

Инструмент, порошки, пасты

УДК 621.921.34

В. А. Муханов, И. М. Филиппов, В. С. Коваленко
(г. Александров Владимирской области, Россия)

Извлечение работоспособных абразивных порошков из отработанных абразивно-масляных взвесей — отходов штрипсовой распиловки

Описаны методики выделения порошков алмаза из алмазо-сапфиро-масляных взвесей и карбидов кремния и бора из абразивно-кварце-масляных суспензий для повторного использования.

Ключевые слова: *штрипсовая распиловка, абразивно-масляная смесь, алмазо-сапфиро-масляная взвесь, абразивно-кварце-масляная суспензия, карбид кремния, карбид бора.*

В промышленности широко применяют штрипсовую распиловку различных материалов, в частности, кварца [1—3], с использованием абразивно-масляной суспензии из трансформаторного масла и карбида кремния или карбида бора, а также штрипсовую распиловку сапфира с использованием в качестве абразива микропорошков алмаза.

Наиболее эффективным способом разделки монокристаллов сапфира, используемым во ВНИИ синтеза минерального сырья, является штрипсовая распиловка с помощью абразивно-масляной смеси. В качестве абразива используют в основном алмазные микропорошки типа АСН размером по водной классификации от 60/40 до 14/10 мкм. Порошки карбида бора можно использовать только при распиловке кристаллов сапфира толщиной менее 30 мм — скорость распиловки по сравнению с алмазной снижается в 5—10 раз, из-за чего происходит износ и разрыв стальных штрипс (тонких полосок из специальной стали шириной 8 мм и толщиной 0,35 мм) до окончания процесса распиловки. Порошки кубического нитрида бора имеют меньшую абразивную способность и более дорогие, чем алмазные, использовать их при распиловке сапфира нецелесообразно.

Алмазная штрипсовая распиловка сапфира очень эффективна, однако ее недостатком является высокая стоимость алмазных микропорошков (до 500 долларов США за килограмм), поэтому недорогое и простое извлечение работоспособного алмазного микропорошка из отработанной алмазо-сапфиро-масляной смеси крайне актуально.

© В. А. МУХАНОВ, И. М. ФИЛИППОВ, В. С. КОВАЛЕНКО, 2010

Цель настоящей работы заключалась в создании простой и дешевой методики извлечения работоспособного абразива и трансформаторного масла из отработанной абразивно-масляной взвеси.

Следует отметить, что в ходе штрипсовой распиловки сапфира получают мелкие частицы размером в основном от 1 до 5 мкм, а от частиц алмаза откалываются мелкие частицы размером в основном от 0,1 до 3 мкм. В небольшом количестве откалываются и более крупные (до 20 мкм) частицы сапфира, но их немного по общей массе. Зерна алмаза также постепенно разрушаются на сравнительно крупные фрагменты размером 10—30 мкм. Количество таких фрагментов увеличивается и они имеют несколько меньшую абразивную способность, чем исходные порошки.

Таким образом, отработанная алмазо-сапфиро-масляная смесь содержит частицы, сильно отличающиеся по размерам, и для их разделения может быть использовано явление седиментации: скорость осаждения v шарообразных частиц вещества А плотностью ρ_A в жидкости В с вязкостью η_B и плотностью ρ_B может быть описана в первом приближении формулой Стокса:

$$v = \frac{g(\rho_A - \rho_B)d_A^2}{18\eta_B},$$

где $g = 9,81 \text{ м/с}^2$; d_A — диаметр частиц вещества А. Таким образом, для выделения сравнительно крупных частиц алмаза, остающихся в сапфиро-масляной смеси, можно использовать разницу скоростей осаждения зерен разного размера (т. е. фактически расслоение масляной взвеси по слоям с различным дисперсным составом частиц).

Гранулометрический состав микропорошков определяли с помощью микроскопа МЕТАМ, а фазовый состав алмазо-сапфиро-масляных смесей — по массам исходных алмаза и масла, массам срезанных сапфира и стекла, а также сплюснутых железных шаров. В промежуточных смесях соотношение алмаза и сапфира оценивали методом количественного рентгенофазового анализа на дифрактометре ДРОН-3, а долю стекла и железа — полуколичественным спектральным анализом на натрий и железо. Весовую долю трансформаторного масла в смесях оценивали по потере веса при прокаливании пробы на воздухе при 500 °С.

В качестве исходной абразивно-масляной смеси для штрипсовой распиловки сапфира использовали взвесь 3,5 кг микропорошка алмаза в 8,5 л (7,57 кг) трансформаторного масла. Такой заправки хватало на пять-семь циклов распиловки. Штрипсы (от 100 до 200 шт.) меняли после каждого цикла распиловки. Постепенно взвесь обогащалась микропорошком сапфира и загустевала, а скорость распиловки падала. После пяти-семи циклов получалась густая взвесь следующего состава: 3,5 кг алмаза, 8,5 кг сапфирового порошка, 8,5 л (7,57 кг) трансформаторного масла, до 0,5 кг мелкодисперсного железа из штрипс, до 0,3 кг порошка стекла из стеклянных пластин, к которым были прикреплены кристаллы сапфира. Эту взвесь тщательно перемешивали и пропускали для удаления большей части железа через магнитный сепаратор плоскошлифовального станка, затем помещали в цилиндрическую емкость объемом 13 л с отношением высоты к диаметру равным 1,6.

После отстаивания взвеси при 20 °С в течение семи суток образовывалось три слоя: верхний слой представлял собой 3,5 л практически чистого трансформаторного масла; второй слой объемом порядка 7,2 л — смесь 1,75 кг мелкого алмаза, 8 кг мелкодисперсного сапфира, 0,1 кг железа, 0,2 кг стекла и

4,4 л (3,9 кг) масла; между вторым и третьим слоем находилась тонкая черная прослойка железа; третий слой объемом около 1,3 л представлял собой смесь 1,75 кг сравнительно крупного алмазного порошка (при использовании исходного порошка размером 40/28 мкм получалась в основном фракция 28/20 мкм), 0,5 кг порошка сапфира, 0,1 кг порошка стекла, 0,1 кг порошка железа, а также 0,6 л (0,53 кг) масла. Верхний слой масла аккуратно сливали в отдельную емкость и использовали при дальнейшей распиловке. Второй жидкий слой сливали в специальную емкость большого объема и оставляли отстаиваться на два-три месяца, при этом удавалось дополнительно отделить до 2,5 л трансформаторного масла из 7,2 литров второго слоя.

Из двух циклов физической рекуперации брали третьи слои и использовали в новом цикле распиловки: скорость распиловки при этом снижалась на 10—15 %, а количество циклов уменьшалось с семи до пяти. В дальнейшем циклы рекуперации повторяли и алмазный порошок изнашивался практически полностью. Отстоявшиеся в специальных емкостях плотные вторые слои направляли на химическое извлечение алмаза по методике, описанной в [4]: сапфино-алмазную массу обжигали в тиглях из нержавеющей стали для выжигания остатков масла, затем обрабатывали для удаления железа горячей соляной кислотой, промывали, отфильтровывали и обрабатывали расплавом гидроксида калия с небольшим количеством нитрата калия при 540 °С. При этом сапфир растворялся, расплавленную смесь размывали холодной водой, алмазный порошок промывали, затем обрабатывали соляной кислотой, вновь промывали и классифицировали в дистиллированной воде. Полученные микропорошки использовали при штрипсовой распиловке и шлифовке сапфира [4]. В этих порошках алмаза обычно оставалось от 1 до 3 % (по массе) сапфира.

Расход химических реагентов для выделения 1000 карат алмаза из сапфировых шламов представлен в табл. 1, а гранулометрический состав полученных алмазов — в табл. 2.

Таблица 1. Расход химических реагентов и электроэнергии для выделения 1000 карат алмаза из прокаленной сапфировой шихты (содержание алмаза — 17 % (по массе))

Материалы	Масса, кг	Цена (ноябрь 2009 г.), руб./кг	Сумма, руб.
HCl (30 %)	2	2,5	5
KOH	4	50	200
KNO ₃	0,3	20	6
Электроэнергия, кВт	10	3	30
Итого:			241

Таблица 2. Распределение по зернистости алмазов, выделенных химическим путем из сапфирового шлама (второй слой); исходные алмазные порошки (60/40 и 40/28 мкм) — 1:1 по массе [4]

Размер, мкм	60/40	40/28	28/20	20/14	14/10	Менее 10
Доля, % (по массе)	2	4	35	20	17	22

Описанная методика позволяет резко снизить материальные затраты при разделке монокристаллов сапфира: затраты порошков алмаза снижаются вдвое (а при химическом выделении — четверо), а из 8,5 л исходного трансформаторного масла удается повторно использовать до 6 л (70 %).

Аналогично проводили выделение работоспособных порошков карбида кремния и бора из абразивно-масляных смесей. После завершения цикла распиловки получали отработанную густую взвесь в масле частиц абразива и мелкодисперсного кварца. При ее дальнейшем использовании значительно снижалась скорость распиловки несмотря на все еще значительное содержание крупных зерен абразива в этой суспензии. Это происходило вследствие увеличения вязкости смеси с ростом содержания мелкодисперсного кварца и снижения удельной концентрации абразива.

После распиловки абразивно-кварце-масляную взвесь обычно сливают в 200-литровую бочку до ее полного заполнения. Раньше после отстаивания в течение 40—60 дней отделяли верхний слой (70—80 %) трансформаторного масла для повторного использования, а оставшийся осадок, содержащий значительное количество работоспособного абразива, отправляли на свалку, несмотря на сравнительно высокую цену абразива: 1 кг зеленого карбида кремния стоит 4—5 долларов США, а 1 кг карбида бора — 15—20 долларов. Поэтому было крайне необходимо разработать простую методику выделения из смесей работоспособных порошков абразива.

В качестве объекта исследования использовали отработанную (после одного цикла распиловки кварца) масляно-абразивную суспензию, содержащую 4,5 кг карбида кремния, 8 л (7,12 кг) трансформаторного масла и 2,2 кг мелкодисперсного кварца с размером частиц в основном менее 5 мкм. Часть карбида кремния истиралась в мелкий порошок, но основная масса SiC имела размер более 20 мкм.

Отработанную суспензию (~ 10,3 л) переливали при интенсивном перемешивании в цилиндрическую емкость объемом 13 л (отношение высоты к диаметру — 1,6) и оставляли отстаиваться пять-семь суток при 20 °С. В результате происходило расслоение исходной массы суспензии — образовывались три достаточно четко отделенных друг от друга слоя: верхний представлял собой осветленное масло с незначительной примесью мелкодисперсного кварца, объем слоя — 4,5 л (толщина — 11,8 см); второй слой представлял собой взвесь в масле мелкодисперсного кварца и истершегося карбида кремния и содержал 2 кг кварца, 1,5—1,7 кг SiC, объем этого слоя — 4 л, его толщина — 10,5 см. Третий слой — плотный осадок из 2,8 кг карбида кремния, 0,1 кг железа и 0,15 кг кварца, пропитанный маслом, толщина слоя — 4,7 см, расчетная доля масла — 0,86 л.

Проводили сливание двух верхних отстоявшихся слоев, содержимое первого слоя (практически чистое масло) использовали далее при распиловке кварца. Взвесь второго слоя сливали в специальную емкость, где после отстаивания в течение 30—60 суток отделялся верхний слой масла (до 35 % объема), которое использовали далее в процессе распиловки, а плотный слой из мелкодисперсных карбида кремния и кварца направляли на утилизацию (как правило, на свалку).

При использовании карбида кремния из третьего слоя (20—40 мкм) в распиловке кварца (заправка 4,5 кг рекуперированного SiC) длительность цикла увеличивалась на 15—20 %, доля рекуперированного после распиловки карбида кремния падала до 40 %. При использовании рекуперированного и исходного SiC в соотношении 60:40 продолжительность цикла распиловки кварца увеличивалась не более чем на 5 %, качество обработки кварца не ухудшалось. Таким образом, использование описанной методики обеспечивает рекуперацию и возврат в производство 60 % карбида кремния и до 83 % трансформаторного масла.

Рекуперацию отработанной суспензии, содержащей в качестве абразива карбид бора, проводили по аналогичной схеме. После пяти циклов распиловки кварца смесь содержала 7,12 кг масла, 9,3 кг кварца и 5,9 кг В₄С. Отстаивание смеси проводили 15—17 дней при 20 °С. В емкости получали три отстоявшихся слоя, но с менее четкими границами. Из первых двух слоев удавалось выделить около 5 л масла, а третий отстоявшийся слой (2,2 кг) представлял собой пропитанный маслом карбид бора, содержащий до 20—25 % (по массе) мелкодисперсного кварца, который отделяли отмучиванием в бензине.

В итоге получали 1,5 кг В₄С с содержанием кварца не более 5 % (по массе). Рекуперированный карбид бора по гранулометрическому составу был близок к исходному и мог быть повторно использован при распиловке кварца. Степень рекуперации карбида бора составляла 25 %, а масла — 70—75 %.

Аналогично рекуперировали мелкие порошки карбида кремния фракций 20/14 и 14/10 мкм, используемые при шлифовке кварца в водно-глицериновом растворе. При этом удалось рекуперировать до 30 % микропорошка зернистостью 20/14 мкм и до 25 % микропорошка зернистостью 10/14 мкм.

Таким образом, описанные выше методики позволяют рекуперировать значительные доли абразивов и очистить их от основной массы мелкодисперсного распиливаемого материала и тем самым существенно снизить материальные затраты при распиловке и шлифовке кварца и сапфира. Полученные результаты являются основой для дальнейших технологических разработок по рекуперации различных абразивов из абразивно-масляных смесей.

Авторы выражают благодарность докт. хим. наук В. Л. Соложенко за обсуждение результатов работы и ценные замечания.

Описані методики виділення порошків алмазу з алмазо-сапфіро-олійних суспензій та карбідів кремнію і бору з абразивно-кварце-олійних суспензій для повторного використання.

Ключові слова: *штрипсова распилювання, абразивно-олійна суміш, алмазо-сапфіро-олійна суспензія, абразивно-кварце-олійна суспензія, карбід кремнію, карбід бору.*

Procedures of recovering diamond powders from diamond-sapphire-oil suspensions as well as silicon and boron carbides from abrasive-quartz-oil suspensions for reusing have been discussed.

Key words: *strip sawing, abrasive-oil mixture, diamond-sapphire-oil suspension, abrasive-quartz-oil suspension, silicon carbide, boron carbide.*

1. Мостяев В. А., Дюжиков В. И. Технология пьезо- и акустоэлектронных устройств. — М.: Ягуар, 1993. — 280 с.
2. Лавров Б. А., Саньков С. В. Эффективность штрипсовой резки кварца // Электронная техника. Сер. 5. Радиодетали и компоненты. — 1989. — Вып. 1 (74). — С. 69—74.
3. Мазулев В. В., Филиппов И. М. Особенности режимов прецизионной резки кварца с площадью поверхности реза 100—200 см на штрипсовых станках // Современные пути развития технологий обработки деталей оптики и электроники. — Киев: ИАН Украины ИСМ им. В. И. Бакуля, 1998. — С. 63—66.
4. Муханов В. А., Коваленко В. С. Выделение алмаза из сапфировых шламов // Сверхтв. материалы. — 2005. — № 3. — С. 86—88.

Всероссийский научно-исследовательский ин-т
синтеза минерального сырья

Поступила 01.12.09