DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 275 579 A3

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

4(51) C 04 B 35/00
B 01 J 3/06
C 01 B 31/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 04 B / 305 432 8 (22) 28.07.87 (45) 31.01.90

(71) VEB Rationalisierung beim WdB Potsdam, Geschwister-Scholl-Straße 76/77, Potsdam, 1570, DD
(72) Vollstädt, Heiner, Prof. Dr. sc.; Raab, Siegfried; Ullrich, Bernd, Dr. rer. nat.; Kutschke, Dieter, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von mineralischen Werkstoffen für Formteile von Hochdruckkammern

(55) Dichtwerkstoff, Hochdruckkammer, Hochdruck-Hochtemperaturtechnik, Synthese, Diamant, kubisches Bornitrid, polykristalline Diamantkörper, Formkörper

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von mineralischen Werkstoffen für Formteile von Hochdruckkammern. Die Erfindung findet in der Hochdruck-Hochtemperaturtechnik Verwendung, insbesondere zur Auskleidung und Abdichtung von Hochdruckkammern für die Synthese superharter Werkstoffe, wie Synthese von Diamant, kubischem Bornitrid und polykristallinen Diamantkörpern. Die Aufgabe der Erfindung besteht in der Entwicklung eines Formkörpers, der durch geeignete Zusammensetzung die plastischen und mechanischen Eigenschaften je nach Anforderungen der jeweiligen Hochdruckapparatur gezielt und optimal einstellbar gestalten läßt. Die erfindungsgemäße Lösung zeichnet sich dadurch aus, daß einem im Temperaturbereich von 400 °C–600 °C thermisch behandelten Ton, Kaolin oder Bentonit ein wasserhaltiges Magnesiumsilikat, das einen Eisenoxidgehalt bis 15 % aufweist mit maximal 45 % zugesetzt wird und mit einem bekannten Bindemittel gemischt wird. Der erzeugte Werkstoff weist sehr gute elektrische und thermische Isolationseigenschaften auf und hat den Vorteil, daß das mechanische Stütz- und Fließverfahren entsprechend der Zusammensetzung variiert werden kann.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von mineralischen Werkstoffen für Formteile von Hochdruckkammern, **gekennzeichnet dadurch,** daß einem im Temperaturbereich von 400°C–600°C thermisch behandelten Ton, Kaolin oder Bentonit ein wasserhaltiges Magnesiumsilikat, das einen Eisenoxidgehalt bis 15% aufweist, mit maximal 45% zugesetzt wird und mit einem bekannten Bindemittel gemischt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die zur Mischung kommenden zerkleinerten Materialien ein Gemenge von Korngrößenklassen kleiner 1 mm bilden und durch Sieben oder Granulieren klassiert werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von mineralischen Werkstoffen für Formteile von Hochdruckkammern, die in der Hochdruck/Hochtemperaturtechnik, insbesondere zur Auskleidung und Abdichtung von Hochdruckkammern Verwendung finden.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die bekannten Verfahren zur Herstellung von mineralischen Werkstoffen für die Auskleidung des Reaktionsraumes von Hochdruckkammern, sowie die Abdichtung des Reaktionsraumes, insbesondere der Belt/Typen, basieren in der Regel auf den monomineralischen natürlichen Rohstoffen Pyrophyllit, Talk, Catlinit (Lithographenstein) und Paragonit, die in einer nicht modifizierten Art in ihrer unveränderten natürlichen Form zum Einsatz kommen (vgl. US/PS 3030662; US/PS 2941248; US/PS 4340576; US/PS 4301134; US/PS 2918699; DE/AS 2523068; DE/AS 2600395; DE/AS 2106086; DD/WP 217718;).
Die Aufgaben der Dichtungen und der Reaktionsraumauskleidung bestehen darin, den Druckbehälter elektrisch zu isolieren, den Reaktionsraum abzudichten, den Stempel und die Matritze zu stützen und die Kraft vom Stempel auf den Druckraum zu übertragen.
Der Nachteil aller bisher bekannten technischen Lösungen besteht darin, daß es nicht oder sehr unvollkommen möglich ist, die unterschiedlichen und voneinander entgegengesetzten geforderten Eigenschaften wie Verformbarkeit, Druckübertragung, Fließverhalten, Dicht- und Stützwirkung aufeinander abzustimmen bzw. zu optimieren. Eine Veränderung bestimmter feststehender Dichtwerkstoffeigenschaften, die auf den natürlichen Mineraleigenschaften beruhen, konnten bisher nicht in genügendem Maße erreicht werden, da die Mineraleigenschaften nicht veränderbar sind.

Ziel der Erfindung

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

Darlegung des Wesens der Erfindung

Das Wesen der erfinderischen Aufgabe besteht darin, gegenüber den bisher bekannten Werkstoffen zur Auskleidung von Hochdruckkammern ein Material in Form eines mineralischen Werkstoffes herzustellen, welcher durch geeignete Zusammensetzung in die Lage versetzt ist, die plastischen und mechanischen Eigenschaften je nach Anforderungen der jeweiligen Hochdruckapparatur gezielt und optimal einstellbar zu gestalten und die Bedingungen eines vollautomatischen Produktionsprozesses erfüllt.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß einem im Temperaturbereich von 400°C–600°C thermisch behandelten Ton, Kaolin oder Bentonit ein wasserhaltiges Magnesiumsilikat, das einen Eisenoxidgehalt bis 15% aufweist, mit maximal 45% zugesetzt wird und mit einem bekannten Bindemittel gemischt wird.
Die zur Mischung kommenden zerkleinerten Materialien bilden vorteilhafterweise ein Gemenge von Korngrößenklassen kleiner 1 mm und werden durch Sieben oder Granulieren klassiert.
Die Komponenten Ton, Kaolin oder Bentonit und Magnesiumsilikat bestehen aus einer Mischung einer, dreier oder fünfer Gruppen unterschiedlicher Korngrößenklassen, die kleiner 1 mm sind.
Im Fall nur einer Gruppe bestehen die Komponenten aus einer Korngrößenklasse von 0,1 mm bis 1 mm, im Fall dreier Gruppen aus einer ersten Gruppe von 0,2 mm bis 0,4 mm, einer zweiten Gruppe von 0,4 mm bis 0,63 mm und einer dritten Gruppe von 0,63 mm bis 0,8 mm, wobei in der ersten Gruppe 50%–80%, in der zweiten Gruppe 10%–25% und in der dritten Gruppe 10%–25% enthalten sind, und im Fall fünfer Gruppen aus einer ersten Gruppe kleiner 0,2 mm, einer zweiten Gruppe von 0,2 mm bis 0,4 mm, einer dritten Gruppe von 0,4 mm bis 0,63 mm, einer vierten Gruppe von 0,63 mm bis 0,8 mm und einer fünften Gruppe von 0,8 mm bis 1,0 mm, wobei in der ersten Gruppe 5%–15%, in der zweiten Gruppe 20% bis 55%, in der dritten Gruppe 15% bis 50%, in der vierten Gruppe 10% bis 20% und in der fünften Gruppe 5% bis 10% Anteil enthalten sind.

Dem Gemenge der genannten Komponenten, bestehend aus den aufgeführten Korngrößenklassen wird eine Anmachflüssigkeit zugefügt, die aus den in der Keramikindustrie üblichen Stoffen, insbesondere PVA-Lösung, Sulfitablauge oder Wasserglas bestehen kann. Bei Einsatz von Wasserglas kann die mechanische Festigkeit der hergestellten Formteile durch eine Kohlendioxyd-Begasung zusätzlich erhöht werden.
Die Masseaufbereitung bzw. die Herstellung der Kornfraktionen erfolgt nach den in den in der Keramikindustrie üblichen Technologien einschließlich der verschiedenen Granulierverfahren. Die Ausformung der Massen ist mit den in der Feinkeramik bekannten Preßtechnologien möglich. Es entsteht ein Werkstoff mit dem wesentlichen Vorteil, daß neben seinen sehr guten elektrischen und thermischen Isolationseigenschaften das mechanische Stütz- und Fließverhalten entsprechend der Zusammensetzung variiert werden kann.
Weitere Vorteile sind die ständig verfügbaren einheimischen Rohstoffe und die unkomplizierte Herstellung. Das Material ist vorzugsweise für die Diamantsynthese in Belt-Apparaturen geeignet.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll durch folgende Ausführungsbeispiele erläutert werden:

1. Ausführungsbeispiel
Zerkleinerten und getrockneten Friedländer Ton, der etwa 45% eines unregelmäßigen Montmorillonit-Muskovit-Wechsellagerungsminerals enthält, klassiert man in die Korngrößenklassen

60 % 0,2 mm–0,4 mm
20 % 0,4 mm–0,63 mm
20 % 0,63 mm–0,8 mm

und tempert ihn bei 500°C. Dem Ton wird 30% wasserhaltiges Magnesiumsilikat, das einen Eisenoxidgehalt von 8%–10% aufweist und folgende Kornverteilung aufweist

10 % kleiner 0,2 mm
65 % 0,2 mm–0,4 mm
15 % 0,4 mm–0,63 mm
5 % 0,63 mm–0,8 mm
5 % 0,8 mm–1 mm

zugesetzt und mit mäßriger PVA-Lösung gemischt.

2. Ausführungsbeispiel
Getrockneter und zerkleinerter Kaolin, der etwa 2% Quarz enthält, wird in die Kornklassen

60 % 0,2 mm–0,4 mm
20 % 0,4 mm–0,63 mm
20 % 0,63 mm–0,8 mm

klassiert und bei 500°C getempert.
Dem Kaolin wird 20% Magnesiumsilikat zugesetzt, das einen Eisenoxidgehalt von 8%–10% aufweist und gleiche Kornverteilung besitzt.

3. Ausführungsbeispiel
Getrockneter und zerkleinerter Lausitzer Bentonit wird in die Kornklassen

10 % kleiner 0,2 mm
65 % 0,2 mm–0,4 mm
15 % 0,4 mm–0,63 mm
5 % 0,63 mm–0,8 mm
5 % 0,8 mm–1 mm

klassiert und bei 400°C getempert. Dem Bentonit wird 5% Magnesiumsilikat zugesetzt, das einen Eisenoxidgehalt von 8%–10% aufweist und gleiche Kornverteilung besitzt.
Es entsteht eine plastische Masse, die nach der üblichen Feinkeramiktechnologie zu Dichtformkörpern verpreßt wird. Durch den Einsatz des erfindungsgemäßen Werkstoffes ist eine zuverlässige Synthese von Diamant möglich.