



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **99893**

(13) **U**

(51) МПК

**C01B 31/06** (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2015 00842**

(22) Дата подання заявки: **02.02.2015**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на корисну  
модель: **25.06.2015**

(46) Публікація відомостей  
про видачу патенту: **25.06.2015, Бюл.№ 12**

(72) Винахідник(и):

**Козуб Павло Анатолійович (UA),  
Черніков Ігор Олександрович (UA),  
Козуб Світлана Миколаївна (UA)**

(73) Власник(и):

**Козуб Павло Анатолійович,  
вул. Барнаульська, 27, м. Харків, 61013 (UA)**

## (54) СПОСІБ ОЧИСТКИ УЛЬТРАДИСПЕРСНИХ АЛМАЗІВ

(57) Реферат:

Спосіб очистки ультрадисперсних алмазів здійснюють розплавом  $\text{NaNO}_3$  та  $\text{NaOH}$  у співвідношенні від 3:1 до 1:3. При цьому кількість алмазографітової шихти в реакційні суміші становить 5-15 %, а температура підтримується в інтервалі 220-300 °С.

**UA 99893 U**



Запропонована корисна модель належить до хімічних процесів виробництва та очистки синтетичних алмазів і може бути використаний для вилучення алмазів із продукту динамічного синтезу ультрадисперсних алмазів.

Відомі методи одержання ультрадисперсних алмазів із їх сумішей з графітом та аморфним вуглецем (алмазографітової суміші) шляхом окислення його розплавами, рідкими та твердими реагентами [1, 2, 3], які основані на різній швидкості реакції окислення алмазу та не алмазних форм вуглецю у присутності кислих та лужних окисників.

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 °C водним розчином азотної кислоти або розчином лужного металу (K, Na) [4, 5] дозволяє знизити небезпеку хімічного процесу, але ці методи характеризуються складністю обладнання та малою продуктивністю внаслідок відносно низької температури проведення хімічного процесу.

Найбільш близьким за технічною суттю є спосіб взаємодії алмазографітової суміші статичного синтезу з розплавом нітратів і гідрооксидів калію або натрію при температурі від 300 до 650 °C [6].

Основними недоліками способу - прототипу є те, що велика активність нанодисперсного вуглецю, який має велику питому поверхню, призводить до нестабільності температурного режиму процесу - можливості саморозігріву реакційної суміші (з можливістю вибуху) з повним окисленням всіх форм вуглецю і зниження таким чином сумарного ступеня очистки.

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

В основі запропонованого способу поставлено задачу шляхом взаємодії алмазографітової шихти у кількості 5-15 % 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, кількість алмазографітової шихти в реакційній суміші становить 5-15 %, а температура підтримується в інтервалі 220-300 °C.

Нами встановлено, що використання таких співвідношень компонентів і такої температури 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, на відміну від алмазографітової шихти статичного синтезу алмазографітова шихта динамічного синтезу містить в собі не тільки графіт, але й аморфний вуглець, який є значно більш реакційно здатний.

По-друге, і графіт і алмаз в шихті мають велику дисперсність, а саме тому високу реакційну здатність.

По-третє, кількість не алмазних форм вуглецю (графіт та аморфний вуглець) в 3-5 разів перевищує кількість ультрадисперсних алмазів, що також підвищує реакційну здатність суміші.

Все це призводить до того, що швидкість реакції окиснення вуглецю у розплаві з ультрадисперсними алмазами на порядок перевищує швидкість реакції для сировини з вмістом алмазних мікро порошоків. Це викликає локальне підвищення температури з можливим запаленням всієї реакційної суміші і повним вигоранням всіх вуглецевих форм включно з ультрадисперсними алмазами.

Проведені теоретичні розрахунки і експериментальні дослідження показали, що найбільш ефективним шляхом вирішення цієї проблеми є зниження кількості алмазографітової шихти у реакційній суміші до 15 %. В цьому випадку кількість енергії що виділяється є недостатньою для утворення локальних осередків загоряння, оскільки швидкість реакції є меншою за швидкість відводу тепла від зони реакції і технологічний процес перебігає стабільно.

Одночасно з тим було встановлено, що при зменшенні концентрації алмазографітової шихти у реакційній суміші менше ніж 5 % швидкість реакції окиснення падає настільки, що значна частина не алмазних форм вуглецю не встигає прореагувати і кінцева ступінь очистки не перевищує 98 %.

Крім того, було встановлено, що для сировини, яка містить ультрадисперсні алмази необхідно підтримувати температуру не вище 300 °С. Ця температура не призводить до значних втрат алмазів навіть при витримці в реакційній суміші більш ніж 2 години. У той же час, підвищення температури до 320 °С призводить до зменшення виходу кінцевого продукту майже на 20 %.

При температурі реакційної суміші менше ніж 220 °С енергії хімічного процесу на поверхні вуглецю не вистачає для початку реакції окиснення і повне видалення (більше ніж 99,9 %) не алмазних форм вуглецю перевищує 90 хвилин.

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  $\text{NaOH}:\text{NaNO}_3$  від 1:3 до 3:1, кількість алмазографітової шихти з вмістом ультра дисперсних алмазів повинно складати не менше 5 % і не більше 15 %, що створює умови стабільного протікання реакції окиснення і запобігає можливому samozапаленню реакційної суміші.

При температурі реакції до 220 °С енергії реакції окиснення вуглецю є недостатньою для її початку і тому загальна швидкість реакції незначна. При температурі вище 300 °С швидкість окиснення алмазу підвищується до такого ступеня, що частина дрібно алмазів окислюється разом з графітом і вихід готової сировини значно знижується.

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 неалмазних форм вуглецю. Суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази за допомогою розчинення у воді. Тверда фаза, при необхідності, піддається подальшій обробці для повного видалення залишків оксидів металів.

Приклад 1. 220 г алмазографітової шихти, яка містить 30 % ультрадисперсного алмазу змішують з 600 г  $\text{NaOH}$  і 1600 г  $\text{NaNO}_3$ . Суміш перемішують, нагрівають до температури 250 °С. Через 80 хвилин, після повного зникнення часток графіту на поверхні розплаву та зміни кольору розплаву з чорного на світло-сірий, суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази розчиненням у воді. Кінцевий продукт містить не більше 0,01 % неалмазних форм вуглецю.

Приклад 2. 160 г алмазографітової шихти, яка вміщує 20 % ультрадисперсного алмазу змішують з 600 г  $\text{NaOH}$  і 1600 г  $\text{NaNO}_3$ . Суміш перемішують, нагрівають до температури 280 °С. Через 50 хвилин, після повного зникнення часток графіту на поверхні розплаву та зміни кольору розплаву з чорного на світло-сірий, суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази розчиненням у воді. Кінцевий продукт містить не більше 0,01 % неалмазних форм вуглецю.

Приклад 3. 120 г алмазографітової шихти, яка містить 30 % ультрадисперсного алмазу змішують з 1400 г  $\text{NaOH}$  і 600 г  $\text{NaNO}_3$ . Суміш перемішують, нагрівають до температури 290 °С. Через 40 хвилин, після повного зникнення часток графіту на поверхні розплаву та зміни кольору розплаву з чорного на світло-сірий, суміш охолоджують і розділяють на тверду і рідкі фази розчиненням у воді. Кінцевий продукт містить не більше 0,01 % неалмазних форм вуглецю.

У такий спосіб обробка суміші алмазу та вуглецю розплавами  $\text{NaOH}$  та  $\text{NaNO}_3$  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. СССР 1770271, C01B31/06 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. Патент РФ № 2109683 від 27.04.98.

5. Патент РФ 2132816 від 10.07.1999

6. Патент України 78915 від 25.04.2007.

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб очистки ультрадисперсних алмазів, що здійснюють розплавом  $\text{NaNO}_3$  та  $\text{NaOH}$  у співвідношенні від 3:1 до 1:3, який **відрізняється** тим, що кількість алмазографітової шихти в реакційні суміші становить 5-15 %, а температура підтримується в інтервалі 220-300 °С.

---

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601