной кислоты устанавливают водородный показатель ниже 3 и путем фильтрации отделяют жидкость от алмазов.

По третьему примеру исполнения 2 г смеси продукта синтеза обрабатываются согласно примеру 1 до стадии обработки фтористоводородной кислотой. Затем следует обработка кислотой со смесью кислот (объемом 20 мл), содержащей преимущественно серную кислоту, с окислением освобожденного графита (например согласно хозяйственному патенту WP C 01 B 265 266.2). Смесь вместе с 150 мл воды переводят в химический стакан и фильтруют. Непосредственно после этого остаток фильтрации вместе с 50 мл воды переводят в пригодный для реакции сосуд. Добавляют 12 г гидроокиси натрия. Затем нагревают до кипения и в течение 15 минут оставляют при температуре кипения. После охлаждения с помощью соляной кислоты устанавливают водородный показатель ниже 3 и путем фильтрации отделяют жидкость от алмазов.

Формула изобретения

1. Способ бережного отделения алюмосиликатов и заключенного в них графита от синтетических алмазов путем комбинированной обработки кислотами, окисляющими смесями и щелочами, отличающийся тем, что производится обработка фтористоводородной кислотой, после которой следует обработка серной кислотой или окисляющей смесью и/или обработка щелочами, причем температура реакции не превышает 150°C и все обработки производятся при нормальном давлении.
2. Способ, согласно пункту 1, отличающийся тем, что фтористоводородная кислота 40%-ая, что выпаривают насухо и этот процесс два раза повторяется.
3. Способ, согласно пунктам 1 и 2, отличающийся тем, что фтористоводородная кислота содержит незначительные доли другой кислоты, в частности серной кислоты.
4. Способ, согласно пунктам 1 - 3, отличающийся тем, что непосредственно после обработки фтористоводородной кислотой, в частности в промежутке времени до 30 минут, следует обработка щелочами, а также производится обработка щелочами с помощью раствора едкой щелочи, в частности раствора едкого натра с концентрацией 25-45%, преимущественно 30-35%, при наличии обратного потока, причем продолжительность реакции составляет от 0,5 до 3 часов, в частности 1,5 часа, смесь во время этого перемешивается и температура реакции составляет $100-150^{\circ}\text{C}$, преимущественно $130-150^{\circ}\text{C}$.
5. Способ, согласно пунктам 1 - 3, отличающийся тем, что непосредственно после обработки фтористоводородной кислотой следует обработка серной кислотой или производится обработка смесью, состоящей из серной кислоты, азотной кислоты и дихромата щелочного металла или окиси хрома (VI), для окисления остаточного графита и смесь реактивов в течение 10 - 60 минут, в частности 30 минут, поддерживается на уровне $100-150^{\circ}\text{C}$, преимущественно при 130°C .
6. Способ, согласно пунктам 1 - 3 и пункту 5, отличающийся тем, что за обработкой кислотами следует обработка щелочами, при которой применяется раствор едкой щелочи, в частности раствор едкого натра, и концентрация составляет 15 - 35%, преимущественно 20 - 25%, а продолжительность реакции длится 5 - 50 минут, в частности 10 - 15 минут, и температура реакции составляет $100-150^{\circ}\text{C}$, преимущественно $130-140^{\circ}\text{C}$.

7. Способ, согласно пунктам 1 - 4 и пункту 6, отличающийся тем, что после обработки щелочами с помощью неорганической кислоты, преимущественно соляной кислоты, в сосуде для реакции устанавливают водородный показатель ниже 3.
8. Способ, согласно пунктам 1 - 7, отличающийся тем, что на каждой отдельной ступени этого способа смесь реактивов по меньшей мере временно перемешивается.

Резюме

Изобретение касается способа отделения связывающего материала и заключенного в нем графита от синтетических алмазов.

Изобретение применяется при получении синтетических алмазов.

Задача состоит в создании способа бережного отделения алюмосиликатов и заключенного в них графита от синтетических алмазов при температуре ниже 150°C и при нормальном давлении.

Решение, согласно изобретению, состоит в частности в том, что последовательно производится обработка фтористоводородной кислотой, серной кислотой или окисляющей смесью и/или обработка щелочами, причем температура реакции не превышает 150°C и обработка производится при нормальном давлении.

Признано изобретением по результатам экспертизы, осуществленной Ведомством по делам изобретений и патентов ГДР.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob šetrného oddělování hlinitokřemičitanů a v nich obsaženého grafitu od syntetických diamantů zpracováním kyselinou fluorovodíkovou, oxýdovadly a vodním roztokem hydroxidu sodného, vyznačující se tím, že bezprostředně po zpracování kyselinou fluorovodíkovou se provádí zpracování oxidační, načež bezprostředně následuje zpracování 25 až 35 % vodním roztokem hydroxidu sodného, přičemž všechny stupně prosecu se uskutečňují při teplotě do 150 °C a za normálního tlaku.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že při zpracování kyselinou fluorovodíkovou se odpařuje do sucha a tento proces se dvakrát opakuje.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že teplota reakce je 130 až 140 °C a doba trvání reakce činí 15 až 20 min.