

(21) Cerere de brevet nr: **107341**

(22) Data înregistrării: **23.04.1982**

(61) Complementară la invenția
brevet nr:

(45) Data publicării: **28.06.2002**

(86) Cerere internațională(PCT)
nr.: data:

(87) Publicarea cererii internaționale
nr.: data:

(89)

(51)Int.Cl.⁷: **C 01 B 31/06;**
B 01 J 3/06

(30) Prioritate:

(32) Data:

(33) Țara:

(31) Certificat nr.

(71) Solicitant: **MINISTERUL DE INTERNE, BUCUREȘTI, RO**

(73) Titular: **MINISTERUL DE INTERNE , BUCUREȘTI, RO**

(72) Inventator: **GĂLĂȚEANU IOAN, BUCUREȘTI, RO; MUSU-COMAN MARIN, BUCUREȘTI, RO; DIACONU MARCEL, BUCUREȘTI, RO; TURCU VASILE, BUCUREȘTI, RO; ILIE GHEORGHE, BUCUREȘTI, RO; JURCUȚ DORIN, BUCUREȘTI, RO; CALU GEORGETA, BUCUREȘTI, RO**

**(54) PROCEDEU DE PRELUCRARE CHIMICĂ A EUTECTICULUI
GRAFIT- METAL PENTRU SEPARAREA DIAMANTELOR
SINTETICE**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de prelucrare chimică a eutecticului grafit-metal, pentru separarea diamantelor sintetice din masa cărbunoasă, care nu a fost convertită, și din topitura rezultată din procesul de sinteză. Procedul constă în mărun-

țirea brichetelor de eutectic grafit-metal, pre-oxidarea acestor brichete, dezagregarea, oxidarea grafitului din brichete, îndepărtarea pirofilitei și, în final, purificarea diamantelor sintetice de urmele de grafit.

Invenția se referă la un procedeu de prelucrare chimică a entectului grafit-metal, pentru separarea diamantelor sintetice din masa cărbunoasă, care nu a fost convertită, și din topitura rezultată din procesul de sinteză, care permite obținerea de diamante sintetice purificate de metalul catalizator, de grafitul inițial, de pirofilită și de alte impurități, ce pot fi incluse între cristalele de diamante sintetice sau pe suprafețele acestora.

Este cunoscut tratamentul cu acid azotic concentrat, care are un efect de dizolvare a tuturor materialelor din produs, cu excepția diamantului. Este cunoscut, de asemenea, procedeul prin care conținutul celulei de sinteză este scos și fiert, respectiv cu acid sulfuric concentrat și, apoi, urmat de o spălare.

Prezintă dezavantaje prin faptul că nu constituie un proces integral, implementat pe instalații și utilaje tehnologice bine precizate, și nu menționează tratamentul chimic al soluțiilor reziduale și al gazelor nitroase, sulfurice, clorhidrice etc, rezultate din procesul chimic.

Sunt cunoscute operații chimice de tratamente ale diamantelor sintetice, care se referă la posibilitatea purificării diamantelor, folosind topituri alcaline, formate din amestecuri de hidroxizi și carbonați ai metalelor alcaline, sau topituri din amestecuri de oxizi de plumb. Aceste procedee au o aplicație limitată și nu constituie un procedeu unitar.

Se cunoaște, de asemenea, îndepărtarea masei cărbunoase prin atac chimic cu brom lichid și flotarea acesteia la suprafața băii, urmată de o electroliză a metalului catalizator. Atacul chimic cu brom lichid, având în vedere gradul înalt de volatilitate și toxicitate, este foarte dificil de aplicat la scară industrială, datorită instalațiilor complexe și costisitoare pe care le necesită acest procedeu.

Procedeul conform invenției, însumând prelucrarea chimică cu acizi anorga-

nici și tratamentele cu topituri alcaline, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că, în scopul creșterii randamentului, fără a altera calitatea diamantelor sintetice obținute în condiții blânde, de siguranță și protecție, cuprinde o primă fază de mărunțire a brichetelor de eutectic grafit-metal prin concasare, pentru creșterea suprafeței de atac chimic, urmată de o fază de preoxidare a brichetelor de eutectic grafit-metal, folosind o soluție amestec de 96...98% HNO_3 și 98% H_2SO_4 în proporție procentuală de volume 96 părți H_2SO_4 + 4 părți 4HNO_3 , urmată de o fază de dezagregare a brichetelor de eutectic grafit-metal de orice tip, ce pot conține catalizatori atât metale singulare, cum sunt Co, Ni etc, cât și aliaje catalizatoare, ca Ni-Fe, Ni-Co, Ni-Cr, Ni-Mn etc, în orice proporție de concentrații chimice ale componentelor acestor aliaje, folosind o soluție pentru dizolvarea metalelor respective, având o compoziție variabilă, constând din $X\% \text{HNO}_3 + Y \text{HCl} + Z\% \text{H}_2\text{O}$, operație de dezagregare, dizolvare a brichetelor de eutectic grafit-metal realizată în mai multe reactoare chimice speciale, prevăzute cu sistem de încălzire electrică, agitare și control automat al temperaturii și presiunii din interiorul reactoarelor, ce asigură efectuarea reacției chimice de dizolvare a metalelor singulare, sau a aliajelor catalizatoare menționate, la o temperatură de 75...105°C, timp de 3,5...4,5 h, cu purificarea, neutralizarea, recuperarea parțială a HNO_3 și denocivizarea gazelor de reacție NO , $\text{NO}_2(\text{NO}_x)$ și Cl_2 , după care acestea sunt ejectate în atmosferă, totodată realizându-se neutralizarea și purificarea apelor reziduale rezultate, după care utilizează o fază de oxidare a grafitului din brichetele de eutectic grafit-metal, rămas împreună cu masa de cristale de diamante sintetice după o operație preoxidare și cea de dezagregare, care se realizează cu o soluție de H_2SO_4 50%, ce conține NaCr_2O_7 în concentrație de 5...15% în greutate, la

o temperatură de 105...125°C, în reactoare speciale, dotate cu sisteme de încălzire electrică și de agitare, și cu reglare automată a temperaturii și presiunii din interiorul reactoarelor și a mediului de reacție, urmată de o fază de îndepărtare a pirofilitei, fie prin atac chimic, cu HF 25...37%, în reactoare speciale, dotate cu sisteme de încălzire electrică, agitare și de reglare automată a temperaturii și presiunii din interiorul reactoarelor și a mediului de reacție, la o temperatură de 105...120°C, realizând, concomitent, și recuperarea parțială a HF evaporat din reactoare, și care se reciclează în proces, fie prin atac chimic, cu topitură alcalină de NaOH, luată în proporție de 3...6 părți în greutate față de una parte diamante sintetice, la o temperatură de 330...450°C, urmată de o dizolvare a topiturii alcaline în apă sau în soluție diluată de HCl, prin care silicații și aluminații de sodiu se dizolvă, permițând, astfel, separarea și purificarea diamantelor sintetice, care rămân integre și nesolubilizate, de impuritățile de pirofilită, în final efectuându-se purificarea cristalelor de diamante sintetice și naturale de urmele de grafit, prin atac chimic, cu o soluție de H₂SO₄ 50%, ce conține Na₂Cr₂O₇ 10% în greutate.

Se dau, în continuare, două exemple de realizare a invenției.

Conform unui exemplu de realizare a invenției, într-o primă fază, brichetele, în șarje mici sau mari, se supun unei operații de mărunțire, într-un concasor cu fălci sau cu valțuri. Mărunțișul se sortează prin site cu ochiuri mari, de 5...15 mm, partea ce rămâne pe site se returnează la reconcasare.

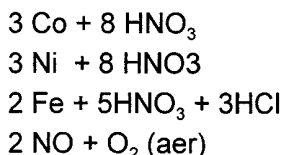
Brichetele astfel mărunțite se supun operației chimice de preoxidare, prin atac cu un amestec sulfonitric, compus din 96 părți H₂SO₄ 98% și 4 părți HNO₃ 98%, care se încălzește la 60...75° timp de 20...35 min, într-un reactor chimic, după care

grafitul nereacționat și exfoliat, dintre discurile de metal catalizator, din brichete, se colectează de la suprafața soluției amestec, cu ajutorul unor site de inox, sau prin raclarea suprafeței de lichid. Prin această operație, aproximativ 60...75% din cantitatea totală de grafit neconvertit în diamante sintetice este eliminată din sistem, facilitând substanțial operațiile următoare, cea de dizolvare a metalului, prin creșterea suprafeței de atac chimic, cu acizi anorganici, asigurând un randament mai mare de dizolvare, și cea de oxidare a grafitului, deoarece este supusă reacției de oxidare, în acest caz, o cantitate mult mai mică de grafit decât fără preoxidare.

O cantitate de X - Y kg de eutectic grafit-metal, ce conține catalizator de cobalt ori nichel, folosit pentru obținerea diamantelor sintetice din familiile sortimentale Friabil, Mediu sau Tenace, se introduce într-o linie de reactoare chimice speciale, amenajate și dotate cu sisteme de încălzire și agitare, precum și cu condensatoare, pentru refluxarea condensului. De asemenea, linia de reactoare chimice este dotată cu sisteme automate de reglare a temperaturii și presiunii în limitele impuse de procesul chimic. În aceste reactoare, în prealabil, s-a introdus o anumită cantitate de soluție de HNO₃ 30...60% sau de HCl 15...30%, calculată în proporție de 0,5...1,5 l/ brichetă, funcție de tipul brichetelor și familia sortimentală a diamantelor sintetice, conținute în aceste brichete. Introducerea soluției se face prin conducte, de la rezervorul de acizi, folosind pompe și aparatul de măsură și control, pentru volum și densitate, montate în linie tehnologică.

Brichetele de eutectic grafit-metal, luate separat pentru fiecare tip și sortiment de diamante sintetice, după ce au fost mărunțite prin concasare, se introduc în dispozitive de reacție speciale, care sunt montate în interiorul reactoarelor chimice și care au un rol de protecție a

acestor reactoare împotriva șocurilor. Folosind sistemele de încălzire electrică și de agitare, soluția de acizi menționați mai sus este încălzită între 75...105°C și uniformizată termic, ceea ce permite menținerea

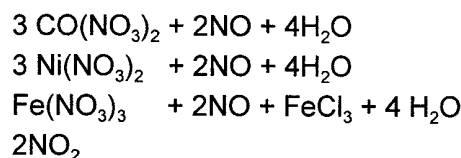


În final, ca urmare a acestor reacții, brichetele de eutectic sunt dezagregate, având metalele catalizatoare dizolvate în soluțiile de acizi azotic sau clorhidric, punând în libertate cristalele de diamante sintetice, împreună cu grafitul conținut în aceste brichete și care, în acest caz, atât diamantele cât și grafitul, rămân integral neatacate chimic. Grafitul se află fie sub formă de particule fin divizate de suspensie, fie ca plăcuțe cu dimensiuni de la 2 x 2 până la 10 x 15 mm, ori ca amestec al acestor două forme.

După terminarea reacției de dizolvare a metalelor catalizatoare Co ori Ni din eutectic, conținutul reactoarelor chimice, deci suspensia, este supus unei operații de separare a părții solide de cea lichidă, folosind filtre sub presiune, de randament înalt. Partea solidă astfel separată, sub formă de turtă, conține grafit, pirofilită și cristale de diamante sintetice, care se colectează din filtre și se trimite la operația chimică imediat următoare, pentru oxidarea și îndepărtarea grafitului. Soluția rezultată din filtrarea suspensiei este trimisă la instalația de recuperare a cobaltului.

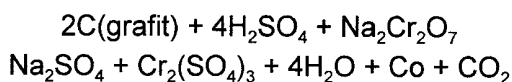
Gazele nitroase și clorhidrice, rezultate din reacțiile de dizolvare a metalelor catalizatoare, sunt aspirate din reac-

unei viteze de reacție controlate. În aceste condiții, în reactoarele chimice sus-menționate are loc reacția chimică de dizolvare a metalelor catalizatoare, în cazul de față Co sau Ni, conform reacțiilor:



toarele chimice și supuse, fiecare separat, unui proces de condensare și neutralizare într-o instalație specială, în care gazele nitroase se transformă în soluție diluată de HNO_3 în proporție de peste 60%, soluție care se refolosește în procesul chimic. Restul gazelor nitroase sunt convertite în soluții reziduale de azotat de sodiu și azotit, iar cele clorhidrice sunt neutralizate și aduse în formă de soluție NaCl care, în final, sunt trimise la stația de purificare și denocivizare a apelor reziduale.

Pentru a obține o separare a grafitului de diamantele sintetice, partea solidă, separată sub formă de turtă, se introduce într-o altă linie de reactoare chimice, prevăzute cu posibilități de alimentare cu H_2SO_4 , apă și alte materiale. În prealabil, în fiecare reactor, se introduce o cantitate de 80...120 l soluție 50% H_2SO_4 , după care se adaugă partea solidă, sub formă de turtă, în porții adecvate, punând în funcțiune, concomitent, sistemele de încălzire electrică și agitație. Conținutul de reactoare se încălzește până la 100...125°C, din acest moment se poate începe introducerea bicromatului de sodiu $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, pentru a facilita oxidarea grafitului, conform reacției:

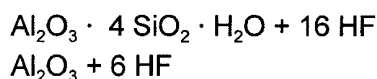


Viteza reacției de oxidare a grafitului se controlează și se reglează prin

frecvența și cantitatea de $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ introdusă în reactoare. Reacția este exotermă

și conținutul reactoarelor se menține la temperatura cuprinsă între 95...125°C, cu ajutorul unui sistem automat de reglare a temperaturii, timp de 3...4,5 h. Apariția în masa de reacție a unui mic exces de bicromat de sodiu nereacționat și încetarea degajării de gaze, a spumării, sunt indici că reacția de oxidare a grafitului s-a terminat. De asemenea, pentru stabilirea sfârșitului reacției, se iau probe din suspensia din reactoare, care se diluează cu apă, și se observă prezența sau absența particulelor de grafit nereacționat.

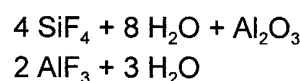
După terminarea reacției, conținutul reactoarelor, suspensia rezultată, se trimite la separarea de faze prin filtrare în filtre sub presiune, obținând, în final, o altă parte solidă, sub formă de turtă, și o soluție filtrată. Această parte solidă, sub formă de turtă, în continuare, se trimite la operația de îndepărtare a pirofilitei, imediat următoare, iar soluția filtrată, la instalația de recuperare a cromului sau la stația de neutralizare, depoluare a apelor reziduale.



Gazele ce conțin vapori de HF și apă, împreună cu SiF₄, în stare volatilă, sunt trecute prin mai multe coloane de purificare și recuperare a acidului fluorhidric, care, sub formă de soluție diluată, se reciclează în proces. La terminarea reacției, conținutul reactoarelor se trimite la neutralizare cu NaOH a excesului de HF, după care acesta se trimite, în continuare, la separarea fazei solide de cea lichidă, se obține o masă de cristale de diamante sintetice, sub formă de turtă, și o soluție filtrată. Soluția filtrată se trimite la stația de neutralizare a apelor reziduale, iar masa de cristale de diamante sintetice, care conține numai diamante sintetice impurificate cu urme de grafit, sub formă de particule fine, se supune purificării, în cadrul operației imediat următoare, în care, pentru îndepărtarea pirofilitei dintre grăunții de

Gazele naturale din reacția de oxidare a grafitului se aspiră din reactoarele chimice și se trimit în instalația de neutralizare și purificare a gazelor, după care acestea sunt ejectate în atmosferă.

Partea solidă, rezultată din filtrare, în afară de cristalele de diamante sintetice, poate conține și cantități mici de pirofilită, de ordinul 0,01...1%, precum și urme de grafit. Pentru îndepărtarea granulelor de pirofilită dintre grăunții de diamante, se poate supune unui tratament chimic, mai întâi printr-un atac chimic cu soluție 37% HF, în reactoare chimice speciale, la temperatura de 105...120°C, prevăzute cu sisteme de încălzire electrică și agitare, precum și cu sisteme automate de reglare a temperaturii. Ca urmare a reacției chimice a pirofilitei cu HF, aceasta este descompusă și îndepărtată din masa de reacție, conform ecuațiilor:



diamante sintetice, se atacă chimic, cu topituri alcaline.

În acest scop, o cantitate Z kg de diamante sintetice, impurificate cu pirofilită și urme de grafit, se introduce într-un reactor cilindric, din oțel inox, prevăzut cu sistem de agitare și încălzire electrică și cu reglare automată a temperaturii. În acest reactor se mai introduce o anumită cantitate de NaOH sub formă de pelete sau fulgi, luată în proporție de 3 până la 6 părți în greutate, față de 1 parte greutate de diamante sintetice, destinate operației de purificare. Conținutul reactorului, NaOH și diamante sintetice, se încălzește la temperatura de 330...450°C. Când întreaga masă de reacție s-a topit, se pornește agitarea, menținând, pe cât posibil, temperatura în limita menționată, timp de 2...3,5 h. Ca urmare a reacției dintre pirofilită și

hidroxidul de sodiu, aceasta este descompusă și trecută în formă de silicați și alumi-nați, solubili în apă, sau soluție diluată de HCl.

În acest caz, impuritățile de grafit, aflate în masa topită, flotează la suprafața topiturii alcaline, de unde acestea pot fi colectate, cu ajutorul unui dispozitiv cu sucție cu aer cald.

Când reacția este considerată terminată, topitura se lasă să se răcească, după care se dizolvă în apă sau soluție diluată HCl, în același reactor în care a avut loc reacția cu topituri alcaline. Suspensia ce conține cristale este supusă operației de filtrare, pentru separarea diamantelor sintetice. La terminarea operației de filtrare, cristalele de diamante sintetice, sub formă de turtă, sunt spălate cu apă demineralizată, de mai multe ori, acompaniată de filtrări repetate, după care cristalele se usucă în stive la 120...200°C și, în final, se trimit la operațiile de prelucrări fizice.

Purificarea finală de urmele de grafit se realizează prin tratamente chimice, a masei de cristale de diamante sintetice, rezultate în fazele anterioare, cu amestec sulfonitric, constând din soluție 50% H_2SO_4 , ce conține 10% $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, la temperatura de 105...125°C, timp de 1... 3 h, în reactoare speciale, dotate cu sisteme de încălzire electrică și agitare, și coloane de refulare a condensului, pentru evitarea pierderilor de anhidridă cromică.

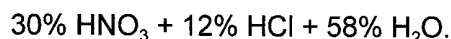
După terminarea reacției finale de purificare a diamantelor sintetice, acestea se spală cu apă demineralizată, urmată de filtrare în filtre sub presiune, se spală cu alcool etilic sau acetonă, se usucă în etuve, se cântăresc și se ambalează în porții adecvate.

Conform unui alt exemplu de realizare a invenției, o cantitate de X - Y kg de brichete de eutectic grafit-metal, în care prin metal se înțelege aliaje de Ni-Fe ori Ni-Mn, unde concentrația Fe poate varia

în limitele 1...99% sau a Mn între 2...50%, care conține Z kg diamante sintetice, de toate tipurile și sortimentele posibile, sintetizate, împreună sau separat, pentru fiecare tip și sortiment, se introduce în mai multe reactoare chimice, încadrate într-o linie tehnologică de prelucrări chimice a eutectului grafit-metal. Reactoarele chimice speciale sunt dotate cu sisteme de încălzire electrică și agitare, precum și cu condensatori pentru refluxarea condensului.

De asemenea, reactoarele chimice sunt prevăzute cu sisteme automate de reglare a temperaturii și presiunii din interiorul lor, în limitele impuse de procesul chimic. Brichetele de eutectic grafit-metal se introduc în dispozitivele de reacție, în porții adecvate, care sunt montate în interiorul reactoarelor și care asigură protecția contra șocurilor mecanice, termice și a eroziunii reactoarelor chimice.

Pentru realizarea atacului chimic privind dizolvarea metalelor catalizatoare din eutectilul grafit-metal, se folosește o soluție amestec de acizi anorganici, ce are o mare capacitate de dizolvare a metalelor menționate, funcție de raportul concentrațiilor acizilor respectivi. Această soluție are proprietăți puternic oxidante sau slab oxidante, și se obține din amestecul acizilor HNO_3 și HCl în anumite proporții, altele decât cele ale apei regale, funcție de scopul propus și de natura metalelor ce urmează a fi dizolvate. În cazul aliajelor Ni-Fe, compoziția optimă a soluției amestec este



Compoziția soluției amestec poate varia în direcția creșterii concentrației HNO_3 , micșorând în același timp pe cea a HCl și invers, astfel ca să obțină proprietățile oxidante solicitate de natura procesului chimic. În acest mod, se poate evita formarea de H_2 liber și, totodată, de a reduce la minimum posibil formarea de gaze

nitroase și clor liber în timpul procesului chimic de dizolvare a metalelor în soluția amestec, ceea ce nu se poate realiza când se folosește numai soluție de HCl sau HNO_3 .

În scopul dizolvării metalelor catalizatoare din eutecticul grafit-metal, în fiecare reactor chimic se introduce o anumită cantitate de soluție din fiecare acid HNO_3 și HCl, astfel ca să se obțină compoziția dorită de soluție amestec și volumul necesar dizolvării șarjei respective, calculat din proporție de 100 l soluție amestec/X kg brichete Ni-Fe. Soluția amestec este încălzită în reactoarele chimice la 85...110°C. La această temperatură, reacția de dizolvare a metalelor are loc cu viteză considerabilă, durata reacției fiind de 3,5...4 h, cu agitare continuă.

Datorită compoziției variate a eutecticului grafit-metal, prezența fierului în aliajul Ni-Fe poate determina formarea cu carbonul a unor compuși metalografici, cu straturi metalografice de tipul oțelurilor austenitice, martensitice etc, sau de tipul fontelor aliate, cum sunt fonta cenușie sau albă, care manifestă rezistență mărită la atacul chimic cu acizi anorganici. În cazul de față, utilizarea soluției amestec conduce la rezultate optime, permițând dizolvarea oricăror compuși metalografici cu structuri metalografice diferite, cuprinse în gama oțelurilor inox și a fontelor aliate albe și cenușii.

După terminarea reacției de dizolvare a metalelor, conținutul reactoarelor este golit și trimis prin conducte, la operația de separare a fazei solide de cea lichidă, prin filtrare în filtre sub presiune, construite din material rezistent la coroziunea soluției amestec.

Gazele rezultate din reacția chimică se supun operației de purificare și neutralizare într-o instalație specială, ce asigură depoluarea mediului ambiant în limitele admise.

În continuare, atât soluția filtrată cât și partea solidă, sub formă de turtă, se supun operațiilor chimice imediat următoare, la fel ca în primul exemplu de realizare, după dezagregarea și filtrarea ce au urmat preoxidării.

Procedeul de prelucrare chimică a eutectului grafit-metal pentru separarea diamantelor sintetice, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- este un procedeu polivalent, ce poate permite prelucrarea chimică a mai multor tipuri de eutectic grafit-metal, în general a tuturor tipurilor cunoscute și utilizate pentru producția curentă de diamante sintetice din familiile Friabil, Mediu, Mediu-Tenace și Tenace;

- are la bază un proces chimic unitar, implementat într-o linie tehnologică unitară, compusă din compartimente modulate, ce permit prelucrarea chimică a eutecticului grafit-metal cu randament înalt, fără a altera calitatea diamantelor, pe care o păstrează intactă, așa cum s-a obținut din sinteză;

- include operații chimice și instalații tehnologice care permit depoluarea gazelor și a apelor reziduale rezultate din procesul chimic;

- cuprinde operații și instalații tehnologice ce permit recuperarea parțială sau totală a unor materii prime și reactivi folosiți în procesul chimic, de exemplu HNO_3 , MF, carbonatul bazic de cobalt și altele.

Revendicare

Procedeu de prelucrare chimică a eutecticului grafit-metal pentru separarea diamantelor sintetice, însumând prelucrarea cu acizi anorganici și tratamentele cu topituri alcaline, **caracterizat prin aceea că**, în scopul creșterii randamentului, fără a altera calitatea diamantelor sintetice, obținute în condiții blânde și de siguranță și

protecție, cuprinde o primă fază de mărunțire a brichetelor de eutectic grafit-metal, prin concasare, pentru creșterea suprafeței de atac chimic, urmată de o fază de preoxidare a brichetelor de eutectic grafit-metal, folosind o soluție amestec de 96...98% HNO_3 și 98% H_2SO_4 , în proporție procentuală de volume 96 părți H_2SO_4 + 4 părți 4HNO_3 , urmată de o fază de dezagregare a brichetelor de eutectic grafit-metal de orice tip, ce pot conține catalizatori atât metale singulare, cum sunt Ni, Co etc, cât și aliaje catalizatoare, ca Ni-Fe, Ni-Co, Ni-Cr, Ni-Mn etc, în orice proporție de concentrații chimice ale componentelor acestor aliaje, folosind o soluție pentru dizolvarea metalelor, având o compoziție variabilă, constând din X% HNO_3 + Y% HCl + Z% H_2O operație de dezagregare, dizolvare a brichetelor de eutectic grafit-metal, realizată în mai multe reactoare chimice speciale, prevăzute cu sisteme de încălzire electrică, agitare și control al temperaturii și presiunii din interiorul reactoarelor, ce asigură efectuarea reacției chimice de dizolvare a metalelor singulare, sau a aliajelor catalizatoare menționate, la o temperatură de 75...105°C, în timp de 3,5...4,5 h, cu purificarea, neutralizarea, recuperarea parțială a HNO_3 și denocivizarea gazelor de reacție NO , $\text{NO}_2(\text{NO}_x)$ și Cl_2 , după care acestea sunt ejectate în atmosferă, totodată realizându-se neutralizarea și purificarea apelor reziduale rezultate, după care urmează o fază de oxidare a grafitului din brichetele de eutectic grafit-

metal rămas împreună cu masa de cristale de diamante sintetice după operația preoxidare și cea de dezagregare, care se realizează cu o soluție de H_2SO_4 50%, ce conține $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ în concentrație de 5...15% în greutate, la o temperatură de 105...125°C, în reactoare speciale, dotate cu sisteme de încălzire electrică și de agitare și cu reglare automată a temperaturii și presiunii din interiorul reactoarelor și a mediului de reacție, urmată de o fază de îndepărtare a pirofilită, fie prin atac chimic, cu MH 25...37%, în reactoare speciale, dotate cu sisteme de încălzire electrică, agitare și reglare automată a temperaturii și presiunii din interiorul reactoarelor și a mediului de reacție, la o temperatură de 105...125°C, realizând, concomitent, și recuperarea parțială a MF evaporat din reactoare și care se reciclează în proces, fie prin atac chimic, cu topitură alcalină de NaOH luată în proporție de 3...6 părți în greutate față de 1 parte diamante sintetice, la o temperatură de 330...450°C, urmată de o dizolvare a topiturii alcaline în apă sau în soluție diluată de HCl , prin silicații și aluminații de sodiu se dizolvă, permițând astfel separare și purificarea diamantelor sintetice, ce rămân integre și nesolubilizate, de impuritățile de pirofilită, în final efectuându-se purificarea cristalelor de diamante sintetice și naturale de urmele de grafit, prin atac chimic, cu o soluție de H_2SO_4 50%, ce conține $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 10% în greutate.

(56) Referințe bibliografice:

brevete US nr. 2947611, 3386806, 3401019, 3348918, 3969489;
brevete FR nr. 15678250, 1520102.

Președintele comisiei de invenții: **ing. Alexei Bădărău**

Examinator: **ing. Corneliu Georgescu**

