

[19] 中华人民共和国专利局

[51] Int.Cl.⁴

B03B 5 / 44

B01J 3 / 06



[12] 发明专利申请公开说明书

[11] CN 86 1 00026 A

[43] 公开日 1987 年 9 月 30 日

(21) 申请号 86 1 00026

(22) 申请日 86.1.7

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所

地址 贵阳市观水路 67 号

(72) 发明人 谢鸿森 周 正 张月明 徐惠刚

(74) 专利代理机构 贵州省专利服务中心

代理人 王道连

(54) 发明名称 人造金刚石与石墨离心分选新方法

(57) 摘要

采用 J—10 重液直接与人造金刚石的解离原样混合，经离心分选，比重小的石墨漂浮在离心管的上部，而比重大的金刚石下沉至离心管的底部。倒出石墨，便得到沉于管底的人造金刚石。

J—10 重液为一种无臭、无毒、无环境污染、价廉的透明液体。本发明能消除强酸碱对环境及操作人员的危害；人造金刚石回收率在 99.5 % 以上；生产成本为 1.5 分 / 克拉，大大低于现行方法。

权 利 要 求 书

1. 一种人造金刚石与石墨离心分选的新方法。其特征在于应用重质分选介质 J—10，将电解或用酸浸法使试棒中的人造金刚石与石墨达到解离的混合料（以下简称混合料）进行离心分离，然后经过滤获得金刚石精矿。使用过的分选介质均可重复使用，附着在金刚石表面的少量 J—10 介质，可用水洗下，经脱水后能再次使用。
- 2 权项 1 所说的重质分选介质 J—10，是一种可以和水（水可用自来水，但使用蒸馏水效果更佳）按一定比例配制的重液。
3. 权项 1 中所说的离心分选，是将分选介质 J—10 与球磨后的混合料按一定比例混合后，放进离心机进行离心分层。其最佳比例为 100 克混合料加 200 毫升 J—10 重液。
4. 权项 1 中所说的过滤分离，是指既可采用真空泵与玻璃漏斗连接的抽吸系统完成；也可直接使用过滤机完成。

说 明 书

人造金刚石与石墨离心分选新方法

本发明是人造金刚石生产过程中的一种分选新方法，用于对已合成的人造金刚石与未转变成金刚石的石墨进行有效分离，从而达到精选出人造金刚石之目的。

金刚石的合成试棒中，除了有人造金刚石之外，还有剩余的大量石墨、触媒合金以及夹杂的传压介质----叶腊石碎块。在国内外已有的提纯金刚石技术中，最大的困难是除石墨，因为在高压下只有五分之一左右的石墨被转变成金刚石，其余石墨仍混在合成试棒中。由于石墨具有很好的化学稳定性，一般的酸不能溶解它。目前的金刚石厂家均采用高氯酸或硝酸和硫酸的混合酸来氧化它，使石墨被氧化成气体与金刚石分离。由于要用大量的高氯酸或硫酸、硝酸和盐酸等强酸进行化学处理，并在高温条件下进行，致使大量的酸蒸气、硫酰 NO 和 NO_2 气体伴随着被氧化石墨所生成的气体一起排出，不仅对环境有严重的污染，对操作人员的健康亦有很大的损害。同时，高温下煮沸高氯酸还有易爆的不安全因素。为此，中国科学院地球化学研究所曾在七十年代帮助生产厂家建立起使用摇床分选金刚石的方法。然而该方法有其不足之处，因为摇床分选用水做载体，而金刚石具有强疏水性，故使部分金刚石流失，特别是细颗粒的金刚石流失十分严重。采用以上分选金刚石的方法，费用比较高，成本为每克拉6--7分，而且劳动强度大。另外，在高温下高氯酸和碳酸钠对金刚石有较强的氧化溶蚀作用，造成金刚石的损失。

鉴于上述情况，特发明人造金刚石与石墨离心分选新方法。其目的在于消除污染、降低成本、提高人造金刚石的回收率，避免人造金刚石的流失。

本发明的具体内容是：

1. 将电解或用酸浸法使试棒中的人造金刚石与石墨达到解离的混合料（以下简称混合料）球磨30分钟。
2. 将球磨后的混合料与分选介质 J-10 放入离心管中，离心管容积是250毫升，其比例为：球磨后的混合料100 克，分选介质200 毫克，离心分选5 分钟后停机，搅匀后再启动离心机离心10分钟，石墨即与金刚石和比重较大的杂质----如触媒合金和金属化合物等，产生分层。石墨浮于上面，金刚石和比重较大的杂质沉降在离心管的底部。
3. 将金刚石与分选介质倒入玻砂漏斗中，或直接倾入过滤机中进行过滤，玻砂漏斗装在真空抽气瓶上，与真空机械泵连接，启动真空泵，使真空抽气瓶中的空气被排放，瓶中压力降低，分选介质溶液被过滤到瓶中，这样既达到了金刚石与分选介质分离的目的，同时又回收了分选介质。
4. 将粘附在金刚石表面的少量分选介质用水直接在玻砂漏斗上清洗，洗下

的分选介质经脱水后即可重复使用(见附图)。

本发明的特点是：借助分选介质用其物理性质的不同，进行石墨与人造金刚石的分离，而分选介质 J--10. (由中国科学院地球化学研究所负责供应)无毒、无臭，对人体和环境不造成污染，操作方便、安全可靠、无任何危害性，而且可以回收重复使用，分选效果好，可使混合料中的石墨从人造金刚石里除去，人造金刚石的回收率可达到99.5%以上，并且对人造金刚石的粗细颗粒度不限。被分选出的金刚石中还有部分电解剩余的触媒合金和高压下生成的金属碳化物等，这些物质只需使用少量的稀酸和碱进行处理即可得到纯的人造金属石。其分选成本为1.5 分／克拉。采用本发明，不仅分选效率高，还能大大节省分选时间，降低劳动强度，在清洗过程中人造金刚石 (包括细颗粒金刚石)无流失，成本比国内外现用的其它方法大大降低。

下面举一实例来说明。

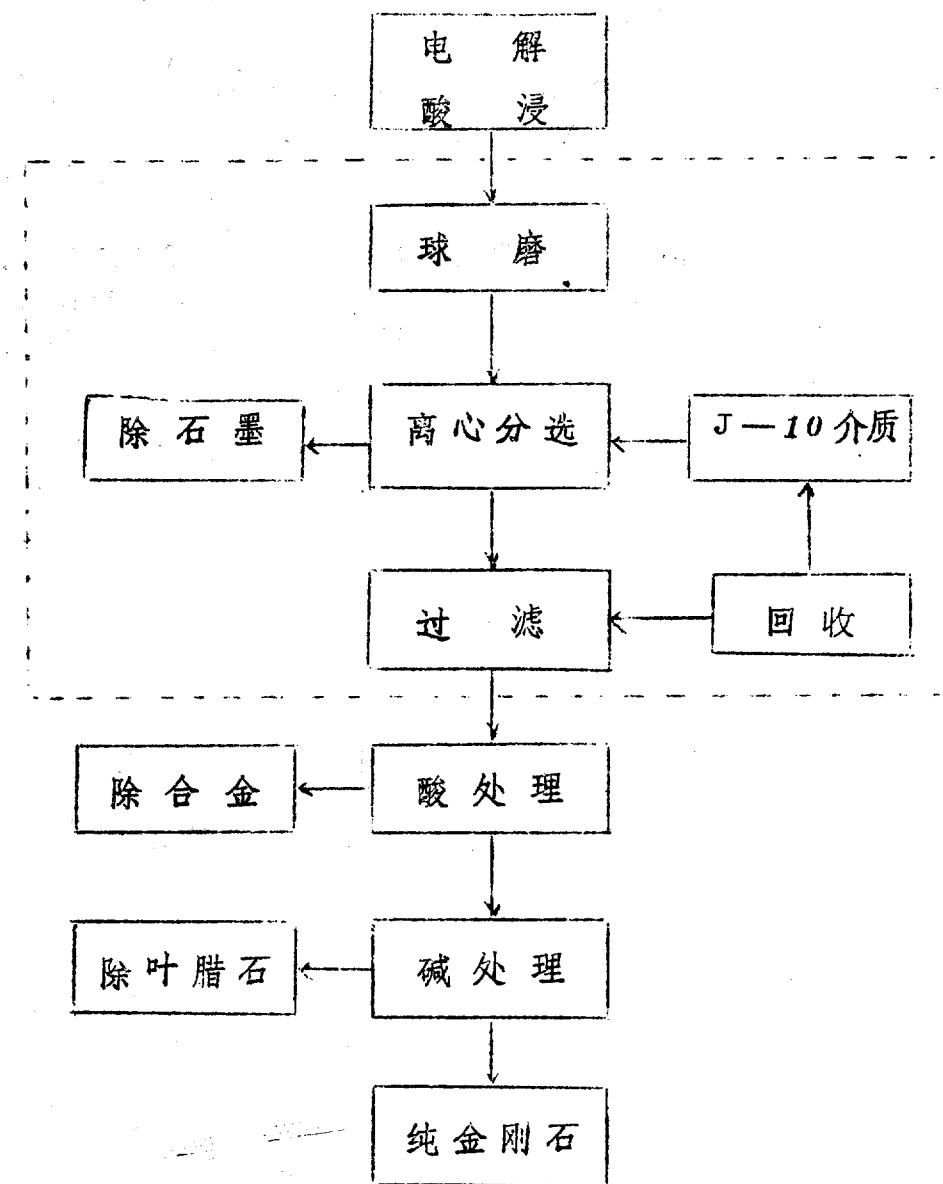
将解离开的混合料每次称取四份，每份重 100克，分别加入四个 250毫升的离心管里，向每个管里倒入 J--10 重液 200 毫升，用玻璃棒搅动使之充分混匀。开动离心机，使转速达1500转／分，运转 5分钟，自动停机后，再用玻璃棒对各离心管里的上浮样品搅动一次，进行再次离心，所用转速加大为2000 转／分，离心时间10分钟。

停机后可清楚见到石墨完全浮于离心管的上部，而人造金刚石则下沉在离心管的底部，离心管的中部为透明的 J--10重液。

把离心管上部的石墨倒进抽气漏斗上或过滤机上过滤，滤出的重液可直接重复使用，把离心管底部的人造金刚石倒进另一抽气漏斗中过滤。

用水在漏斗上清洗人造金刚石后，得到人造金刚石精矿。

说 明 书 附 图



附图 分离石墨流程方框图