(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTSCHRIFT

(12) Ausschließungspatent

(11) DD 283 700 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz der DDR vom 27.10.1983 in Übereinstimmung mit den entsprechenden Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 01 J 3/06

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD B 01 J / 320 556 0	(22)	10.10.88	(45)	24.10.90

(71) siehe (73)
(72) Raab, Siegfried, Dipl.-Phys.; Koinzer, Michael, Dipl.-Phys.; Spliess, Detlef, Dipl.-Ing., DD
(73) Akademie der Wissenschaften der DDR, Otto-Nuschke-Straße 22/23, Berlin, 1080, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Formteilen zur Auskleidung von Reaktionskammern für die Hochdruck-, Hochtemperatursynthese

(55) Hochdruck-, Hochtemperaturtechnik; Hochdruckkammer; Synthese; Diamant; kubisches Bornitrid; polykristalline Diamantkörper; Kammerauskleidung; Materialien zur Herstellung von Formteilen für die Auskleidung von Reaktionskammern zur Hochdruck-, Hochtemperatursynthese

(57) Die Erfindung bezieht sich auf Verfahren zur Herstellung und Behandlung von Materialien zur unmittelbaren Auskleidung der Hochdruck-Hochtemperaturreaktionszone. Sie findet Anwendung in der Hochdruck-, Hochtemperaturtechnik, insbesondere bei der Synthese superharter Werkstoffe wie Diamant, kubisches Bornitrid und polykristallinen Diamantkörpern. Die Aufgabe besteht in der Entwicklung von Formkörpern aus Materialien deren Eigenschaften den Anforderungen an die Hochdruck-, Hochtemperatursynthese wie gute elektrische und thermische Isolation, chemische Inertheit, gute Druckübertragung in optimaler Weise entsprechen. Die erfindungsgemäße Lösung zeichnet sich dadurch aus, daß Schichtsilikate, die thermisch so behandelt werden, daß sie nahezu oder völlig frei von kristallinem Wasser sind, mit einem an sich bekannten Bindemittel und bzw. oder mit einem an sich bekannten Gleitmittel gemischt werden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Formteilen zur Auskleidung von Reaktionskammern für die Hochdruck-Hochtemperatursynthese durch Mischen eines Schichtsilikates mit einem thermisch entfernbaren Binde- und/oder Gleitmittel, Verpressen zu Formkörpern und anschließende thermische Behandlung, **gekennzeichnet dadurch,** daß die eingesetzten Schichtsilikate vor der Formgebung thermisch so behandelt werden, daß sie nahezu oder völlig frei von kristallin gebundenen Wasser sind.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Schichtsilikate vorzugsweise Pyrophyllit, Talk, Paragonit, Serpentinit, Kaolinit, Fruchtschiefer oder Phyllit sind.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Schichtsilikate sich aus einem Korngemenge kleiner 1 mm zusammensetzen.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß als Bindemittel vorzugsweise wäßrige Polyvinylalkohollösung, Sulfitablauge oder Wasserglas und als Gleitmittel vorzugsweise Stearate, Oleine oder Paraffine verwendet werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Materialien für die Auskleidung von Hochdruckkammern, die zur Hochdruck-Hochtemperatursynthese, insbesondere zur Synthese superharter Materialien in Hochdruckapparaten des Typs Belt oder ähnlicher Typen dienen.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, unter Verwendung einheimischer Rohstoffe einen Werkstoff für die Auskleidung von Hochdruckkammern zu schaffen, welcher verbesserte Eigenschaften besitzt und mit üblichen Technologien bei sehr niedrigen Kosten herstellbar ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Das Wesen der erfinderischen Aufgabe besteht darin, gegenüber den bisher bekannten technischen Lösungen für die Auskleidung von Hochdruckkammern ein Material herzustellen, welches durch geeignete Eigenschaften, wie chemische Inertheit, geringe thermische Leitfähigkeit, gute Druckübertragung unter hohem Druck und hoher Temperatur den Anforderungen in optimaler Weise entspricht.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß Schichtsilikate, die thermisch so behandelt werden, daß sie nahezu oder völlig frei von kristallin gebundenem Wasser sind, mit einem Bindemittel, vorzugsweise Polyvinylalkohollösung, Sulfitablauge oder Wasserglas und bzw. oder einem Gleitmittel, vorzugsweise Stearate, Olein oder Paraffine gemischt und zu Formkörpern verpreßt werden. Die zerkleinerten mineralischen Materialien bilden vorteilhafterweise ein Gemenge von Körnern, die kleiner als 1 mm im Durchmesser sind. Die Herstellung des Korngemenges erfolgt nach den in der Keramikindustrie üblichen Technologien, einschließlich der verschiedenen Granulierverfahren.
Die Herstellung der entsprechenden Formteile ist mit den in der Feinkeramik bekannten Preßtechnologien möglich. Nach dem Preßvorgang sind aus den Formteilen durch eine geeignete thermische Behandlung das Binde- und Gleitmittel wieder zu entfernen.
Der entstehende Rohstoff zeichnet sich durch ein wesentlich verbessertes Hochdruck-, Hochtemperaturverhalten und weitestgehende chemische Inertheit aus.
Der Werkstoff ist vorzugsweise für die Synthese superharter Werkstoffe wie Diamant, kubisches Bornitrid und polykristalline Diamantformkörper in Hochdruckapparaturen des Belt-Types geeignet.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll durch folgendes Ausführungsbeispiel erläutert werden:
Einem Paragonit, der in einem Korngemenge mit Körnern größer 0,1 mm und kleiner 1 mm vorliegt und der nach folgendem Regime getempert wurde (1 h Hochheizen von Zimmertemperatur auf 900°C und 4 h bei 900°C), wird wäßrige Polyvinylalkohollösung (< 20 Mol-%) und Zinkstearat (< 2 Mol-%) zugemischt.
Es entsteht eine plastische Masse, die nach den üblichen Feinkeramiktechnologien zu Formkörpern verpreßt werden kann. Nach einer anschließenden thermischen Behandlung bis zu 400grdC, die zur Entfernung der Hilfsstoffe dient, steht ein Werkstoff zur Verfügung, der vorteilhaft zur unmittelbaren Auskleidung des Syntheseraumes eingesetzt werden kann.
Durch die Anwendung des erfindungsgemäßen Werkstoffes ist eine zuverlässige Synthese von Diamant möglich.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die Auskleidung des Reaktionsraumes von Hochdruckkammern, insbesondere von Hochdruckapparaturen der Belt- und Girdle-Typen, muß üblicherweise den nachfolgend genannten Kriterien genügen:
- der Druck muß möglichst gleichmäßig auf das gesamte Reaktionsvolumen übertragen werden,
- der Reaktionsraum muß elektrisch und besonders thermisch sehr gut isoliert werden,
- die Materialien der Auskleidung müssen auch unter Hochdruck-Hochtemperaturbedingungen chemisch inert sein.

Mit Erfüllung dieser Kriterien soll eine definierte Einstellung der gewünschten thermodynamischen Bedingungen im Reaktionsraum erreicht werden.
In der Regel basieren die Auskleidungen, die üblicherweise hülsenartige Formkörper darstellen, auf den natürlichen Rohstoffen Pyrophyllit, Talk, Catlinit (Lithografenstein), Paragonit, Serpentinit, Phyllit und Fruchtschiefer (US-PS 3030662, US-PS 4301134, US-PS 2918699,
DE-AS 2523068, DE-AS 2600395, DE-As 2106086, DD-WP 217718, DD-WP 268822, DD-WP 268115).
Die aufgezählten Rohstoffe werden in die benötigten geometrischen Formen auf zwei Wegen hergestellt. Einmal die mechanische Bearbeitung des kompakten Rohstoffes (z. B. US-PS 3030662) und zum anderen die Herstellung aus Pulvern über eine pressende Formgebung, wobei auch Rohstoffmischungen zur Anwendung kommen (z. B. DD-WP 268822). Dies geschieht aber immer derart, daß die Rohstoffe in ihrer unveränderten natürlichen Form verarbeitet werden.
Der Nachteil dieser bekannten Varianten besteht darin, daß die eingesetzten Materialien in ihrer natürlichen unveränderten Form die oben genannten Anforderungen teilweise nicht oder nur unvollkommen erfüllen.