

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254889 ✓

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 15/013

(22) Přihlášeno 12 09 85

(21) PV 6499-85

(40) Zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 15 09 88

(75)
Autor vynálezu

SUCHÁ ANNA ing., ŠUMPERK,
DIBLÍK JAN ing., NOVÝ MALÍN

(54) Způsob odstraňování a rozpouštění titanu a titan obsahujících sloučenin z materiálů

Řeší se způsob odstraňování a rozpouštění titanu a titan obsahujících sloučenin z materiálů, jakými jsou například monokrystaly diamantu, nitridu boru, polykrystaly z monokrystalů vyrobené, směsi po vysokotlaké syntéze či samotný kovový titan. Podstata spočívá v tom, že titan nebo sloučeniny obsahující titan jsou podrobeny působení kyseliny fluorovodíkové a peroxidu vodíku smíšených v poměru 1:1 po dobu 2 až 120 minut.

Vynález se týká způsobu odstraňování a rozpouštění titanu a titan obsahujících sloučenin z materiálu, jakými jsou například monokrystaly diamantu, nitridu boru, polykrystaly z monokrystalů vyrobené, směsi po vysokotlaké syntéze či samotný kovový titan.

Při syntéze supertvrdých materiálů bývá používán titan, jak pro své katalytické, tak i izolační účinky. Nanáší se jako povlak na diamanty nebo nitrid boru, může být použit jako katalyzátorový kov při syntéze nebo bývá do trubíc z titanu vkládána reakční soustava před vystavením vysokým teplotám a tlakům. Značné potíže pak vznikají při odstraňování titanu z diamantů, nitridu boru nebo polykrystalů těchto materiálů.

Zvláště titan podrobený vysokotlaké syntéze je vůči obvyklým činidlům velmi odolný. Titanové pouzdro bývá po syntéze odstraňováno většinou mechanicky, obrušováním. Je-li používáno chemické rozpouštění, např. při čištění diamantů od titanu, bývá obvykle prováděno v kyselině sírové v různých koncentračních směsích s vodou, dále ve směsi kyselin, například kyselině chlorovodíkové s fluorovodíkovou nebo kyselině dusičné s fluorovodíkovou. Všechny doposud používané chemické postupy mají jedno společné. Jsou náročné na čas a tepelnou energii. Mechanický způsob odstraňování titanu je také časově a energeticky náročný, navíc vyžaduje nákladné zařízení, kvalifikovanou pracovní sílu a je spojen se ztrátami supertvrdého materiálu v obruse.

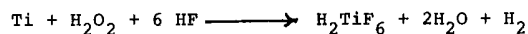
Uvedené nevýhody řeší způsob odstraňování a rozpouštění titanu a titan obsahujících sloučenin z materiálů, jakými jsou například monokrystaly diamantu, nitridu boru, polykrystaly z monokrystalů vyrobené, směsi po vysokotlaké syntéze či samotný kovový titan podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že titan nebo sloučeniny, obsahující titan jsou podrobeny působení kyseliny fluorovodíkové (s výhodou 36% a peroxidu vodíku) (15 až 30%) smísených v poměru 1:1 po dobu 2 až 120 minut.

Výhodou nového způsobu odstraňování a rozpouštění titanu je úspora tepelné energie, strojního vybavení, vysoká produktivita práce zajištěná odstraněním titanu z velkého množství syntézou získaných produktů současně. Výhodou je rovněž získání mechanicky neporušeného supertvrdého materiálu, bez ztrát, ke kterým docházelo broušením, neboť při chemickém působení nedochází k poškození výrobku ani objímky ze slinutého karbidu, je-li tento součástí výrobku. Roztok získaný po rozpouštění titanu lze pak s výhodou použít pro případné analytické stanovení obsahu titanu například metodou atomové absorpční spektrofotometrie.

Nový způsob odstraňování a rozpouštění titanu ze supertvrdého monokrystalického a polykrystalického materiálu využívá chemických účinků kyseliny fluorovodíkové (HF) iniciovaných oxidačními účinky peroxidu vodíku (H_2O_2). Na titan působíme směsí kyseliny fluorovodíkové, peroxidu vodíku a vody v různých objemových poměrech.

Kyselina fluorovodíková používaná k přípravě směsi bývá 36%, peroxid vodíku 30%. Je-li žádoucí rychlý a prudký průběh reakce, pracujeme se směsí, která vznikne smísením 50 objemových dílů kyseliny fluorovodíkové s 50 objemovými díly peroxidu vodíku. Pro klidný průběh reakce, méně exotermní připravíme směs z 50 objemových dílů kyseliny fluorovodíkové, 25 objemových dílů peroxidu vodíku a 25 objemových dílů vody.

Reakce probíhá dle následujícího reakčního schématu:



Probíhající chemický děj je silně exotermní, probíhá bez dodání energie, za běžných laboratorních teplot, okamžitě po styku titanu s reakční směsí. Rychlost od rozpouštění titanu závisí na síle jeho vrstvy. Je-li vedle titanu přítomen i titannitrid dochází rovněž k jeho rozpouštění. Reakce musí být prováděna v nádobě inertní vůči reagentům, možno použít například nádobu z umělé hmoty snášející teplotu 60 °C, z kovů pak ty, jež nereagují s kyselinou fluorovodíkovou. Po skončení reakce je materiál, ze kterého byl odstraňován titan, z reakční směsí

vyjmut a proveden jeho oplach vodou nebo je možno roztok vzniklá po reakci slít a vyseparovaný produkt dekantovat vodou. Byl-li rozpuštěn titan za účelem následné kvantitativní analýzy, provede se pouze doplnění získaného roztoku na určitý objem.

P ř í k l a d 1

Aplikace na polykrystalický STM (supertvrký materiál)

Nádoba z polyetyleny se naplní 20 ml kyseliny fluorovodíkové (36%), 10 ml peroxidu vodíku (30%) a 10 ml vody. Do připravené reakční směsi vložíme polykrystalický materiál obsahující titan. Rozměry jednoho pouzdra jsou 12x10 mm, hmotnost 10-15 g. Reakce započne okamžitě. Po několika minutách se vyjme kleštěmi izolát a provede se oplach vodou. Tímto způsobem se může rozpouštět libovolné množství reakčních pouzder po vysokotlaké syntéze za podmínky, že množství potřebných chemikálií je úměrně zvýšeno.

P ř í k l a d 2

Aplikace na polykrystalický STM povlakový titanem

Naváží se asi 3 g polykrystalických destiček povlakovaných titanem a převedou se do nádoby obsahující 5 ml kyseliny fluorovodíkové (36%) a 5 ml peroxidu vodíku (30%). Okamžitě dojde k rozpouštění titanového povlaku. Produkt se ponechá v nádobě 30 minut, je-li STM z nitridu boru. Důvodem je odrozpuštění případně vzniklého TiN. Po 30 minutách se polykrystalické destičky vyjmu. Získaný roztok je možno podrobit chemické analýze. Polykrystalický materiál se může použít k libovolnému účelu.

P ř í k l a d 3

Aplikace na monokrystalický STM povlakovaný titanem

Naváží se 1-5 g titanem povlakovaného například diamantového prášku a rozpouští se ve směsi 5 ml kyseliny chlorovodíkové (36%) a 5 ml peroxidu vodíku (30%) zředěné vodou v poměru 1:1. Rozpouštění se provádí v Pt-misce. Po 5 minutách se obsah misky zředí vodou, odlije se reakční směs do polypropylenové baňky, diamanty se promyjí vodou a voda se odfiltruje a přilije k roztoku v baňce. Doplní se na potřebný objem a podrobí se analýze na obsah titanu. Čistý diamant dokonale zbavený titanu se může opětovně použít k libovolnému účelu.

P ř í k l a d 4

Aplikace na různé formy kovového titanu bez STM

Do kádinky z polypropyleny se připraví směs obsahující 10 ml kyseliny fluorovodíkové (36%), 5 ml peroxidu vodíku (30%) a 5 ml vody. Do reakční směsi se postupně převede navážka asi 1 g titanu (v různých formách - prášek, drát, plech) určená například ke stanovení obsahu nečistot přítomných ve vzorku titanu. Po rozpouštění, které trvá maximálně jednu minutu se nechá roztok zchladnout (exotermní reakce), převede se do odměrné baňky a doplní se po značku. Připravený roztok je možno ihned podrobit měření, například na atomovém absorpčním spektrofotometru.

P ř í k l a d 5

Aplikace na separaci libovolného STM

Při rozpouštění libovolných produktů vysokotlaké syntézy obsahující titan se provádí odstranění titanu vkládáním materiálů s titanem nebo TiN do směsi obsahující na každé 0,3 g

titanu 2 ml kyseliny fluorovodíkové (36%) a 2 ml peroxidu vodíku (30%). Po ukončení reakce se provede dekantace vodou a vysušení produktu.

P Ř E D M Ě T V Y N Ā L E Z U

Způsob odstraňování a rozpouštění titanu a titan obsahujících sloučenin z materiálů jakými jsou například monokrystaly diamantu, nitridu boru, polykrystaly z monokrystalů vyrobené, směsi po vysokotlaké syntéze či samotný kovový titan vyznačený tím, že titan nebo sloučeniny obsahující titan se podrobí působení kyseliny fluorovodíkové a peroxidu vodíku smísených výhodně v poměru 1:1 po dobu 2 až 100 minut.