



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007109561/09, 16.03.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.03.2007

(45) Опубликовано: 20.09.2008 Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2041507 C1, 09.08.1995. RU 94036124
A1, 20.07.1996. FR 2617430, 06.01.1989. FR
2373206, 30.06.1978. EP 0271278, 15.06.1988.Адрес для переписки:
170044, г.Тверь, ул. Вагжанова, 14, АОЗТ ЦПТУ
"Эффект"

(72) Автор(ы):

Иванова Ирина Васильевна (RU),
Юрьев Игорь Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

ООО "ЭЛИТ" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО ЭЛЕМЕНТА

(57) Реферат:

Способ получения нагревательного элемента относится к области электротехники и позволяет изготавливать нагревательные элементы, имеющие в качестве электропроводящего материала углеродное волокно, а в качестве изоляционного материала - синтетический полимер. Способ содержит формирование заготовки для получения электропроводящего материала скручиванием жгута из полимерных нитей, обработку заготовки водным раствором катализатора, ее сушку, термоокисление при 200÷300°C, карбонизацию при 1500÷2000°C и

графитацию при 2000÷3000°C. Обработка заготовки для получения электропроводящего материала водным раствором катализатора производится при давлении $(2\div5)\cdot 10^5$ Па и температуре 20÷50°C. Слой изоляционного материала - силиконового каучука - наносится на электропроводящий материал экструзией при 150÷200°C и давлении $(2\div3)\cdot 10^7$ Па. Техническим результатом является сокращение операций при достижении высоких физико-механических показателей, устойчивость к электрическому пробое и механическим нагрузкам. 1 табл.

RU 2 334 373 C1

RU 2 334 373 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2007109561/09, 16.03.2007**(24) Effective date for property rights: **16.03.2007**(45) Date of publication: **20.09.2008 Bull. 26**

Mail address:

**170044, g.Tver', ul. Vagzhanova, 14, AOZT
TsPTU "Ehffekt"**

(72) Inventor(s):

**Ivanova Irina Vasil'evna (RU),
Jur'ev Igor' Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

OOO "EhLIT" (RU)

(54) **METHOD OF GETTING HEATING ELEMENT**

(57) Abstract:

FIELD: electricity.

SUBSTANCE: method of obtaining a heating element relates to the field of electrical engineering and makes it possible to make the heating elements which have carbon fibre as the current-conducting material, and as the insulating material - a synthetic polymer. The method contains the pre-shaping for obtaining the current-conducting material by twisting of the plait of the polymeric threads, processing of the work piece with an aqueous solution of a catalyst, its drying, thermal oxidation at 200÷300°C, carbonisation at 1500÷2000°C and graphitization at

2000÷3000°C. Working of the work piece for the obtaining of a current-conducting material with an aqueous solution of a catalyst is performed at the pressure (2-5) 10⁵ Pa and the temperature 20÷50°C. A layer of insulating material-silicone rubber is put on the current-conducting material by extrusion at 150÷200°C and pressure of (2÷3) 10⁷ Pa.

EFFECT: reduction of operations with the achievement of high physic-mechanical indices and ability to withstand electric breakdown and mechanical loads.

1 tbl, 2 ex

RU
2 3 3 4 3 7 3
C 1

RU
2 3 3 4 3 7 3
C 1

Изобретение относится к области электротехники, а именно к способам получения нагревательных элементов, имеющих в качестве электропроводящего материала углеродное волокно, а в качестве изоляционного материала - синтетический полимер.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения нагревательного элемента (RU патент №2041507, кл. H01B 1/04, B32B 7/02, Бюл. №22, 1995, прототип), содержащий:

- 5 - формирование заготовки для получения электропроводящего материала из нитей вискозы или полиакрилонитрила;
- обработку заготовки водным раствором катализатора;
- сушку заготовки;
- 10 - термоокисление заготовки при температуре $200\div 300^{\circ}\text{C}$;
- карбонизацию заготовки при температуре $1500\div 2000^{\circ}\text{C}$;
- изготовление изоляционных слоев из стеклоткани;
- пропитку стеклоткани полимерным связующим;
- сушку пропитанной стеклоткани;
- 15 - формирование электропроводящих слоев намоткой или синусоидальной укладкой электропроводящего материала на средний изоляционный слой;
- формирование внешних изоляционных слоев;
- термообработку сформированного нагревательного элемента.

Недостатки известного способа:

- 20 - многостадийность и токсичность производства;
- использование стеклоткани в качестве армирующего материала: операция изготовления изоляционных слоев приводит к образованию устойчивого аэрозоля из стеклопыли, а контакт обслуживающего персонала с стеклотканью вызывает кожные заболевания;
- 25 - следствием пропитки стеклоткани полимерным связующим и последующей сушки может быть создание опасных для организма человека концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны;
- трудоемкость операции формирования изоляционного слоя.

Технический результат настоящего изобретения заключается в том, что способ получения нагревательного элемента, имеющего в качестве электропроводящего материала углеродное волокно, а в качестве изоляционного материала - синтетический полимер, характеризуется удовлетворительной экологией, значительным сокращением числа операций, получением электропроводящего материала однородного состава и, как следствие, имеющего высокие физико-механические показатели, созданием изоляционного

35 слоя, устойчивого как к электрическому пробую, так и механическим нагрузкам. Технический результат достигается тем, что формирование изоляционного слоя осуществляется экструзией силиконового каучука на электропроводящий материал - углеродное волокно - при температуре $150\div 200^{\circ}\text{C}$ и давлении $(2\div 3)\cdot 10^7$ Па, а обработка заготовки для получения электропроводящего материала водным раствором катализатора

40 производится при давлении $(2\div 5)\cdot 10^5$ Па и температуре $20\div 50^{\circ}\text{C}$. Исследованием уровня техники установлено, что способов получения нагревательных элементов, имеющих в качестве электропроводящего материала углеродное волокно, а в качестве изоляционного материала синтетический полимер, содержащих формирование изоляционного слоя экструзией силиконового каучука на электропроводящий материал и

45 обработку заготовки для получения электропроводящего материала водным раствором катализатора при давлении $(2\div 5)\cdot 10^5$ Па и температуре $20\div 50^{\circ}\text{C}$, не обнаруживается. Известен способ получения нагревательного элемента (RU патент №2041507, кл. H01B 1/04, B32B 7/02, Бюл. №22, 1995, прототип), имеющего в качестве электропроводящего

50 материала углеродное волокно, а в качестве изоляционного материала фенолформальдегидную смолу, армированную стеклотканью. Однако сравнение свойств совокупности признаков известного способа и заявляемого показывает, что

- известный способ включает стандартную технологию получения электропроводящего

материала (углеродного волокна), а в заявляемом способе обработка заготовки для получения электропроводящего материала водным раствором катализатора осуществляется при давлении $(2\div 5) \cdot 10^5$ Па и температуре $20\div 50^\circ\text{C}$;

5 - в известном способе в качестве изоляционного материала используется синтетический полимер, армированный стеклотканью, а в заявляемом - силиконовый каучук;

- известный способ характеризуется высокой токсичностью, заявляемый способ практически свободен от выбросов вредных веществ в окружающую среду;

10 - в соответствии с заявляемым способом электропроводящий материал (углеродное волокно) более однороден благодаря проведению пропитки заготовки водным раствором катализатора при повышенном давлении;

15 - физико-механические характеристики изоляционного слоя улучшены по сравнению с прототипом, так как изоляционный слой формируется на однородной поверхности углеродного волокна с близкими размерами пор, а в качестве полимерного изоляционного материала используется силиконовый каучук, обладающий высокой эластичностью и имеющий верхний температурный предел эксплуатации более 300°C .

Следовательно, заявляемый способ соответствует критерию "существенные отличия".
Сущность изобретения заключается в следующем.

20 Получение нагревательных элементов на основе углеродного волокна известно более 30 лет (Свойства конструкционных материалов на основе углерода. Под ред. Соседова В.П., 1975).

Однако практически во всех разработках решается одна и та же проблема: получение нагревательного элемента, содержащего электропроводящее углеродное волокно одного и того же сечения по всей длине жгута, однородное по его физико-механическим характеристикам: электрическому сопротивлению, плотности, пористости, усадке,
25 механической прочности. При неоднородности свойств углеродного волокна эксплуатационные характеристики нагревательного элемента невысоки.

С другой стороны, затрудняется формирование устойчивого к пробою и механически прочного изоляционного слоя. Если жгут из углеродного волокна имеет не одинаковое по форме и площади сечение, существенную разницу в объеме пор, толщина слоя
30 полимерной изоляции, формируемой из расплава полимера, будет различной в различных участках поверхности.

Основная причина неоднородности электропроводящего материала из углеродного волокна - неравномерное распределение катализатора в объеме исходного волокна вискозного или полиакрилонитрильного.

35 В качестве катализатора чаще всего используется водный раствор хлористого аммония - от 10-процентного до насыщенного.

Заготовки вискозного или полиакрилонитрильного волокна в виде скрученных в жгуты нитей пропитываются водным раствором катализатора при повышенной температуре (около 40°C). Катализатор диффундирует в объем заготовки и его распределение
40 соответствует значительному градиенту концентраций от поверхности жгута к его центру. Это приводит к последующему неравномерному термоокислению волокна, его карбонизации и графитации.

Более равномерное распределение катализатора в объеме заготовки достигается увеличением количества циклов пропитки - сушки или пропиткой заготовки из
45 параллельных нитей с последующим формированием жгута после термоокисления, но и в этом случае предусмотрено повторение цикла пропитка - сушка (Авт. вид. СССР №807389, кл. H01B 1/04, Бюл. №7, 1981). Это существенно усложняет аппаратное оформление способа, увеличивает его длительность.

50 Как это широко известно из теории и практики получения химически чистых веществ, количество растворенного вещества, поглощенного адсорбентом из раствора, возрастает при увеличении давления. На этом явлении основана жидкостная хроматография.

Аналогично протекает процесс закрепления катализатора в волокнах исходной заготовки при ее пропитке водным раствором хлористого аммония. Поэтому для большей свободы

проникновения катализатора и снижения градиента концентраций от поверхности заготовки к ее центру в заявляемом способе пропитка проводится при повышенной температуре и повышенном давлении: $20\div 50^{\circ}\text{C}$ и $(2\div 5)\cdot 10^5$ Па.

5 Полученный после термоокисления, карбонизации и графитации электропроводящий жгут испытывался на механическую прочность на разрывных машинах с фиксацией удлинения при разрыве. Относительное отклонение удельной разрывной нагрузки и удлинения при разрыве от их средних величин указывает на неоднородность механических характеристик по сечению жгута. Относительное отклонение удельного электрического сопротивления от его среднего значения указывает на неоднородность электрического

10 сопротивления по сечению жгута (таблица 1).

На полученный электропроводящий материал - углеродное волокно - экструзией при температуре $150\div 200^{\circ}\text{C}$ и давлении $(2\div 3)\cdot 10^7$ Па наносится изоляционный слой из силиконового каучука.

Относительное отклонение толщины изоляционного слоя от ее среднего значения в

15 пределах участка нагревательного элемента с одним и тем же сечением указывает на неоднородность изоляционного слоя (измерения проводились электромагнитным толщиномером). Данные представлены в таблице 1.

Для электропроводящих материалов из углеродного волокна показатели

20 неоднородности физико-механических характеристик колеблются от 1,5 до 50% (Авт. свид. СССР №807389, кл. H01B 1/04, Бюл. №7, 1981). Показатели неоднородности как электропроводящего, так и изоляционного материала нагревательного элемента, изготовленного заявляемым способом, не превышают 5%.

25

30

35

40

45

50

Таблица 1. Физико-механические характеристики заявляемого нагревательного элемента.

5 А. Электропроводящий материал – жгут из углеродного волокна цилиндрического сечения.

Наименование показателей	Пример 1.	Пример 2.
10 Отклонение фактической линейной плотности от средней величины, %	3,9	5,3
15 Удельная разрывная нагрузка, сН/текс	34,0	36,7
Удлинение при разрыве, %	3,2	3,0
20 Удельное электрическое сопротивление, Ом/м	129	105
25 Неоднородность механических характеристик, %	3÷5	2÷6
30 Неоднородность электрического сопротивления, %	2,5÷3,0	1,5÷2,0

В. Изоляционный материал – силиконовый каучук

Неоднородность толщины

35 изоляционного слоя, % 2,5÷4,0 3,0÷3,5

Способ осуществляется следующим образом.

Из полимерных нитей (вискоза, полиакрилонитрил) формируют жгуты цилиндрического сечения. Полученные жгуты помещают в герметичную ванну для пропитки насыщенным водным раствором хлористого аммония при постоянной циркуляции раствора.

40 Температура: 20÷50°C, давление: (2÷5)·10⁵ Па. Пропитанную заготовку сушат при температуре 120÷150°C и подвергают термоокислительному пиролизу при 200÷300°C, карбонизации - при 1500÷200°C и графитации - при 2000÷3000°C.

45 Полученное углеродное волокно синусоидально укладывают на платформу перед экструдером и при температуре 150÷200°C и давлении (2÷3)·10⁷ Па выдавливанием наносят изоляционный материал - силиконовый каучук.

Примеры выполнения способа

Пример 1

50 Из вязких нитей формируют жгуты цилиндрического сечения до получения 50 круток на 1 м длины заготовки. Полученные заготовки помещают в герметичную ванну для пропитки насыщенным водным раствором хлористого аммония при температуре 20°C и давлении 4·10⁵ Па. Поддержание давления и циркуляция пропиточного раствора осуществляются центробежным насосом, имеющим байпас для регулирования расхода

пропиточного раствора. Заготовки в ванне укрепляются с небольшим растяжением вдоль их длины. Пропитанную заготовку сушат при температуре 140°C. В трубчатой печи с тремя зонами нагрева заготовку, высушенную до остаточной влажности не более 10% (по массе), последовательно подвергают термоокислению при 250°C, карбонизации при 2000°C и графитированию при 2500°C. Полученное углеродное волокно синусоидально укладывают на платформу перед экструдером и при температуре 200°C и давлении $2 \cdot 10^7$ Па формируют слой изоляционного материала - силиконового каучука.

Пример 2

Операции выполняются так же, как в примере 1, но пропитка заготовки насыщенным раствором хлористого аммония проводится при температуре 50°C и давлении $2,4 \cdot 10^5$ Па.

Способ может быть воспроизведен на предприятии, имеющем в своем распоряжении стандартное оборудование для производства углеродного волокна, при включении в технологическую линию нового контура пропитки заготовок раствором катализатора и отделения формирования изоляционного слоя, оснащенного экструдерами с нестандартными насадками

Формула изобретения

Способ получения нагревательного элемента, содержащий формирование заготовки для получения электропроводящего материала скручиванием жгута из полимерных нитей, обработку заготовки водным раствором катализатора, ее сушку с последующим термоокислением при $200 \div 300^\circ\text{C}$, карбонизацией при $1500 \div 2000^\circ\text{C}$ и графитацией при $2000 \div 3000^\circ\text{C}$, формирование слоя изоляционного материала, отличающийся тем, что обработка заготовки для получения электропроводящего материала водным раствором катализатора производится при давлении $(2 \div 5) \cdot 10^5$ Па и температуре $20 \div 50^\circ\text{C}$, а формирование слоя изоляционного материала - экструзией силиконового каучука на электропроводящий материал при температуре $150 \div 200^\circ\text{C}$ и давлении $(2 \div 3) \cdot 10^7$ Па.