



Patent dodatkowy
do patentu nr 112 068

Zgłoszono: 24.06.78 (P. 207882)

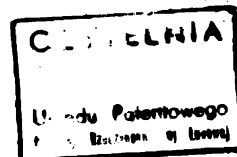
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.02.80

Opis patentowy opublikowano: 15.06.1982

Int. Cl.²

C01B 31/06



Twórcy wynalazku: Jerzy Pańczyk, Julian Majewski, Tadeusz Kujawski, Włodzimierz Brandel, Edward Brzozowski, Barbara Pankowska

Uprawniony z patentu: Kombinat Przemysłu Narzędziowego „VIS”
Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Narzędzi, Warszawa (Polska)

Sposób oddzielania zanieczyszczeń od diamentu

Wynalazek dotyczy sposobu oddzielania zanieczyszczeń od diamentu syntetycznego.

Znany z patentu nr 112 068 sposób oddzielania zanieczyszczeń od diamentu syntetycznego zawierającego katalizator, grafit i ceramikę polega na tym, że diament znajdujący się w połączeniu z katalizatorem, grafitem i ceramiką w postaci bryły lub proszku, trawi się kwasami nieorganicznymi lub ich mieszaninami, korzystnie kwasem azotowym, usuwa się produkt trawienia, następnie wypala się w temperaturze 500—800°C, po czym pozostałości grafitu utlenia się roztworem dwuchromianu potasowego w kwasie nieorganicznym, uzyskany produkt poddaje się flotacji, następnie stapia się wodorotlenkami lub węglanami, względnie ich mieszaniną, korzystnie mieszaniną NaOH i Na₂CO₃ w temperaturze nie przekraczającej 900°C, korzystnie niższej, po czym usuwa się oddzielone zanieczyszczenia, na przykład przez dekantację lub przemywanie kwasami.

Sposób ten wymaga użycia znacznych ilości dwuchromianu potasowego, który zanieczyszcza ścieki i jest bardzo aktywny w ujemnym oddziaływaniu na zdrowie otoczenia biologicznego. Oczyszczanie ścieków z tego składnika jest bardzo kosztowne, wymaga znacznych ilości środka neutralizującego, zwłaszcza wody.

Celem wynalazku jest usunięcie wyżej opisanych wad. Cel ten osiągnięto przez sposób od-

działania zanieczyszczeń od diamentu syntetycznego, w którym diament znajdujący się w połączeniu z katalizatorem, grafitem i ceramiką pirofyllitową, w postaci bryły lub proszku, wprowadza się do reaktora, zalewa się środkiem trawiącym takim, jak kwasy nieorganiczne lub ich mieszaniny, korzystnie zawierające kwas azotowy, prowadzi się trawienie, korzystnie z udziałem podwyższonej temperatury do momentu widocznego zaniku reakcji, usuwa się produkt trawienia przez płukanie wodą, po czym korzystnie powtarza się trawienie aż do zaniku składnika metalicznego we wsadzie, następnie uzyskany półprodukt zawierający poza diamentem, grafit i ceramikę, poddaje się utlenianiu w obecności kwasu siarkowego i związków zawierających azotany lub nadchlorany, lub nadmanganiany, lub ich mieszaninę w temperaturze nie przekraczającej 300°C, korzystnie niższej, do czasu widocznego zaniku wydzielania się gazów, po czym usuwa się substancje kwasowe przez płukanie wodą, następnie półprodukt zawierający diament i ceramikę pirofyllitową stapia się w obecności wodorotlenków lub węglanów, lub ich mieszaniny, korzystnie węglanu sodowego i ługu sodowego w równych proporcjach, w temperaturze nie przekraczającej 900°C do czasu przejścia ceramiki w fazę płynną obniża się temperaturę dla sporządzenia roztworu wodnego i wypłukuje się diament.

W odmianie sposobu według wynalazku, pół-

produkt zawierający diament i ceramikę pirofyllitową zalewa się kwasem fluorowodorowym, po czym podgrzewa się korzystnie do temperatury wrzenia i przetrzymuje się w tej temperaturze do czasu zaniku jasno kontrastujących cząstek ceramiki, po czym wypłukuje się diament najlepiej wodą.

Wynalazek jest bliżej objaśniony na przykładzie przytoczonym poniżej, który przedstawia sposób oddzielania zanieczyszczeń od diamentu syntetycznego.

Przykład. Do reaktora o odpowiedniej objętości około 25 razy większej od objętości wsadu, wprowadza się 2 kg oczyszczonych mechanicznie zlepeków zawierających katalizator, grafit i resztki ceramiki w połączeniu z diamentem syntetycznym w postaci bryły lub proszku. Następnie wlewa się do reaktora 3 dcm³ stężonego kwasu azotowego. W reaktorze utrzymuje się temperaturę 40–50°C w okresie od 0,5 do 1 godziny, zależnie od stopnia zbrylowania wsadu. Wydzielające się tlenki azotu absorbują się w 10% roztworze węglanu sodowego. W czasie procesu, przez reaktor i zawarty w nim wsad, przepuszcza się strumień powietrza. Po zakończeniu reakcji, zawartość reaktora rozcieńcza się do połowy jego objętości, przy użyciu zimnej wody, po czym opróżnia się reaktor, a ścieki dekantuje się za pomocą urządzenia próżniowego. Osad przemywa się kilkukrotnie zimną wodą. Po wykonaniu tych operacji uzyskuje się półprodukt stanowiący mieszaninę diamentu, grafitu i ceramiki w ilości około 1/3 wprowadzonego uprzednio wsadu.

Uzyskany półprodukt pochodzący z powtarzającego się wyżej wspomnianego procesu, gromadzi się w ilości około 2 kg i ponownie wprowadza się do reaktora. Następnie do reaktora wprowadza się mieszaninę kwasu siarkowego i soli azotanowych w proporcji 1:3 azotanu sodowego i kwasu siarkowego, w ilości 3 dcm³ mieszaniny na okres czasu 2–3 godzin. W tym czasie zawartość reaktora miesza się strumieniem powietrza.

Następnie rozcieńcza się zawartość reaktora wodą w proporcji około kilkukrotnej objętości wsadu, po czym kilkakrotnie przemywa się wodą pozostawiając osad. Uzyskany proszek diamentowy w ilości około 780 karatów, zawierający ewentualnie resztki ceramiki, poddaje się w otwartym tyglu niklowym działaniu temperatury około 500°C, w obecności NaOH i Na₂CO₃, w czasie około 2 godzin, po czym zalewa się wodą i dekantuje się.

Opisaną wyżej operację usuwania ceramiki przeprowadza się wielokrotnie, korzystnie do 5 razy. Półprodukt zawierający diament i ceramikę pirofyllitową zalewa się kwasem fluorowodorowym i podgrzewa się do temperatury około 250°C oraz przetrzymuje się w tej temperaturze do czasu zaniku jasno kontrastujących cząstek ceramiki pirofyllitowej, po czym wypłukuje się diament wodą, w wyniku czego uzyskuje się około 700 karatów czystego proszku diamentowego. Ście-

ki pochodzące z procesu nie zawierają mieszaniny chromowej soli azotanowych i kwasu azotowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oddzielania zanieczyszczeń od diamentu syntetycznego, w którym diament znajdujący się w połączeniu z katalizatorem, grafitem i ceramiką pirofyllitową, w postaci bryły lub proszku, wprowadza się do reaktora, zalewa się środkiem trawiącym takim, jak kwasy nieorganiczne lub ich mieszaniny, korzystnie zawierające kwas azotowy, prowadzi się trawienie, korzystnie z udziałem podwyższonej temperatury do momentu widocznego zaniku reakcji, usuwa się produkt trawienia przez płukanie i korzystnie powtarza się trawienie, aż do zaniku składnika metalicznego we wsadzie, według patentu nr 112 068, **znamienny tym**, że uzyskany półprodukt zawierający poza diamentem, grafit i ceramikę pirofyllitową poddaje się utlenianiu w obecności kwasu siarkowego i związków zawierających azotany lub nadchlorany, lub nadmanganiany, lub ich mieszaninę w temperaturze do 300°C, korzystnie niższej, do czasu widocznego zaniku wydzielania się gazów, po czym usuwa się substancje kwasowe przez płukanie, następnie uzyskany półprodukt zawierający diament i ceramikę pirofyllitową, stapia się w obecności wodorotlenków lub węglanów, lub ich mieszaniny, korzystnie węglanu sodowego i ługu sodowego w równych proporcjach, w temperaturze nie przekraczającej 900°C do czasu przejścia ceramiki w fazę płynną, obniża się temperaturę dla sporządzenia roztworu wodnego, po czym wypłukuje się diament.

2. Sposób oddzielania zanieczyszczeń od diamentu syntetycznego, w którym diament znajdujący się w połączeniu z katalizatorem, grafitem i ceramiką pirofyllitową, w postaci bryły lub proszku, wprowadza się do reaktora, zalewa się środkiem trawiącym takim, jak kwas azotowy lub mieszaniną kwasów nieorganicznych zawierającą korzystnie kwas azotowy, prowadzi się trawienie, korzystnie z udziałem podwyższonej temperatury, do momentu widocznego zaniku reakcji, usuwa się produkt trawienia przez płukanie i korzystnie powtarza się trawienie, aż do zaniku składnika metalicznego we wsadzie, według patentu nr 112 068, **znamienny tym**, że uzyskany półprodukt poddaje się utlenianiu w obecności kwasu siarkowego i związków zawierających azotany lub nadchlorany, lub nadmanganiany, lub ich mieszaninę w temperaturze nie przekraczającej 300°C, korzystnie niższej, do czasu widocznego zaniku wydzielania się gazów, po czym usuwa się substancje kwasowe przez płukanie, następnie półprodukt zawierający diament i ceramikę pirofyllitową, zalewa się kwasem fluorowodorowym, podgrzewa się do temperatury wrzenia i przetrzymuje się do momentu zaniku jasno kontrastujących cząstek ceramiki, po czym wypłukuje się diament.