



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 145217

(51) Int. cl.³ H 05 B 3/48

(21) Patentsøknad nr. 761763

(22) Inngitt 24.05.76

(23) Løpedag 24.05.76

(41) Alment tilgjengelig fra 25.11.77

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 26.10.81

(30) Prioritet begjært Ingen.

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for fremstilling av et elektrisk rørvarmeelement med varmetråder anordnet inne i et mantelrør av metall.

(71)(73) Søker/Patenthaver FRITZ EICHENAUER,
D-6744 Kandel/Pfalz,
Forbundsrepublikken Tyskland.

(72) Oppfinner HANNO ROLLER,
Kandel/Pfalz,
Forbundsrepublikken Tyskland.

(74) Fullmektig Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner BRD (DE) utl. skrift nr. 1072285

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av et elektrisk rørvarmeelement, hvor en eller flere varmetråder anordnes inne i et mantelrør av metall og en kornformet grunnmasse av et elektrisk isolerende, ildfast keramisk eventuelt oksydkeramisk material innrystes i rørmantelen rundt varmetråden, hvorefter massen fortettes, f.eks. ved valsing av rørmantelen, hvorefter rørvarmeelementet underkastes en varmebehandling, og det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er at før innrystingen i rørmantelen tilblandes grunnmassen et kornformet tilsetningsmaterial av alkyl- eller aryl-polysiloksan med en kornstørrelse på 20-200 mikrometer og i en mengde på 0,5 til 5,0 vekt%, og til slutt oppvarmes rørelementet ved en temperatur på minst 65°C i et tidsrom på minst 10 min.

Ved en spesielt foretrukket utførelsesform for oppfinnelsen anvendes det som tilsetningsmaterial metylpolysiloksan.

Elektriske varmeelementer som er omgitt av en metallmantel anvendes for oppvarming av væsker i bad, for kontakt-oppvarming i innstøpte metaller og for oppvarming av gassformede medier. De vanlige rørvarmelegemer har også en ytre, metallisk rørmantel med en diameter på mer enn 6 mm, maksimalt 8,5 mm, idet en varmespiral av metallisk motstandsmaterial er innlagt sentrert i midtaksen av rørmantelen. Mellomrommet er utfyllt med en keramisk eller oksydkeramisk, finkornet isoleringsmasse, foretrukket smeltet magnesiumoksyd. Kvaliteten med hensyn til varmeoverføring og de elektriske egenskaper er i første rekke avhengig av den elektriske, isolerende grunnmasse som er innfylt mellom varmespiral og rørvegg. Det for dette oftest anvendte, smeltede magnesiumoksyd har en fremragende varmeledningsevne samtidig med høy elektrisk motstand. Den optimale verdi for varmeledningsevnen og den elektriske motstand oppnås ved en endelig fortetting av magnesiumoksydet på $3,1 - 3,2 \text{ g/cm}^3$.

145217

2

Det er kjent isoleringsmasser hvor det elektrisk smeltede og deretter malte magnesiumoksyd blandes med tilsetningsmidler for å forbedre de elektriske egenskaper ved høye driftstemperaturer. Slike blandinger er meget brukbare men oppfyller bare de oppgaver de er tiltenkt i fullkommen grad når endene av rørvarmelegemet er lukket på en slik måte at ikke noe fuktighet kan trenge inn i magnesiumoksydet. For vanntett rørvarmelegeme-avslutning er flere utførelsesformer kjent. Således er utførelsesformer kjent hvor elastiske propper innføres i det åpne rørvarmelegeme og presses sammen med et verktøy slik at fuktighet ikke lenger kan trenge inn i rørvarmelegemets ende. Det er videre kjent i den åpne rörende å innbringe en plastisk henhv. en flytende masse og deretter gjennomføre en avslutning i form av en rörhylse av silikongummi, keramikk eller PTFE (Teflon) som deretter eventuelt fikseres i sin stilling slik at en lösriding fra rørvarmelegemets ende forhindres. Ved disse isoleringsmasser og röravslutninger er det nødvendig med ekstra arbeidsprosesser ved fremstilling av et elektrisk rørvarmelegeme, som utover medgått tid også krever et betraktelig ekstra materialforbruk. Tross disse ytterligere anstrengelser foreligger ved fremstillingen av slike kjente varmelegemer fremdeles den mulighet at fuktighet, som like etter glödingen kan trenge inn i de åpne rörender, ikke sikkert utelukkes. Da magnesiumoksyd har den egenskap at det er ganske hygroskopisk, foreligger stadig fare for fuktighetsopptak, hvorved da de elektriske verdier, spesielt den elektriske isolasjonsmotstand faller sterkt, og overledningsströmmen kan stige til utillatelige störrelser.

Det er en oppgave for fremgangsmåten i henhold til den foreliggende oppfinnelse å frembringe en grunnmasse av den nevnte type, som er beskyttet slik mot opptagelse av fuktighet, at de nevnte ulemper, såvel som nödvendigheten av ekstra henhv. etterfølgende avtetting bortfaller.

Det er fra teknikkens stand kjent en rekke elektriske varmeelementer, herunder også elektriske rørvarmelegemer. Fremstillingen av slike elektriske rørvarmelegemer fremviser ved den foreliggende oppfinnelse forskjelligheter i forhold til den samlede teknikkens stand, representert ved det som fremgår av f.eks. DE-AS 1 072 285, jfr. følgende redegjørelse:

Ved elektriske rørvarmelegemer består mantelrøret vanligvis av kobber, aluminium, kullstoffstål eller kromnikkelstål. I det ensidig lukkede mantelrør innbringes først varmespiralen og sentreres deri. Deretter innfylles en tørr, kornt, elektrisk isolerende grunnmasse - tidligere en ren oksydkeramisk masse - i mantelrøret. Densiteten av den innfylte masse er ikke tilstrekkelig til å sikre de ønskede og elektriske og mekaniske egenskaper. Derfor innsnevres mantelrøret etterpå, dvs. dets ytre diameter reduseres ved hjelp av valsing, rulling eller lignende. Et slikt vanlig prosesstrinn opptrer dog ikke ved DE-AS 1 072 285, men kunne heller ikke foretas i den derfra foreliggende sammenheng.

Ved denne diameterreduksjon fortettes massen inneholdt i mantelrøret i ønsket grad. Denne mekaniske deformasjon etterfølges vanligvis av en spenningsfriglødning, som ved kobber og kullstoffstål foretas ved temperaturer omtrent 800°C , mens kromnikkelstål vanligvis glødes ved temperaturer omtrent 1050°C . Ved varmelegemer med et mantelrør av aluminium foretas bare etter behov en termisk etterbehandling som da ikke overstiger 200°C . Glødningen skjer i en oksygenfri ovnsarmosfære for å unngå dannelsen av oksydasjonsskikt. Heller ikke disse vanlige glødeprosesser forekommer i sammenheng med DE-AS 1 072 285, men er heller ikke nødvendig ved de der beskrevne innretninger.

Teknikkens stand i henhold til DE-AS 1 072 285 vedrører en innleiringsmasse bestemt spesielt for spoler, transformatorer, armaturer eller lignende (spalte 1, linjer 5-6), og denne masse skal videre innkapsles i et

hus. Det mangler således ikke bare de ved elektriske rørvarmelegemer absolutt nødvendige, ovenfor beskrevne tidligere kjente prosesstrinn, men det dreier seg også om andre om enn beslektede anvendelsesformål.

Vanligvis blir elektriske rørvarmelegemer i sin åpne gavlen fylt med med en støpeharpiks og/eller lukket med en tetningspropp. En lignende utforming er omhandlet i DE-AS 1 072 285 hvor det på innleiringsmassen 10 ytterligere påhelles en støpeharpiks 11.

Den oppgave som til forskjell herfra ligger til grunn for den foreliggende oppfinnelse er å kunne sløyfe slike ekstra foranstaltninger for avtetting av rørvarmelegemet, og denne oppgave er løst ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen.

Selvfølgelig er det fra lang tid tilbake generelt kjent at overtrekk av kunstharpiks avtetter de med overtrekket forsynte legemer mot fuktighetstilgang og at selve overtrekket virker elektrisk isolerende. Dette gjelder i særlig grad også for polysiloksaner, som beskrevet i DE-AS 1 072 285, og i henhold til den samlede teknikkens stand - uansett om det dreier seg om en innleiringsmasse i henhold til DE-AS 1 072 285 eller om f.eks. ombygningsbeskyttelsesmidler eller andre kornede strukturer - har man tidligere gått frem på den måte at enkelte korn i massen overtrekkes med kunstharpiksen, eventuelt polysiloksanet, eller ved at den kornede masse impregneres med et flytende polysiloksan, f.eks. silikonolje.

Impregneringen med en silikonolje bortfaller i det foreliggende tilfelle på grunn av de ved produksjonen opptredende høye temperaturer, da den kjemiske struktur av silikonoljen ville forandre seg. Fremstilling av overtrekk på kornformet material krever en dyr og omstendelig fremgangsmåte. Vider må polysiloksanet løses i et løsningsmiddel og deretter blandes inn i den kornformede masse. Overskudd av oppløst polysiloksan må fjernes og den tilbakeblivende masse må tørkes henhv.

oppvarmes, for å avdampe løsningsmidlet og erholde en polysiloksan-fil på kornene. Denne fremgangsmåte er beskrevet i DE-AS 1 072 285 og er vanlig på mange andre anvendelsesområder. Derved lar det seg ved økonomisk godtagbar behandlingsvarighet dog ikke oppnå noen løsningsmiddelfrihet, og løsningsmiddelrester kan da spesielt ved varmeelementer føre til korrosjon, trykkdannelser, etc.

Til forskjell herfra fører fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen en helt annen vei, hvor den tørre grunnmasse, f.eks. magnesiumoksyd, blandes med pulverformet siloksan-harpiks og innfylles i mantelrøret i form av denne tørre blanding. Deretter lukkes mantelrøret provisorisk og, som ovenfor beskrevet, underkastes det en valsing for å redusere diameteren og fortette grunnmassen. Også etter valsing er den innfylte grunnmasse fremdeles tørr og består av separate oksydkeramiske og polysiloksanartikler. Disse er absolutt jevnt fordelt inne i massen. Ved et material i henhold til DE-AS 1 072 285 skuldet være klart for enhver at ved en slik valseprosess ville den meget tynne beskyttelsesfilm på de enkelte korn bli revet opp og skadet på grunn av friksjonskreftene mellom kornene. Derved ville det ikke lenger forekomme noen brukbar fuktighetsisolering.

Ved en etterfølgende-spenningsfriglødning av mantelrøret (ved kobber, kullstoffstål og kromnikkelstål) mykner siloksanet til en seig væske som langt på vei utfyller hulrommene mellom de enkelte oksydkeramiske partikler. For å oppnå denne effekt er det nødvendig med en temperatur på minst 65°C som ved den ovennevnte spenningsfriglødning automatisk oppnås. Ved mantelrør av aluminium, som ikke ubetinget må underkastes en glødeprosess, oppvarmes varmeelementene i det minste til denne temperatur på 65°C i minst 10 min. Derved overtrekkes partiklene i det vesentlige bare på sine grenseflater mot hulrommene med det seigtflytende polysiloksan. Ikke i noe tilfelle dannes det imidlertid omkring hvert korn en lukket film, som dette uttrykkelig kreves i henhold til DE-AS 1 072 285. Mens ved oppfinnelsen i det vesentlige

hulrommene utfylles med polysiloksan, innføres i henhold til DE-AS 1 072 285 i hulrommene en elektrisk isolerende gass, nemlig svovelheksafluorid, som dertil i seg selv krever en gasstett kapsling.

Ved den etterfølgende avkjøling størkner polysiloksanmassen som utfyller hulrommene. Disse forhindrer da enhver inntrengning av fuktighet.

Rörvarmelegemet behøver ikke lenger spesielt å avtettes på sin åpne gavlside, selv om man vanligvis på dette sted anbringer en propp som da i første rekke tjener for fastholding av de elektriske tilkoblinger.

Den prosess-tekniske forenkling i forhold til læren i henhold til DE-AS 1 072 285 og også i forhold til den øvre teknikkens stand er klar, og oppfinnelsens lære avviker fullstendig fra den samlede teknikkens stand, ved at man på den ene side kan arbeide fullstendig med tørrprosesser, og ved at man på den annen side gir avkall på den tilsiktede fremstilling av fullstendige beskyttelsesfilmer. Ville man overtrekke partiklene i det oksydkeramiske material med en fullstendig beskyttelsesfilm, ville den ved oppfinnelsen anvendte mengde av polysiloksaner langt fra være tilstrekkelig, da partiklene av det oksydkeramiske material har en enormt stor overflate. Etter at teknikkens stand ikke bare på det spesielle området som oppfinnelsen vedrører, men også på andre områder hvor det dreier seg om fuktighetsisolerings alltid har lært å forsyne den gjenstand som skal beskyttes med et fullstendig overtrekk, er det overraskende at oppfinnelsens trekk med tørrblanding av de to komponenter i den foreliggende sammenheng fører til så gode resultater.

Alkyl- henhv. aryl-polysiloksan innblandet hensiktsmessig i en kornstørrelse på 20 til 200 mikrometer i grunnmassen, og som tidligere nevnt anvendes med fordel metyl-polysiloksan.

Spesielt gunstige resultater erholdes med en tilsetning hvor den kornformede grunnmasse består av et høyt smeltende metalloksyd, f.eks. magnesiumoksyd, berylliumoksyd, titandioksyd eller silisiumdioksyd, idet disse oksyder kan anvendes hver for seg eller også i kombinasjon med hverandre.

I deres sted kan man imidlertid også anvende en kornformet grunnmasse av silikatkeramisk material, f.eks. av leire, sammen med den nevnte tilsetning av polysiloksan.

Ved anvendelse av innleiringsmassen har det for oppnåelse av fuktighetsmotstand vist seg nødvendig at de derved fremstilte rørvarmelegemer etter at de er fremstilt underkastes en varmebehandling ved minst 65°C i en tid av minst 10 min. Denne varmebehandling kan selvfølgelig bortfalle når det fremstilte rørvarmelegeme - som oftest - av andre grunner, f.eks. for å oppheve materialspenninger, også må underkastes en glødebehandling ved høyere temperatur.

Eksempel

Det ble fremstilt flere varmeelementer hvor grunnmassen var tilsatt metylpolysiloksan i en mengde på mellom 0,5 og 5,0 vekt%. Varmeelementene besto av et mantelrør av stål (St 3402), den i det vesentlige av magnesiumoksyd som grunnmasse bestående ved hjelp av fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen modifiserte innleiringsmasse og et elektrisk motstandselement av en nikkel-kromlegering i forholdet 80/20. Den innrystede grunnmasse ble ved innsnevring av tverrsnittet av mantelrøret fortettet til en tetthet på tilnærmet $3,2 \text{ g/cm}^3$. Den spesifikke

145217

8

overflatebelastning for varmeelementet utgjorde $2,1 \text{ watt/cm}^2$.

Etter tverrsnittsinnsnevringen av mantelrøret ble elementene glødet ved en temperatur på 800°C under reduserende atmosfære. Rørvarmelegemeendene ble ikke lukket. Isolasjonsmotstandsmåling med 500 volt likestrøm viste en verdi på mer enn $10^4 \text{ M } \Omega$. For sammenligning fremstilte varmeelementer uten tilblanding av metylpolysiloksan til grunnmassen hadde med en gang etter fremstillingen de samme isolasjonsmotstander.

Etter 72 timers lagring i et kammer med fuktig atmosfære ved 90% relativ luftfuktighet og 30°C ble det for rørvarmelegemene med grunnmasse i henhold til oppfinnelsen målt en uforandret isolasjonsmotstand på mer enn $10^4 \text{ M } \Omega$. Sammenligningsvarmelegemene uten tilblanding til grunnmassen hadde en isolasjonsmotstand som etter 8 timers tilsvarende lagring var falt til en verdi på mindre enn $0,3 \text{ M } \Omega$. Etter 144 timers og etter 262 timers lagring i et kammer med fuktig atmosfære var den målte isolasjonsmotstand for rørvarmelegemene med tilsetning av metylpolysiloksan til grunnmassen stadig høyere enn $10^4 \text{ M } \Omega$.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte for fremstilling av et elektrisk rørvarmeelement, hvor en eller flere varmetråder anordnes inne i et mantelrør av metall og en kornformet grunnmasse av et elektrisk isolerende, ildfast keramisk eventuelt oksydkeramisk material innrystes i rørmantelen rundt varmetråden, hvorefter massen fortettes, f.eks. ved valsing av rørmantelen, hvorefter rørvarmeelementet underkastes en varmebehandling, k a r a k t e r i s e r t v e d at for innrystingen i rørmantelen tilblandes grunnmassen et kornformet tilsetningsmaterial av alkyl- eller aryl-polysiloksan med en kornstørrelse på 20-200 mikrometer og i en mengde på

0,5 til 5,0 vekt%, og til slutt oppvarmes rörelementet ved en temperatur på minst 65°C i et tidsrom på minst 10 min.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at det som tilsetningsmaterial anvendes metylpolysiloksan.