



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102616777 A

(43) 申请公布日 2012.08.01

(21) 申请号 201210100534.2

(22) 申请日 2012.04.09

(71) 申请人 江苏金海丰硬质材料科技有限公司  
地址 211722 江苏省淮安市盱眙县桂五镇  
九二五厂

(72) 发明人 陈守文 解立新 胡朝霞

(74) 专利代理机构 淮安市科翔专利商标事务所  
32110

代理人 韩晓斌

(51) Int. Cl.

C01B 31/06 (2006.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

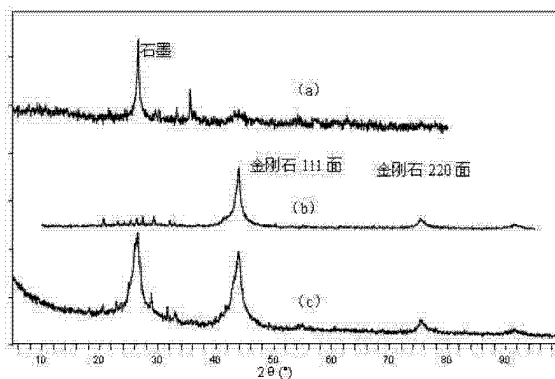
权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

## (54) 发明名称

爆轰法制备纳米金刚石灰料中石墨碳的去除方法

## (57) 摘要

爆轰法制备纳米金刚石灰料中石墨碳的去除方法,采用浓硫酸与高氯酸在高温下联合氧化法去除纳米金刚石中石墨碳,反应步骤如下:将充分干燥的纳米金刚石爆轰灰加入至其质量比 2-15 倍的质量浓度 85-98% 浓硫酸溶液中,升温至 110-250℃,在真空状态下,滴加爆轰灰质量比 1-20 倍的质量浓度 40-70% 高氯酸,滴加完成后,170-250℃ 保温 2-10 小时,最后倒入至 2-10 倍酸体积的水中,过滤、水洗、干燥,得纯化产品。本发明工艺简单,设备要求较低,产品纯度高,生产的纳米金刚石完全能够满足有关领域尤其是超精密抛光、高级磨合(润滑)油、耐磨材料添加剂、耐磨表面复合镀等领域的应用。



1. 爆轰法制备纳米金刚石灰料中石墨碳的去除方法,其特征在于该去除方法是:采用浓硫酸与高氯酸在高温下联合氧化法去除纳米金刚石中石墨碳,反应步骤如下:将充分干燥的纳米金刚石爆轰灰加入至其质量比 2-15 倍的质量浓度 85-98% 浓硫酸溶液中,升温至 110-250°C,在真空状态下,滴加爆轰灰质量比 1-20 倍的质量浓度 40-70% 高氯酸,滴加完成后,170-250°C 保温 2-10 小时,最后倒入至 2-10 倍酸体积的水中,过滤、水洗、干燥,得纯化产品。

## 爆轰法制备纳米金刚石灰料中石墨碳的去除方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种金刚石的提纯方法,特别是涉及一种采用炸药爆轰方式制取的纳米金刚石灰料中石墨态碳的去除。

### 背景技术

[0002] 纳米金刚石在超精密抛光、高级磨合(润滑)油、耐磨材料添加剂、耐磨表面复合镀等领域具有广泛的用途。在特殊的工艺条件下,通过炸药爆轰的方式可以制取含有一定量金刚石态碳的爆轰灰混合物。在灰料杂质中,石墨态碳的含量最大,也最难于去除。目前对于石墨态碳的去除主要有化学氧化和高温空气氧化两类。Valerii Yu. Dolmatov 在《Ultracrystalline Diamond-Syntheses, Properties and Applications》(Willian Andrew Publishing, NewYork, 2006)介绍了多种化学氧化技术,包括高氯酸、浓硫酸+硝酸、硫酸+三氧化二铬、臭氧、硝酸等方式,其中硫酸+硝酸已经形成工业规模,但是这种方法在高温高压下(280°C)反应,对于设备要求甚高,而且腐蚀严重、产品纯度并不高。CN1385366A及CN01114455.6公开了以高锰酸钾+浓硫酸在100-250°C条件下进行氧化纯化方法,该法对于石墨态碳的去除效果并不十分明显,同时废水中含有重金属锰,环境问题较多。CN1400162A公开了以浓硫酸+浓硝酸沸腾状态下去除石墨碳,该法对于石墨态碳的去除效果较差,同时由于硝酸在高温下极易分解,造成利用率较低。文献《功能材料》(2000, 31(1):56-57)报道了利用 $\text{HClO}_4$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{KMnO}_4$ 氧化处理去除石墨碳,虽然结论是三种都能有效去除石墨态碳,但高氯酸沸腾法成本较高、 $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 及 $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{KMnO}_4$ 两法效果有待进一步验证。文献《新技术新工艺》(2006(1):110-112)及《中北大学学报》(2006, 27(1):55-58)利用气相氧化法去除石墨碳,该法可操作性较差,同时效果很不理想。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在于:提供一种爆轰法制备纳米金刚石灰料中石墨碳的去除方法,高效去除纳米金刚石爆轰灰料中石墨态碳,生产工艺简单,产物纯度高,工艺中不破坏纳米金刚石结构,纳米金刚石得率高。

[0004] 实现本发明目的的技术解决方案为:采用浓硫酸与高氯酸在高温下联合氧化法去除纳米金刚石中石墨碳;反应步骤如下:

将充分干燥的纳米金刚石爆轰灰加入至其重量比2-15倍的质量浓度85-98%浓硫酸溶液中,升温至110-250°C,在真空状态下,滴加爆轰灰质量比1-20倍的质量浓度40-70%高氯酸,滴加完成后,170-250°C保温2-10小时,最后倒入至酸体积5-10倍的水中,过滤、水洗、干燥,得纯化产品。

[0005] 本发明与现有技术相比,其显著优点是:提供了一种高纯度纳米金刚石的生产方法,此法具有工艺简单、设备要求较低、产品纯度高等优点,利用本工艺生产的纳米金刚石完全能够满足有关领域尤其是超精密抛光、高级磨合(润滑)油、耐磨材料添加剂、耐磨表面复合镀等领域的应用。

## 附图说明

[0006] 图 1 为本发明实施例 1、比较例 1 和处理前纳米金刚石的 XRD 谱图。

## 具体实施方式

[0007] 下面的实施例是对本发明的进一步说明,而不是限制本发明的范围。

[0008] 实施例 1:在 50L 反应釜中,放入 6.0kg 的 98% 硫酸,在搅拌下加入 3.00kg 纳米金刚石灰料,在真空条件下升温至 110°C,滴加 20.0kg 的 40% 高氯酸,滴加过程中控制釜内温度 170-250°C,滴加完毕 170°C 保温 2 小时,冷却至 40°C,放入至 50L 去离子水中,过滤,并用去离子水充分洗涤至滤液呈中性,真空干燥,得提纯的灰白色产品 1.12kg,得率 37.3%,产品的 XRD 谱图见图 1 (b)。

[0009] 实施例 2:在 50L 反应釜中,放入 25.5kg 的 90% 硫酸,在搅拌下加入 3.00kg 纳米金刚石灰料,在真空条件下升温至 180°C,滴加 15.0kg 的 55% 高氯酸,滴加过程中控制釜内温度 170-250°C,滴加完毕 210°C 保温 6 小时,冷却至 40°C,放入至 18L 去离子水中,过滤,并用去离子水充分洗涤至滤液呈中性,真空干燥,得提纯的灰白色产品 1.07kg,得率 35.7%。

[0010] 实施例 3:在 50L 反应釜中,放入 20.0kg 的 85% 硫酸,在搅拌下加入 3.00kg 纳米金刚石灰料,在真空条件下升温至 250°C,滴加 10.0kg 的 70% 高氯酸,滴加过程中控制釜内温度 170-250°C,滴加完毕 250°C 保温 10 小时,冷却至 40°C,放入至 30L 去离子水中,过滤,并用去离子水充分洗涤至滤液呈中性,真空干燥,得提纯的灰白色产品 1.09kg,得率 36.3%。

[0011] 比较例 1:在 100mL 高压釜中,放入 20mL 的 70% 硝酸,40mL 去离子水,5.00g 纳米金刚石灰料,放入 210°C 烘箱中,反应 8 小时,冷却至室温后,放入至 300mL 去离子水中,过滤,并用去离子水充分洗涤至滤液呈中性,真空干燥,得产品 3.56g,产品的 XRD 谱图见图 1 (c)。

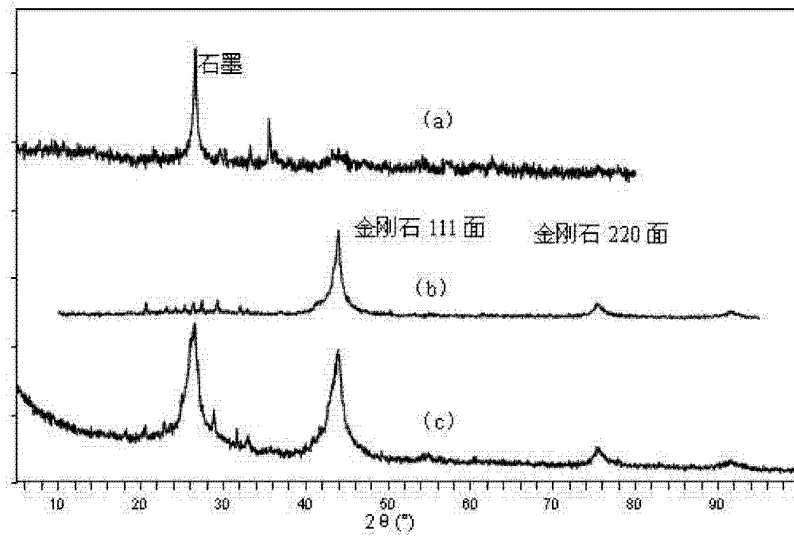


图 1