

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



(19) **ВУ** (11) **5373**

(13) **С1**

(51)⁷ **С 01В 31/06,
С 25В 1/00**

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54) **СПОСОБ РЕКУПЕРАЦИИ АЛМАЗОВ ИЗ ОТХОДОВ
ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ПРОИЗВОДСТВА И ОТРАБОТАННОГО
АБРАЗИВНОГО ИНСТРУМЕНТА НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТОВОЙ
СВЯЗКИ**

(21) Номер заявки: 970351

(22) 1997.06.30

(46) 2003.09.30

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный тех-
нологический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Дроздович Валерий Бронисла-
вович; Курило Ирина Иосифовна; Кар-
пович Руслан Иосифович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образо-
вания "Белорусский государственный
технологический университет" (ВУ)

(57)

Способ рекуперации алмазов из отходов инструментального производства и отрабо-
танного абразивного инструмента на основе кобальтовой связки путем электрохимическо-
го растворения в водном электролите, **отличающийся** тем, что в качестве электролита
используют раствор, содержащий, г/л:

сульфат кобальта	150-450
борная кислота	45
хлорид-ионы	0,5-12,0
вода	остальное,

при этом растворение ведут при плотности тока 300-500 А/м², температуре 30–60 °С и
вибрации анодного устройства, а извлечение кобальта и меди осуществляют на титановом
катоде с гладкой поверхностью.

(56)

SU 1528727 A1, 1989.

RU 2062252 C1, 1996.

JP 58095610 A, 1983.

Исаев Р.Н. Сверхтвердые материалы. -1989. - № 2(59). - С. 30-34.

Изобретение относится к производству абразивного и режущего инструмента на ме-
таллической связке электрохимическим методом и может быть использовано при рекупе-
рации алмазов и других сверхтвердых материалов из некондиционного инструмента на
основе кобальта и отходов его изготовления.

Известны различные химические методы рекуперации алмазов из отработанного и
бракованного инструмента на основе металлических связок или отходов его изготовления.
Большинство из них основано на использовании минеральных кислот (HCl, HNO₃, HClO₄)
и их смесей, высококонцентрированных растворов солей (FeCl₃, CuCl₂) [1]. Основным не-

BY 5373 C1

достатком химических методов является однократное использование крайне агрессивных, экологически опасных, высококонцентрированных растворов, применение повышенных температур. В процессе рекуперации, в результате химического взаимодействия окислителя с металлами связки, происходит изменение состава рабочего раствора, образование газообразных высокотоксичных трудно улавливаемых побочных продуктов. Реализация процесса требует оборудования повышенной герметичности и коррозионной стойкости.

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ рекуперации алмазов из технологического передела проката и отработанного и бракованного инструмента на металлической связке, включающий электрохимическое растворение металлической связки в водном электролите, содержащем 5 - 15 % азотной кислоты, 2-5 % фторида натрия или калия, при плотности тока 900-1300 А/м². При рекуперации технологического передела в качестве анода используют прессовку, полученную из измельченного до размеров 1-3 мм передела, который затем прессуют при давлении 1500 кг/м² и спекают в атмосфере водорода при 700-750 °С [2].

Недостатками данного способа являются: отсутствие катодного извлечения металлов связки в процессе электрохимической рекуперации ввиду сильных окислительных свойств азотной кислоты, невозможность регенерации электролита, что приводит к периодическому сбросу отработанных экологически опасных растворов и безвозвратной потере ценных цветных металлов, входящих в состав связок; образование на катоде высокотоксичных трудно утилизируемых нитрозных газов; образование в растворе большого количества мелкодисперсной металлической фазы, которая быстро выводит из строя электролит и загрязняет алмазный концентрат; использование повышенных силовых и тепловых нагрузок на алмазоносный слой при измельчении, прессовании и спекании отработанного инструмента или отходов его изготовления, что приводит к разрушению и окислению значительной части алмазных зерен и уменьшению выхода годных алмазов до 50 %.

Задачей предлагаемого изобретения является осуществление процесса рекуперации алмазов с одновременным катодным извлечением металлов связки без протекания процессов образования экологически опасных побочных продуктов.

Для решения поставленной задачи предложен способ рекуперации алмазов из отходов инструментального производства и отработанного абразивного инструмента на основе кобальтовой связки путем электрохимического растворения в водном электролите, содержащем, г/л:

сульфат кобальта	150-450
борная кислота	45
хлорид-ионы	0,5-12
вода	остальное.

Растворение ведут при плотности тока 300-500 А/м², температуре 30-60 °С и вибрации анодного устройства, а извлечение меди и кобальта осуществляют на титановом катоде с гладкой поверхностью.

Использование для рекуперации алмазов электролита с высоким содержанием ионов кобальта позволяет утилизировать кобальтовую и медную составляющие матричного сплава в виде катодного осадка с выходом по току 77-95 % при катодных плотностях тока 400-600 А/м². При этом исключены побочные процессы выделения агрессивных газообразных продуктов. Олово может быть выделено в виде метаоловянных кислот. При необходимости электролит корректируется по ионам кобальта.

В качестве катода используют титан с гладкой поверхностью, который ввиду пассивации обеспечивает легкость съема катодного осадка, обладает высокой коррозионной стойкостью и длительным ресурсом работы.

ВУ 5373 С1

Для увеличения скорости растворения и разрушения адсорбционных оксидных и солевых слоев, обуславливающих пассивирование алмазно-кобальтовой композиции при повышенных концентрациях ионов кобальта, а также для увеличения катодного выхода по току кобальта процесс проводят при повышенных температурах (30-60 °С).

Для активирования поверхности алмазно-кобальтовой композиции и устранения диффузионно-миграционных ограничений используют вибрирующее анодное устройство. Частота колебаний составляет 50 Гц, амплитуда $0,5-5 \cdot 10^{-3}$ м и зависят от величины анодного тока и размеров анодного устройства. При этом не только обеспечивается ускоренное транспортирование реагентов в зону и продуктов из зоны реакции, но и устраняется негативное пассивирующее влияние инертной анодной фазы (алмазов).

В качестве депассивирующей добавки в электролит вводятся ионы хлора, которые при концентрациях, превышающих критическую ($>0,5$ г/л), ввиду своей специфической адсорбции и образования хорошо растворимых солей, значительно увеличивают скорость анодного растворения. Однако при концентрации более 12 г/л и значительной поляризации на аноде может наблюдаться процесс выделения газообразного хлора, что снижает анодный выход по току и экологически небезопасно.

Для регулирования рН электролита применяют буферную добавку борную кислоту в количестве 45 г/л.

Из литературных источников неизвестен способ рекуперации алмазов и других сверхтвердых материалов из отходов инструментального производства и отработанного абразивного инструмента на основе кобальтовой связки с одновременной катодной утилизацией металлов связки в электролите, содержащем, г/л: сульфат кобальта - 150-450, борная кислота - 45, хлорид-ионы - 0,5-12, вода - остальное, при анодной плотности тока 300-500 А/м², температуре 30-60 °С, вибрации анодного устройства, где извлечение кобальта и меди осуществляется на титановом катоде с гладкой поверхностью, и нами предлагается впервые.

Изобретение поясняется примером.

Пример.

Предварительно очищенный от механических загрязнений и химически обезжиренный (ГОСТ 9.305-84) некондиционный инструмент на металлической связке, содержащей 72 % кобальта, 8,8 % меди, 1,2 % олова, 2 % гидрида титана, 16 % карбида хрома, был подвергнут электрохимической рекуперации в водном электролите следующего состава, г/л:

сульфат кобальта	300
борная кислота	45
хлорид-ионы	9
вода	остальное.

Анодная плотность тока 400 А/дм².

Температура 45 °С.

Активирование поверхности алмазно-металлической композиции и интенсификация гидродинамического режима проводились с использованием вибрирующего анодного устройства. Частота колебаний составляла 50 Гц, амплитуда $0,5-5 \cdot 10^{-3}$ м. В качестве катода использовали титан марки ВТ0 с гладкой поверхностью.

При этом анодный выход по току составил 68 %. Металлическая составляющая связки извлекалась на катоде в компактной форме с выходом по току 92 %. Удельные энергозатраты - 4,4 кВт·ч/кг. Кратность использования электролита - 90 циклов.

Аналогично был проведен ряд опытов при граничных значениях заявляемых параметров, результаты которых приведены в таблице.

BY 5373 C1

При мер	Состав водного электролита, г/л			Температура, °С	Анодная плотность тока, А/м ²	Анодный выход по току ВТ _а , %	Извлечение металлов связки с ВТ _к , %	Удельные энергозатраты, кВт·ч/кг	Примечания
	CoSO ₄	H ₃ BO ₃	Cl ⁻						
1	300	45	9	45	400	68	92	4,7	Для всех случаев: кратность использования растворов 90-100 циклов; процесс рекуперации алмазов протекает без образования экологически опасных побочных продуктов
2	150	45	9	45	400	77	86	3,9	
3	450	45	9	45	400	60	95	5,0	
4	300	45	9	30	400	62	77	4,8	
5	300	45	9	60	400	82	94	3,6	
6	300	45	0,5	45	400	62	92	4,8	
7	300	45	12	45	400	67	92	4,5	
8	300	45	9	45	300	73	95	4,1	
9	300	45	9	45	500	60	86	5,0	
10	(прототип) HNO ₃ - 10 мас. % NaF - 4мас. %			20	1100	167	0	3,6	Однократное использование электролита, образование металлической фазы в растворе, катодное выделение нитрозных газов

Из данных таблицы видно, что предлагаемый способ позволяет при рекуперации алмазов одновременно извлекать дорогостоящую металлическую составляющую связки с катодным выходом по току 77-95 %, многократно использовать рабочий электролит при соизмеримыми с прототипом анодным выходом по току и удельными энергозатратами.

Предлагаемый способ дает возможность рекуперировать алмазы из отходов инструментального производства и отработанного абразивного инструмента на основе кобальтовой связки, утилизировать металлы связки в форме, пригодной для дальнейшего использования, предотвратить сброс экологически опасных отработанных растворов и выброс в атмосферу агрессивных трудно утилизируемых газообразных побочных продуктов, кроме того, способ прост в аппаратурном оформлении, обслуживании и автоматизации.

Источники информации:

1. Исаев Р.Н. Сверхтвердые материалы. - 1989. - № 2. - С. 30-37.
2. А.с. СССР 1528727, МПК С 01В 31/06, С 25В 1/00, 1989 (прототип).