

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 762662 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 762662

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C01B

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 17.09.1976

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 17.09.1976

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 25.03.1977

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etu oikeus - Prioritet - Priority

24.09.1975 US 616299

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • General Electric Company, One River Road, Schenectady, NY 12345, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Wu, Mu-Sheng, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Heinänen Oy Patenttitoimisto, Airport Plaza, Äyritie 8 D, 01510 Vantaa

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä synteettisen timantin talteenottamiseksi puristusreaktiopanoksista

Förfarande för tillvaratagande av syntetisk diamant från pressreaktionscharger

MENETELMÄ SYNTEETTISTEN TIMANTTIEN TALTEENOTTAMISEKSI PURISTEPANOKSI STA
FÖRFARANDE FÖR TILLVARATAGNANDE AV SYNTETISK DIAMANT FRÅN PRESSREAK-
TIONSCHARGER

Timanttikiteiden synteesi menetelmillä, joissa käytetään suurta lämpöti-
laa ja suurta painetta, on tunnettua. Edullisia menetelmiä timanttien
valmistamiseksi on esitetty yhdysvaltalaisissa patenttijulkaisuissa
2 947 610 ja 2 947 609. Laitteita tällaisten menetelmien toteuttami-
seksi on esitetty yhdysvaltalaisessa patenttijulkaisussa 2 941 248.

Edellä mainituissa menetelmissä tapahtuu timanttien kasvu lyhyesti
selostettuna siten, että hiili diffundoituu ohuen metallikalvon lävitse,
jossa on joukko spesifisiä katalysaattoreita, sopivimmin ainakin kah-
desta metallista valmistettu lejeerinki, jolloin nämä metallit kuuluvat
alkuaineiden jaksollisen järjestelmän ryhmän VIII metalleihin, kromi,
tantali ^{tr} ja mangaani. Reaktion vaikutuksesta syntyy aineoseos, josta
käytetään nimitystä "reaktiotuote" (run) ja se on timantin, ^{in'ornt} krafiitin
(hiilen lähteen) ja katalysaattorin seos.

Timanttien erottaminen reaktiotuotteiden seoksesta on tuottanut tiet-
tyjä hankaluuksia mitä kustannuksiin ja haitallisiin sivutuotteisiin
tulee. Timanttien erottaminen reaktiotuoteseoksesta on yleensä aikaan-
saatu käsittelemällä reaktiotuoteseosta hapoilla. Näissä menetelmissä

timanttien erottamiseksi happokäsittelyllä tarvitaan kuitenkin tuuletusilman ja jätehappojen käsittelyä ennen niiden päästämistä timanttien erotuslaitoksista pois ympäristöön.

Timanttien erottaminen hapoilla vaatii tämän johdosta huomattavan suuria pääomakustannuksia epäpuhtauksien ympäristöön päästämisen rajoittamiseksi, mistä on seurauksena materiaalitappioita ja jätteaineiden syntymistä. -

Lisäksi liittyy kaikkiin näihin menetelmiin erilaisia haittoja, Krafii-
tin täydellinen poistaminen vaatii usein prosessin toistamista monia kertoja happomenetelmillä, mistä on seurauksena aikaa vaativa käsittely ja materiaalitappioita edellä mainittujen saastumishaittojen lisäksi.

Krafiitin eli ei-timanttihiilimateriaalin täydellinen poistaminen on lisäksi vaikeasti suoritettavissa, kun pieniä määriä krafiitteja on jäänyt jäljelle sen jälkeen, kun pääasiassa kaikki muut synteesiaineet ovat poistetut timanttikiteistä. Krafiitin lopullinen poistaminen krafiitin hapetuksella käyttämällä maa-alkaalimetallikarbonaatteja on tunnettu, kuten on esitetty japanilaisessa patenttijulkaisussa SHOW 74-44159, 8 marraskuuta 1972. Tiettyä timantin häviötä hapetuksen johdosta ei kuitenkaan voida välttää.

Timanttikiteinen synteesi on mahdollista suorittaa myös dynaamisella menetelmällä erotukseksi edellä selostetusta ns. staattisesta menetelmästä. Eräs esimerkki tällaisesta dynaamisesta menetelmästä on esitetty USA-patenttijulkaisussa 3 608 014, jonka mukaan käytetään räjähdysainepanosta sen paineen ja lämpötilan aikaansaamiseksi, joka tarvitaan krafiitin muuttamiseksi timantiksi.

Timanttikiteiden talteenottaminen dynaamisesta prosessista tarjoaa samankaltaisia pulmia kuin ne, joita esiintyy staattisissa prosesseissa, ja kuten edellä mainitun amerikkalaisen patenttijulkaisun esimerkissä 1 on selostettu, käytetään hapetusmenetelmää krafiitin ja timantin erottamiseksi toisistaan, mistä on seurauksena haitallisia saastumispulmia.

Esillä olevan keksinnön mukaan on mahdollista saada poistetuiksi ne haitat, jotka liittyvät niihin prosesseihin, joissa suoritetaan timanttien erottaminen happokäsittelyllä siten, että ensin käsitellään reaktio-

tuoteseosta nestemäisellä bromilla lähes kaiken hiilipitoisen, ei-timanttityyppiä olevan aineen poistamiseksi. Bromi ja ei-timanttihili poistuvat ja jäljelle jääneelle tuotteelle suoritetaan elektrolyysi katalysaattorimetallin saostamiseksi, minkä johdosta timanttikiteet jäävät jäljelle lähes vapaina krafiitin ja katalysaattorin koko määrästä. Elektrolyysin jälkeen voivat myös timanttikiteet olla päällystyneet krafiittikerroksella, joka poistetaan suorittamalla lopullinen käsittely bromilla tämän kerroksen poistamiseksi (exfoliate) siten, että timantit jäävät jäljelle vapaina synteesiaineesta.

Bromin ja ei-timanttihilien seos tislataan ja bromi johdetaan takaisin prosessin kiertokulkuun toistuvaa käyttämistä varten. Myös elektrolyyttiä voidaan useita kertoja ja katalysaattorimetalli, joka saostuu, voidaan myydä sen talteenottoa varten. Prosessi tarjoaa täten taloudellisen timanttien talteenottomenetelmän timanttisynteesimateriaalista ilman haitallista höyryjen muodostumista tai ilman kalliiden laitteistojen käyttämisen tarvetta epäpuhtauksien ympäristöön päästämisen säätämiseksi, ja tarjoaa täten sellaisen menetelmän, jossa ei synny mitään ympäristöä saastuttavia tuotteita ja jossa ei myöskään tapahdu mitään ainehävioitä.

Krafiitin ja halogeenin lamellaarisia eli kerroksittaisia yhdistettä on tutkittu monien vuosien aikana. Kuitenkaan ei bromin käyttöä aineena timanttikiteiden erottamiseksi ja talteenottamiseksi synteeseoksesta ole aikaisemmin ehdotettu. Mahdollisuus ottaa talteen tai johtaa jälleen kiertoon talteenotossa käytettävät tärkeämmät komponentit ja synteessimateriaalit aikaansaavat edullisen prosessin sekä taloudelliselta kannalta että ~~edus~~ ympäristön suojelun kannalta. Krafiitin ja halogeenin lamellaarisia yhdisteitä selostetaan kirjallisuudessa, mutta ei niiden käyttöä sillä tavoin, kuten esillä olevan keksinnön mukaan tapahtuu. Niinpä on selostettu julkaisussa Ubbelohde et al, Graphite and Its Crystal Compounds, kohdat 5.3, 5.4, 5.6.1, 6.3.2, Oxford (1960), joukko krafiitin ja halogeenin välisten yhdisteiden tutkimuksia, niiden joukossa myös bromiyhdisteitä. Sanders, C.G.A. att ovat myös selostaneet kokeita, joissa käsitellään bromin ja krafiitin reaktioita julkaisussa "The Formation of Graphite/-Bromine, I. Hysteresis of Bromine Insertion Between the Carbon Hexagon Layers" and "II. The Influence of External Pressure on Bromine Uptake", Proc. Roy. Soc. A271 499-511, 512-519 (1963). Useiden tutkijoiden esittämiä tutkimustuloksia on selostettu artikkelissa Reynolds, W.N., Physical Properties of Graphite, 126-128, Elsevier, N.Y. USA (1968). Bromin tunkeutumista pyrolyysi-

hiileen (pyrokarbon) on selostettu julkaisussa Marchand, A, et al, Direct Observation of Bromine Penetration Into a Pyrocarbon Sample, Carbon 11, 666-668 (1973).

Bromia ja muita halogeeneja on käytetty krafiitin kanssa puhdistukseen, ks. USA-patenttijulkaisuja 1 380 458, 2, 734.799 ja 2 734 800, sekä hyperjohtavien krafiittiesineiden valmistamiseksi, ks. USA-patenttijulkaisua 3 409 563, samoin kuin voiteluaineeksi, ks. USA-patenttijulkaisua 3 377 280.

Seuraavassa on esitetty yksityiskohtainen selostus keksinnön eräästä edullisesta suoritusmuodosta. Keksintöä voidaan soveltaa käytäntöön monina erilaisina suoritusmuotoina, mutta seuraava suoritusmuoto on esitetty keksinnön eräänä edullisena suoritusmuotona, joka on tarkoitettu esimerkiksi keksinnöllisen ajatuksen ymmärtämisen helpottamiseksi, eikä sen tarkoituksena ole rajoittaa keksinnön suojapiiriä.

Synteettisten timanttien valmistus on kaupallisesti mahdollista, jos hiilen lähde so. krafiitti, saatetaan sellaisen paineen ja lämpötilan vaikutuksen alaiseksi, joka on hiili-faasidiagrammin timatti stabiililla alueella, jolloin edellytyksenä on, että läsnä on metallista katalyyttiä. Kuten edellä mainitusta USA-patenttijulkaisussa 2 947 609 on esitetty, joka muodostaa esillä olevan selostuksen erään osan, voi katalysaattori olla sellainen metalli, joka valittu alkuaineiden jaksollisen järjestelmän ryhmän VIII metalleista, bromi, tantalit ja mangaani. Edullisesti sisältää katalysaattori kuitenkin kahden metallin lejeeringiä, joista toinen on jokin tämän ryhmän metalli. Lejeeringissä oleva toinen alkuaine voi olla katalysaattoreita tai ei-katalysaattorimetalleja.

Kun timanttisynteesiainetta on käsitelty suuren paineen ja lämpötilan vaikutuksen alaisena tässä menetelmässä, on osa hiilestä muuttunut timanttikiteiksi. Nämä kiteet ovat jakautuneet synteesiaineeseen ja ne on poistettava siitä. Tämä materiaali, jota voidaan nimittää myös puristusreaktiotuoteseokseksi, on muodoltaan yleensä lieriömäinen, ja tästä massasta täytyy timantit erottaa. Yleensä sijaitsevat timantit katalysaattorin lejeeringin ja hiilimateriaalin rajapinnalla.

Timanttien talteenottaminen siitä reaktiotuoteseoksesta, jolle suoritetaan käsittely suuressa paineessa, käsittää esillä olevan keksinnön mukaisesti käsittelyvaiheiden sellaisen yhdistelmän, jolla saadaan puh-

taita kiteitä. Reaktiotuote seos upotetaan ensiksi kylpyyn, jossa on nestemäistä bromia, *krafiitin* liuottamiseksi. *Krafiitilla* on kerrosmainen rakenne ja sen kerrokset ovat muodostuneet heksakonaalisista verkoista. Kahden vierekkäisen atomin välimatka on 1,415 Å. Kerrosten välimatka on 3,35 Å. Tämä suuri välimatka kerrosten välillä merkitsee sitä, että ne voimat, jotka vallitsevat kerrosten välillä, Van der Waals-sidokset ovat heikkoja. Tämä ominaisuus tekee mahdolliseksi sen, että monet molekyylit ja ionit pääsevät tunkeutumaan kerrosten väliin ja muodostamaan välitilayhdisteitä eli lamellaarisia yhdisteitä (intercalated, interstitial, or lamellar compounds). Kun bromi tulee kosketuksiin krafiitin kanssa, syntyy lamellaarinen bromiyhdiste C_8Br . Krafiitti voi absorboida jopa 83 paino-% bromia. Makroskooppista tilavuuden lisäystä koskevat mittaukset ja röntgendiffraktiomallin muutokset ~~merkitsevät sitä~~, että bromia tarttuu ainoastaan vuorottaisiin kerroksiin ja että se lisää näiden kerrosten välimatkan arvosta 3,35 Å arvoon 7,05 Å. Tämä merkitsee sitä, että krafiittikristalliittian paksuuden makroskooppinen lisääntyminen on 55 % c-akselin suunnassa. Kun bromilla käsitellylle krafiitille suoritetaan lisäkäsittely bromilla, hajoaa exfolioitunut krafiitti pieniksi kappaleiksi.

Kun krafiitti on poistunut hajoamalla, erotetaan bromi-krafiittiseos reaktiotuoteseosmateriaalista ja jäljelle jäänyt metalli voidaan poistaa liuottamalla epäorgaanisiin happoihin tai suorittamalla elektrolyyttimen saostus siten, että timanttikiteet jäävät jäljelle.

Nestemäisen bromin käyttäminen muodostaa täten edullisen menetelmän reaktiotuoteseosmassan hajoittamiseksi sen jälkeen tapahtuvan metallin poistamista varten. Lisäksi voidaan bromin ja yhdisteen C_8Br (*exfolioitukrafiitti*) seos tislata ja lauhtunut bromi voidaan johtaa takaisin kierto *uusiin* muiden reaktiotuoteseosten *uusiin* jatkokäsittelyä varten. Alustavat talteenottokokeet ovat osoittaneet, että noin 98 % nestemäisestä bromista voidaan johtaa jälleen kiertokulkuun.

Katalysaattorin elektrolyysi voidaan suorittaa käyttämällä sopivaa elektrolyyttiä riippuen katalysaattorimetallin tyypistä, kuten edellä on selostettu. Esimerkkejä menetelmästä on esitetty seuraavassa:

Esimerkki 1

Panosta, joka sisälsi puristettuja reaktiomateriaaliseoksia, joiden yhteispaino oli 298g ja joka sisälsi timanttikiteitä, krafiittia ja

NiFe-katalyysaattoria, esikäsiteltiin 474 g nestemäistä bromia huoneen lämpötilassa menetelmän ensimmäisessä vaiheessa. Esikäsitteily suoritettiin adiabaattisesti yhden tunnin aikana. ^{Neste poistettiin se} Esikäsiteltyä panosta kuumennettiin varovasti bromin poistamiseksi. Tämän jälkeen suoritettiin materiaalipanoksen jäännöksen (timanttikiteitä ja katalyyttiä) elektrolyysi käyttämällä jännitteenä noin 7 volttia (tasajännite) virran voimakkuuden ollessa noin 15 amperia ja lämpötilan noin 77°C. Elektrolyysi toteutettiin 20 tunnin kuluessa. Elektrolyytin koostumus oli seuraava

$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	-	900 g/3000 cm ³	liuosta
HCl (36 %)	-	20 g/3000 cm ³	liuosta
NH_4Cl	-	40 g/3000 cm ³	liuosta

Esimerkki 2

Tämän esimerkin mukainen koe suoritettiin täydessä mittakaavassa prototyyppiprosessina timanttien erottamiseksi, jolloin 240 reaktiotuoteseosta sisältävää panosta esikäsiteltiin 76 litralla nestemäistä bromia kahden tunnin aikana. Neste poistettiin tämän jälkeen sekä tislattiin ja kondensoitiin nestemäisen bromin talteenottamiseksi. Noin 6,8 kg eli noin 1,9 litraa bromia ei saatu talteen. Bromikäsitelyn jälkeen sijoitettiin 80 reaktiotuoteseosyksikköä aluksi käytetystä 240 yksiköstä vaakasuoralle ^{pyöreälle} ympyrämuotoiselle krafiittilevylle, joka upotettiin elektrolyysitankkiin, jossa oli 210 litraa nikkeli-kloridielektrolyyttiä, jonka koostumus oli seuraava. Elektrolyytin loppuosa oli vettä.

$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	-	300 g/l	vettä
HCl (100 %)	-	3 g/l	vettä
NH_4Cl	-	15 g/l	vettä
H_3BO_3	-	15 g/l	vettä

Pehmeä terästä olevaa levyä, jonka paksuus oli 1,5 mm, käytettiin prosessissa katodina ja se sijoitettiin noin 12,7 mm anodin (krafiittilevyn) yläpuolelle. Jännite 6-8 volttia (tasajännite) ja 200 amperin virran voimakkuus kytkettiin raudan ja nikkelin elektrolyysin aikaansaamiseksi teräslevylle. Prosessi suoritettiin lämpötilassa 52°C ja prosessi oli täydellinen 60-80 tunnin kuluttua.

Muutamit synteettisistä timanteista olivat jatkuvasti krafiitin peittämät ~~synteessiprosessin jälkeen~~ ja niitä piti käsitellä krafiitin

poistamiseksi. Tämä aikaansaatiin siten, että kiteitä käsiteltiin nestemäisellä bromilla. Koska bromin tiheys on 2,928, tulee exfolioitunut eli irronnut hiili, jonka tiheys on 2,23 tai pienempi, kellumaan bromin pinnalla. Merkityksellisintä on kuitenkin se, että bromilla on exfolioiva vaikutus. Kuten edellä on selostettu, aikaansaadaan tämä absorboimalla bromia krafiittiin yhdisteen C_8Br muodostamiseksi ja käsittelemällä yhdistettä C_8Br siten, että hiili vapautuu. Tämä aikaansaa myös hiilikerrosrakenteen delaminoitumisen. Tämä lopuksi suoritettava kiteiden upottaminen bromiin aikaansaa myöskin timanttisynteesimateriaalin täydellisen poistumisen.

Exfolioitu hiili ja bromi voidaan tämän jälkeen poistaa dekantoimalla kylvystä ja dekantaatti voidaan haihduttaa ja lauhduttaa bromin talteenottamiseksi uutta käyttöä varten, jolloin materiaalin ja liuoksen häviöt ovat erittäin vähäiset.

Timantteja, jotka ovat tällä tavoin vapautetut krafiitista, käsitellään sen jälkeen yhdisteellä NaOH bromin mahdollisten jälkien neutraloimiseksi kiteiden pinnoilta.

Esimerkki 3

50 g krafiittia, joka sisälsi synteettisiä timantteja, sijoitettiin astiaan, jonka tilavuus oli 100 ml. Bromia lisättiin huoneen lämpötilassa astiaan ja sen annettiin olla siinä yhden tunnin ajan. Tämän jälkeen lisättiin vielä bromia ei-timanttihiilen haihduttamiseksi. Astiat tyhjennettiin tämän jälkeen bromista ja sitä käsiteltiin 10 % NaOH-liuoksella kiteillä olevan bromin jälkien neutraloimiseksi.

Keksintöä on selostettu edellä bi-metallikatalysaattoripitoisiin puristamalla käsiteltyihin reaktiotuoteseosyksiköihin liittyvänä, mutta on ilmeistä, että keksinnön mukainen menetelmä soveltuu käytettäväksi myös sellaisiin puristuskäsiteltyihin reaktiotuoteseoksiin, jotka sisältävät vain yhtä metallikatalysaattoria, sekä reaktiotuoteseoksiin, jotka ovat saadut dynaamisella synteesimenetelmällä, joka ei mahdollisesti sisällä katalyyttiä.

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä synteettisen timantin talteenottamiseksi seoksesta, joka sisältää timanttikiteitä ja ei-timanttista hiiltä, t u n n e t t u siitä, että seosta käsitellään nestemäisellä bromilla timanttikiteiden vapauttamiseksi. *hiilillä*
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että seos on timanttisynteesituotetta, joka sisältää metallikatalyysaattoria, sekä *sen* että synteesituotetta käsitellään bromilla, kunnes ei-timanttinen hiilimateriaali on *siinä* liuonnut, jolloin
 - (a) bromi-hiilimateriaaliseos erotetaan synteesituotteen jäännöksestä,
 - (b) käsitellään synteesituotteen jäännöstä kemiallisesti katalyysaattoripoistamiseksi ja
 - (c) otetaan jäljelläolevat timanttikiteet talteen.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että katalyysaattori on ainakin kahden metallin lejeerinki, joista toinen metalli on alkuaineiden luonnollisen järjestelmän ryhmään VIII kuuluva metalli, *K* bromi, tantaali, mangaani.
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että katalyysaattori on nikkelin ja raudan lejeerinki.
5. Jonkin patenttivaatimuksista 2-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kemiallinen käsittelyvaihe muodostuu elektrolyysistä katalyysaattorin saostamiseksi.
6. Patenttivaatimuksen 2 tai 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että katalyysaattori on metalli, joka kuuluu alkuaineiden luonnollisen järjestelmän ryhmään VIII, *K* bromi, tantaali tai mangaani.
7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että katalyysaattori on nikkeli.
8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että seos on timanttisynteesituotetta, joka sisältää metallikatalyysaattoria, sekä että synteesituotetta käsitellään bromilla, kunnes ei-timanttinen hiilimateriaali on *siinä* liuonnut, jolloin
 - (a) bromi-hiilimateriaaliseos poistetaan synteesituotteen jäännöksestä,
 - (b) sijoitetaan synteesituotteen jäännös anodilevylle nikkelikloridi-

elektrolyyttikylvyssä ja

(c) synteesituotteen jäännös elektrolysoidaan metallikatalysaattorin levittämiseksi ja jäljelläolevan timantin talteenottamiseksi.

9. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että

(a) bromi-hiilimateriaaliseos tislataan nestemäisen bromin kondensoimiseksi ja

(b) palautetaan kondensoitu bromi kiertoon edelleen käyttöä varten.

10. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että

(a) talteenotetut timanttikiteet upotetaan nestemäiseen bromiin sen jäljelläolevan grafiitin irroittamiseksi, joka tarttuu timanttikiteisiin,

(b) irroitettu hiili ja bromi dekantoidaan ja

(c) neutraloidaan timanttikiteiden päällä jäljelläolevat bromijäännökset sekä otetaan timanttikiteet talteen.

11. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että

(a) irronnut hiilimateriaali ja bromi dekantoidaan sekä

(b) puristetaan grafiitista vapautuneet timanttikiteet.

12. Patenttivaatimuksen 10 tai 11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että talteenotetut timanttikiteet käsitellään NaOH-liuoksella jäljelläolevien bromijäännösten neutraloimiseksi.

13. Patenttivaatimuksen 11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että

(a) dekantoitu grafiitti ja bromi haihdutetaan,

(b) bromihöyryt kondensoidaan ja palautetaan kondensoitu bromi prosessi edelleen käyttöä varten.

PATENTKRAV

1. Förfarande för tillvaratagande av syntetisk diamant från en komposition innehållande diamantkristaller och icke-diamantkol, k ä n n e t e c k n a t därav, att man behandlar kompositionen med flytande brom för att frigöra diamantkristallerna.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att kompositionen utgöres av en diamantsyntesprodukt innehållande metallkatalysator samt att syntesprodukten behandlas med brom tills icke-diamantkolmaterialet upplösts, varvid man
 - (a) separerar brom-kolmaterialblandningen från återstoden av syntesprodukten,
 - (b) behandlar återstoden av syntesprodukten kemiskt för avlägsnande av katalysatorn, och
 - (c) tillvaratar de kvarvarande diamantkristallerna.
3. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att katalysatorn utgöres av en legering av minst två metaller, av vilka den ena utgöres av en metall tillhörande grupp VIII av det periodiska systemet, krom, tantal eller mangan.
4. Förfarande enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att katalysatorn utgöres av en legering av nickel och järn.
5. Förfarande enligt något av patentkraven 2-4, k ä n n e t e c k n a t därav, att det kemiska behandlingssteget utgöres av elektrolys för utfällning av katalysatorn.
6. Förfarande enligt patentkravet 2 eller 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att katalysatorn utgöres av en metall tillhörande grupp VIII av det periodiska systemet, krom, tantal eller mangan.
7. Förfarande enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att katalysatorn utgöres av nickel.
8. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att kompositionen utgöres av en diamantsyntesprodukt innehållande metallkatalysator samt att syntesprodukten behandlas med brom tills icke-diamantkolmaterialet upplösts, varvid man
 - (a) avtappar blandningen av brom-kolmaterial från återstoden av syntesprodukten,
 - (b) anbringar återstoden av syntesprodukten på en anodplåt i ett nickelkloridelektrolytbad, och
 - (c) elektrolyserar återstoden av syntesprodukten för utplätering av metallkatalysatorn och tillvaratagande av kvarvarande diamant.

9. Förfarande enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att man

(a) destillerar brom-kolmaterialblandningen för kondensering av flytande brom, och

(b) återför kondenserad brom i kretslopp för fortsatt användning.

10. Förfarande enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att man

(a) nedsänker tillvaratagna diamantkristaller i flytande brom för lösgöring av kvarvarande grafit som vidhäftar till diamantkristallerna,

(b) dekanterar det lösgjorda kolet och bromen, och

(c) neutraliserar kvarvarande spår av brom på kristallerna av diamant samt tillvaratar diamantkristallerna.

11. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att man

(a) dekanterar det lösgjorda kolmaterialiet och bromen, samt

(b) avlägsnar de från grafiten frigjorda kristallerna av diamant.

12. Förfarande enligt patentkravet 10 eller 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att man behandlar de tillvaratagna diamantkristallerna med en lösning av NaOH för neutralisering av kvarvarande spår av brom.

13. Förfarande enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att man

(a) indunstar den dekanterade grafiten och bromen,

(b) kondenserar bromångorna och återför den kondenserade bromen i processen för fortsatt användning.