

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 724 214**

21 Número de solicitud: 201830196

51 Int. Cl.:

C01B 32/25 (2007.01)

B01J 3/06 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

01.03.2018

43 Fecha de publicación de la solicitud:

09.09.2019

71 Solicitantes:

BUSINESS RESEARCH AND DIAMONDS, S.L.
(100.0%)

Pasaje Peligros, 3 1ª Planta
38002 Santa Cruz de Tenerife, ES

72 Inventor/es:

REIGOSA RODRÍGUEZ, Alvaro

74 Agente/Representante:

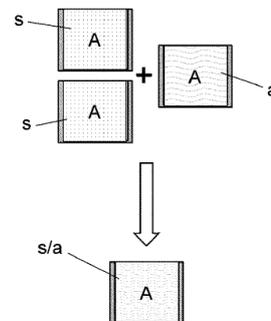
GUTIÉRREZ DÍAZ, Guillermo

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DIAMANTES SINTÉTICOS A PARTIR DE LA SACAROSA Y EQUIPO PARA LLEVAR A CABO DICHO PROCEDIMIENTO**

57 Resumen:

Procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa y equipo para llevar a cabo dicho procedimiento comprendiendo: introducción de sacarosa o disolución de agua y sacarosa en una cápsula (7) hermética y sin aire rodeada por un contenedor externo que mantiene el volumen de la cápsula (7) constante en todo el proceso; incremento de la presión en el interior de la cápsula (7) mediante la descomposición de la sacarosa del interior de la cápsula (7), bien por incremento de temperatura o bien por combinar la sacarosa con ácido sulfúrico, hasta que el carbono resultante de dichas condiciones de presión de la capsula se transforma en diamante; y control de la presión generada en el interior de la cápsula (7) con medios de contención que aplican presión externamente alrededor del contenedor de la cápsula (7). Adicionalmente, se aporta carbono complementario aumentando las dimensiones del diamante.

FIG. 1



DESCRIPCIÓN

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DIAMANTES SINTÉTICOS A PARTIR DE LA SACAROSA Y EQUIPO PARA LLEVAR A CABO DICHO PROCEDIMIENTO

5

OBJETO DE LA INVENCION

La invención, tal como expresa el enunciado de la presente memoria descriptiva, se refiere a un procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa y a un equipo para llevar a cabo dicho procedimiento, aportando a la función a que se destina, ventajas y características que se describen más adelante, que suponen una destacable novedad en el estado actual de la técnica.

Más en particular, el objeto de la invención se centra en un procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos que, a partir de la sacarosa o azúcar común ($C_{12}H_{22}O_{11}$), se basa en el empleo de un proceso de pirolisis en presencia de agua como procedimiento óptimo.

CAMPO DE APLICACIÓN DE LA INVENCION

El campo de aplicación de la presente invención se enmarca dentro del sector de la química y metalurgia, centrándose particularmente en el ámbito de la industria dedicada a la fabricación de diamantes sintéticos.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

25

Actualmente, dentro del estado de la técnica en el campo de los procesos de fabricación de diamantes sintéticos, se conocen los siguientes métodos:

El método alta presión y alta temperatura (HPHT). En este proceso se utilizan prensas que producen presiones del orden de 5 GPa, a la vez que se somete el carbono a altas temperaturas del orden de 1500 °C.

Las prensas que se utilizan en el método HTHP son: la prensa de cinta, la prensa cúbica y la de esfera fraccionada BARS.

5 En la prensa de cinta existen dos yunques superior e inferior que suministran una carga de presión a una célula cilíndrica interior. Esta presión interna se limita mediante un cinturón de bandas de acero. Una variación de ésta utiliza presión hidráulica en lugar de cables de acero, para limitar la presión interna.

10 La prensa cúbica tiene seis yunques que proporcionan la presión de forma simultánea en todas las caras de un volumen en forma de cubo.

15 La prensa BARS tiene en el centro de un dispositivo de barras, una cerámica cilíndrica "cápsula síntesis" de aproximadamente 2 cm^3 de tamaño. La célula se coloca en un cubo de transmisión de presión material, tal como cerámica pirofilita, que es presionado por yunques interiores hechos de carburo cementado. La cavidad octaédrica exterior es presionada por 8 exteriores de yunques de acero. Después del montaje, todo el conjunto está encerrado en un barril de tipo disco con un diámetro de aproximadamente 1 metro. El barril se llena con aceite, que presuriza por calentamiento, y la presión del aceite se transfiere a la célula central. La cápsula síntesis se calienta mediante un calentador coaxial de grafito y la
20 temperatura se mide con un termopar.

En el método HTHP, con independencia de las prensas que se usen, necesita un aporte de presión desde el exterior así como unas altas temperaturas (1500°C).

25 La deposición de vapor químico (CVD) es un método por el cual el diamante se crea a partir de una mezcla de gases de hidrocarburos. A diferencia de HPHT, el proceso CVD no requiere altas presiones, ya que el crecimiento se produce normalmente a presiones menores de 27 kPa.

30 Este proceso se aplica principalmente para el recubrimiento de superficies con una capa de diamante, pero no para la obtención de diamantes puros.

El método de detonación por explosivos puede formar nanocristales de diamante (5 nm de diámetro) mediante la detonación de ciertos explosivos que contienen carbono y son deficientes en oxígeno en una cámara de metal. Durante la explosión, la presión y la temperatura en la cámara es lo suficientemente alta como para convertir el carbono de los explosivos en diamante. Estando inmersos en el agua, la cámara se enfría rápidamente después de la explosión, y se detiene la conversión del diamante recién producido a grafito más estable.

Con el método de cavitación por ultrasonidos, se puede sintetizar cristales de diamante, del tamaño del micrón a partir de una suspensión de grafito en un líquido orgánico a presión atmosférica y temperatura ambiente utilizando cavitación por ultrasonidos.

Además, como documentos relevantes más cercanos al objeto de la presente invención, cabe mencionar los siguientes:

La patente con número de solicitud 200500389, que divulga un “Diamante sintético de distintos colores personalizado a partir de queratina humana o animal (vivo o muerto) y procedimiento para su fabricación”. Dicha invención trata de proporcionar un proceso para la fabricación de grandes monocristales de diamante de diversos colores a partir de carbono procedente de la queratina contenida en el ectodermo, de muchos seres vivos, en concreto del ser humano y de los mamíferos entre otros, siendo posible extraer carbono de un ser humano mediante el corte de un mechón de cabello y su posterior carbonización, sometiéndolo posteriormente a un proceso de alta presión y temperatura. Para ello, las fases operativas esenciales que se contemplan son: Obtención del carbono mediante carbonización de la queratina humana o animal que se encuentra en muestras de pelo, uñas, piel y otras partes del cuerpo; colocación del carbono obtenido en cápsulas de reacción que permitan un gradiente vertical de temperaturas, y sometimiento de las cápsulas a procesos de alta presión y gradientes de temperatura.

La patente con número de publicación: ES2301379, consistente en mejoras introducidas en la patente de invención P200500389 por: “Diamante sintético de distintos colores personalizado a partir de queratina humana o animal (vivo o muerto) y procedimiento para su fabricación”, divulga la utilización, como materia prima para la obtención del diamante

cultivado, de tejidos de cordón umbilical y/o la placenta de personas o animales, indistintamente vivos o muertos, sometándose dichos tejidos a un proceso de carbonización que, como en la patente principal, puede ser una carbonización de ácido fuerte, una carbonización por horno de mufla, o una carbonización por mechero bunsen, soplete o similar, obteniéndose en el primer caso el carbono mediante decantación, filtrado o centrifugado, y en los otros casos mediante un proceso mecánico de raspado en seco o, opcionalmente, raspado en húmedo seguido de secado.

La patente de invención con número de publicación ES2287565 divulga un “Diamante monocristalino”, concretamente un procedimiento de producción de producción de una placa de diamante monocristalino que, como se establece en la reivindicación 1, incluye las etapas de proporcionar un sustrato de diamante que tiene una superficie, crecer el diamante homoepitaxialmente sobre una superficie del sustrato mediante deposición química de vapor (CVD) y separar el diamante crecido por CVD homoepitaxial y el sustrato transverso, típicamente normal (esto es, a o cerca de 90°), a la superficie de sustrato sobre la que ha tenido lugar el crecimiento del diamante para producir una placa de diamante CVD monocristalino, que tiene caras principales que son transversas a la superficie del sustrato. El diamante CVD homoepitaxial crecido sobre la superficie del sustrato tiene lugar preferentemente por el procedimiento descrito en el documento WO 01/96634. Utilizando este procedimiento, en particular, es posible crecer diamantes monocristalinos gruesos, de alta pureza, sobre un sustrato. Se puede alcanzar un grosor de crecimiento del diamante CVD homoepitaxial mayor de 10 mm, preferentemente mayor de 12 mm, y más preferentemente mayor de 15 mm. Así, es posible, mediante el procedimiento de la invención, producir placas de diamante CVD monocristalino que tienen al menos una dimensión lineal que excede 10 mm, preferentemente que excede 12 mm y más preferentemente que excede 15 mm. Por “dimensión lineal” se entiende cualquier medida lineal tomada entre dos puntos sobre o adyacentes a las superficies principales. Por ejemplo, tal dimensión lineal puede ser la longitud de un extremo del sustrato, una medida de un extremo, o un punto sobre el extremo, hasta otro extremo, u otro punto sobre el extremo, un eje u otra medida similar. En particular, es posible por el procedimiento de la invención producir placas de diamante monocristalino rectangular (001) que están limitadas por superficies o caras laterales {100} que tienen al menos una dimensión lineal, tal como una dimensión lineal del extremo, que excede 10 mm, preferentemente que excede 12 mm

y más preferentemente que excede 15 mm. La placa de diamante monocristalino CVD producida por el procedimiento puede usarse posteriormente como sustrato en el procedimiento de la invención. Se puede crecer homoepitaxialmente un diamante monocristalino CVD grueso sobre una superficie principal de la placa.

5

No se observa, sin embargo, que ninguna de los métodos antedichos ni de las invenciones y patentes anteriores, tomadas por separado o en combinación, describan ni el procedimiento ni el equipo de la presente invención o que presenten unas características técnicas iguales o semejantes a las que se reivindica.

10

EXPLICACIÓN DE LA INVENCION

Así, el procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa y a un equipo para llevar a cabo dicho procedimiento que la invención propone se configuran como una destacable novedad dentro de su campo de aplicación, estando los detalles caracterizadores que lo distinguen, convenientemente recogidos en las reivindicaciones finales que acompañan a la presente descripción del mismo.

Más concretamente, dicho procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos se distingue por ser un método en el cual no es necesario un aporte de presión desde el exterior, ya que la presión se genera en el interior debido a la descomposición de la sacarosa y solamente es necesario contener ésta para poder conseguir la síntesis del diamante.

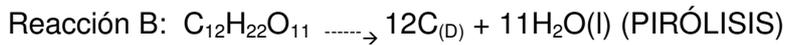
La forma de generar la presión se basa en la transformación de la sacarosa en carbono (carbonización) y agua, siendo el agua del interior la que producirá la presión necesaria para la transformación del carbono en diamante, tal y como se describe a continuación.

El proceso de producción de la presente invención se fundamenta en una reacción, en la que la sacarosa se descompone en carbono y agua, para ello, será necesario evitar que se aporte oxígeno exterior antes de que se inicie la descomposición, tratando de evitar la reacción A y conseguir una reacción B, es por ello que el proceso es por pirolisis en

ausencia de oxígeno, pero en el caso de la presente invención utilizaremos una reacción C de pirólisis en presencia de agua.



5



10 Observando la reacción B, y sabiendo que la densidad de la sacarosa es de 1,56 g/cm³, entonces, un mol de sacarosa (342 g) ocupará un volumen de 219,23 cm³. La descomposición de la sacarosa en carbono y agua, pasarán a ocupar estos productos un volumen de 63,71 cm³ el carbono, pues su densidad es 2,26 g/cm³, y 198 cm³ el agua, ya que su densidad es de 1 g/cm³. Tenemos entonces un volumen inicial ocupado por la
 15 sacarosa de 219,23 cm³ y un volumen final ocupado por los productos de 261,71 cm³. Es decir, el volumen que ocupan los productos de la descomposición (carbono y agua) es mayor que el que ocupaba la sustancia a descomponer (sacarosa).

Si la sacarosa se introduce en un recipiente hermético y se somete a una alta temperatura
 20 se va a descomponer en carbono y agua intentando ocupar un volumen superior al del recipiente, pero al ser éste constante, el agua generará una presión en el interior del recipiente comprimiendo el carbono.

Una vez explicado que los productos carbono y agua ocuparán un volumen superior que el
 25 volumen inicial ocupado por la sacarosa, introduciremos el módulo de compresibilidad del agua como factor a tener en cuenta, y de este modo analizaremos el volumen que ocupará el agua en todo el proceso.

Como hemos comentado antes, 1 mol de sacarosa ocupará 219,23 cm³, al que hay que
 30 restarle el volumen que ha de ocupar el carbono de 63,71 cm³, teniendo un volumen disponible para ser ocupado por el agua de 155,52 cm³ pero el volumen ocupado por el agua después de la descomposición es de 198 cm³.

Para ello utilizaremos la siguiente fórmula:

$$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times \Delta V/V_0$$

Donde:

- 5 ΔP es el incremento de presión que se experimenta en el interior de la cápsula debido al agua,
 $2,2 \times 10^9$ es la constante de compresibilidad del agua medido en Pa,
 ΔV es la diferencia de volúmenes entre volumen final que ocupará el agua menos el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción, y
 10 V_0 es el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción.

Descomponiendo la fórmula tenemos que:

$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times (198 - 155,52) / 155,52 = 0,6 \times 10^9$ Pa, presión todavía insuficiente para llegar a la presión necesaria para transformar el carbono en diamantes.

15

Para conseguir unas presiones superiores en el interior de la cápsula, se va a tener en cuenta la capacidad de la sacarosa para ocupar un volumen inferior cuando se mezcla con agua. Este es un factor importante a introducir, pues no solamente nos va a permitir
 20 introducir una mayor cantidad de sacarosa en el mismo volumen, sino que va a garantizar la ausencia de aire en el interior del volumen. Buscando en este caso la citada reacción C.

Partiendo de una proporción empírica de que 2 volúmenes de sacarosa seca ocupan más que dos volúmenes de sacarosa habiendo añadido un volumen de agua, es decir, 219,23
 25 cm^3 de sacarosa ocupan más que la combinación de 219,23 cm^3 de sacarosa y 109,6 cm^3 de agua. Concretamente ese volumen de sacarosa mezclada con ese volumen de agua ocupará 109,6 cm^3 . Vamos a calcular el nuevo incremento de presión que generaría en el interior de la cápsula, siguiendo los pasos anteriores.

30 Habiendo ajustado el cálculo para 1 mol de sacarosa 342 g, tenemos un volumen ocupado por la sacarosa de 219,23 cm^3 , a la que se le podrán añadir 109,6 cm^3 de agua, pasando a ocupar la mezcla 109,6 cm^3 .

Tenemos entonces la ecuación:



5 Tenemos entonces que 219,23 cm³ de sacarosa con un añadido en 109,6 cm³ de agua, ocupando un volumen inicial de 109,6 cm³, volumen ocupado por sacarosa y agua añadida. Incrementando la temperatura tendremos que se va a descomponer 1 mol de sacarosa mezclada con 6 moles de agua, en 12 moles de carbono y 17 moles de agua, ocupando un volumen total de estos productos de: 63,72 cm³ en el caso del carbono y 306 cm³ en el caso del agua, teniendo un volumen final de 369,72 cm³ los productos.

10

Tal y como se explicó con anterioridad, para introducir el factor de compresibilidad del agua, hay que restar al volumen inicial de 109,6 cm³ volumen que ocupará el carbono 63,71 cm³. Queda entonces un volumen posible para ocupar por el agua de 45,89 cm³. Si como agua resultante tenemos 17 moles, esta agua intentará ocupar un volumen de 306 cm³.

15

Es por ello que al permanecer el volumen de la cápsula constante, la presión interior se va a incrementar del siguiente modo:

$$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times \Delta V/V_0$$

20 Donde:

ΔP es el incremento de presión que se experimenta en el interior de la cápsula debido al agua,

$2,2 \times 10^9$ es la constante de compresibilidad del agua medido en Pa,

25 ΔV es la diferencia de volúmenes entre volumen final que ocupará el agua menos el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción, y

V_0 es el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción.

Descomponiendo la fórmula tenemos que:

30 $\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times (306 - 45,89) / 45,89 = 12 \times 10^9$ Pa, presión necesaria para transformar el carbono en diamantes. De hecho, con esta combinación de 2 volúmenes de sacarosa y 1 volumen de agua, obtenemos una presión tan alta que no la podremos contener con ningún material existente.

5 Debemos tener presente que ese incremento de presión es el inicial en el proceso pero éste irá disminuyendo a medida que el carbono se vaya transformando en diamante. Esta disminución de presión es debida a que el diamante es más denso que el carbono y ocupará un volumen inferior a éste, con lo que el espacio disponible para ser ocupado por el agua de la reacción va a ser mayor.

10 Debemos calcular entonces la presión mínima que se va a conseguir cuando se de la transformación de carbono en diamante. Partiendo de que la densidad del diamante es de $3,53 \text{ g/cm}^3$ y la del carbono es de $2,26 \text{ g/cm}^3$, calcularemos el volumen que ocupa el diamante una vez formado y la presión que hay en el interior de la cápsula generada por el agua de la descomposición.

Ahora haremos el cálculo para presiones mínimas del proceso cuando el carbono se transforma en diamantes.

15

Tal y como hemos hecho antes, con $219,23 \text{ cm}^3$ de sacarosa y un añadido de $109,6 \text{ cm}^3$ de agua, ocupando un volumen inicial de $109,6 \text{ cm}^3$, incrementando la temperatura tendremos que se va a descomponer 1 mol de sacarosa mezclada con 6 moles de agua, en 12 moles de carbono y 17 moles de agua, ocupando un volumen total de estos productos al final del proceso: $40,79 \text{ cm}^3$ en el caso del diamante y 306 cm^3 en el caso del agua, teniendo un volumen final de $346,79 \text{ cm}^3$ los productos.

25 Tal y como se explicó con anterioridad, para introducir el factor de compresibilidad del agua, hay que restar al volumen inicial de $109,6 \text{ cm}^3$ volumen que ocupará el diamante $40,79 \text{ cm}^3$. Queda entonces un volumen posible para ocupar por el agua de $68,8 \text{ cm}^3$. Si como agua resultante tenemos 17 moles, esta agua intentará ocupar un volumen de 306 cm^3 .

Es por ello que al permanecer el volumen de la cápsula constante, la presión interior se va a incrementar del siguiente modo:

30

$$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times \Delta V/V_0$$

Donde:

ΔP es el incremento de presión que se experimenta en el interior de la cápsula debido al agua,

$2,2 \times 10^9$ es la constante de compresibilidad del agua medido en Pa,

ΔV es la diferencia de volúmenes entre volumen final que ocupará el agua menos el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción, y

V_0 es el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción.

Descomponiendo la fórmula tenemos que:

$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times (306 - 68,8) / 68,8 = 7,58 \times 10^9$ Pa, presión superior a la necesaria para transformar el carbono en diamantes.

Este exceso de presión, nos va a permitir la posibilidad de introducir carbono a mayores en la mezcla para obtener diamantes de mayor tamaño, o bien, disminuir las proporciones de agua y sacarosa para tener presiones soportables a la hora de ser contenidas. Podremos movernos en el diagrama de fases del carbono-diamante en función de la presión que queramos, simplemente modificando las proporciones de la mezcla de agua y sacarosa.

En el caso de querer obtener diamantes de mayores dimensiones, podemos introducir un núcleo de carbono en la mezcla de agua y sacarosa. Esta introducción de carbono, modificará las proporciones de volumen en el interior de la cápsula, con lo que también se modificarán las presiones obtenidas siendo necesarios nuevos cálculos para poder calcular las presiones ya que estas van a disminuir debido a la presencia del núcleo de carbono.

Ahora haremos el cálculo para presiones mínimas del proceso cuando introducimos un núcleo de carbono para obtener así un diamante de dimensiones mayores.

Partimos ahora de los $109,6 \text{ cm}^3$ volumen a ocupar por una mezcla de agua y sacarosa una vez que se introduce un núcleo de carbono de 20 cm^3 . En este caso debemos recalcular las proporciones de la mezcla, pues partimos de un volumen de $109,6 \text{ cm}^3$ del cual hay que restar 20 cm^3 de carbono introducido, con lo que quedará un volumen de $89,6 \text{ cm}^3$. Este volumen disponible de $89,6 \text{ cm}^3$ será llenado por $89,6 \text{ cm}^3$ de agua y por $179,2 \text{ cm}^3$ de sacarosa. Incrementando la temperatura tendremos que se va a descomponer $179,2 \text{ cm}^3$ de sacarosa, es decir, $279,552 \text{ g}$ de sacarosa o bien, $0,817$ moles de sacarosa, y $4,97$ moles de agua. Tendremos pues como productos según la reacción:



Tal y como se explicó con anterioridad, para introducir el factor de compresibilidad del agua, hay que restar al volumen inicial de 109,6 cm³ el volumen que ocupará el carbono diamante total 46,1 cm³. Queda entonces un volumen posible para ocupar por el agua de 63,49 cm³. Si como agua resultante tenemos 13,957 moles, esta agua intentará ocupar un volumen de 251,226 cm³.

Es por ello que al permanecer el volumen de la cápsula constante, la presión interior se va a incrementar del siguiente modo:

$$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times \Delta V/V_0$$

Donde:

ΔP es el incremento de presión que se experimenta en el interior de la cápsula debido al agua,

$2,2 \times 10^9$ es la constante de compresibilidad del agua medido en Pa,

ΔV es la diferencia de volúmenes entre volumen final que ocupará el agua menos el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción, y

V_0 es el volumen que podrá ocupar el agua después de la reacción.

Descomponiendo la fórmula tenemos que:

$\Delta P = (2,2 \times 10^9) \times (251,226 - 63,49) / 63,49 = 6,5 \times 10^9$ Pa, presión superior a la necesaria para transformar el carbono en diamantes.

25

En este caso habiendo introducido un núcleo de carbono, hemos obtenido un diamante sintético de 46,1 cm³ en lugar de 40,79 cm³ habiendo pasado de una presión de $7,58 \times 10^9$ Pa a $6,5 \times 10^9$ Pa.

En este proceso de producción se han tenido en cuenta los diagramas de fase del agua y del carbono-diamante, para confeccionar los tramos de presiones y temperaturas, considerando el agua que se obtiene como producto como agua supercrítica. De este modo,

30

al tratarse de un fluido supercrítico disolverá las impurezas que se puedan formar en el diamante durante el proceso de producción.

5 Uno de los objetivos de este proceso de producción es de mantener el agua en estado supercrítico (temperaturas superiores a los 374 °C y presión superior a las 221 atm) durante una parte importante del proceso al objeto de tratar de diluir posibles impurezas existentes en el interior de la cápsula, y a su vez, de que se pueda comportar como un sólido/líquido dentro del diagrama de fases. Una de las ventajas del presente proceso consiste en que una vez que se disminuye la temperatura, el agua supercrítica pasa de un estado líquido a sólido
10 facilitando la compresión del carbono.

En lo que se refiere a la transformación de la descomposición de la sacarosa en carbono y agua, se debe superar la temperatura de 560 °C (temperatura de autoignición del hidrógeno) para garantizar la formación del agua, facilitando de este modo la reacción entre el
15 hidrógeno y el oxígeno para tener la mayor formación de agua posible como producto.

Las proporciones de carbono, hidrógeno y oxígeno presentes en la sacarosa, hacen posible la formación de carbono y agua en su descomposición, siendo favorable para la reacción deseada el uso de agua y sacarosa.
20

Al alcanzarse unas presiones teóricas del orden de 12 GPa, se debe rodear a la cápsula de descomposición de un cuerpo que contenga la presión generada en las paredes de la cápsula, permitiendo de este modo mantener un volumen constante. Apartado que se verá desarrollado en el apartado de una realización preferente de la invención.
25

Sin embargo, opcionalmente, el incremento de presión se puede conseguir también con una combinación de sacarosa y ácido sulfúrico, teniendo como resultado carbono, agua y ácido sulfúrico, de este modo, no es necesario utilizar un sistema de suministro de calor, ya que la deshidratación se produce por el ácido introducido, aunque con la contrapartida de introducir
30 un elemento corrosivo que puede desgastar las paredes de la cápsula.

El cuerpo de contención, a título de ejemplo, y sin limitar el espíritu de la invención, se ha diseñado mediante dos semiesferas de tungsteno (por tener este metal una resistencia a la

compresión del orden de 5300 a 7000 MPa) que alojarán en su interior la cápsula esférica en un mecanizado realizado en cada una de ellas. El motivo de utilizar una semiesfera se debe a que la superficie exterior de la esfera, aplicándole presión en dicha superficie, permite contener la presión ejercida por la descomposición de la mezcla en el interior de la cápsula de mezcla. Estas dos semiesferas soportan en su superficie una presión generada por aceite a presión mediante una bomba hidráulica. Para evitar que se filtre al interior aceite, las semiesferas están dotadas de una junta estanca de altas presiones y temperaturas. Para contener la presión generada por el aceite, se ha rodeado a todo el conjunto con dos cuerpos de acero inoxidable con el grosor suficiente para contener la presión generada por el aceite, y para garantizar la estanqueidad del aceite, se ha dotado al sistema de una junta estanca exterior entre ambos cuerpos de acero inoxidable.

De este modo, la cápsula con la mezcla de sacarosa y agua se somete a alta temperatura mediante un calentador de grafito que aumenta la temperatura para conseguir la descomposición de la sacarosa en agua y carbono, de este modo, y tal y como se explicó con anterioridad, la cantidad de agua producto incrementará la presión en el interior de la cápsula. La cápsula al estar rodeada de las semiesferas que reciben la presión en sus caras exteriores del aceite hidráulico, podrá contener la presión generada en el interior de la cápsula, manteniendo así el volumen de ésta constante. La presión generada por el aceite hidráulico, es contenida por los dos cuerpos de acero inoxidable. Pudiéndose generar así la presión necesaria para transformar el carbono en diamante.

En resumen, el procedimiento de la invención para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa comprende, esencialmente, al menos los siguientes pasos:

- Introducción de sacarosa en una cápsula hermética y sin aire que se encuentra rodeada por un contenedor externo que mantiene el volumen de la cápsula constante en todo el proceso, siendo preferible que dicha sacarosa se introduzca combinada en una solución de agua, ya que con ello se puede introducir mayor cantidad de sacarosa en un mismo volumen, pudiendo incrementar la presión y, de este modo, garantizar la ausencia de aire en el interior de la cápsula.

- Incremento de la presión en el interior de la cápsula (7) mediante la descomposición de la sacarosa del interior de la cápsula (7) para que el carbono resultante de dichas condiciones de presión de la capsula se transforme en diamante.

5 Dicho incremento de presión se consigue, preferentemente, mediante el incremento de la temperatura de la cápsula hasta, al menos, los 560°C para descomponer por pirolisis la sacarosa del interior en hidrógeno, oxígeno y carbono, provocando que el hidrógeno y el oxígeno reaccionen dando como resultado agua supercrítica que incrementa la presión en el interior de la cápsula por encima de los 5,5 GPa, que el carbono resultante se transforme
10 en diamante dadas las condiciones de presión de la capsula, y que el agua supercrítica disuelva las impurezas que pudieran existir en el carbono de la transformación, obteniendo de este modo diamantes de gran pureza.

Sin embargo, opcionalmente, el incremento de presión se puede conseguir también con una
15 combinación de sacarosa y ácido sulfúrico, teniendo como resultado carbono, agua y ácido sulfúrico, de este modo, no es necesario utilizar un sistema de suministro de calor, ya que la deshidratación se produce por el ácido introducido, aunque con la contrapartida de introducir un elemento corrosivo que puede desgastar las paredes de la cápsula.

20 - Y, como paso esencial, se contempla también el control de la presión generada en el interior de la cápsula el cual se efectúa a través de medios de contención, que pueden ser hidráulicos, mecánicos u otros, que dispuestos externamente alrededor del contenedor de la cápsula, aplican presión externa sobre la misma.

25 - Adicionalmente, se efectúa un aporte complementario de carbono en el interior de la capsula junto con la mezcla de sacarosa y agua para que el carbono de la reacción se adicione al mismo y aumentar las dimensiones del diamante obtenido.

Con todo ello, el procedimiento de la invención se distingue por incrementar la presión en el
30 interior de la cápsula utilizando la descomposición de la sacarosa, por utilizar una combinación de agua y sacarosa para poder introducir mayor cantidad de sacarosa en el mismo volumen, pudiendo incrementar más la presión, y de este modo garantizar la ausencia de aire en el interior de la cápsula, por poder modificar la presión en el interior de

la cápsula modificando la proporción de sacarosa y agua introducidas en la misma, y poder introducir un aporte complementario de carbono para poder obtener diamantes sintéticos de mayores dimensiones.

- 5 Visto lo que antecede, se constata que el descrito procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa y equipo para llevar a cabo dicho procedimiento representan una innovación de características estructurales y constitutivas desconocidas hasta ahora, razones que unidas a su utilidad práctica, la dotan de fundamento suficiente para obtener el privilegio de exclusividad que se solicita.

10

DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, se acompaña a la presente memoria descriptiva, como parte integrante de la misma, de un juego de planos, en los que con carácter ilustrativo y no limitativo se ha representado lo siguiente:

15

La figura número 1.- Muestra, en un diagrama esquemático, la propiedad de la sacarosa para ocupar la mitad de su volumen cuando se mezcla con agua, aprovechada en el procedimiento de la invención.

20

Las figuras número 2A y 2B.- Muestran sendas representaciones esquemáticas de la reacción de la mezcla de sacarosa y agua cuando se descompone y su contenedor permite o no aumentar su volumen. La figura 2A muestra dicha reacción con aumento de volumen y la figura 2B muestra la reacción de aumento de presión al no poder aumentar el volumen.

25

Las figuras número 3A y 3B.- Muestran representaciones esquemáticas de la misma reacción de la mezcla de sacarosa y agua al descomponerse mostrada en las figuras 2A y 2B, con aumento de volumen o aumento de presión, en este caso representada en la cápsula de mezcla esférica que contempla el procedimiento objeto de la invención. La figura 3A muestra la mezcla con aumento de volumen y la figura 3C muestra la mezcla en la capsula con aumento de presión.

30

- Las figuras número 4A, 4B, 4C y 4D.- Muestran representaciones esquemáticas de las fases de reacción de la mezcla de sacarosa y agua que contempla el procedimiento de la invención mostradas en las figuras precedentes, en este caso representadas con la capsula de mezcla alojada en el contenedor del equipo preconizado e incorporando un núcleo de carbono hasta la obtención de un diamante de mayor tamaño. La figura 4A muestra la capsula antes de su reacción dentro del contenedor, la figura 4B muestra la capsula con el núcleo de carbono, la figura 4C muestra las fuerzas de la reacción en el interior de la cápsula y la figura 4D muestra la formación del diamante y el agua que se obtiene.
- 5
- 10 La figura número 5.- Muestra una vista esquemática y en sección de un ejemplo de los elementos que contempla el equipo de la invención para llevar a cabo el procedimiento para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa, apreciándose las principales partes y elementos que comprende así como la configuración y disposición de los mismos.
- 15 La figura número 6.- Muestra una vista en sección de la capsula de mezcla que comprende el equipo mostrado en la figura 5, representada en su fase de reacción, mostrando mediante flechas la fuerza de la presión ejercida radialmente por la misma sobre las semiesferas que la rodean.
- 20 La figura número 7.- Muestra de nuevo una vista en sección de la capsula de mezcla mostrada en la figura 6, en este caso mostrando mediante flechas la presión radial que las semiesferas ejercen sobre la capa de aceite que las rodea.
- 25 La figura número 8.- Muestra otra vista en sección de la capsula de mezcla mostrada en la figura 7, en este caso mostrando mediante flechas la presión radial que la capa de aceite ejerce sobre el contenedor que soporta la presión.
- 30 La figura número 9.- Muestra una vista en sección de la cápsula de mezcla mostrada en la figura 8, en este caso representada con las camisas externas al contenedor, mostrando mediante flechas la anulación de la fuerza ejercida sobre ellas por el contenedor para mantener el volumen constante.

La figura número 10.- Muestra un diagrama de fases del carbono – diamante que indica el rango de presiones y temperaturas en que debe posicionarse el proceso para obtener diamantes.

- 5 Y la figura número 11.- Muestra un diagrama de fases del agua que indica, a través de flechas, el proceso en cada momento de la descomposición de la mezcla y el estado del agua en cada tramo.

REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

10

A la vista de las mencionadas figuras, y de acuerdo con la numeración adoptada, se puede apreciar en ellas, además de la representación de algunas fases del procedimiento que se preconiza para la obtención de diamantes sintéticos a partir de la sacarosa, un ejemplo de realización no limitativa del equipo para llevar a cabo dicho procedimiento, el cual
15 comprende las partes y elementos que se indican y describen en detalle a continuación.

15

Atendiendo pues a las figuras 1 a 4-D, se observa el principio de funcionamiento en que se basa el procedimiento de la invención para la obtención de diamantes sintéticos. Así, en la figura 1 se observa un esquema que muestra la propiedad que tiene la sacarosa para
20 admitir gran cantidad de azúcar en el agua. En concreto, dos volúmenes A de sacarosa o azúcar (s) en seco se pueden contener en un solo volumen A cuando se mezclan con un volumen A idéntico de agua (a) Esto se debe a que entre los granos de azúcar secos, existe gran cantidad de aire. Si el azúcar se humedece en agua, los granos de azúcar se compactan y el aire existente entre ellos desaparece. De este modo un volumen dado A
25 puede ser ocupado por dos volúmenes A de azúcar (s) seco más un volumen A de agua (a).

20

25

De este modo introducimos en un mismo recipiente más cantidad de azúcar, en un volumen menor.

- 30 En las figuras 2-A y 2-B se muestra una representación de la reacción de la mezcla de azúcar y agua (s/a) cuando se incrementa la temperatura, en que la mezcla se descompone en carbono (c) y agua (a) ocupando un volumen A' mayor del que ocupaba inicialmente, figura 2-A. Este volumen A' dependerá de las proporciones de azúcar y agua de la mezcla. Si el

30

volumen A del recipiente permanece constante, el interior del recipiente va a experimentar un incremento de presión.

5 En las figuras 3-A y 3-B se muestra una cápsula de mezcla (7), es decir que contiene la mezcla de azúcar y agua (s/a), que en la realización preferida es de configuración esférica, ya que, una vez que se descompone al calentarse, sufre un aumento de volumen aplicando una fuerza F radialmente hacia fuera, figura 3-A. Si esta misma cápsula (7) esférica está contenida a su vez en una esfera contenedora (7) capaz de soportar dicha fuerza, el aumento de volumen permanecerá constante, incrementando la presión interior, generando una
10 fuerza, debida a la presión, de forma radial y dirigida hacia el centro de la esfera, figura 3-B.

En la figura 4-A se muestra la esfera contenedora (7), de diámetro interior (R_m) y en la figura 4-B una cápsula de mezcla (7) con idéntico diámetro (R_m) a la que se le ha añadido un núcleo de carbono (n) con diámetro (R_C). En las figuras 4-C y 4-D se aprecia cómo la mezcla de la cápsula (7) cuando se empieza a descomponer al calentarse genera presión y una fuerza dirigida hacia el núcleo de carbono (n). La fuerza que soporta la superficie de la cápsula de mezcla (7) es la misma que la fuerza que soporta la superficie del núcleo de carbono (n), sin embargo, al tratarse de dos superficies distintas (la de la cápsula es mayor que la interior del núcleo), la presión ejercida sobre la superficie del núcleo de carbono (n) será
15 mucho mayor que la ejercida sobre las paredes de la cápsula (7), siempre en el caso de que se quieran obtener diamantes de mayor tamaño.

Por su parte, en la figura 5 se observa un ejemplo preferido del equipo, según la invención, para rodear la cápsula de mezcla (7) y contener la presión que se genera en su interior durante la reacción, el cual comprende, esencialmente, los siguientes elementos:
25

Un soporte guía (1), que constituye la plataforma sobre la que se incorporan sendas camisas exteriores, una derecha (14) y otra izquierda (5), entre las que se aloja un contenedor esférico dividido en dos semiesferas de contención, una inferior (3) y una superior (10) que están unidas entre sí por una articulación (4) que permite su apertura y cierre, y en cuyo interior, a su vez, se contempla la existencia de otras dos semiesferas, una inferior (2) y una superior (9), y que las llamaremos semiesferas interiores para distinguirlas de las de contención (3, 10) antedichas, las cuales están separadas equidistantemente de
30

estas semiesferas de contención (3, 10) por una serie de nervios separadores (6) que definen una cámara que contiene fluido hidráulico, en concreto una capa de aceite (15), existiendo ajustada en el interior de dichas semiesferas (2, 9) la cápsula de mezcla (7).

- 5 Además, el equipo contempla la existencia de una válvula hidráulica (8) en la parte superior de la citada cámara de la capa de aceite (15), conectada a una tubería de suministro hidráulico (20) que, a su vez, conecta con una unidad de suministro hidráulico (19), así como de un sistema calentador (11), capaz de incrementar la temperatura del contenido de la cápsula de mezcla (7), conectado, a través de cableado (16), a sistema de transformación
10 eléctrico (17), y un sensor termopar (12) instalado, por ejemplo en la semiesfera inferior (2), conectado, a través de una línea (13), a un sistema de control (18) que gestiona el funcionamiento del sistema eléctrico e hidráulico.

En las figuras 6 a 9 se muestran las diferentes fases de funcionamiento del equipo. Así, en
15 la figura 6 se muestra como la presión ejercida por la cápsula de mezcla (7) se transmite a la semiesfera inferior (2) y a la semiesfera superior (9) a través de una fuerza radial. Al ser el radio exterior mayor que el interior, la presión exterior a contener, será mucho menor que la presión interior producida.

20 En la figura 7 se muestra la fuerza radial que se aplica a través del interior de la semiesfera inferior (2) y a la semiesfera superior (9). Como el radio interior es mucho mayor que el exterior, la presión exterior será mucho menor que la presión en el interior, y será contenida por una capa de aceite (15) a presión.

25 En la figura 8 se muestra como la presión a la que está sometida la capa de aceite (15), va a ser contenida por la semiesfera de contención inferior (3) y semiesfera de contención superior (10). Estas semiesferas de contención (3, 10) poseen un espesor que soporta la presión ejercida por la capa de aceite (15). El ajuste entre ambas impide la fuga de aceite al exterior, aunque por cuestiones económicas se puede dotar de una junta estanca externa
30 (21) que impida fugas de aceite. Además, preferentemente entre la semiesfera (2) y la semiesfera (10) sobre las que se encuentra dicha capa de aceite (15), también se contempla una junta estanca interna (22) que impida fugas de aceite hacia el interior.

Y en la figura 9 se muestra como la presión que ejerce la capa de aceite (15) sobre la superficie de la semiesfera de contención inferior (3) y semiesfera de contención superior (10) produce una fuerza indicada con unas flechas negras que es anulada por las camisas exteriores (5) y (14), impidiendo así la apertura del sistema quedando éste estanco y manteniendo el volumen constante en todo momento.

En la realización preferida del equipo de la invención, para la elección de los materiales se han tenido en cuenta las presiones a soportar/contener y puntos de fusión de los mismos.

Así, preferentemente, la cápsula de mezcla (7), preferentemente, es de tungsteno, pues la resistencia a la compresión de este material alcanza los 7GPa, tiene un elevado punto de fusión y alta conductividad térmica. En su interior se van a generar presiones debidas a la descomposición de la sacarosa que rondan los 7GPa, presiones necesarias para la formación de los diamantes.

Igualmente, de modo preferido, las semiesferas interiores superior (9) e inferior (2) que rodean la cápsula de mezcla (7) son de tungsteno, pues la resistencia a la compresión de este material alcanza los 7GPa, tiene un elevado punto de fusión y alta conductividad térmica. En su interior se van a soportar presiones que rondan los 7GPa y en su superficie exterior, se van a contener las presiones generadas en el interior, aplicando sobre esta superficie presiones de 100 MPa mediante el sistema hidráulico.

Por su parte, las semiesferas de contención inferior (3) y superior (10) son de acero con alta resistencia a la compresión capaz de soportar presiones de 100MPa, tiene un elevado punto de fusión y alta conductividad térmica. La superficie de estos elementos va a soportar presiones de 100 MPa. La capa de aceite (15) se encuentra entre dichas semiesferas de contención (3, 10) y las semiesferas superior (9) e inferior (2). Por ello es fundamental que el grosor de ambas semiesferas de contención inferior (3) y superior (10) sea tal que soporte presiones de 100 MPa.

Asimismo, la camisa exterior izquierda (5) y la camisa exterior derecha (14) son de acero con alta resistencia a la compresión, capaz de soportar presiones de 100MPa, tiene un elevado punto de fusión y alta conductividad térmica. La superficie de ambas camisas (5,

14) va a soportar presiones de 100 MPa y van a impedir el desplazamiento del contenedor inferior (3) y contenedor superior (10).

5 Siguiendo con las particularidades adicionales del equipo para llevar a cabo el procedimiento de la invención, cabe mencionar que el soporte guía (1) tiene la misión de facilitar el desplazamiento de la camisa exterior izquierda (5) y camisa exterior derecha (14) para proceder a su apertura cuando convenga, y su material, preferentemente, es acero por su gran resistencia.

10 El sensor Termopar (12) tiene como misión medir la temperatura en el interior de las semiesferas (2, 9), para lo cual, preferentemente, tiene un rango de medida hasta los 1000 °C, siendo posible el uso de termopares para temperaturas superiores.

15 La junta estanca exterior (21) y la junta estanca interior (22), que tienen la misión de impedir fugas de aceite, tienen una resistencia suficiente para soportar presiones superiores a los 100 MPa mínimo y temperaturas que superen los 600°C.

20 El sistema calentador (11), cuya misión es la de calentar la cápsula (7) y que ésta alcance temperaturas de 600 °C, preferentemente es de inducción y está controlado mediante un sistema de control (18) de frecuencia de corriente alterna e intensidad de corriente. Su función se limita mediante el termopar (12) que detectará si se están alcanzando los 600 °C. En el momento de ser necesario el enfriamiento de la cápsula (7), el calentador (11) dejará de funcionar.

25 Debe entenderse que el sistema calentador (11) descrito puede ser de otros tipos, y que se ha elegido como preferido el de inducción por ser más limpio que otros.

30 La válvula reguladora de aceite (8) tiene una misión limitada a controlar la entrada y salida del aceite procedente de la unidad de suministro hidráulico (19). En el momento que se alcanzan los 100MPa la válvula se cierra, manteniendo la capa de aceite (15) a presión. La válvula (8) se abre para permitir la apertura de todo el conjunto interior y extracción de la cápsula de mezcla (7).

El cableado de alimentación eléctrica (16), unidad de suministro eléctrico (17) y sistema de control eléctrico hidráulico (18), constituye un sistema común para suministrar la corriente eléctrica necesaria del calentador de inducción (11). El cableado eléctrico lo suministra desde el sistema eléctrico hasta dicho calentador, y recibe la señal desde el termopar (12) hasta el sistema de control (18) Dicho sistema eléctrico también suministra corriente eléctrica a la unidad de suministro hidráulico (19).

Preferentemente, los nervios separadores (6) que definen la cámara de la capa de aceite (15) entre las semiesferas internas (2, 9) y las semiesferas de contención (3,10), son barras de tungsteno que sirven de guía para dichas semiesferas en el momento de extraer o posicionar la cápsula de mezcla (7).

El equipo contempla además una tubería de suministro hidráulico (20), consistente en un tubo que transporta fluido hidráulico procedente de la unidad de suministro hidráulico (19), hasta la cámara que constituye el espacio contenido entre las semiesferas internas (2, 9) y las semiesferas de contención (3,10), la cual está construida con capacidad de resistencia suficiente para soportar presiones de 100 MPa.

El fluido que conforma la capa de aceite (15) Entra a presión de 100 MPa en la mencionada cámara entre las semiesferas internas (2, 9) y las semiesferas de contención (3,10).

En cuanto a lo que se refiere a la geometría de los descritos elementos del equipo de la invención, cabe resaltar lo que sigue para calcular las relaciones existentes entre los lados de la cápsula de la cápsula de mezcla (7) y el radio de las semiesferas, así como la relación entre el radio de la cápsula de mezcla (7) y el núcleo de carbono (n) en caso de que se incorpore.

Así pues, para calcular la superficie de la cápsula de mezcla (7) emplearemos la fórmula $4\pi R^2$, teniendo una superficie de 150 cm^2 . Dicha superficie soportará una presión de 7 GPa, con lo que debemos calcular el radio de las semiesferas interiores (2, 9) que la van a rodear para soportar una presión interior de 7GPa y contenerla mediante una presión exterior proporcionada por la capa de aceite (15) de 100 MPa. Sabiendo que la superficie de una esfera es $4\pi R^2$ y despejando la siguiente fórmula:

$$P_1XS_1 = P_2XS_2$$

Siendo P_1 la presión generada en el interior de la cápsula, S_1 la superficie de la cápsula esférica donde se produce la presión P_1 .

Siendo P_2 la presión del sistema hidráulico, y S_2 la superficie donde se aplica la presión del sistema hidráulico P_2 .

5

$$7 \text{ GPa} \times 4\pi R_1^2 = 100 \text{ MPa} \times 4\pi R_2^2$$

$$7 \times 10^9 \times 4\pi R_1^2 = 100 \times 10^6 \times 4\pi R_2^2$$

$$\text{Entonces, si despejamos tenemos: } 7 \times 10^9 \times 4\pi R_1^2 = 100 \times 10^6 \times 4\pi R_2^2$$

$$P_1 / P_2 = R_2^2 / R_1^2$$

10

$\sqrt{70} = R_2 / R_1$ que será la relación entre los radios por este método de contención.

Es decir, en el caso de querer contener una presión generada en la cápsula de 7 GPa mediante la aplicación de presión exterior utilizando un sistema hidráulico de 100 MPa, deberemos utilizar una cápsula de mezcla (7) de radio $\sqrt{70}$ veces menor que el radio de las semi-esferas interiores (2,9).

15

Podemos decir entonces que, para conseguir contener una presión en el interior de 7GPa en la cápsula de 5 cm de radio, tenemos que aplicar una presión exterior de 100 MPa a dos semiesferas que tienen un radio de 41,83 cm.

20

Teniendo ya definidas las dimensiones fundamentales de los elementos del sistema, nos vamos a imbuir en el proceso en sí. Definiremos inicialmente un proceso de transformación de diamantes sintéticos para una cápsula de 5 cm de radio, obteniendo una mezcla de sacarosa y agua soportable para presiones de 7 GPa. Posteriormente definiremos un proceso en el que se utilice una cápsula de 5 cm de radio, obteniendo unas presiones soportables y un diamante sintético de mayores dimensiones habiendo adicionado carbono.

25

- Se parte, como ejemplo, de una cápsula (7) esférica de tungsteno con cierre hermético. La dimensión del radio de la esfera en su interior es de 5 cm, con lo que el volumen interior de la esfera será de 523,58 cm³.

30

- Se introduce en su interior tal y como hemos comentado con anterioridad un volumen de agua ($523,58 \text{ cm}^3$), para obtener una presión en el interior soportable introduciremos 900 cm^3 de sacarosa, en lugar de los $1047,16 \text{ cm}^3$ de sacarosa admisibles.

5 - Una vez rellena la cápsula (7) se cierra a presión garantizando un cierre hermético. En ese instante tendremos la cápsula lista para ser alojada entre las semiesferas interiores (2, 9) y de contención (3, 10).

10 - Se colocará la cápsula (7) con ajuste en las semiesferas inferiores (2, 3) y se le acopla encima las semiesferas superiores (9, 10), siendo bajadas ésta por un brazo hidráulico. Ya cubierta la cápsula (7) con las semiesferas interiores (2, 9) y de contención (3, 10), serán cerradas mediante las camisas derecha (14) e izquierda (5) y se empezarán a calentar mientras se suministra el aceite a presión a través de la válvula (8).

15 - Una vez que la cápsula alcance una temperatura superior a 186°C , la mezcla contenida en la cápsula de mezcla (7) empezará a descomponerse incrementando la presión en el interior de la misma. Para garantizar una reacción controlada entre el hidrógeno y el oxígeno de descomposición, se deberá llegar a la temperatura de autoignición del hidrógeno cuanto antes, encontrándose ésta por encima de los 565°C . De este modo, todo el oxígeno y el
20 hidrógeno producidos irán reaccionando para formar agua. Teniendo entonces la siguiente reacción:

1404 g de $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ (sacarosa de la mezcla) + 523,58 g de H_2O (agua de la mezcla) \rightarrow
para descomponerse en \rightarrow 591,15 g de $\text{C}(\text{D})$ y 1336,42 g de H_2O .

25

Partiendo de un volumen inicial de $523,58 \text{ cm}^3$, en el momento que el grafito se transforme en diamante, el volumen final a ocupar será de $356,11 \text{ cm}^3$, con lo que la presión en el interior de la cápsula una vez transformado en diamante será de 6,06 GPa.

30 Si observamos los diagramas de fases del carbono (figura 10) y del agua (figura 11) a presiones de 6,06 GPa y 560°C nos encontramos, en el caso del carbono como diamante, y en el caso del agua como un líquido. Si vamos disminuyendo la temperatura, el carbono se encontrará en la fase de diamante, y el agua pasará de estado líquido a estado sólido,

garantizando la completa transformación del carbono a diamante. En este caso obtenemos un diamante de $167,47 \text{ cm}^3$.

5 En la figura 10 se muestra un diagrama de fases del carbono – diamante, el cual indica el rango de presiones y temperaturas en las que se debe posicionar para obtener diamantes.

En la figura 11 se muestra un diagrama de fases del agua que indica, a través de flechas numeradas del 1 al 5, el proceso en cada momento de la descomposición de la mezcla y el estado del agua en cada tramo.

10

En caso de querer obtener un diamante de mayores dimensiones, partiremos de una cápsula de $523,58 \text{ cm}^3$, en la que introduciremos un núcleo de carbono de 150 cm^3 , y una mezcla de $373,58 \text{ cm}^3$ de agua y $747,16 \text{ cm}^3$ de sacarosa.

15 - Se parte, como ejemplo, de una cápsula (7) esférica de tungsteno con cierre hermético. La dimensión del radio de la esfera en su interior es de 5 cm, con lo que el volumen interior de la esfera será de $523,58 \text{ cm}^3$.

20 - Se introduce en su interior un volumen de carbono de 150 cm^3 , y una mezcla de $373,58 \text{ cm}^3$ de agua y $747,16 \text{ cm}^3$ de sacarosa.

- Una vez rellena la cápsula (7) se cierra a presión garantizando un cierre hermético. En ese instante tendremos la cápsula lista para ser alojada entre las semiesferas interiores (2, 9) y de contención (3, 10).

25

- Se colocará la cápsula (7) con ajuste en las semiesferas inferiores (2, 3) y se le acopla encima las semiesferas superiores (9, 10), siendo bajadas ésta por un brazo hidráulico. Ya cubierta la cápsula (7) con las semiesferas interiores (2, 9) y de contención (3, 10), serán cerradas mediante las camisas derecha (14) e izquierda (5) y se empezarán a calentar mientras se suministra el aceite a presión a través de la válvula (8).

30

- Una vez que la cápsula alcance una temperatura superior a 186°C , la mezcla contenida en la cápsula de mezcla (7) empezará a descomponerse incrementando la presión en el interior

de la misma. Para garantizar una reacción controlada entre el hidrógeno y el oxígeno de descomposición, se deberá llegar a la temperatura de autoignición del hidrógeno cuanto antes, encontrándose ésta por encima de los 565°C. De este modo, todo el oxígeno y el hidrógeno producidos irán reaccionando para formar agua. Teniendo entonces la siguiente reacción:

1165,56 g de $C_{12}H_{22}O_{11}$ (sacarosa de la mezcla) + 373,58 g de H_2O (agua de la mezcla) + 339 g (núcleo de carbono) \rightarrow para descomponerse en \rightarrow 828,45 g de $C_{(Diamante)}$ y 1048,38 g de H_2O .

Partiendo de un volumen inicial de 523,58 cm³, en el momento que el grafito se transforme en diamante, el volumen final a ocupar será de 288,89 cm³, con lo que la presión en el interior de la cápsula una vez transformado en diamante será de 5,78 GPa.

Si observamos los diagramas de fases del carbono (figura 10) y del agua (figura 11) a presiones de 5,78 GPa y 560 °C nos encontramos, en el caso del carbono como diamante, y en el caso del agua como un líquido. Si vamos disminuyendo la temperatura, el carbono se encontrará en la fase de diamante, y el agua pasará de estado líquido a estado sólido, garantizando la completa transformación del carbono a diamante. En este caso obtenemos un diamante de 234,68 cm³ debido al aporte complementario de carbono.

Descrita suficientemente la naturaleza de la presente invención, así como la manera de ponerla en práctica, no se considera necesario hacer más extensa su explicación para que cualquier experto en la materia comprenda su alcance y las ventajas que de ella se derivan, haciéndose constar que, dentro de su esencialidad, podrá ser llevada a la práctica en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, y a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba siempre que no se altere, cambie o modifique su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DIAMANTES SINTÉTICOS A PARTIR DE LA SACAROSA **caracterizado** por comprender los siguientes pasos:

5

- introducción de sacarosa en una cápsula (7) hermética y sin aire que está rodeada por un contenedor externo que mantiene el volumen de la cápsula (7) constante en todo el proceso;

10

- incremento de la presión en el interior de la cápsula (7) mediante la descomposición de la sacarosa del interior de la cápsula (7) hasta que el carbono resultante de dichas condiciones de presión de la capsula se transforma en diamante;

- control de la presión generada en el interior de la cápsula (7) con medios de contención que aplican presión externamente alrededor del contenedor de la cápsula (7).

15

2.- PROCEDIMIENTO, según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la descomposición de la sacarosa para provocar el incremento de presión se consigue mediante el incremento de la temperatura de la cápsula (7) hasta descomponer por pirolisis la sacarosa de su interior en hidrógeno, oxígeno y carbono, y provocar que el hidrógeno y el oxígeno reaccionen dando como resultado agua supercrítica que incrementa la presión en el interior de la cápsula para que el carbono resultante de dichas condiciones de presión de la capsula se transforme en diamante, y que el agua supercrítica disuelva las impurezas que pudieran existir en el carbono de la transformación.

20

25

3.- PROCEDIMIENTO, según la reivindicación 2, **caracterizado** porque la sacarosa que se introduce en la cápsula (7) se combina en disolución de agua, para introducir mayor cantidad de sacarosa en el mismo volumen y poder incrementar la presión garantizando la ausencia de aire en el interior de la cápsula.

30

4.- PROCEDIMIENTO según cualquiera de las reivindicaciones 2 ó 3, **caracterizado** porque, adicionalmente, se efectúa un aporte complementario de carbono en el interior de la capsula (7) junto con la sacarosa o la mezcla de sacarosa y agua para que el carbono de la reacción se adicione al mismo y aumentar las dimensiones del diamante obtenido.

- 5.- PROCEDIMIENTO según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la descomposición de la sacarosa para provocar el incremento de presión se consigue mediante la combinación de la sacarosa que se introduce en la cápsula (7) con ácido sulfúrico, teniendo como resultado carbono, agua y ácido sulfúrico, ya que el incremento de presión de la cápsula (7) se consigue con la deshidratación producida por el ácido introducido.
- 6.- PROCEDIMIENTO según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 **caracterizado** porque los medios de contención con que se controla la presión que se genera en el interior de la cápsula (7) son un sistema de fluido hidráulico.
- 7.- PROCEDIMIENTO según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 **caracterizado** porque los medios de contención con que se controla la presión que se genera en el interior de la cápsula (7) son mecánicos.
- 8.- PROCEDIMIENTO según la reivindicación 1 y 6 o 7, **caracterizado** porque para conseguir contener una presión en el interior de 7GPa en una cápsula (7) de 5 cm de radio, con los medios de contención se aplica una presión exterior de 100 MPa a un equipo con semiesferas que tienen un radio de 41,83 cm, manteniendo una relación del radio de las semiesferas que será $\sqrt{70}$ veces mayor que el radio de la cápsula (7).
- 9.- EQUIPO PARA LLEVAR A CABO UN PROCEDIMIENTO como el descrito en algunas de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** por comprender dos camisas exteriores, una derecha (14) y otra izquierda (5), entre las que se aloja un contenedor esférico dividido en dos semiesferas de contención, una inferior (3) y una superior (10) en cuyo interior, a su vez, se contempla la existencia de dos semiesferas interiores, una inferior (2) y una superior (9), separadas por una cámara con fluido hidráulico, existiendo ajustada en el interior de dichas semiesferas (2, 9) la cápsula de mezcla (7) y un sistema calentador (11), capaz de incrementar la temperatura del contenido de la cápsula de mezcla (7).
- 10.- EQUIPO, según la reivindicación 9, **caracterizado** porque comprende una válvula hidráulica (8) en la parte superior de la cámara con fluido, conectada a una tubería de

suministro hidráulico (20) que, a su vez, conecta con una unidad de suministro hidráulico (19).

5 11.- EQUIPO, según la reivindicación 9 ó 10, **caracterizado** porque incorpora un sensor termopar (12), para medir la temperatura en el interior de las semiesferas (2, 9), con un rango de medida de hasta 1000°C o más.

10 12.- EQUIPO, según las reivindicaciones 9 a 11, **caracterizado** porque el sistema calentador (11) está conectado a un sistema de transformación eléctrico (17) y el termopar (12) está conectado a un sistema de control (18) que gestiona el funcionamiento del sistema eléctrico e hidráulico.

15 13.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, **caracterizado** porque las camisas exteriores derecha (14) e izquierda (5) se incorporan sobre un soporte guía (1) para facilitar el desplazamiento de las mismas.

20 14.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 13, **caracterizado** porque las semiesferas interiores (2, 9) están separadas equidistantemente de estas semiesferas de contención (3, 10) por nervios separadores (6) que definen la cámara que contiene fluido hidráulico.

15.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 14, **caracterizado** porque la cápsula (7) es de tungsteno.

25 16.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 15, **caracterizado** porque las semiesferas interiores (2, 9) son de tungsteno.

30 17.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 16, **caracterizado** porque las semiesferas de contención inferior (3) y superior (10) son de acero de alta resistencia capaz de soportar presiones de 100MPa.

18.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 17, **caracterizado** porque la camisa exterior izquierda (5) y la camisa exterior derecha (14) son de acero de alta resistencia capaz de soportar presiones de 100MPa.

5 19.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 18, **caracterizado** porque, para impedir fugas de fluido, entre la semiesfera de contención inferior (3) y semiesfera de contención superior (10) se prevé una junta estanca externa (21) y entre las semiesferas interiores inferior (2) y superior (10) una junta estanca interna (22), ambas con resistencia que soporta presiones superiores a 100 MPa y temperaturas que superan los 600°C.

10

20.- EQUIPO, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 19, **caracterizado** porque el sistema calentador (11) es de inducción.

15 21.- EQUIPO, según la reivindicación 14, **caracterizado** porque los nervios separadores (6) que definen la cámara entre las semiesferas internas (2, 9) y las semiesferas de contención (3,10) son elementos de tungsteno que sirven de guía para dichas semiesferas en el momento de extraer o posicionar la cápsula de mezcla (7).

FIG. 1

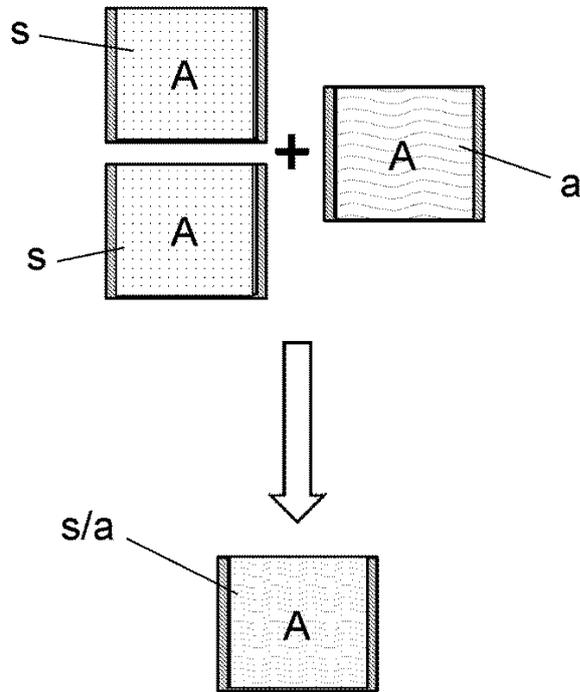


FIG. 2-A

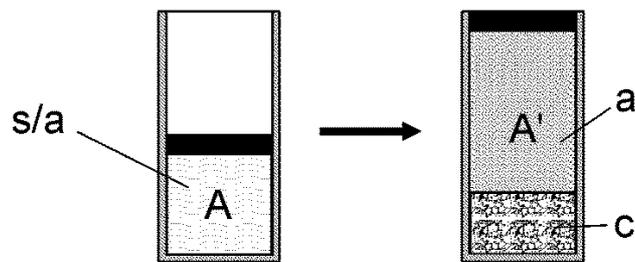


FIG. 2-B

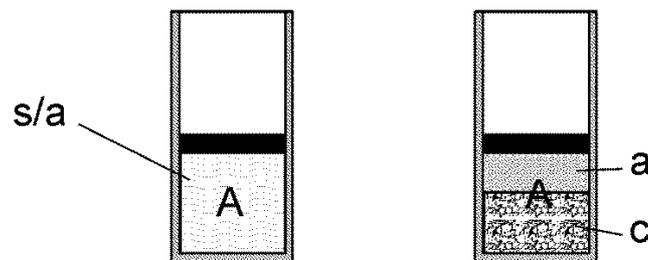


FIG. 3-A

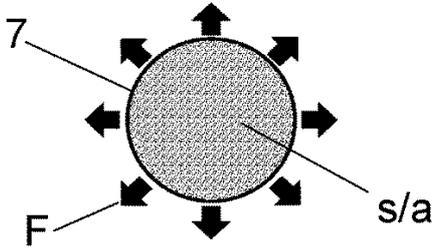


FIG. 3-B

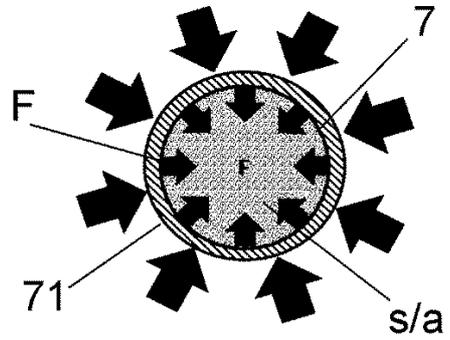


FIG. 4-A

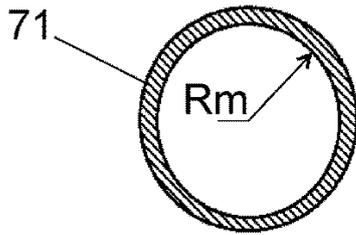


FIG. 4-B

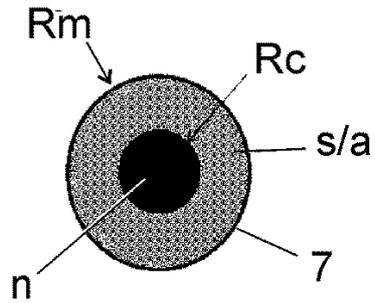


FIG. 4-C

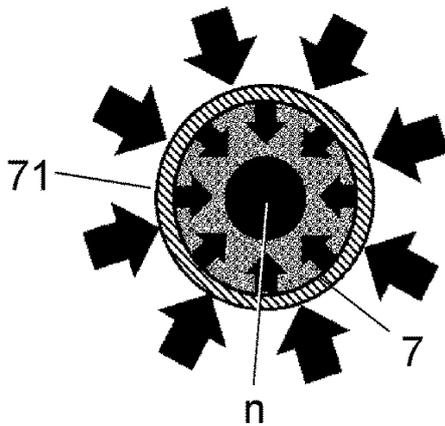


FIG. 4-D

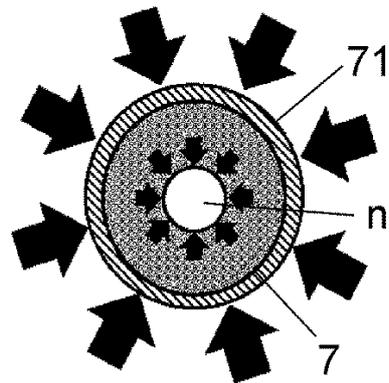


FIG. 5

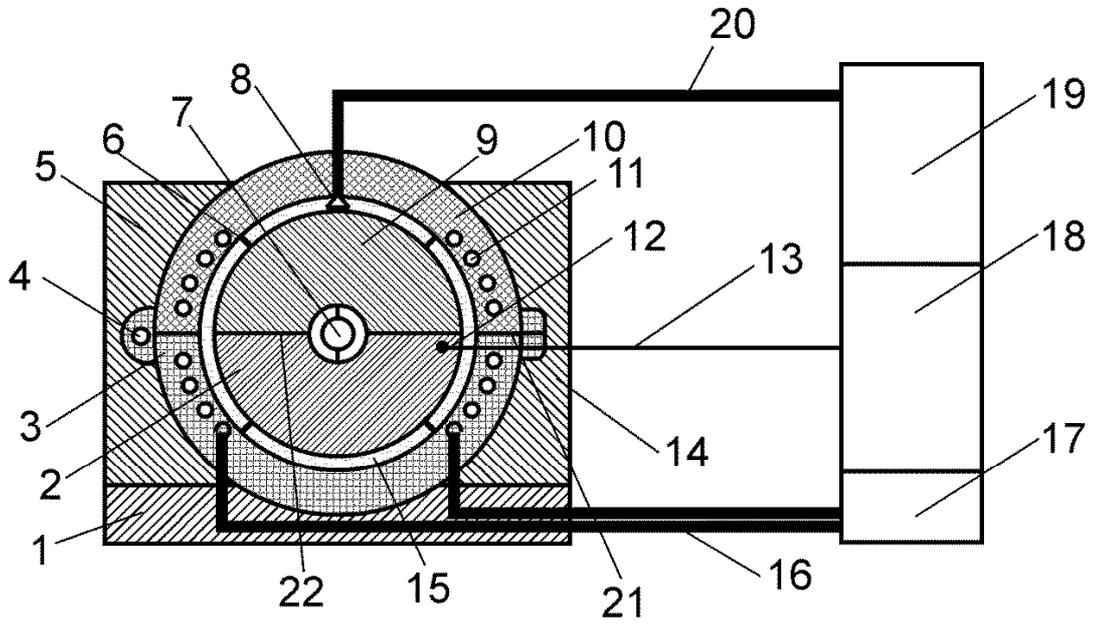


FIG. 6

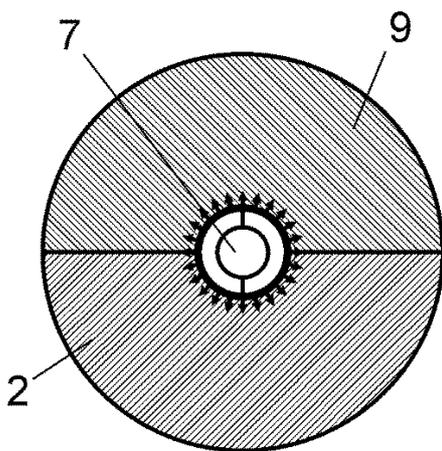


FIG. 7

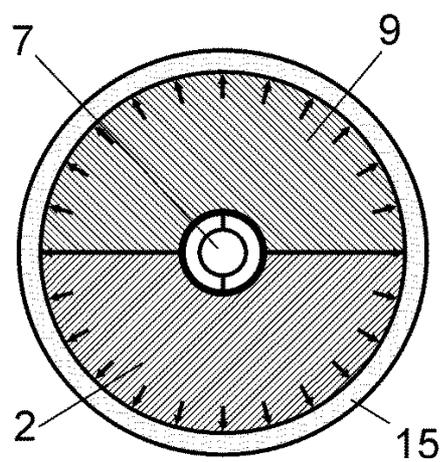


FIG. 8

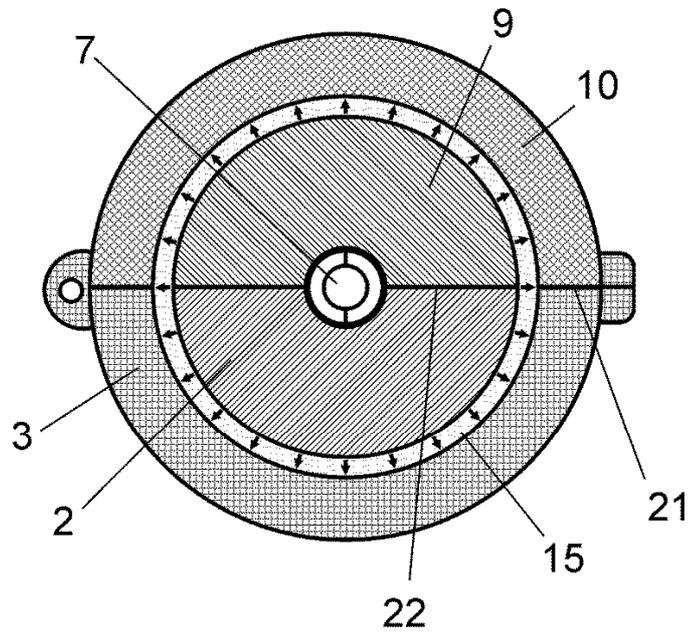


FIG. 9

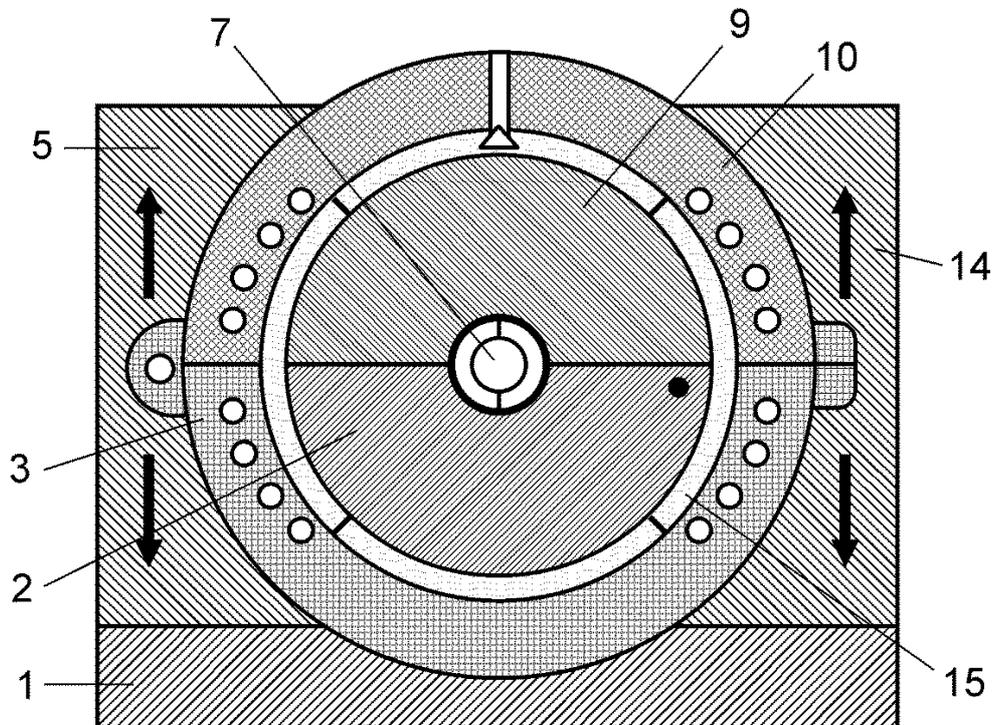


FIG. 10

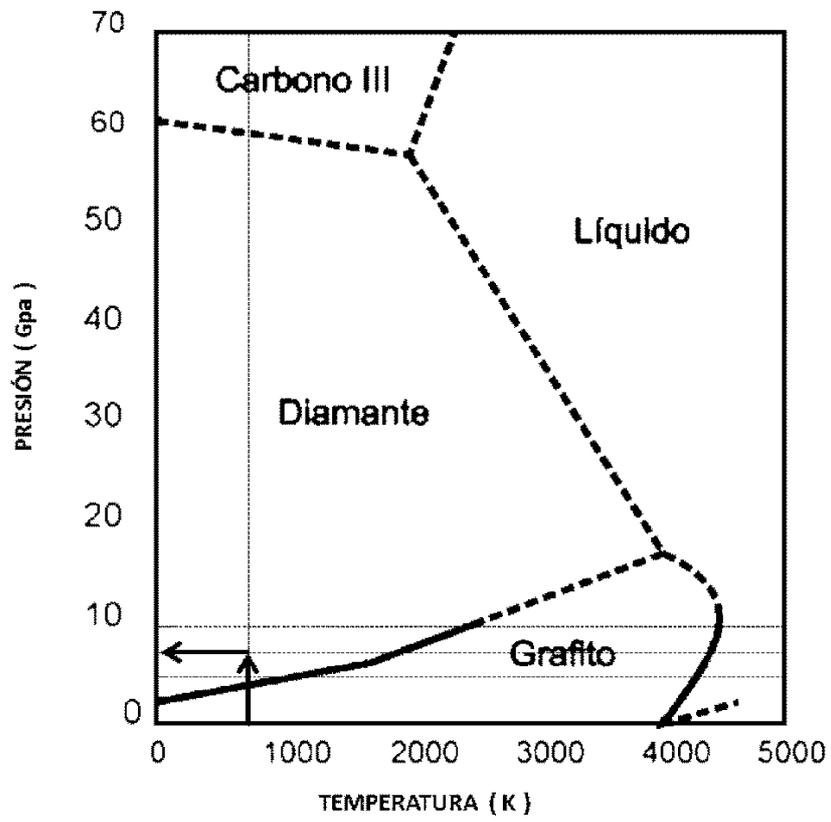
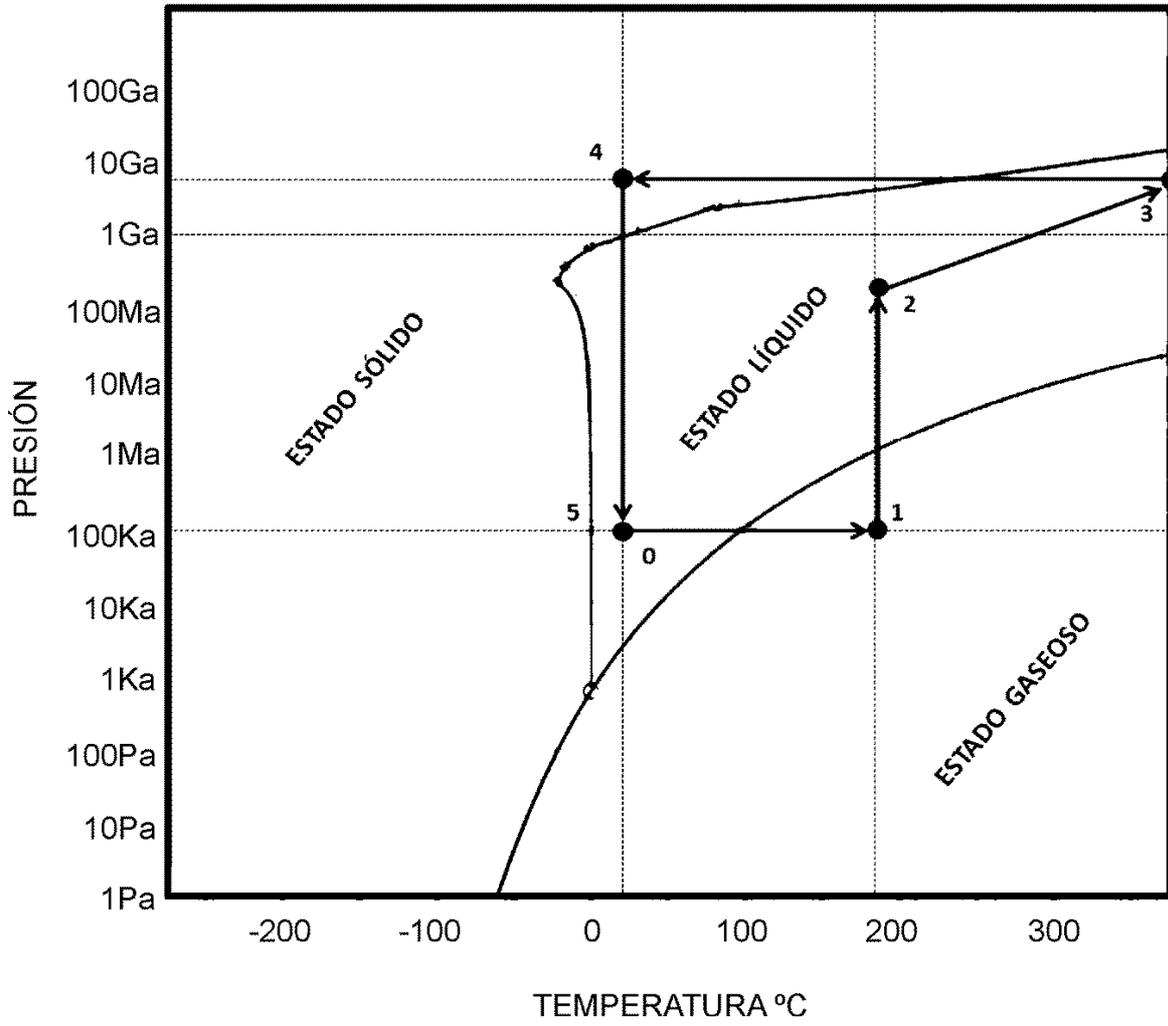


FIG. 11





- ②¹ N.º solicitud: 201830196
②² Fecha de presentación de la solicitud: 01.03.2018
③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: **C01B32/25** (2017.01)
B01J3/06 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	JP H09249408 A (HONDA MOTOR CO LTD) 22/09/1997, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos EPODOC. Recuperado de EPOQUE	1-21
A	US 6030596 A (VILELLA JIRAU) 29/02/2000, columna 2, líneas 9 - 52; reivindicación 1	1-21
A	CN 106006605 A (ZHAOCHANGRAN) 12/10/2016, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI (2017 Clarivate Analytics. Recuperado de EPOQUE	1-8
A	JP H09201525 A (SUMITOMO ELECTRIC IND LTD) 05/08/1997, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos EPODOC. Recuperado de EPOQUE	1-21
A	ES 2258920 A1 (INSTITUTO DE MONOCRISTALES, SL) 01/09/2006, columna 3, línea 64 - columna 6, línea 20; figura 2	9-21

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia
Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría
A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita
P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud
E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
24.09.2018

Examinador
A. Rúa Aguete

Página
1/3



21 N.º solicitud: 201830196

22 Fecha de presentación de la solicitud: 01.03.2018

32 Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

51 Int. Cl.: **C01B32/25** (2017.01)
B01J3/06 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	56 Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	CN 202983638U U (XIANGSHAN XINGQI ELECTRICAL APPLIANCE TECHNOLOGY CO LTD) 12/06/2013, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI/ 2017 Clarivate Analytics. Recuperado de EPOQUE	1-21
A	CN 203018052U U (UNIV JILIN) 19/11/2012, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI/2017 Clarivate Analytics. Recuperado de EPOQUE	1-21
A	CN 201592083U U (HENAN HUANGHE WHIRLWIND CO LTD) 29/09/2010, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI/2017 Clarivate Analytics. Recuperado de EPOQUE	1-21

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
24.09.2018

Examinador
A. Rua Aguete

Página
2/3

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C01B, B01J

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTE