

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **5518**

(13) **С1**

(51)⁷ **С 01В 31/06**

(54)

**СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ АЛМАЗОВ
ИЗ ОТХОДОВ АЛМАЗООБРАБОТКИ**

(21) Номер заявки: а 19990282

(22) 1999.03.26

(46) 2003.09.30

(71) Заявитель: Белорусский националь-
ный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Якубовская Светлана Влади-
мировна; Зайцев Валентин Алексеевич;
Марцинкевич Эдуард Адамович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский нацио-
нальный технический университет (ВУ)

(57)

Способ извлечения алмазов из отходов алмазобработки, включающий отделение шлама, состоящего из алмазов и продуктов электролитического разложения металлической связки, от электролита, обработку шлама в растворе соляной кислоты, выделение осадка, обработку осадка гидроксидом калия и сушку выделенных алмазов, **отличающийся** тем, что обработку шлама проводят в концентрированной соляной кислоте в течение 45-60 мин при соотношении твердой и жидкой фаз 1:(2,5-3,0), обработку гидроксидом калия проводят путем сплавления осадка с твердым гидроксидом калия при температуре 350-400 °С в течение 30-40 мин при соотношении компонентов 1:(1,0-1,3) с последующей промывкой выделенных алмазов.

(56)

RU 2062252 C1, 1996.

RU 2102317 C1, 1998.

GB 883544 A, 1961.

US 5133792 A, 1992.

JP 58095610 A, 1983.

Предлагаемое изобретение относится к области извлечения алмазов из отходов алмазобработки, в частности из отходов, образующихся на стадии шлифования рундиста распиленных алмазов.

Известен способ извлечения алмазов из шлама, образующегося при электролитическом разложении отработанного инструмента, путем обработки шлама аммиачным раствором, содержащим 0,5-2,5 моль/л CO_2 и 2-10 моль/л NH_3 при объемном отношении твердой и жидкой фаз 1:5 [1].

Недостатком известного способа является неполное растворение оксидов меди, железа, никеля. Наличие значительного количества примесей оксидов указанных металлов в алмазах изменяет магнитные свойства алмазных зерен, которые при магнитной сепарации выделяются в магнитную фракцию, загрязняя твердосплавные гранулы. При этом степень извлечения алмазов уменьшается.

BY 5518 C1

Наиболее близким к предлагаемому является способ извлечения алмазов [2], включающий отделение электролита от шлама, состоящего из частиц алмазов и твердосплавных компонентов, обработку шлама при перемешивании в 8 %-ном растворе соляной кислоты в течение 45 мин при соотношении твердой и жидкой фаз 1:5 и затем в 6 %-ном растворе гидроксида калия при перемешивании в течение 15 мин. Дальнейшее отделение алмазов от твердосплавных компонентов включает в себя электромагнитное разделение алмазов и твердосплавных компонентов и феррогидростатическую сепарацию мелких алмазов от гранул вольфрамо-кобальтового сплава.

Недостатком данного способа является высокое содержание примесей (оксиды железа, меди, кобальта, никеля) в алмазном порошке, остающихся после кислотной и щелочной обработок, что приводит к снижению степени извлечения алмазов.

Задачей, решаемой изобретением, является повышение степени чистоты алмазного микропорошка, выделяемого из отходов алмазообработки.

Задача решается следующим образом: в способе извлечения алмазов из отходов алмазообработки, включающем отделение шлама, состоящего из алмазов и продуктов электролитического разложения металлической связки, от электролита, извлечение алмазов путем обработки шлама в растворе соляной кислоты, выделения осадка, обработки осадка гидроксидом калия и сушки выделенных алмазов, обработку шлама проводят в концентрированной соляной кислоте в течение 45-60 мин при соотношении твердой и жидкой фаз 1:(2,5-3,0), обработку гидроксидом калия проводят путем сплавления осадка с твердым гидроксидом калия при температуре 350-400 °С в течение 30-40 мин при соотношении компонентов 1:(1,0-1,3) с последующей промывкой выделенных алмазов.

Продукты электролитического разложения металлической (медно-оловянной) связки шлифовального круга (шлам), образующиеся на стадии шлифования рундиста распиленных алмазов, представляют собой, в основном, оксид меди (I) и гидроксид олова (IV).

Необходимым условием выделения алмазов из шлама (отходов алмазообработки) является растворение шлама и перевод в раствор соединений меди и олова, т.к. другими способами отделить алмазы с размером частиц до 60 мкм, т.е. алмазный микропорошок, от мелкодисперсных оксида меди (I) и гидроксида олова не представляется возможным.

Присутствие в шламе оксида меди (I) обуславливает необходимость проведения процесса растворения в соляной кислоте, поскольку скорость растворения оксида меди (I) в соляной кислоте выше, чем в других кислотах. В то же время гидроксид олова присутствует в шламе в нерастворимой в кислотах и щелочах β-форме. Перевод гидроксида (диоксида) олова в растворимое состояние осуществляется сплавлением с гидроксидом калия при повышенных температурах.

Двухстадийный процесс выделения алмазов из отходов алмазообработки обеспечивает на первой стадии (кислотная обработка) удаление из шлама оксида меди (I), а на второй стадии (щелочная обработка) - гидроксида (диоксида) олова. В результате в выделенном алмазном микропорошке примеси оксидов меди и олова отсутствуют. Алмазный микропорошок обладает высокой степенью чистоты.

Сущность способа поясняют примеры конкретного выполнения.

Пример 1 (по прототипу).

Шлам отделяют от электролита, затем к 200 г шлама при перемешивании добавляют 8 %-ный раствор соляной кислоты до соотношения твердой и жидкой фаз 1:5 и перемешивают в течение 45 мин, после чего отстаивают до полного осветления жидкой фазы и сливают жидкую фазу. Затем заливают 6 %-ным раствором гидроксида калия до полного погружения осадка в жидкость и перемешивают в течение 15 мин. После осветления и слива жидкости, осадок промывают и сушат. По данным рентгенофазового анализа выделенный продукт представляет собой смесь алмазного порошка, оксида меди и диоксида олова. Содержание примесей в алмазном порошке составляет 80,1 мас. %

ВУ 5518 С1

Пример 2.

Шлам отделяют от электролита фильтрованием. К 200 г шлама постепенно при перемешивании добавляют 350 мл концентрированной (36 %-ной) соляной кислоты, что соответствует массовому соотношению твердой и жидкой фаз 1:2,5 (в пересчете на сухой шлам) и перемешивают в течение 50 мин. Затем отстаивают до полного осветления жидкости и сливают жидкую фазу. Осадок промывают методом декантации до нейтральной реакции промывных вод, высушивают при температуре 100 °С и измельчают. Степень растворения шлама в концентрированной соляной кислоте составляет 90,0 %.

10 г сухого осадка помещают в тигель из нержавеющей стали, добавляют 12 г твердого гидроксида калия, что соответствует массовому соотношению компонентов 1:1,2, перемешивают и проводят сплавление при 370 °С в течение 35 мин. После охлаждения тигля на воздухе в плав добавляют постепенно при перемешивании 500 мл 20 %-ной соляной кислоты. После отделения плава от стенок тигля и образования однородной суспензии осадок отфильтровывают, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, сушат при 100 °С и измельчают.

По данным рентгенофазового и электронно-микроскопического анализов выделенный продукт представляет собой алмазный микропорошок. Содержание примесей в алмазном микропорошке, определенное путем прокаливания при 900 °С, составляет 0,42 мас. %, что соответствует требованиям ГОСТ 9206-80 на порошки алмазные.

В таблице приведены примеры выполнения способа извлечения алмазов из отходов алмазообработки по прототипу и предлагаемому решению в зависимости от параметров процесса, а также качественный состав примесей в конечном (алмазном микропорошке) продукте.

Как видно из представленных примеров конкретного выполнения, задача, решаемая изобретением, достигается только при растворении шлама в концентрированной (36 %-ной) соляной кислоте в течение 45-60 мин при массовом соотношении твердой и жидкой фаз 1:(2,5-3) (в пересчете на сухой шлам) и последующей обработке сухого продукта путем сплавления с твердым гидроксидом калия при температуре 350-400 °С в течение 30-40 мин при массовом соотношении компонентов 1:(1-1,3).

При растворении шлама в растворах соляной кислоты с концентрацией меньше 36 % степень растворения шлама невысока, что обусловлено уменьшением скорости растворения оксида меди (I) в разбавленных растворах соляной кислоты. При этом конечный продукт содержит значительное количество оксида меди и по содержанию примесей не соответствует требованиям ГОСТ 9206-80 на порошки алмазные.

При продолжительности растворения шлама в концентрированной соляной кислоте меньше 45 мин степень растворения шлама не достигает максимально возможного значения 90,0 %, т.е. значения, которое соответствует практически полному растворению оксида меди (I). Выделенный алмазный микропорошок содержит оксид меди. Увеличение продолжительности растворения больше 60 мин нецелесообразно, т.к. в результате полного растворения оксида меди (I), присутствующего в шламе, степень растворения шлама не увеличивается и оксид меди в конечном продукте (алмазном микропорошке) отсутствует.

При соотношении твердой и жидкой фаз меньше чем 1:2,5 полного растворения оксида меди не происходит, степень растворения шлама невысока и конечный продукт содержит значительное количество оксида меди. Увеличение соотношения твердой и жидкой фаз больше чем 1:3 не эффективно, т.к. цель изобретения уже достигнута (примесь оксида меди в алмазном микропорошке отсутствует) и происходит перерасход соляной кислоты.

При проведении процесса сплавления при соотношении компонентов меньше чем 1:1 образования гомогенного однородного расплава не наблюдается, диоксид олова в растворимом состоянии переходит не полностью и присутствует в алмазном порошке в виде примеси. Увеличение соотношения компонентов больше чем 1:1,3 неэффективно, поскольку цель изобретения достигнута (примесь диоксида олова в алмазном микропорошке отсутствует) и происходит перерасход гидроксида калия.

№ п/п	Кол-во шла-ма, г	Кон-центрация HCl, %	Кол-во раствора HCl, мл	Соотноше-ние твердой и жидкой фаз по массе (в пересчете на сухой шлам)	Про-должи-тельность, мин	Кол-во про-дукта после раство-рения, г	Сте-пень раство-рения шла-ма, %	Кол-во КОН, г	Соот-ноше-ние компо-нентов по массе	Темпе-ратура сплав-ления, °С	Про-должи-тельность сплав-ления, мин	Содержа-ние при-месей в алмазном порошке, мас. %	Состав примесей по данным рентгенофазового анализа
1	200	8	-	1:5	45	-	-	-	-	-	15	80,1	CuO, SnO ₂
2	200	36	350	1:2,5	50	10	90,0	12	1:1,2	370	36	0,44	SiO ₂
3	200	20	350	1:3,5	50	35,6	64,4	12	1:1,2	370	35	71,0	CuO, SnO ₂
4	200	36	350	1:2,5	30	21,8	78,2	12	1:1,2	370	35	52,3	CuO, SnO ₂
5	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	12	1:1,2	370	35	0,43	SiO ₂
6	200	36	350	1:2,5	60	10	90,0	12	1:1,2	370	35	0,42	SiO ₂
7	200	36	350	1:2,5	80	10	90,0	12	1:1,2	370	35	0,42	SiO ₂
8	200	36	280	1:2	50	18,6	81,4	12	1:1,2	370	35	49,7	CuO, SnO ₂
9	200	36	380	1:2,7	50	10	90,0	12	1:1,2	370	35	0,43	SiO ₂
10	200	36	420	1:3	50	10	90,0	12	1:1,2	370	35	0,42	SiO ₂
11	200	36	490	1:3,5	50	10	90,0	7	1:0,7	370	35	4,3	SnO ₂ , SiO ₂
12	200	36	380	1:2,7	50	10	90,0	10	1:1	370	35	0,45	SiO ₂
13	200	36	380	1:2,7	50	10	90,0	13	1:1,3	370	35	0,41	SiO ₂
14	200	36	380	1:2,7	50	10	90,0	15	1:1,5	370	35	0,41	SiO ₂
15	200	36	380	1:2,7	50	10	90,0	12	1:1,2	300	35	5,6	SnO ₂ , SiO ₂
16	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	12	1:1,2	350	35	0,44	SiO ₂
17	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	12	1:1,2	400	35	0,42	SiO ₂
18	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	12	1:1,2	430	35	0,41	SiO ₂
19	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	13	1:1,3	370	20	5,1	SnO ₂ , SiO ₂
20	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	13	1:1,3	370	30	0,43	SiO ₂
21	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	13	1:1,3	370	40	0,42	SiO ₂
22	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	13	1:1,3	370	50	0,41	SiO ₂
23	200	36	350	1:2,5	45	10	90,0	13	1:1,3	370	50	0,41	SiO ₂

ВУ 5518 С1

При температуре сплавления меньшей 350 °С и продолжительности меньшей 30 мин процесс перехода диоксида олова в растворимое состояние с образованием станната калия протекает не полностью. Алмазный микропорошок содержит примесь диоксида олова в количествах, превышающих допустимое значение примесей в алмазных микропорошках по ГОСТ 9206-80.

Увеличение температуры сплавления выше 400 °С и продолжительности больше 40 мин не целесообразно, поскольку цель изобретения уже достигнута: диоксид олова практически полностью перешел в растворимое состояние и в выделенном алмазном микропорошке отсутствует.

Помимо этого, при более высоких чем 400 °С, температурах в присутствии гидроксида калия начинается окисление алмазного порошка, сопровождающееся потерей массы.

Источники информации:

1. Патент ЧССР 252235, МПК С 01 В 31/06, 1988.
2. Патент РФ 2062252, МПК С 01 В 31/06, 1996.