

Запропонований винахід відноситься до хімічних процесів виробництва та очистки синтетичних алмазів і може бути використаний для вилучення алмазів із продукту синтезу та відходів виробництва синтетичних алмазів.

Відомі методи одержання алмазів із його сумішей з графітом (алмазографітової шихти) шляхом окислення його розплавами, рідкими та твердими реагентами [1, 2], які ґрунтуються на різній швидкості реакції окислення алмазу та не алмазних форм вуглецю у присутності кислих та лужних розчинників.

Недоліками цих методів є те, що вони потребують великої кількості реактивів, що затрудняє утилізацію відходів, негативно впливають на стан навколишнього середовища, зокрема потребують спеціального обладнання приміщень та забезпечення заходів з охорони праці робітників алмазографітового виробництва.

Обробка шихти при підвищеному тиску і температурі 320-400° С водним розчином лужного металу (K,Na) [3] дозволяє знизити небезпеку хімічного процесу, але цей метод характеризується складністю обладнання та малою продуктивністю внаслідок відносно низької температури проведення хімічного процесу.

Найбільш близьким за технічною сутністю є спосіб взаємодії алмазографітової суміші з розплавом нітрату калію і гідрооксиду калію при температурі 500°С на протязі однієї години [4].

Основними недоліками способу - прототипу є те, що велика активність нітрату калію призводить до нестабільності температурного режиму процесу - можливості само розігріву реакційної суміші з повним окисленням всіх форм вуглецю, а також часткове розчинення алмазу у гідроксиді калію при температурах реакції. Крім того розплави гідроксиду та нітрату калію мають щільність меншу за щільність графіту, що призводить до осадження часток графіту в процесі обробки у вигляді щільного шару, і таким чином зменшується ступінь видалення графіту із алмазографітової шихти.

Таким чином, зазначені недоліки способу - прототипу об'єктивно закономірні, оскільки вони визначаються механізмом взаємодії компонентів суміші з реагентами та їх не можна усунути в рамках способу - прототипу.

В основі запропонованого способу поставлено задачу шляхом взаємодії алмазографітової шихти з розплавами лугу та селітри у співвідношенні від 3:1 до 1:3 спростити технологію та підвищити продуктивність окиснення графіту, при цьому запропонований винахід дозволяє:

- підвищити ступінь переробки сировини;
- зменшити втрати сировини;
- зменшити пожежну безпеку виробництва;
- збільшити економічну ефективність;
- збільшити потужність виробництва.

Істотною відмінністю передбачуваного винаходу від способу - прототипу, що забезпечує технічний результат є те, що в якості компонента використовують розплави  $\text{NaNO}_3$  та  $\text{NaOH}$ , та підтримують температуру в інтервалі 300-650°С близько 40-90 хвилин, при співвідношенні  $\text{NaNO}_3$  до  $\text{NaOH}$  від 3:1 до 1:3.

Нами встановлено, що використання такого співвідношення і таких технологічних параметрів, що заявляється, дозволяє підвищити потужність виробництва, зменшити втрати сировини, підвищити ступінь очистки алмазу до 99.99%, знизити безпеку виробництва та знизити собівартість кінцевого продукту на 30-50%.

Позитивний ефект, що спостерігається в запропонованому винаході, можна пояснити наступними фактами.

По - перше, солі натрію володіють більш низькою хімічною активністю, в порівнянні з солями калію, тому реакція протікає більш спокійно і краще піддається контролю.

По - друге, при взаємодії вуглецю з розплавом нітрату натрію утворюється  $\text{CO}_2$ , який відразу зв'язується з лужним середовищем до  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  і таким чином виводиться із реакції. Таким чином реакція видалення графіту йде майже до кінця.

По - третє, на поверхні алмазографітової шихти утворюються бульбашки газу ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{NO}_x$ ), які одночасно перемішують розплав і піднімають частки з неокисленим графітом на поверхню розплаву, і таким чином призводять до інтенсифікації процесу видалення графіту.

По - четверте, при утворенні газів відбувається руйнування кристалітів, що також сприяє доступу розплаву до внутрішнього шару кристалітів і підвищення якості процесу очистки.

По - п'яте, в зв'язку з тим, що густина розплаву становить приблизно 2.2-2.4г/см<sup>3</sup> відбувається додаткове розділення графіту і алмазу по слою розплаву завдяки чому частки непрореагованого графіту із нижніх шарів постійно виводяться до зони реакції.

По-шосте, в процесі обробки розплавом більша частина оксидів алюмінію та кремнію реагують з  $\text{NaOH}$ , що дозволяє виключити стадію обробки алмазних мікро порошків лужними розчинами.

Таким чином параметри технологічного процесу визначаються фізико-хімічними основами протікання процесу і вибираються таким чином, щоб забезпечити найкращу ефективність процесу.

Нами встановлено, що при співвідношенні  $\text{NaOH} : \text{NaNO}_3$  більше чим 3:1, кількості окисника недостатньо для протікання реакції окиснення, швидкість реакції мала і процес протікає занадто довго і за цей час значна частина алмазу встигає прореагувати з лугом одночасно з графітом. При співвідношенні  $\text{NaOH}:\text{NaNO}_3$  менше ніж 1:3, можливий саморозігрів розплаву і зниження ступеня очистки, за рахунок нестачі лугу для зв'язування  $\text{CO}_2$ .

Для повного видалення графіту співвідношення  $\text{NaNO}_3$  до графіту повинно підтримуватися не менше ніж 5:1, при цьому відношення сумарної маси реагентів до алмазографітової шихти повинно складати не менше ніж 1.5:1 щоб забезпечити необхідні реологічні властивості розплаву.

При температурі реакції до 300°С, частина реагентів знаходиться в твердій фазі і не реагує з графітом, крім того швидкість реакції незначна. При температурі вище 650°С швидкість окислення алмазу підвищується до такого ступеню, що частина дрібно дисперсних алмазів окислюється разом з графітом.

Додавка сполук калію ( $\text{KOH}$  чи  $\text{KNO}_3$ ) призводить до інтенсифікації процесу, але при цьому збільшується собівартість виробництва, та зменшується керованість процесу за рахунок можливості саморозігріву реакційної суміші і, як наслідок, збільшуються втрати дрібнодисперсного алмазу.

Спосіб здійснюють таким чином:

Алмазографітову шихту змішують в заданих пропорціях з сумішшю селітри і луку, нагрівають до заданої температури і витримують до повного зникнення частинок графіту. Суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази за допомогою розчинення у воді. Тверда фаза піддається подальшій обробці для повного видалення залишків оксидів металів-каталізаторів.

Приклад 1. 500г алмазографітової шихти, яка вміщує 10% графіту змішують з 500г NaOH і 500г NaNO<sub>3</sub>. Суміш перемішують, нагрівають до температури 600°C. Через 60 хвилин, після повного зникнення часток графіту на поверхні розплаву, суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази розчиненням у воді. Тверда фаза піддається кислотній обробці. Кінцевий продукт вміщує не більше 0.01% неалмазних форм вуглецю.

Приклад 2. 500г алмазографітової шихти, яка вміщує 3% графіту змішують з 500г NaOH і 250г NaNO<sub>3</sub>. Суміш перемішують, нагрівають до температури 550°C. Через 45 хвилин, після повного зникнення часток графіту на поверхні розплаву, суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази розчиненням у воді. Тверда фаза піддається кислотній обробці. Кінцевий продукт вміщує не більше 0.01% неалмазних форм вуглецю.

Приклад 3. 500г алмазографітової шихти, яка вміщує 20% графіту змішують з 400г NaOH і 700г NaNO<sub>3</sub>. Суміш перемішують, нагрівають до температури 400°C. За рахунок виділення енергії при протіканні реакції температура підвищується до 600°C. Через 90 хвилин, після повного зникнення часток графіту на поверхні розплаву, суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази розчиненням у воді. Тверда фаза піддається кислотній обробці. Кінцевий продукт вміщує не більше 0.1% неалмазних форм вуглецю.

У такий спосіб обробка суміші алмазу та вуглецю розплавами NaOH та NaNO<sub>3</sub> дозволяє зменшити втрати алмазів до 0.2%, та підвищити ступінь очистки алмазів до 99.99%.

Джерела інформації:

1. Путятин П.А. и др. Химические методы извлечения алмазов из продуктов синтеза. - Сверхтвердые материалы, 1982, №1, с.20-28.

2. А.С. SU 1770271, СО1В31/06 друк.23.10.1992 бюл. №39.

3. Путятин А.А. Никольская И.Н. Химические методы извлечения алмазов из продуктов синтеза. - Сверхтвердые материалы, 1982, №2, с.34-44.

4. Руденко А.П., Кулакова И.И., Балладин А.А. Роль гидроокисей и карбонатов щелочных металлов в окислительном растворении алмаза. - Доклады АН СССР, 1965, т.163 №5, с.1169-1172.