

ZNOVUZÍSKÁVÁNÍ DIAMANTOVÉHO PRÁŠKU Z OPOTŘEBENÝCH DIAMANTOVÝCH NÁSTROJŮ

Ing. Jan BARTOŇ, CSc., Ing. Jiří KAPLÁNEK, Vlastimil KRATOCHVÍL, Pavel MOUČKA, Josef TOMEŠKA
Crystalax, státní podnik, Výzkumný ústav užitkového skla, Nový Bor

621.921.34
621.922.34

Článek uvádí základní teoretické a literární podklady k problematice získávání diamantového prášku z opotřebených, již nefunkčních diamantových nástrojů a shrnuje výsledky dosavadních prací, zaměřených na opětovné využití diamantového zrna z opotřebených nástrojů, používaných při mechanickém opracování užitkového skla.

Úvod

V posledních dvou desetiletích jsme ve sklářské výrobě zaznamenali prudký rozmach aplikací diamantových nástrojů při mechanickém prvotřačném i dekorativním opracování výrobků. Souvisí to s rozvojem výroby syntetických diamantových pršků, s jejich zkvalitňováním a v určité míře i zlevňováním.

Při provozním používání se diamantové nástroje opotřebují. To vede k postupnému snižování jejich pracovní schopnosti a nakonec při značném poklesu výkonu a kvality broušení k jejich vyřazení. Přitom opotřebené nástroje obsahují, vzhledem k nerovnoměrnému opotřebení jejich aktivní diamantonosné vrstvy, nevyužitý podíl diamantových částic. Tato skutečnost je objektivní a projevuje se i u velmi kvalitně vyrobených nástrojů. Proto se naskytá otázka, zda by nebylo ekonomicky účelné získávat z opotřebených diamantových nástrojů diamantový prášek, využitelný při výrobě nových nástrojů.

Teoretické a literární poznatky

Před zahájením i v průběhu řešení úkolu zaměřeného na získávání diamantového prášku z opotřebených diamantových nástrojů byla související problematika řešena sledována. Některé významné poznatky, které bylo třeba vzít v úvahu při řešení úkolu, zde ve stručnosti uvedeme.

Diamantové nástroje se všeobecně skládají z tělesa a z pracovní části. Pracovní část nástroje sestává z diamantového prášku a vazby. Diamantový prášek je definován [1] jako soubor diamantových zrn, která mají rozměr do 800 μm . Vazbu představuje látka nebo soubor látek, používaných k upevnění diamantových zrn v nástroji.

Vazby diamantových nástrojů se rozdělují [2] do těchto základních skupin:

- kovové (slinované a galvanické)
- pryskyřičné
- keramické
- elastické.

Při opracování skla a obdobných křehkých materiálů se v praxi uplatňují především diamantové nástroje s kovovou vazbou, a to slinovanou nebo galvanickou. Vyjádření koncentrace diamantu v těchto vazbách bylo teoreticky zpracováno [3].

Pro získání diamantového prášku z opotřebených nástrojů je sklářství je tedy zapotřebí oddělit

diamantová zrna od kovového materiálu vazby a následně je vyčistit. Přitom je třeba volit takové postupy, které chemicky ani tepelně nemohou vést k narušení diamantových zrn nebo k jejich grafitizaci.

Vlastnosti syntetického diamantu byly charakterizovány v mnoha literárních pramenech, z nichž lze připomenout alespoň dvě tuzecké primární dostupné práce [4, 5]. Také chemická odolnost diamantu proti působení minerálních kyselin, kapalných oxidačních prostředků i plynného prostředí byla předmětem zkoumání [6, 7]. Syntetický diamant prakticky nereaguje s minerálními kyselinami, ale alkalické taveniny NaOH a NaNO_3 na něj působí v určité míře již od teploty 500 $^{\circ}\text{C}$ a se zvyšující se teplotou rozkladné účinky rostou. Grafitizace diamantu je termodynamicky možná již od teplot kolem 600 $^{\circ}\text{C}$, v praxi však s dostatečnou rychlostí probíhá až za teplot vyšších.

Pro oddělování diamantových zrn od kovové vazby ze zbytků opotřebených diamantových nástrojů je proto možné použít metody založené na rozpouštění vazby působením různých anorganických kyselin a jejich směsí [8]. V dostupné literatuře byla publikována skupina prací, které uvádějí konkrétní postupy rozpouštění, vzájemně zpravidla ke kovovým vazbám určitého typu, které obsahují vymezený okruh kovů. V chemických rozkladných směsích se uplatňují především kyseliny chlorovodíková a dusičná. Pro případ použití HCl byl publikován důkladný průzkum [9] zaměřený na optimalizaci podmínek rozpouštění kovové vazby. Proměnnými veličinami byly teplota, čas, množství opracovávaného materiálu, koncentrace a spotřeba kyseliny. Metodicky je postup aplikovatelný i pro jiné směsi. Z konkrétních postupů založených na rozpouštění vazby ve směsi kyselin lze z našeho hlediska upozornit alespoň ještě na poučné řešení navržené v Leningradské sklárně užitkového skla [12].

Pro rozpouštění některých typů kovových vazeb je možné využít také roztoky solí, např. chloridů mědi nebo železa [10], nebo octanu měďnatého [8].

Další možností oddělení kovových vazeb od diamantových zrn spočívají v elektrolytickém rozpouštění kovových složek. Konkrétní postupy včetně parametrů elektrolytické lázně a příslušná zařízení uvádějí např. patenty NDR [13, 14].

Ve specifických případech se uplatňuje kombinace elektrolytického rozkladu a chemického zpracování. Za příklad může sloužit čl. patent [11], uvádějící způsob zpětného získávání diamantů a cenných kovových složek z vyřazených vrtných korunek.

Na chemické nebo elektrolytické rozpouštění kovových vazeb opotřebených diamantových nástrojů navazuje chemické čištění diamantových pršků. Při této operaci lze využít i početné publikované zkušenosti, které se týkají čištění syntetického dia-

mantu při výrobě. K významným nečistotám totiž patří vedle zbytků grafitu také kovy používané jako katalyzátory při výrobě diamantu za vysokých teplot a tlaků. Čištěním diamantových částic se zabývá řada patentů a časopiseckých článků [8]. Upozorňujeme alespoň na komplexně pojatý postup charakterizovaný E. Kozłowskou a J. Panczykem [15].

Vyčištěné a vysušené diamantové částice je dále třeba podrobit zrnitostnímu třídění. Pro hodnocení zrnitosti a granulometrického složení diamantových prášků platí v ČSSR státní norma [16]. Kontrolou dalších jakostních charakteristik diamantových prášků se zabývá řada prací. U znovuzískaných produktů — diamantových zrn — je třeba dosáhnout kvality srovnatelné se syntetickým diamantem.

Nejdůležitějším kritériem pro hodnocení kvality diamantových prášků je z praktického hlediska srovnání účinků analogických nástrojů, vyrobených z komerčního syntetického diamantu, a z diamantového prášku znovuzískaného z opotřebovaných diamantových nástrojů. Hodnocení se provádí komplexně [17].

Na podkladě těchto zkoušek je možné určit mezní poměr nového a znovuzískaného diamantového prášku v nové vyráběných nástrojích, případně rozhodnout o úplné rovnocennosti znovuzískaného prášku. Přitom u nástrojů s galvanickou vazbou, obsahující jedinou vrstvu diamantových částic, půjde zpravidla o částečnou náhradu. U nástrojů se sliňovanou kovovou vazbou je žádoucí taková kvalita diamantových prášků, která umožní úplnou náhradu.

Součástí řešení znovuzískávání diamantového prášku musí být technologický postup pro zneškodňování odpadních kapalin a odpadních plynů z procesu rozkladu kovové vazby i následného čištění diamantových zrn. Ekonomii řešení může zlepšit i znovuzískávání některých kovových složek, které jsou ve vazbách nejvíce zastoupeny, případně převedení odpadních produktů do formy zpracovatelné externím pracovištěm. Řešení tohoto problému není zpravidla zahrnuto v pracích, které pojednávají o znovuzískávání diamantového zrna. Je však možné využít poznatky o čištění odpadních kapalin z výroby syntetického diamantu [18, 19] a velmi početnou literaturu o čištění kyselých odpadních kapalin i odpadních plynů, pojatou z obecnějšího hlediska, případně pro jiné účely.

Znovuzískávání diamantových prášků z opotřebovaných a již nefunkčních nástrojů není ze všeobecného hlediska pro stránce technické a technologické obtížný problém. Klíčovým úkolem však je sestavení ekonomicky výhodného postupu vyhovujícího pro daný typ kovové vazby a pro daná konstrukční řešení diamantových nástrojů. Odlišný přístup vyžadují nástroje se sliňovanou vazbou a s objemnou pracovní vrstvou a nástroje s tenkou vrstvou diamantových zrn v galvanické vazbě. U nástrojů s objemnou pracovní vrstvou je třeba při předběžné úpravě dosáhnout co nejdokonalejší mechanické oddělení diamantonosné pracovní vrstvy od tělesa nástroje a provést zdrobnění oddělených zlomků pracovní vrstvy pro usnadnění chemického nebo elektrochemického rozpouštění. U tvarově složitých nástrojů s poměrně malým zbytkem diamant-

tonosné vrstvy oddělované spolu se značným přebytkem hmoty tělesa nástroje je třeba zvlášť důkladně posoudit ekonomii. Hlavním úkolem v případě jednosložkové galvanické vazby je nalézt velmi selektivní postup umožňující rozpouštění kovu vazby (zpravidla niklu) a zároveň zaručující nerozpustnost tělesa nástroje pro jeho případné opětovné použití.

Zaměření a výsledky prací ve VÚUS

Praktické řešení problematiky znovuzískávání diamantových prášků z opotřebovaných nástrojů, používaných při mechanickém opracování sklářských výrobků v závodech s. p. Crystalex, bylo nutné zaměřit na dva základní druhy diamantových nástrojů s kovovou vazbou [17]:

- a) nástroje s galvanickou vazbou, která se vytváří elektrochemicky. Nástroje jsou zpravidla jednovrstvé, tzn. z funkční plochy pokrývá jedna vrstva těsně vedle sebe umístěných diamantových zrn, zachycená v galvanicky nanášené vrstvičce niklu na nosném tělese;
- b) nástroje se sliňovanou kovovou vazbou. Vyrábějí se postupem práškové metalurgie.

Sliňované nástroje používané v s. p. Crystalex obsahují jako hlavní složku kovové vazby měď. Dále obsahují vymezená množství cínu, niklu, případně železa, kobaltu, zinku a malé množství wolframu.

Z uvedené odlišnosti obou nástrojů vyplývá nutnost samostatného řešení znovuzískávání diamantových prášků v obou případech.

Řešení regenerace opotřebovaných zavrtávacích nástrojů

Galvanická vazba se uplatňuje u diamantových zavrtávacích nástrojů — trnů a korunek, určených pro zabrušování otvorů do skleněných lahví a ploch skleněných zátek do těchto lahví.

Při používání těchto nástrojů dochází k postupnému otupování vyčnívajících částí diamantových zrn; a tím ke snížení brusné schopnosti nástrojů. Při jejím poklesu pod provozní únosnou hranici se zavrtávací nástroje vyřazují a nahrazují novými.

Cílem řešení bylo odstranit niklovou galvanickou vrstvu z tělesa nástrojů, uvolnit a separovat diamantová zrna a dále umožnit opětovné využití nosného ocelového tělesa. Vzhledem k tomu, že v těchto nástrojích jsou diamantová zrna vystavena dosti velkému zatížení, uvažuje se o použití znovuzískaných zrn ve směsi s novým syntetickým diamantovým práškem.

Na základě provedeného výzkumu byla provozně zavedena regenerace opotřebovaných vytrhovaných zavrtávacích nástrojů, které jsou zhotoveny galvanickým způsobem. Řešení spočívá v tom, že se odstraní niklová vrstva kotvicí diamantová zrna na funkčních plochách nástrojů a současně se uvolní opotřebovaná diamantová zrna. Podmínkou je opětná použitelnost těles nástrojů k nanášení nové diamantové vrstvy. To vyžaduje použití takové metody, kdy při odstranění niklu nedojde k narušení povrchu funkčních ploch nástrojů. Odstranění kotvicí niklové vrstvy je proto řešeno metodou elektrochemickou. Nástroje jsou upevněny ve zvláštních pří-

pravečích, které tvoří závěsy vodivé spojené s okrajem odníkací nádob. Do přípravků je možné umístit libovolnou velikost daného typu nástroje. Elektrody tvoří podle druhu nástroje buď olověné kruhové tyče, nebo prstence. Jako elektrolyt se používá zředěná kyselina sírová s přídavkem glycerinu. Proudová hustota se volí v rozmezí 1,5 až 2,5 A na jeden nástroj a je závislá na velikosti odníkavé plochy. Do jedné odníkací nádoby je možno umístit pět nástrojů, což je kapacita odpovídající kapacitním možnostem navazující operace opětovného nanášení nových vrstev. Vyčerpání odníkavé lázně se likviduje neutralizací v závodě na chemické leštění skla.

Uvedeným postupem se sleduje jednak využití opotřebeného diamantového zrna, jednak možnost několikanásobného využití těles nástrojů, jejichž výroba je pracná a materiálově náročná. Popsaný postup je provozně ověřen a tyto nástroje vykazují srovnatelné parametry s nástroji s novými tělesy.

Znovuzískávání diamantových prášků z opotřebených nástrojů s kovovou sliňovanou vazbou

Řešení bylo třeba zaměřit na tvarové rozmanitý sortiment diamantových nástrojů s kovovými vazbami typu VUUS a DIAS. Jde o rozmanité typy nástrojů, používaných při operacích hrubého i jemného broušení v ruční i strojní výrobě.

Technologie znovuzískávání diamantových prášků z kovové sliňované vazby začíná pečlivým oddělením vlastní kovové vazby s diamantovým práškem od tělesa nástroje, zpravidla kotočce. Kovová vazba s diamantovým práškem je potom na speciálním lise rozdrcena na zlomky, čímž se dosáhne zvětšení povrchu, který je ve styku s rozkladnými láznemi. Parametry chemické technologie jsou voleny tak, aby byl dosažen požadovaný výkon procesu a kvalita diamantového prášku. Proces kombinuje vhodným způsobem působení technických kyselin na kovovou vazbu. Jde o kyselinu sírovou, chlorovodíkovou, fluorovodíkovou a dusičnou. Teplota rafinace kovové vazby působením anorganických kyselin se v jednotlivých etapách (fázích) pohybuje ve značném rozmezí teplot. Pracuje se ve skleněných aparaturách a v nádobkách z plastů. Plyné exhaláty z procesu jsou zachycovány v louhové pračce. Kyselé odpadní vody z procesu jsou neutralizovány v neutralizační stanici kyselých odpadních vod z chemického leštění skla. Účinnost technologického procesu z hlediska znovuzískávání diamantového prášku obsaženého v kovové vazbě je vyšší než 90 %.

Proces je realizován zatím v laboratorním měřítku s roční kapacitou 7 kg diamantového prášku (v ceně asi 630 000,— Kčs). Z diamantového prášku získaného rafinací kyselinami byla separována frakce 40/50 µm a použita pro výrobu brusných kotočků, které vykazují brusné účinky srovnatelné s brusnými kotočci s novým diamantovým práškem.

Závěr

Ve státním podniku Crystalex je organizačně zajištěn výkup opotřebených diamantových nástrojů ze všech závodů. Na pracovišti, kde se provádí regenerace, se ze sliňovaných diamantových nástrojů snímá aktivní brusná vrstva. Zavrtávací nástroje jsou podrobeny přísné selekci, aby tělesa nástrojů použitá k nanášení nové brusné vrstvy vyhovovala funkčním požadavkům při broušení.

Regenerované zavrtávací nástroje byly již provozně ověřeny v několika výrobních sériích, běžný provoz byl zahájen v tomto roce.

První zkušenosti se skutečným provozem znovuzískávání diamantového prášku ze sliňovaných nástrojů ukazují, že se jedná o spolehlivou technologii, v níž dominuje zejména dodržování bezpečnosti při práci s horkými a koncentrovanými technickými anorganickými kyselinami.

Po získání dalších zkušeností s touto technologií se bude uvažovat o přenosu procesu z laboratorního skla do skla technického s dalším zvětšením kapacity výroby.

LITERATURA

- [1] ON 224604. Diamantové broušící nástroje.
- [2] MAJER, J.: Nové vazy diamantových broušících nástrojů a jejich použití. Strojní výroba, 25, 1977, č. 1, s. 67–70.
- [3] MATUŠEK, M. a kol.: Koncentrace diamantu v diamantových nástrojích s kovovou sliňovinou a galvanickou vazbou. Sklář a keramik, 34, 1984, č. 8, s. 221–224.
- [4] BARÁNEK, L.: Syntetické diamanty a nástroje. Náradie, 1983, č. 4, s. 9–12.
- [5] BROŽEK, V.: Kritický pohled na fyzikálně mechanické vlastnosti diamantu. In: Opracování skla diamanty. Hradec Králové 1983, s. 1–13.
- [6] KRUK, V. B.: Chémickeskaja stojkost sinteticheskichalmazov v vozduzstojem mineralnych kislot i židkofaznykh oksidatorach. Sinteticheskijalmaz, 7, 1975, č. 3, s. 13–15.
- [7] Naučný seminár „Vzájemodějství almazu s plynovými i židkými médii“. Sverchтвердые материалы, 1985, č. 5, s. 63–66.
- [8] ISAJEV, R. N.: Spósob izvlečienijaalmazov iz razlichnyhmaterialov i metody ich očistki. Sverchтвердые материалы, 1989, č. 2, s. 30–34.
- [9] BOGATYRAVA, G. P.: Issledovanie rastvorjenja metalličeskij sostavljajuščejalmazosoderžatiščichmaterialov. Sverchтвердые материалы, 1986, č. 4, s. 9–11.
- [10] Patent Japonsko 56-5684. Izvlečienjealmazu iz otrabotannogalmaznogoinstrumenta. Sverchтвердые материалы, 1981, č. 6, s. 79.
- [11] AO ČSSR 252 235. Zpósob zpětného získávání diamantů a kovových podílů z vyřazených vrtných korunk.
- [12] RUBAN, L. A.: Rekeracijaalmaznogo poroška iz iznošenogalmaznogoinstrumenta. Stěklo i keramika, 1976, č. 11, s. 33.
- [13] Patent NDR 151 333. Verfahren und Vorrichtung zur Rückgewinnung von Diamanten (prior. přihl. 221 535).
- [14] Patent NDR 226 020. Vorrichtung zur Werkstoffgewinnung (prior. přihl. 261 406).
- [15] KOZŁOWSKA, E. — PANCZYK, J.: Obrobka chemiczna i segregacja syntetycznego ziarna diamantowego. Szkło i ceramika, 36, 1979, č. 5, s. 131–132.
- [16] ČSN 22 4015. Diamantové prášky — Zrnitost a granulometrické složení.
- [17] TOMESKA, J.: Diamantové nástroje v uživatelském skle. Technický zpravodaj o p. Crystalex, 1985, č. 14, s. 1–15.
- [18] KÁLAŁOVÁ, E. — KOVÁŘOVÁ, Z.: Použití ionexu Ostion KS v procesu regenerace katalyticky aktivních kovů z výroby syntetických diamantů. Chemický průmysl, 34/59, 1984, č. 5, s. 241–243.
- [19] BRANDEL, W. a kol.: Neutralizacija sciekow powstalych po chemicznej obróbce diamantow syntetycznych. Przemysł chemiczny, 59/7, 1980, s. 400–403.