



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C01B 32/28 (2019.08); C30B 33/10 (2019.08)

(21)(22) Заявка: 2019120672, 03.07.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
03.07.2019

Дата регистрации:
13.03.2020

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: 03.07.2019

(45) Опубликовано: 13.03.2020 Бюл. № 8

Адрес для переписки:
620002, Свердловская обл., г. Екатеринбург, ул.
Мира, 19, Центр интеллектуальной
собственности, Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Низов Василий Александрович (RU),
Акапаева Жанара Хакмековна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2062252 C1, 20.06.1996. BY 5518
C1, 30.09.2003. WO 1992000243 A, 09.01.1992.

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ АЛМАЗОВ ИЗ МАТРИЦЫ ИНСТРУМЕНТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии извлечения алмазов из алмазосной матрицы инструмента. Способ включает растворение металла-связки электролитом с образованием шлама, содержащего частицы алмазов, отделение электролита от шлама и выделение алмазов, при этом растворение металла-связки осуществляют в растворе серной кислоты концентрацией 100-300 г/л с активирующими добавками: азотной кислотой или нитратом аммония, а выделение и классификацию алмазов осуществляют в

восходящем потоке с переменным гидродинамическим режимом при линейной скорости в пределах 15-45 м/ч. Концентрацию азотной кислоты или нитрата аммония варьируют в пределах 20-50 г/л, а процесс растворения ведут при температуре 60-80°C. Технический результат состоит в расширении технических возможностей в выборе конструкционных материалов и исключении потерь алмазов и ценных компонентов матрицы. 1 з.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл., 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 32/28 (2017.01)
C30B 33/10 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C01B 32/28 (2019.08); *C30B 33/10* (2019.08)

(21)(22) Application: **2019120672, 03.07.2019**

(24) Effective date for property rights:
03.07.2019

Registration date:
13.03.2020

Priority:

(22) Date of filing: **03.07.2019**

(45) Date of publication: **13.03.2020 Bull. № 8**

Mail address:

**620002, Sverdlovskaya obl., g. Ekaterinburg, ul.
Mira, 19, Tsentr intellektualnoj sobstvennosti,
Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Nizov Vasilij Aleksandrovich (RU),
Akapaeva Zhanara Khaksmekovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **METHOD OF EXTRACTING DIAMONDS FROM A TOOL MATRIX**

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to extraction of diamonds from diamond-bearing tool matrix. Method involves dissolving binding metal with electrolyte to form sludge containing diamond particles, separating electrolyte from slurry and recovering diamonds, wherein bonding metal is dissolved in sulfuric acid solution with concentration of 100–300 g/l with activating additives: nitric acid or ammonium nitrate, and extraction and classification of diamonds is carried

out in an ascending flow with variable hydrodynamic mode at linear speed within 15–45 m/h. Concentration of nitric acid or ammonium nitrate is varied within 20–50 g/l, and process of dissolution is carried out at temperature of 60–80 °C.

EFFECT: technical result consists in expansion of technical capabilities in selection of structural materials and elimination of losses of diamonds and valuable matrix components.

1 cl, 2 dwg, 1 tbl, 3 ex

Изобретение относится к способам извлечения алмазов из алмазосодержащих материалов, которыми могут быть продукты синтеза алмазов, отходы переработки продуктов синтеза, и может быть использовано на предприятиях, производящих синтетические алмазы или специализирующиеся по переработке продуктов синтеза алмазов.

Известен способ извлечения алмазов из алмазосодержащего материала, включающий растворение металлов концентрированными кислотами (в частности соляной кислотой) с последующим окислением графита в присутствии азотисто-кислого аммония и оксидов металлов свинца, марганца и цинка и обработкой продукта соляной кислотой.[: Патент США N 4578260, C01B 31/06, 1986.]

Недостатком способа является использование концентрированных кислот и токсичных окислителей и как следствие этого необходимость очистки сточных вод, вредные условия труда, загрязнение окружающей среды, потери алмазов из-за необходимости большого количества промывок после кислотной обработки.

Более совершенным признают способ [Пат РФ №2043299, C01B 31/06, заяв., 501486/26, 30.10.1991, опубл. 10.09.1995] извлечения алмазов из алмазосодержащего материала, включающий удаление металлов и отделение графита от алмаза, отличающийся тем, что полученный после удаления металлов продукт обжигают при 300-700°C в течение 10-300 мин, а отделяют графит от алмаза флотацией. Способ трудоемок, требует значительных энергетических затрат и не исключает использование концентрированных кислот на начальных стадиях удаления металлов.

Наиболее близким признан способ извлечения алмазов и твердосплавных компонентов из алмазосодержащей матрицы инструмента [Пат РФ №2062252, C01B 31/06 заяв., 89 4771371 18.12.1989 конвенц. приор 18.12.1989], включающий дезинтеграцию матрицы электролитическим растворением металла-связки с образованием шлама из частиц алмазов и твердосплавных компонентов, отделение электролита от шлама, высушивание шлама и выделение алмазов и твердосплавных компонентов, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода извлеченных алмазов и улучшения их качества, после отделения электролита перед высушиванием дополнительно проводят дезинтеграцию шлама и очищение зерен алмазов путем обработки в водном растворе соляной кислоты и затем в водном растворе щелочи и после высушивания и выделения алмазов и твердосплавных компонентов выделенные алмазы измельчают электрогидравлическим дроблением, выделяют кондиционные по форме алмазы, остальные овализуют до уровня кондиции по форме и из тех и других выделяют кондиционные по прочности алмазы. При этом оставшиеся некондиционные по прочности алмазы разделяют на две партии по крупности зерен до 1 мм и более 1 мм и обрабатывают электрогидравлическим дроблением и объемным сжатием соответственно с последующим выделением кондиционных по форме алмазов.

Последний из приведенных так же не лишен недостатков, главными из которых являются: ограничения выбора конструкционных материалов при использовании соляной кислоты, неизбежные потери части кондиционных зерен в режиме электрогидравлического дробления на стадии финишной обработки.

Решаемой проблемой заявляемого изобретения является расширение технических возможностей в выборе конструкционных материалов, исключение потерь алмазов и ценных компонентов матрицы.

Сущность заявляемого технического решения заключается в том, что извлечение алмазов из алмазосодержащей матрицы инструмента, включающее растворение металла-связки электролитом с образованием шлама, содержащего частицы алмазов, отделение

электролита от шлама и выделение алмазов, отличающийся тем, что растворение металла-связки осуществляют в растворе серной кислоты концентрацией 100-300 г/л с активизирующими добавками: азотной кислотой или нитратом аммония, а выделение и классификацию алмазов осуществляют в восходящем потоке с переменным гидродинамическим режимом при линейной скорости в пределах 15-45 м/ч.

При этом концентрацию азотной кислоты или нитрата аммония варьировать в пределах 20-50 г/л, а процесс растворения ведут при температуре 60-80°C.

Достижимые результаты заявляемого способа основаны в первую очередь на том, что матричная основа алмазного инструмента как правило содержит в своем составе медь, кобальт, никель в самых разнообразных пропорциях и элементы припоя: свинец, олово. Экспериментально установлено, что удаление металлов может быть достигнуто их переводом в раствор серной кислотой относительно невысокой концентрации в присутствии активаторов процесса растворения в виде нитратов. Элементы припоя при этом, в частности свинец образуют малорастворимые сульфаты. Шлам после отделения раствора представляет собой многофазную систему алмазов в первоначальном их виде с тонкодисперсными сульфатами элементов припоя и графита. Использование восходящего потока с переменным гидродинамическим режимом позволяет одновременно промыть алмазы от кислого раствора, отделить сульфатно-графитовую составляющую и, при необходимости, расклассифицировать алмазы по крупности и совершенству формы.

Сущность способа поясняется примерами.

Пример 1. Алмазы извлекали из партии отработанных буровых колонок, алмазональный слой которых содержал следующие компоненты в весовых процентах: алмазы в виде зерен крупностью от 400 до 800 мкм - 8, металл-основа (сплав меди, никеля, кобальта) - 62, припой и примеси остальное. Растворение основы проводили погружением образцов под слой раствора серной кислоты концентрации 100-300 г/л. Скорость растворения регулировали вводом нитрат иона в виде азотной кислоты. Температура процесса поддерживалась 60-80°C. После дезинтеграции основы образцов за счет растворения раствор декантировали, а шламовый остаток использовали в качестве исходного питания лабораторной пульсационной колонны, схема которой представлена на Фиг. 1, где 1 - колонна пульсационная с пакетной насадкой типа КРИМЗ, 2 - отстойник конический, 3 - насос циркуляционный, 4 - пульсатор мембранный.

Пример 2 Отличие от процедуры, описанной в примере 1, скорость растворения регулировали вводом нитрат иона в виде нитрата аммония. Преимущество этого режима состоит в том, что газообразные продукты реакции представлены не окислами азота, а преимущественно молекулярным азотом. Исключается вредное воздействие на персонал и затраты на обеспечение безопасных условий.

Пример 3. Шламовый остаток от растворения основы содержащий алмазы, полученный по процедурам, описанным в примере 1, 2, использовали в качестве исходного питания пульсационной колонны. Результаты фракционирования шлама при различных линейных скоростях восходящего потока представлены в таблице. На фиг. 2 представлен снимок алмазов, полученных при линейной скорости восходящего потока, равной 45 м/ч.

Таблица.

Результаты фракционирования шламового остатка от растворения основы.

№ опыта	Линейная скорость, м/ч	Наличие включений в алмазах, % масс. оценочно	Наличие алмазов в шламе, % масс. оценочно
1	13	5	-

2	15	1	1
3	44	-	2
4	51	-	4

Таким образом, реализация заявленных режимов в техническом решении:
5 концентрационные пределы используемой серной кислоты - обеспечивает щадящие
коррозионные условия ведения процесса, облегчает выбор конструкционных материалов
и утилизацию растворов основы; использование восходящего потока с переменным
гидродинамическим режимом в варианте пульсационной колонны - значительно сокращает
и упрощает технологическую схему и исключает потери алмазов в сравнении с
10 известными ранее техническими решениями.

(57) Формула изобретения

1. Способ извлечения алмазов из алмазосодержащей матрицы инструмента, включающий
растворение металла-связки с образованием шлама, содержащего частицы алмазов,
15 отделение электролита от шлама и выделение алмазов, отличающийся тем, что
растворение металла-связки осуществляют в растворе серной кислоты концентрацией
100-300 г/л с активирующими добавками: азотной кислотой или нитратом аммония, а
выделение и классификацию алмазов осуществляют в восходящем потоке с переменным
гидродинамическим режимом при линейной скорости в пределах 15-45 м/ч.

20 2. Способ по п.1, отличающийся тем, что концентрацию азотной кислоты или нитрата
аммония варьируют в пределах 20-50 г/л, а процесс растворения ведут при температуре
60-80°C.

25

30

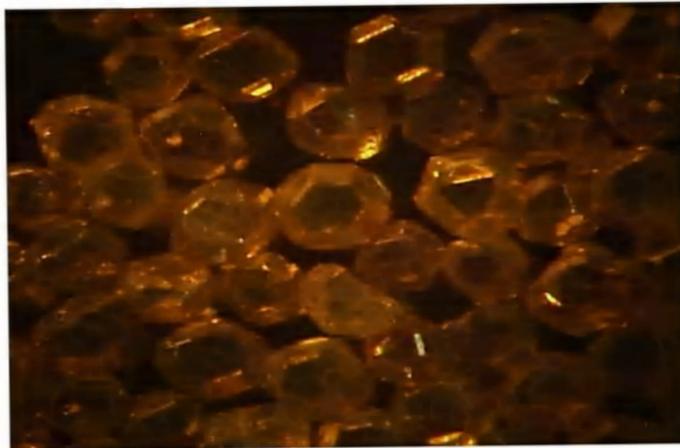
35

40

45



Фиг.1



Фиг.2