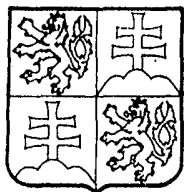


ČESKÁ A SLOVENSKÁ  
FEDERATIVNÍ  
REPUBLIKA  
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 047

(21) PV 627-89.P  
(22) Přihlášeno 31 01 89

(40) Zveřejněno 13 10 89  
(45) Vydáno 12 02 91

(11)

(13) 81

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 01 B 31/06

(75) Autor vynálezu HOLUBÁŘ PAVEL RNDr.,  
POTMĚŠIL KAREL, ŠUMPERK

(54) Způsob separace mikronového diamantového  
prášku od grafitu

(57) Řešení se týká separace mikronového diamantového prášku od grafitu, uvolněného působením oxidační směsi koncentrované kyseliny sírové a 1 až 15 % hmot. rozpuštěného dvojchromanu draselného. Podstatou řešení je, že se na směs s obsahem diamantu působí ultrazvukem o frekvenci 20 až 25 KHz po dobu 5 až 15 minut ve vodní lázni, načež je provedena separace ve vodném roztoku hydroxidu sodného (NaOH) a smědla na bázi dialkylsulfojantarátu s anioaktivním charakterem jeho odstředěním po dobu 12 až 15 minut opakovaně až 10krát při otáčkách 1000 až 3000 otáček za minutu.

Vynález se týká způsobu separace mikronového diamantového prášku od grafitu, uvolněného působením oxidační koncentrované kyseliny sírové a 1 až 15 % hmot. rozpuštěného dvojchromanu draselného.

Syntetický diamantový mikronový prášek se vyrábí mletím nepoužitelných zbytků syntetických diamantů síťových zrnitostí. Při mletí se do diamantového prášku uvolní katalytické zbytky obsažené uvnitř diamantových zrn, nepřeměněný grafit a kovy z mlacích nádob a těles. Obsah těchto příměsí je nežádoucí z důvodů další výrobní operace třídění a i z důvodů pracovní schopnosti diamantových prášků. Hlavními katalytickými kovy a kovy z mlacích nádob a těles jsou železo, nikl, mangan a v některých případech kobalt a chrom. Dominantní je obsah železa od 1 do 4 % hmot. a niklu od 0,5 do 2 %. Podíl grafitu je 5 až 8 %. Hlavní problém představuje odstranění grafitu.

Současný způsob separace příměsí od diamantového mikronového prášku je následující. Nejdříve se prášek vaří v lučavce královské, kdy dojde k poklesu obsahu železa na řádově 0,1 % a niklu na 0,05 %. Potom se prášek promývá vodou do neutrální reakce a suší. Ve vysušeném stavu je ve speciálním zařízení podroben působení fluoru, který je vyráběn v elektrolyzáru z kyseliny fluorovodíkové. Teplota reakce je do 500 °C. Doba reakce 16 až 48 hodin. Hlavním smyslem fluorace je odstranění grafitu, který při teplotě do 500 °C má vytékat jako monofluorid uhlíku. Po fluoraci následuje operace vaření v kyselině chlorovodíkové, která má odstranit zbývající kovové nečistoty, především železo, které netvoří těžký fluorid. Potom následuje promytí vodou do neutrální reakce a vysušení. Po této operaci je předán prášek na třídění. Konečný obsah železa je pod 0,08 %, niklu pod 0,05 % a ostatních kovových nečistot pod 0,02 %. Obsah grafitu se zjišťuje pouze opticky. Vyhodnocení spočívá v subjektivním stanovení obsahu "černých" příměsí v prášku pod mikroskopem se zvětšením 2 000. Vyhodnocení jemně rozptýleného grafitu submikronových frakcí, který lpí na zrnech diamantu, je prakticky nemožné touto metodou. Celý způsob čištění mikronového diamantového prášku má celou řadu nevýhod. Během celého procesu se prášek dvakrát promývá do neutrální reakce a suší. To zvyšuje dobu operace, protože mikronový prášek sedimentuje dlouhou dobu. Při fluoraci se pracuje s toxickým fluorem, je nezbytné nákladné zařízení s náročnou údržbou, energetickými nároky a poměrně vysokou spotřebou tekutého dusíku. Samotný proces fluorace nezajišťuje dokonalé odstranění grafitu. Při jeho dokonalém odstranění by mělo dojít k úbytku hmotnosti vstupní vázky o 5 až 8 %. Přitom výsledná hmotnost je stejná nebo i vyšší než původní. Také použití teploty v okolí 500 °C může u jemných částic s velkým měrným povrchem ovlivnit zablžení hran. Další nevýhodou uvedené metody je snížení lešticí schopnosti prášků v oblasti 1 až 5  $\mu\text{m}$ . Při porovnávání obdobných zahraničních druhů mikronových diamantových prášků vykazuje tento prášek výrazně horší výsledky při leštění různých druhů korundů. Přitom tato oblast použití je dominantní. Poslední nevýhodou současné metody je její vliv na smáčivost prášku ve vodě i různých druzích olejů. V některých případech je nutné intenzivní míchání nebo použití smáčedel.

Metoda fluorace je obecně známá, ale průmyslově nevyužívána. Jsou známy i jiné metody odstranění grafitu, ale všechny mají vždy nevýhody buď v možnosti vytváření explozivních zlodin, nákladnosti, toxicitě, nebo narušují diamant. Patří sem oxidace grafitu pomocí manganistanu draselného s kyselinou sírovou; oxidace v chlorečnanu draselném v prostředí kyseliny dusičné; oxidace kyseliny dusičné za tlaku v autoklávu; tavení s okyselenými dusičnany; žihání se sloučeninami olova; oxidace kyselinou chloristou; leptání v nízkoteplotním plazmatu v kyslíkovém prostředí a další.

Výhodná metoda využívá jevu, že oxidační směs sestávající z koncentrované kyseliny sírové a 1 až 15 % dvojchromanu draselného způsobuje bobtnání grafitu za vzniku směsi jemně rozptýleného grafitu a oxidačních produktů grafitu (kyseliny grafitové). Dochází k rozdužení a oddělení pevně lpícího grafitu na zrnech diamantu. Tato metoda není uváděna pro čištění mikronových prášků. Samotná finální operace oddělení uvolněného grafitu od diamantu (síťových zrnitostí) je v patentu č. 190 865, vedena na principu splavu.

Pro mikronový prášek není vhodná, protože rozdíly ve velikostech i hmotnostech jemných grafitických a diamantových zrn jsou pro tento způsob separace nedostačující.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob separace mikronového diamantového prášku od grafitu, uvolněného působením oxidační směsi koncentrované kyseliny sírové a 1 až 15 % hmot. rozpuštěného dvojchromanu draselného podle vynálezu, jehož podstatu spočívá v tom, že se na směs s obsahem diamantu působí ultrazvukem o frekvenci 20 až 25 KHz po dobu 5 až 15 minut ve vodní lázni, načež je provedena separace ve vodném roztoku hydroxidu sodného (NaOH) a smáčedla na bázi dialkylsulfantaranu s anioaktivním charakterem jeho odštěďováním po dobu 12 až 5 minut opakovaně až 10krát při otáčkách 1 000 až 3 000 otáček za minutu.

Výhodou popsaného způsobu je, že se pracuje v laboratorních podmínkách s běžně používaným zařízením. Toxicita je z hlediska pracovníků i životního prostředí podstatně nižší než u stávající metody. Materiálové náklady se snižují 10krát, energetické náklady více než 100krát, pracovník je snižena 4 až 5krát, podle systému rozpracovanosti. Odstranění grafitu je doprovázeno snížením hmotnosti vstupní vazky o 5 až 10 %, což odpovídá běžnému obsahu grafitu. Vliv teploty se neprojeví negativně na diamantových zrnech, protože teplota nepřekročí 250 °C. Smáčivost prášku s vodou i různými oleji je výrazně lepší. Použití při leštění a broušení korundových kamenů vykázalo vhodnost tohoto prášku pro dané operace se snížením potřeby prášku a zvýšením jakosti leštěných povrchů. Vyhodnocení přímější metodou atomové absorpce vykazuje srovnatelné výsledky s metodou fluorace. Optické vyhodnocení čistoty je srovnatelné nebo lepší než u fluorovaného prášku. Celý způsob čištění byl ověřen na minimálně 20 kg diamantového prášku.

Mikronový diamantový prášek je vyvařen v lučavce královské, kdy dojde k podstatnému snížení kovových příměsí. Částečnou oxidací grafitu působením oxidační směsi kyseliny sírové a dvojchromanu draselného na mikronový prášek dochází ke vzniku oxidačních produktů a grafit je tak chemickou cestou uvolněn z povrchu zrn diamantu. Protože měrný povrch mikronových diamantových prášků je vysoký, není uvolnění grafitu dokonalé a je nutné další působení v ultrazvukové lázni, kdy dojde k dokonalému oddělení jemného grafitu od zrn diamantu. Pro konečnou operaci separace grafitu od diamantu je vhodné použít laboratorní odštěďovku s rozsahem otáček 1 000 až 3 000 otáček za minutu. Odstranění grafitu od diamantu je provedeno v roztoku vody, hydroxidu sodného a smáčedla. Jemně rozptýlený grafit nesesedimentuje a při několikanásobném opakování odštěďování je zcela odstraněn z diamantového prášku.

#### Příklad

300 g diamantového mikronového prášku se po předchozím vyvaření v lučavce královské podrobí směsi koncentrované kyseliny sírové, dvojchromanu draselného v 5 l kádince. Směs se po dobu 30 minut vaří, pak se po dobu minimálně 16 hodin nechá působit bez ohřevu. Je nezbytné občasné promíchání. Potom se směs promyje vodou do neutrální reakce. Dále se rozdělí do 400 ml kádinky a podrobí se ve vodní lázni působení ultrazvuku po dobu 15 minut. Takto upravená směs se přemístí do 1 l kyvet odštěďovky. V roztoku vody, hydroxidu sodného a smáčedla na bázi dialkylsulfantaranu s anioaktivním charakterem se provede odštěďování při 1 000 až 2 500 otáček za minutu po dobu 10 až 12 minut. Grafit zůstane rozptýlen v roztoku a je možné jej slít. Odštěďování se stejným roztokem se opakuje 5 až 10krát do dokonalého odstranění grafitu od diaprášku. Takto připravený prášek je možné tříditi běžným způsobem.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob separace mikronového diamantového prášku od grafitu, uvolněného působením oxidační směsi koncentrované kyseliny sírové a 1 až 15 % hmot. rozpuštěného dvojchromanu draselného, vyznačující se tím, že se na směs s obsahem diamantu působí ultrazvukem o

frekvenci 20 až 25 KHz po dobu 5 až 15 minut ve vodní lázni, načež se provede separace ve vodném roztoku hydroxidu sodného a směseda na bázi dialkylsulfonteranu s anioaktivním charakterem odetředěním po dobu 12 až 15 minut opakovaně až 10krát při otáčkách 1 000 až 3 000 otáček za minutu.