



(10) **AT 516720 A4 2016-08-15**

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 50404/2015
(22) Anmeldetag: 18.05.2015
(43) Veröffentlicht am: 15.08.2016

(51) Int. Cl.: **C25B 11/04** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
EP 2631335 A2
AT 503402 A1
AT 413109 B
WO 03066930 A1
US 2013112548 A1

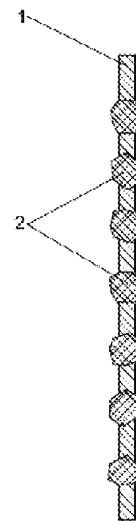
(71) Patentanmelder:
pro aqua Diamantelektroden Produktion GmbH
& Co KG
8712 Niklasdorf (AT)

(74) Vertreter:
REDL Gerda
1220 Wien (AT)

(54) **Verfahren zur Herstellung einer Elektrode**

(57) Elektrode aus in eine Trägerschicht (1) aus elektrisch nicht leitfähigem Material eingebetteten, synthetisch hergestellten, elektrisch leitfähigen, dotierten Diamantpartikeln (2), wobei die Diamantpartikel (2) an beiden Seiten der Trägerschicht (1) herausragen und aus einem Korngrößenbereich von 170 μm bis 420 μm stammen.

Die Diamantpartikel (2) in der Elektrode weisen Korngrößen auf, die sich um höchstens 50 μm voneinander unterscheiden, wobei maximal 10 % der Diamantpartikel (2) eine größere und/oder eine kleinere Korngröße aufweisen.



AT 516720 A4 2016-08-15

5 Zusammenfassung

- 10 Elektrode aus in eine Trägerschicht (1) aus elektrisch nicht leitfähigem Material eingebetteten, synthetisch hergestellten, elektrisch leitfähigen, dotierten Diamantpartikeln (2), wobei die Diamantpartikel (2) an beiden Seiten der Trägerschicht (1) herausragen und aus einem Korngrößenbereich von 170 μm bis 420 μm stammen.
- 15 Die Diamantpartikel (2) in der Elektrode weisen Korngrößen auf, die sich um höchstens 50 μm voneinander unterscheiden, wobei maximal 10 % der Diamantpartikel (2) eine größere und/oder eine kleinere Korngröße aufweisen.

Beschreibung

5

Elektrode

Die Erfindung betrifft eine Elektrode aus in eine Trägerschicht aus elektrisch nicht leitfähigem Material eingebetteten, synthetisch hergestellten, elektrisch leitfähigen, dotierten Diamantpartikeln, wobei die Diamantpartikel an beiden Seiten der Trägerschicht
10 herausragen und aus einem Korngrößenbereich von 170 µm bis 420 µm stammen.

Eine derartige Elektrode, die auch als Diamantpartikel-Elektrode bezeichnet wird, ist beispielsweise aus der WO 2007/116004 A2 bekannt. Die EP 2 631 335 A2 offenbart
15 mehrere Verfahren zur Herstellung einer derartigen Diamantpartikel-Elektrode.

Diamantpartikel-Elektroden zeichnen sich durch eine hohe Überspannung für Sauerstoff und Wasserstoff aus und sind daher für eine Vielzahl von Oxidationsprozessen in wässriger Lösung besonders gut geeignet. Besonders vorteilhafte Anwendungen von
20 Elektrolysezellen, die Diamantpartikel-Elektroden enthalten, liegen im Bereich der Wasseraufbereitung durch anodische Oxidation sowie im Bereich der Synthesechemie.

Die freistehenden Teile der Diamantpartikel sollten abgestimmt auf die Dicke der jeweiligen Trägerschicht möglichst groß sein, um hochwirksame Elektroden zur Verfügung
25 zu stellen. Dabei hat die Trägerschicht eine bestimmte Dicke aufzuweisen, um der Elektrode eine gute Stabilität zu verleihen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zu Grunde, eine Elektrode der eingangs genannten Art qualitativ zu verbessern, indem der Anteil der aus der Trägerschicht herausragenden
30 Teile der Diamantpartikel optimiert wird.

Gelöst wird die gestellte Aufgabe erfindungsgemäß dadurch, dass die Diamantpartikel in der Elektrode Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 50 µm voneinander unterscheiden, wobei maximal 10 % der Diamantpartikel eine größere und/oder eine kleinere Korngröße aufweisen.

5

Erfindungsgemäße Elektroden weisen daher beidseitig einen hohen Anteil an herausragenden Teilen der Diamantpartikel auf, da die Korngrößen voneinander nur gering abweichen. Auf diese Weise kann eine hohe Wirksamkeit der Elektrode sichergestellt werden.

10

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die Elektrode Diamantpartikel auf, deren Korngrößen sich um höchstens 40 µm voneinander unterscheiden. Für eine optimale Wirksamkeit der Elektrode ist ferner eine Ausführung besonders vorteilhaft, bei der die Diamantpartikel Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 30 µm voneinander unterscheiden.

15

Bei qualitativ besonders hochwertigen Elektroden weisen maximal 5 %, vorzugsweise sogar maximal 3 %, der Diamantpartikel eine größere und/oder eine kleinere Korngröße auf. Die durchschnittliche Korngröße der Diamantpartikel ist gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung auf die Dicke der Trägerschicht derart abgestimmt, dass das Verhältnis der Dicke der Trägerschicht zur durchschnittlichen Korngröße der Diamantpartikel 1 : 3 bis 1 : 8 beträgt.

20

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführung ist es für eine besonders gute Wirksamkeit der Elektrode von Vorteil, wenn an beiden Seiten der Trägerschicht der Anteil an freier, nicht von Diamantpartikeln eingenommener Oberfläche höchstens 50 % beträgt.

25

Weitere Merkmale, Vorteile und Einzelheiten der Erfindung werden nun anhand der schematischen Zeichnung, die ein Ausführungsbeispiel darstellt, näher beschrieben. Dabei zeigen

30

Fig. 1 eine Schnittdarstellung eines Abschnittes einer Elektrode und

Fig. 2 eine Schnittansicht während der Herstellung der Elektrode.

Die Erfindung betrifft eine Elektrode für eine elektrochemische Zelle (Elektrolysezelle).

5 Die Elektrode besteht, wie es Fig. 1 zeigt, aus dotierten, demnach elektrisch leitfähigen
Diamantpartikeln 2, welche einlagig und ohne gegenseitigen Kontakt in eine
Trägerschicht 1 aus Kunststoff eingebettet sind. Die Diamantpartikel 2 sind insbesondere in
einem Hochdruck-/Hochtemperaturverfahren hergestellte, vorzugsweise mit Bor dotierte
Industriediamanten und daher Einkristalle. Die Diamantpartikel 2 können auch mit
10 Stickstoff, Phosphor, Arsen, Antimon, Niob, Lithium, Schwefel oder Sauerstoff dotiert
sein.

Die Elektrode kann gemäß einem der in der EP 2 631 335 A2 bekannten Verfahren
hergestellt sein, wobei eines dieser Verfahren im Folgenden zusammenfassend anhand der
15 Fig. 2 beschrieben wird. Die in Fig. 1 gezeigte Trägerschicht 1 wird aus zwei Folien 4, 5
aus chemisch stabilen Polymeren hergestellt, beispielsweise aus Polytetrafluorethylen
(Teflon), Polyvenylenfluorid (PVDF) oder Perfluoralkoxylalkan (PFA), fluoriertem
Ethylenpropylen (FEP), Ethylen-Tetrafluorethylen (ETFE), Ethylene
ChloroTriFluoroEthylene (ECTFE), Polychlortrifluorethylen (PCTFE), Polyetheretherketon
20 (PEEK), Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polyvinylchlorid (PVC) oder
Polyphenylsulfid (PPS). Zwei Folien 4, 5 aus dem gleichen Material und mit einer gleich
großen oder mit einer unterschiedlichen Stärke von 12,5 µm bis 250 µm, insbesondere 25
µm bis 100 µm, je nach Größe der Diamantpartikel 2, werden jeweils auf eine dünne
Hilfsschicht 3 aus einem weichen, nachgiebigen Material aufgelegt. Die Dicke der
25 Hilfsschichten 3 beträgt zwischen 0,5 mm und 3 mm. Als Material für die Hilfsschichten 3
kommt beispielsweise Polytetrafluorethylen (Teflon), Viton oder Kapton (Fluorelastomere
der Firma Dupont), Neopren oder Silikon in Frage. Die Hilfsschichten 3 werden ebenso wie
die Folien 4, 5 als Rollenware oder in Plattenform angeliefert und verwendet.

30 Fig. 2 zeigt den Aufbau während der Herstellung der Elektrode mit zwei Folien 4, 5, den
dazwischen befindlichen Diamantpartikeln 2 und den jeweils auf den Außenseiten der
Folien 4, 5 befindlichen Hilfsschichten 3. Die gemäß Fig. 2 zusammengefügte Schichten

werden nun Druck und Wärme ausgesetzt, beispielsweise in einer Doppelbandpresse herkömmlichen Aufbaus. Die Pfeile in Fig. 2 zeigen die Richtung des in der Doppelbandpresse von außen wirkenden Druckes. Unter der Einwirkung von Druck und Hitze schmelzen die Folien 4, 5 auf und werden fest miteinander verbunden. Dabei dringen die Diamantpartikel 2 an beiden Seiten der Schmelze in die Hilfsschichten ein, welche folglich jedes Partikel umschließen, wodurch dessen Oberfläche nicht von geschmolzenem Material benetzt werden kann und somit an den Außenseiten des Folienmaterials teilweise freigelegt wird. Der aus der Doppelbandpresse austretende Materialverbund wird optional gekühlt, die Hilfsschichten 3 werden abgezogen. Der Materialverbund kann nun zu Elektroden gewünschter Größe geschnitten werden.

Wie es Fig. 2 zeigt, kann zur Erhöhung der mechanischen Festigkeit der hergestellten Elektroden entweder zwischen zumindest eine der Folien 4, 5 und der jeweiligen Hilfsschicht 3 eine Stützschiicht 6, ein- oder mehrlagig, welche als Stützgitter oder Stützgewebe oder dergleichen ausgeführt ist, eingebracht werden. Die Partikel 2 durchdringen während des Pressvorganges auch das Stützgitter bzw. Stützgewebe 6. Alternativ ist es möglich, ein Stützgitter oder Stützgewebe 6 auf der bereits hergestellten Elektrode auf eine Außenseite oder auf beide Außenseiten aufzubringen, beispielsweise aufzulaminieren oder aufzukleben. Als Material für das Stützgitter bzw. das Stützgewebe eignen sich Kunststoffe, wie Polytetrafluorethylen (Teflon), Polyvinylidenfluorid (PVDF), Perfluoralkoxylalkan (PFA), fluoriertes Ethylenpropylen (FEP), Ethylen-Tetrafluorethylen (ETFE), Polyetheretherketon (PEEK) oder Polyphenylensulfid (PPS), Glasfasern, kunststoffbeschichtete Glasfasern, Keramiken oder Metalle. Bei dieser Ausführung enthält die fertig hergestellte Elektrode zumindest eine sie stabilisierende Stützschiicht und kann vergleichsweise dünn, insbesondere aus dünneren Folien 4, 5, hergestellt werden.

Das Material für die Stützschiicht(en) 6 wird auf das Material der Folien 4, 5 bezüglich des Schmelzpunktes abgestimmt, sodass die Stützschiicht(en) 6 beim Aufschmelzen der Folien 4, 5 nicht schmelzen.

Die Diamantpartikel 2 werden aus bestimmten Korngrößenbereichen ausgewählt, um sicherzustellen, dass die freistehenden Anteile der Diamantpartikel 2 in Abhängigkeit von

der jeweiligen Dicke der Trägerschicht 1 möglichst groß sind. Wird dieser Bereich zu groß gewählt, ist der Anteil an zu kleinen Diamantpartikeln 2, die gegebenenfalls sogar vollständig von der Trägerschicht bedeckt bleiben und unwirksam sind, relativ groß. Elektroden gemäß der Erfindung werden mit Diamantpartikeln 2 mit Korngrößen zwischen 5 170 μm und 420 μm hergestellt. Zur Herstellung einer bestimmten Elektrode werden Diamantpartikel 2 mit Korngrößen verwendet, deren Größendifferenz $\leq 50 \mu\text{m}$, vorzugsweise $\leq 40 \mu\text{m}$ und besonders bevorzugt $\leq 30 \mu\text{m}$, beträgt. Maximal 10 %, insbesondere maximal 5 %, der Diamantpartikel 2 können Korngrößen außerhalb des jeweiligen Bereiches aufweisen. In der fertig hergestellten Elektrode soll die freie 10 Oberfläche der Trägerschicht 1, das heißt die nicht von den herausstehenden Teilen der Diamantpartikel eingenommene Oberfläche, höchstens 50 % der Gesamtfläche der Trägerschicht 1, an beiden Seiten, betragen. Des Weiteren sollte das Verhältnis der Dicke der Trägerschicht zur durchschnittlichen Korngröße der für eine Elektrode verwendeten Diamantpartikel 2 zwischen 1 : 3 und 1 : 8 betragen. Die Bestimmung der Korngrößen der 15 Diamantpartikel 2 erfolgt in an sich bekannter Weise durch Siebung unter Verwendung von Sieben mit unterschiedlicher Feinheit oder mittels Partikelanalyatoren.

5 **Bezugsziffernliste**

- 10 1 Trägerschicht
2 Diamantpartikel
3 Hilfsschicht
4, 5 Folie
6 Stützschicht

5 Patentansprüche

- 10 1. Elektrode aus in eine Trägerschicht (1) aus elektrisch nicht leitfähigem Material eingebetteten, synthetisch hergestellten, elektrisch leitfähigen, dotierten Diamantpartikeln (2), wobei die Diamantpartikel (2) an beiden Seiten der Trägerschicht (1) herausragen und aus einem Korngrößenbereich von 170 µm bis
- 15 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass die Diamantpartikel (2) in der Elektrode Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 50 µm voneinander unterscheiden, wobei maximal 10 % der Diamantpartikel (2) eine größere und/oder eine kleinere Korngröße aufweisen.
- 20 2. Elektrode nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Diamantpartikel (2) Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 40 µm voneinander unterscheiden.
3. Elektrode nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Diamantpartikel (2) Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 30 µm voneinander
- 25 unterscheiden.
4. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass maximal 5 % der Diamantpartikel (2) eine größere und/oder eine kleinere Korngröße aufweisen.
- 30 5. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Dicke der Trägerschicht (1) zur durchschnittlichen Korngröße der

Diamantpartikel (2) 1 : 3 bis 1 : 8 beträgt.

6. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass an beiden
5 Seiten der Trägerschicht (1) der Anteil an freier, nicht von Diamantpartikeln (2)
eingenommener Oberfläche höchstens 50 % beträgt.
7. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie
zumindest eine sie stabilisierende Stützsicht (6) enthält.

Fig. 1

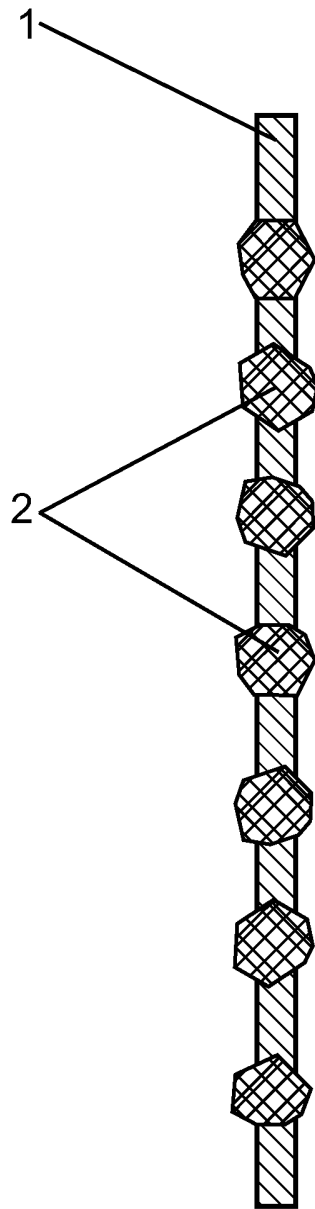
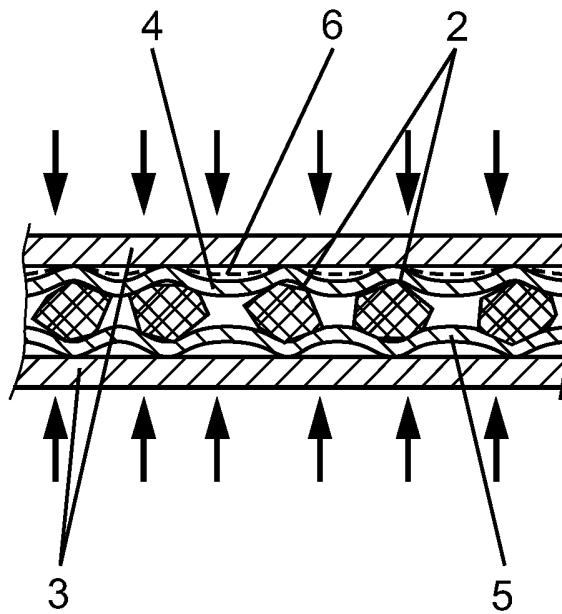


Fig. 2





5 Neue Patentansprüche

- 10 1. Elektrode aus in eine Trägerschicht (1) aus elektrisch nicht leitfähigem Material
eingebetteten, synthetisch hergestellten, elektrisch leitfähigen, dotierten
Diamantpartikeln (2), wobei die Diamantpartikel (2) an beiden Seiten der
Trägerschicht (1) herausragen und aus einem Korngrößenbereich von 170 μm bis
15 aufweisen, die sich um höchstens 50 μm voneinander unterscheiden,
dadurch gekennzeichnet,
dass maximal 10 % der Diamantpartikel (2) eine Korngröße außerhalb des jeweiligen
Korngrößenbereiches aufweisen.
- 20 2. Elektrode nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Diamantpartikel (2)
Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 40 μm voneinander unterscheiden.
3. Elektrode nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die
Diamantpartikel (2) Korngrößen aufweisen, die sich um höchstens 30 μm voneinander
25 unterscheiden.
4. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass maximal
5 % der Diamantpartikel (2) eine Korngröße außerhalb des jeweiligen
Korngrößenbereiches aufweisen.
- 30 5. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das
Verhältnis der Dicke der Trägerschicht (1) zur durchschnittlichen Korngröße der



6. Diamantpartikel (2) 1 : 3 bis 1 : 8 beträgt.
7. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass an beiden
Seiten der Trägerschicht (1) der Anteil an freier, nicht von Diamantpartikeln (2)
5 eingenommener Oberfläche höchstens 50 % beträgt.
8. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie
zumindest eine sie stabilisierende Stützschrift (6) enthält.