

(21) Cerere de brevet nr: 123111
(22) Data înregistrării: 24.04.1986
(61) Complementară la invenția
brevet nr:
(45) Data publicării: 28.06.2002

(51) Int.Cl.⁷: C 01 B 31/06;
G 01 N 15/04

(86) Cerere internațională(PCT)
nr.: data:
(87) Publicarea cererii internaționale
nr.: data:
(89)

(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: TURCU VASILE, BUCUREȘTI, RO; GIBESCU ADRIANA, BUCUREȘTI,
RO; PETCU ANGHEL, BUCUREȘTI, RO; CALU ADRIAN, BUCUREȘTI,
RO

**(54) PROCEDEU DE GRADARE DIMENSIONALĂ A
MICROPULBERILOR DE DIAMANT SINTETIC ȘI AZOTURĂ
CUBICĂ DE BOR**

(57) **Rezumat:** Procedeu de gradare dimensională a micropulberilor de diamant sintetic sau azotură cubică de bor cuprinde, după introducerea micropulberilor în lichidul de lucru, adăugarea unei soluții de 10...25% a unei sări a unui metal bivalent, care, împreună cu un hidroxid alcalin de K sau Na, cu concentrația de 5...25%, formează un precipitat insolubil care aglomerează și antrenează micropulberea din lichidul de lucru către baza vasului în care se prepară, precipitatul fiind separat de lichidul de lucru prin extragerea acestuia prin sifonare și apoi precipitatul este trecut într-o sare solubilă prin tratarea cu o soluție de acid clorhidric sau sulfonic de concentrație 20...25% până la obținerea unui pH de 2...2,5, micropulberea obținută dispersându-se în lichid de lucru și fiind sortată până se despart în mijloace cunoscute.

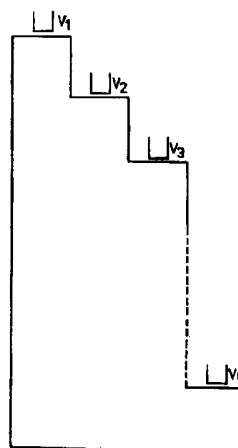


Fig. 1

Invenția se referă la un procedeu de gradare dimensională a micropulberilor de diamant sintetic și azotură cubică de bor din gama 0-60 μm, în intervale dimensionale cu limite precise.

În scopul gradării dimensionale a micropulberilor de diamant sintetic și azotură cubică de bor se cunosc procedee ca: sedimentarea în medii lichide sau elutrierea.

Utilizarea sedimentării prezintă o serie de dezavantaje viteză mică de lucru pentru particule având dimensiuni sub 5 μm, precum și dispersare de micropulberi în volume mari de lichid, fapt ce conduce la randamente reduse de prelucrare.

Scopul invenției este acela de a realiza gradarea dimensională a micropulberilor de diamant sintetic sau azotură cubică de bor cu volume mici de lichid de lucru și viteză mare de lucru.

Problema pe care o rezolvă invenția este aceea de a realiza gradarea dimensională a micropulberilor cu concentrarea materialului supus sortării și fracționării în clase dimensionale având intervale mari.

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele menționate prin aceea că, în scopul gradării dimensionale a micropulberilor de diamant sintetic sau azotură cubică de bor, cu volume mici de lichid de lucru și viteză mare de lucru, după introducerea micropulberii în lichidul de lucru se adaugă o soluție de 10-25% a unei sări a unui metal bivalent, care împreună cu un hidroxid alcalin de K sau Na, cu concentrația de 5-25%, formează un precipitat insolubil care aglomerează și antrenează micropulberea din lichidul de lucru, către baza vasului în care se prepară, precipitatul fiind separat de lichidul de lucru prin extragerea acestuia prin sifonare și apoi precipitatul este trecut într-o sare solubilă prin tratarea cu o soluție de acid clorhidric sau sulfonic de concentrație 20-25% până la obținerea unui pH de 2-2,5, micropulberea obținută dispersându-se în lichidul de lucru

și fiind sortată prin mijloace cunoscute.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură și cu figura care reprezintă schema de lucru a unei linii de fracționare dimensională.

Procedeul propus, conform invenției, se referă la gradarea dimensională a micropulberilor de diamant sintetic și azotură cubică de bor prin sedimentarea în medii lichide, cuplată cu concentrarea materialului supus sortării și fracționarea acestuia în clase dimensionale având intervale mari.

Gradarea dimensională prin sedimentare are, la bază legea lui Stokes:

$$V = \frac{2}{9} \cdot \frac{P_1 - P_2}{n} \cdot r^2 g$$

Calculul vitezei de sedimentare arată că pentru particule având dimensiunea mai mică de 5 μm, timpul de sedimentare este de ordinul orelor (pentru o înălțime a coloanei de lichid de 150-200 mm), iar pentru particule de 25 μm, timpul de sedimentare este de ordinul minutelor. În aceste condiții viteza de lucru este foarte redusă, fiind condiționată de timpul lung necesar sedimentării particulelor de dimensiuni mici (2-2,5 h pentru un parcurs de 150 mm sau 48 h pentru particule de 1 μm). Pe măsură ce se extrag fracțiunile dimensionale de dimensiuni mari, concentrația de micropulbere dispersată în lichid scade, ajungându-se în situația lucrului cu volume mari de lichid având o concentrație scăzută de micropulbere, fapt ce conduce la un randament de prelucrare scăzut; mărirea cantității de micropulbere prelucrată impune mărirea numărului de vase de lucru.

Utilizarea centrifugării nu rezolvă problema, deoarece lucrul discontinuu pentru fiecare granulație reduce randamentul de prelucrare și conduce la pierderi tehnologice de produs.

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele de mai sus prin aceea că, în scopul menținerii unui randament ridicat de prelucrare utilizează periodic antrenări cu ajutorul unor precipitate a micropulberilor dispersate în soluție.

Se cunoaște că în mediu apos, fenomenul de aglomerare a micropulberilor de diamant sau azotură cubică de bor este împiedicat datorită stratului dublu electric format, cu contribuția ionilor OH^- .

Prin introducerea în lichid a unei sări (sulfat, clorură sau bicromat) a unui metal bivalent (Ca, Mg, Zn, Sr, Ba, Ni) și adăugarea unui hidroxid alcalin (K, Na) are loc distrugerea stratului dublu electric, urmată de o antrenare masivă (totală) a micropulberii de către precipitatul format; adăugarea unei cantități de acid (HCl , H_2SO_4) face ca precipitatul format să fie trecut într-o formă solubilă, micropulberea dispersându-se în lichidul de lucru și este supusă gradării dimensionale conform procedeelor clasice.

Utilizarea eficientă a tehnicii prezentate recomandă fracționarea și concentrarea micropulberilor supuse prelucrării la dimensiunile de 20 μm , 5 μm , 1 μm .

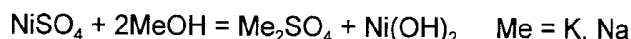
Se dă în continuare un exemplu de aplicare a invenției în legătură și cu figura care reprezintă schema de lucru a unei linii de fracționare dimensională. Într-un vas V_1 se introduce în lichidul de lucru micropulbere de superbraziv cu dimensiunea între 0 și 60 μm . Se omogenizează amestecul, lăsându-se să se depună pulberea cu diametrul mai mare de 20 μm , fracțiunea dimensională aflată în lichid fiind extrasă prin sifonare în vasul V_2 , se ex-

cută apoi spălări succesive ale micropulberii din vasul V_1 , până când concentrația de micropulbere având diametrul sub 20 μm , coboară sub valoarea recomandată de normele de fabricație.

În vasul V_2 are loc aglomerarea și depunerea micropulberii; ori de câte ori vasul V_2 se umple cu lichid de lucru având dispersate micropulberi, acestea sunt aglomerate și antrenate spre partea inferioară a vasului, de către precipitatul format, lichidul de lucru (lipsit de micropulberi) fiind extras prin sifonare. După solubilizarea precipitatului și dispersarea micropulberii se extrage fracția dimensională 20 μm - 5 μm , care se depune la baza vasului, fracția dimensională 0 μm - 5 μm fiind extrasă prin sifonare în vasul V_3 , fracția 20 μm - 5 μm este supusă la spălări succesive până când procentul de pulberi mai mici de 5 μm coboară sub valoarea recomandată de normele de fabricație. Fracțiunea dimensională 20 μm - 5 μm este trecută pe o linie de sortare similară celei din figura unde este supusă gravării dimensionale conform procedeelor clasice. În vasul V_3 procesul continuă în mod similar celui descris pentru vasul V_2 , în final obținându-se intervalele dimensionale 60-20 μm , 20-5 μm , 5-1 μm , 1-0 μm , care sunt sortate în game dimensionale cerute de normele de fabricație.

Exemplu. În cazul prelucrării micropulberilor de diamant sintetic (sau azotură cubică de bor) operația de aglomerare se execută utilizând o sare (clorură, sulfat sau bicarbonat) a unui metal bivalent (Ca, Mg, Zn, Ba, Ni) care este trecută în precipitat cu ajutorul unui hidroxid alcalin (K, Na).

De exemplu:



Pentru o cantitate de 20 l de lichid (apă bidistilată), se utilizează în cazul micropulberilor de diamant sintetic o cantitate de 20-100 cm^3 de soluție 10-25% sare de nichel, iar în cazul micropulberilor

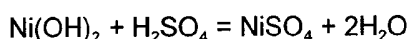
de azotură cubică de bor, pentru aceeași cantitate de lichid, se lucrează cu soluție de 5-15% sare de nichel, utilizându-se circa 40-80 cm^3 .

Soluția de hidroxid alcalin având concentrația de 20-25% se toarnă, sub agitare continuă, până când pH-ul lichidului atinge valoarea de 12-13.

Ionii prezentați în soluție conduc la distrugerea stratului dublu electric, aceasta echivalând cu stricarea echilibrului sistemului dispers stabil, fapt ce conduce la inițierea fenomenului de aglomerare, simultan având loc și un fenomen de precipitare a hidroxidului format, care antrenează masa de micropulberi către baza vasului; efectele suprapuse ale celor două fenomene au ca rezultat depunerea în maxim 5 min a întregii cantități de micropulbere la baza vasului.

Pentru continuarea operației de sortare dimensională este necesar să se refacă sistemul dispers stabil. Aceasta se realizează prin adăugarea unei soluții de acid (HCl, H₂SO₄) de concentrație 20-25% până la obținerea unui pH de 2-2,5; adăugarea acidului duce la dizolvarea precipitatului prin trecerea acestuia într-o sare solubilă.

De exemplu:



În acest stadiu se adaugă lichidul de lucru, în cantitatea necesară obținerii unei concentrații de micropulbere de 2-4 x 10⁻² kg/l.

Procedeu, conform invenției, conduce la obținerea următoarelor avantaje:

- viteză mare de lucru prin aceea că fiecare grupă de granulații se obține dintr-o concentrație mare de particule nesortate;

- pierderile tehnologice se reduc sub 1% datorită separării nete între gupele de granulații;

- timpul necesar separărilor de faze se reduce la maximum 5 min, în loc de ore sau zile (pentru dimensiunile foarte mici);

- se vehiculează o cantitate mare de lichid de lucru, fără a fi necesară utilizarea unui număr mare de vase de lucru și se păstrează concentrația de micropulbere în lichid în limite care asigură randamente ridicate de prelucrare;

- vehicularea unei cantități mari de lichid conduce la obținerea unei viteze de lucru de 20-25 de ori mai mare decât dacă s-ar lucra prin procedeul clasic.

Revendicare

Procedeu de granulare dimensională a micropulberilor de diamant sintetic și azotură cubică de bor, **caracterizat prin aceea că**, în scopul gradării dimensionale a micropulberilor de diamant sintetic sau azotură cubică de bor cu volume mici de lichid de lucru și viteză mare de lucru, după introducerea micropulberii în lichidul de lucru se adaugă o soluție de 10-25% a unei sări a unui metal bivalent, care împreună cu un bioxid alcalin de K sau Na, cu concentrația de 5-25%, formează un precipitat insolubil, care aglomerează și antrenează micropulberea din lichidul de lucru, către baza vasului în care se prepară, precipitatul fiind separat de lichidul de lucru prin extragerea acestuia prin sifonare și apoi, precipitatul este trecut într-o sare solubilă prin tratarea cu o soluție de acid clorhidric sau sulfuric de concentrație 20-25% până la obținerea unui pH de 2-2,5 micropulberea obținută dispersându-se în lichidul de lucru și fiind sortată prin dispersie cu mijloace în sine cunoscute.

(56) Referințe bibliografice:

Brevetele FR nr. 2.543.298; 2.448.144

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

Examinator: **ing. Georgescu Cornelia**

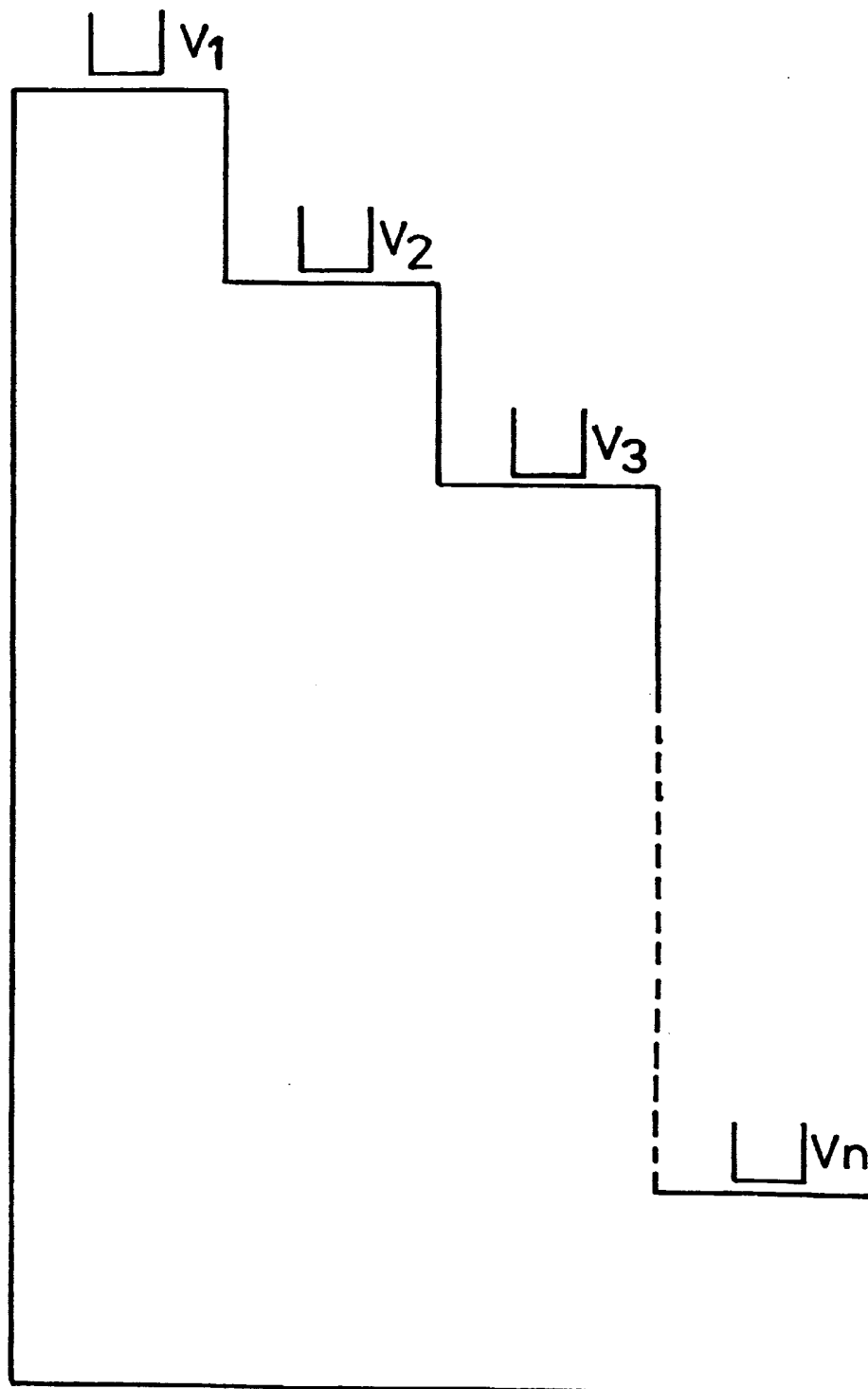


Fig. 1

