



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

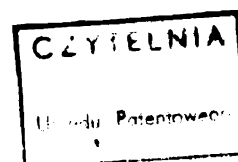
Int. Cl.³ B03B 5/44
B01D 21/02

Zgłoszono: 20.10.80 (P. 227402)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.08.81

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1984



Twórca wynalazku: Zdzisław Ciurla

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

**Sposób oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu
i urządzenie do oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu**

Przedmiotem wynalazku jest sposób oddzielania i urządzenia do oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu i innych zanieczyszczeń mineralnych, mające zastosowanie przy produkcji diamentów syntetycznych. W wyniku syntezy diamentów uzyskuje się wypraski składające się z grafitu i diamentów wtopionych w metal, w którym jest kobalt lub stop niklu z żelazem i zanieczyszczonych składnikami mineralnymi pochodzącymi z obudowy.

Powszechnie znany sposób oddzielania diamentów od pozostałości poreakcyjnej polega na tym, że części metalowe rozтворя się w kwasach mineralnych lub w wodzie królewskiej, a pozostałości obrabia się chemicznie przez trawienie roztworami o własnościach silnie utleniających takimi jak stężony kwas siarkowy zmieszany z azotanem potasu lub kwasem chromowym, ewentualnie 100 procentowy kwas azotowy. Proces ten przeprowadzany wielokrotnie w wysokiej temperaturze prowadzi do utleniania i rozpuszczenia grafitu. Pozostałość stałą obrabia się kwasem fluorowodorowym, który pozwala rozтворzyć części mineralne. W wyniku prowadzonych procesów uzyskuje się czysty proszek diamentowy.

Oddzielania diamentów prowadzi się także za pomocą cieczy ciężkich. Ogólnie stosowane ciecze ciężkie, jak np. bromoform, są substancjami szkodliwymi dla zdrowia i kosztownymi. W cieczach tych trudno jest utrzymać stały ciężar właściwy, a ponadto bardzo trudna jest regeneracja tych cieczy.

Znany sposób oddzielania diamentów ma szereg niedogodności. Długotrwała wielostopniowa obróbka chemiczna prowadzi do zmniejszenia ilości uzyskanych diamentów, z jednej strony wskutek chemicznego utleniania, a z drugiej przez straty mechaniczne. Inną niedogodnością są trudności aparaturowe. Diamenty łatwo niszczą aparaturę uszkadzając pokrycia ochronne. Ponadto prowadzone procesy są szkodliwe dla zdrowia osób zatrudnionych przy tych operacjach oraz dla środowiska.

Wynalazek dotyczy sposobu oddzielania i urządzenia do oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu i innych zanieczyszczeń mineralnych, przy stosowaniu cieczy ciężkich i kwasów nieorganicznych do rozтворяnia części metalowych z pokruszonej wypraski po syntezie diamentów.

Istota sposobu polega na tym, że mieszaninę pozostałą po rozтворzeniu kwasem nieorganicznym części metalowych z pokruszonej wypraski po syntezie diamentów, zalewa się roztworem soli nieorganicznej o gęstości większej od gęstości grafitu, równej $2,25 \text{ g/cm}^3$, a mniejszej od gęstości diamentu równej $3,51 \text{ g/cm}^3$, korzystnie od $2,43 \text{ g/cm}^3$ do $2,80 \text{ g/cm}^3$ i pozostawia do oddzielenia frakcji diamentowej od grafitowej. Frakcję grafitową poddaje się rozdrobnieniu i ponownie rozdziela w roztworze soli nieorganicznej.

Odmiana sposobu według wynalazku polega na tym, że mieszaninę pozostałą po rozтворzeniu kwasem nieorganicznym części metalowych z pokruszonej wypraski po syntezie diamentów, zalewa się roztworem soli nieorganicznej o gęstości zbliżonej do gęstości grafitu i uzyskuje się pośrednio diamenty znanymi sposobami chemicznymi.

Przed rozdzieleniem w roztworze soli nieorganicznej produkt odpowietrza się pod próżnią, a z pozostałości po rozтворzeniu części metalowych oddziela się części mineralne pochodzące z obudów wyprasek przez przesianie przez sito.

Urządzenie do oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu stanowi górny zbiornik zaopatrzony w wymienne mieszadło i połączony za pomocą trójnika z dolnym zbiornikiem i z pulsatorem. Obydwa zbiorniki wyposażone są u dołu w korki, a górny zbiornik połączony jest z dopływem ciężkiej cieczy i z próżnią.

Zasadnicze korzyści techniczne wynikające ze stosowania sposobu według wynalazku polegają na tym, że odzyskuje się diamenty z odpadów w sposób prosty i szybki. Proces jest krótkotrwały i o dużej wydajności. Natomiast urządzenie do oddzielania diamentów jest nieskomplikowane i nie wymaga żadnej dodatkowej aparatury. Ponadto proces jest nieszkodliwy dla zdrowia, a także nie zagraża środowiska.

Sposób według wynalazku jest objaśniony w przykładach wykonania, a urządzenie do oddzielania grafitu przedstawione jest na rysunku w postaci schematycznej.

Przykład I. 82,1 g pokruszonej wypraski po syntezie diamentów poddaje się obróbce kwasem solnym w znany sposób. Po rozтворzeniu w kwasie części metalowych i przemyciu wodą, pozostałość stałą przepuszcza się przez sito o oczkach $\varnothing = 1,5 \text{ mm}$ oddzielając grube części mineralne pochodzące z obudowy wypraski. Po wysuszeniu i spulchnieniu frakcji, która przeszła przez sito, zalewa się ją 130 g roztworu bromku cynku o gęstości $2,43 \text{ g/cm}^3$, otrzymanego przez rozpuszczenie 105 g bromku cynku w 25 g wody destylowanej. Po rozmieszczaniu mieszaninę pozostawia się na 20 minut, a następnie oddziela frakcję dolną od górnej. Po odfiltrowaniu i przemyciu wodą destylowaną, frakcję dolną stanowi 0,45 g proszku diamentowego. Proszek ten poddaje się klasyfikacji na gatunki w znany sposób.

Frakcję górną stanowi grafit i pewną ilość związanych z nim diamentów. Frakcję tę rozdrabnia się na mokro w moździerzu, a następnie odpowietrza się pod próżnią i pozostawia pod normalnym ciśnieniem do sedimentacji. Po czterech godzinach oddziela się frakcje. Górna stanowi odpad a dolną jest proszek diamentowy w ilości 0,23 g. Łącznie otrzymuje się 9,68 g proszku diamentowego.

Przykład II. 78,9 pokruszonej wypraski obrabia się anlogicznie jak na przykładzie I do chwili otrzymania pierwszej partii proszku diamentowego w ilości 9,68 g. Następnie górną frakcję rozcieńcza się wodą destylowaną do osiągnięcia gęstości cieczy równej $2,28 \text{ g/cm}^3$, odpowietrza pod próżnią i pozostawia do sedimentacji pod normalnym ciśnieniem. Po 1 godzinie rozdziela się frakcje, z których górną stanowi odpad a dolną grafit z uwięzionymi w nim ziarnami diamentu. Frakcję dolną po odfiltrowaniu od roztworu bromku cynku i przemyciu obrabia się dowolnym znanym sposobem chemicznym i uzyskuje się 10,06 g proszku diamentowego.

Przykładowe urządzenie do oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu stanowi szklany górny zbiornik 1 cylindryczno-stożkowy, zaopatrzony w mieszadło 2 i połączony za pomocą trójnika 3 z dolnym szklanym zbiornikiem 4 i z pulsatorem. Górny zbiornik 1 ma w swej dolnej części stożkowe zakończenie, które zamknięte jest gumowym korkiem 5. Mieszaninę umieszcza się w zbiorniku 1, a następnie, pod próżnią zalewa się ciężką cieczą i miesza. Po odprowadzeniu i dalszym mieszaniu wyjmuje się mieszadło 2 i pozostawia do odstania. Następnie wyjmuje się korek 5 powodując opadnięcie diamentów do dolnego zbiornika 4, a dla dokładnego zmycia, ich ze ścian trójnika 3 i połączeń, włącza się pulsator.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu polegający na tym, że wypraski po syntezie diamentów kruszy się i zadaje kwasem nieorganicznym, **znamienny tym**, że mieszaninę pozostałą po rozтворzeniu części metalowych zalewa się roztworem soli nieorganicznej o gęstości większej od gęstości grafitu, a mniejszej od gęstości diamentu, korzystnie od $2,43 \text{ g/cm}^3$ do $2,80 \text{ g/cm}^3$, i pozostawia do oddzielenia frakcji diamentowej od grafitowej, a frakcję grafitową poddaje się rozdrobnieniu i ponownie rozdziela się w roztworze soli nieorganicznej.

2. Sposób oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu polegający na tym, że wypraski po syntezie diamentów kruszy się i zadaje kwasem nieorganicznym, **znamienny tym**, że mieszaninę pozostałą po rozтворzeniu części metalowych zalewa się roztworem soli nieorganicznej, o gęstości zbliżonej do gęstości grafitu, a z otrzymanego produktu uzyskuje się pośrednio diamenty znanymi sposobami chemicznymi, natomiast przed rozdzieleniem w roztworze soli nieorganicznej produkt odpowietrza się pod próżnią.

3. Urządzenie do oddzielania diamentów syntetycznych od grafitu, **znamiennie tym**, że stanowi je górny zbiornik (1) zaopatrzony w wymienne mieszadło (2) i połączony za pomocą trójnika (3) z dolnym zbiornikiem (4) i z pulsatora, przy czym obydwie zbiorniki (1 i 4) wyposażone są u dołu w korki, a górny zbiornik (1) połączony jest z dopływem cieczy ciężkiej i z próżnią.

