

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е
ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

- (61) Дополнительное к авт. свид-ву —
(22) Заявлено 24.04.78 (21) 2609198/23-05
с присоединением заявки —
(23) Приоритет —
(43) Опубликовано 30.04.80. Бюллетень № 16
(45) Дата опубликования описания 30.04.80

ВСЕСОЮЗНАЯ
ПАТЕНТНО-ИНФОРМАЦИОННАЯ

Библиотека МБ

(11) 730585

(51) М.Кл.² В 29 С 13/00
D 01 F 11/10

(53) УДК 677.494
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

И. Н. Ермоленко, Р. Н. Свиридова и А. Л. Беланович

(71) Заявители

Институт общей и неорганической химии
АН Белорусской ССР и Белорусский Государственный
университет им. В. И. Ленина

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ
МИКРОКАПИЛЛЯРНЫХ ТРУБОК
ИЗ ТУГОПЛАВКОГО МАТЕРИАЛА

1

Изобретение относится к области получения трубок, в частности неорганических трубок — микрокапилляров, и может быть использовано как в приборостроении для создания малогабаритной аппаратуры, для микродозирования жидкостей и газов, так и в медицине, в качестве микроэлектродов для биологических исследований и т. д.

Известен способ получения полых волокон из стекла, которые используются в качестве оптических волокон [1].

Этот способ не обеспечивает возможность изготовления полых трубок с очень малым внутренним диаметром при малой толщине стенок и, кроме того, не обеспечивает строгого постоянства диаметра трубки при изготовлении капилляров неограниченной длины и не позволяет формировать трубки, имеющие некруглую форму поперечного сечения. Наружный диаметр таких волокон изменяется от 40 до 400 мкм, а внутренний — от 20 до 300 мкм. Минимальная толщина стенок таких волокон составляет 20 мкм.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ производства капиллярных трубок из тугоплавкого материала [2] нанесением на поверхность оправки — углеродного волокна гальваническим способом слоя никеля тре-

2

буемой толщины или образованием трубки вокруг углеродного сердечника из материала, который может быть расплавлен нагреванием, и выжиганием углеродного волокна нагреванием до температуры, которая ниже температуры плавления материала и выше температуры начала взаимодействия углерода с кислородом.

Этот способ позволяет получать полые трубки очень малого диаметра с высокой степенью постоянства диаметра отверстия и формы поперечного сечения отверстия.

Однако известный способ не позволяет получить жаростойкие, химически стойкие, прозрачные микрокапилляры, состоящие из тугоплавких окислов кремния, алюминия или титана. Кроме того, гальванический способ нанесения покрытия из расплава не позволяет добиться однородного покрытия, особенно при получении тонких покрытий.

Цель изобретения — получение жаро- и хемостойких прозрачных трубок.

Поставленная цель достигается тем, что при использовании известного способа в качестве обрабатывающего соединения используют пары тетраэтоксисилана, тетрабутоксититана или ацетилацетоната алюминия и нагревание осуществляют при 350—600° С в течение часа.

5

10

15

20

25

30

Для этого углеродные или графитовые волокна, используемые по предлагаемому способу в качестве оправок, помещают в реактор, куда током очищенного азота из испарителя, нагретого до температуры, при которой начинает возгоняться летучее соединение, подаются пары этого соединения. После удаления кислорода из системы реактор нагревают до 450—600°С, в результате чего на поверхности углеродного или графитового волокна осаждается пленка тугоплавкого окисла. Выше температуры 600°С проводить пиролиз не рекомендуется, так как при этой температуре образуется окисел в виде аэрозоля, что может привести к ухудшению качества покрытия из-за осаждения частичек окисла на поверхности волокна.

Продолжительность нанесения пленки на волокно определяется температурой пиролиза, скоростью испарения пиролизуемого соединения и требуемой толщиной пленки осаждаемого окисла.

Покрытие пленкой волокна извлекают из реактора и подвергают окислительной обработке на воздухе при постепенном подъеме температуры до полного выгорания углеродных волокон.

Полученные микрокапиллярные трубки обладают высокой термостойкостью (выдерживают нагревание до 1000°С), высокой химической стойкостью (устойчивы в концентрированных кислотах при комнатной температуре). Опыты с заполнением капилляров окрашенными жидкостями свидетельствуют о их прозрачности.

Пример 1. Углеродные волокна помещают в реактор, куда током очищенного азота ($v_{N_2} = 0,1$ л/мин) подают пары тетраэтоксисилана, находящегося в испарителе, нагретом на водяной бане до температуры 80°С. Смешивание паров тетраэтоксисилана с газом-разбавителем азотом, который подают со скоростью ($v_{N_2} = 0,1$ л/мин) происходит при входе в реактор. Процесс продувки реактора азотом с парами тетраэтоксисилана длится 3 мин. После этого реактор нагревают до 600°С. Температуру в реакторе контролируют хромельалюмелевой термопарой. При выходе из реактора газобразные продукты проходят затвор со слеем воды, чтобы предотвратить проникновение воздуха в нагретый реактор. Продолжительность нанесения пленки SiO_2 на углеродные волокна составляет 60 мин. После охлаждения реактора, волокна, покрытые пленкой SiO_2 , извлекают из системы и подвергают окислительной обработке на воздухе при 800°С (скорость подъема температуры 2°С/мин). В результате этой обработки получают полые трубки из SiO_2 , внутренний диаметр которых соответствует диаметру взятого углеродного волокна (диаметр углеродного волокна ~ 6 мкм, толщина покрытия ~ 1,5 мкм).

Пример 2. Пленку из SiO_2 осаждают по методике, описанной в примере 1, на поверхность графитового волокна.

Пример 3. Углеродные волокна покрывают пленкой TiO_2 по методике, описанной в примере 1. В качестве исходного вещества для получения пленок TiO_2 используют тетрабутоксититан. Пары этого вещества подают в реактор в токе очищенного азота со скоростью ($v_{N_2} = 0,1$ л/мин) из испарителя, нагретого на масляной бане до 175°С. После продувки реактора азотом с парами тетрабутоксититана в течение 3 мин реактор нагревают до 350°С. Продолжительность нанесения пленки на углеродные волокна составляет 60 мин.

Пример 4. Углеродные волокна покрывают пленкой Al_2O_3 по методике, описанной в примерах 1—3. В качестве исходного вещества для получения пленок Al_2O_3 используют ацетилацетонат алюминия, пары которого подают в реактор в токе очищенного азота со скоростью $v_{N_2} = 0,1$ л/мин из испарителя, нагретого на масляной бане до 250°С. После продувки реактора азотом с парами ацетилацетоната алюминия в течение 3 мин реактор нагревают до 450°С. Продолжительность нанесения пленки на углеродные волокна составляет 60 мин.

Использование предлагаемого способа позволяет путем применения простого, технологически легко осуществимого процесса, не требующего создания специальной сложной технологической аппаратуры или затраты дефицитных и дорогих материалов, получать микрокапиллярные трубки-изоляторы заданного диаметра, обладающие жаро- и хемостойкими свойствами.

Толщина стенок строго задается условиями осаждения тугоплавкого окисла на поверхности волокна. Процесс позволяет осуществлять непрерывное формирование микрокапиллярной трубки неограниченной длины.

Формула изобретения

Способ получения микрокапиллярных трубок из тугоплавкого материала нанесением на поверхность оправки — углеродного волокна обрабатываемого соединения нагреванием до образования пленки и выжиганием углеродного волокна, отличающийся тем, что, с целью получения жаро- и хемостойких прозрачных трубок, в качестве обрабатываемого соединения используют пары тетраэтоксисилана, тетрабутоксититана или ацетилацетоната алюминия.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что нагревание осуществляют при 350—600° С в течение часа.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент Великобритании № 1466496, кл. В 5 В, опублик. 1977.

2. Патент Великобритании № 1341138, кл. F 2 P, опублик. 1973 (прототип).

Составитель И. Девнина

Редактор Т. Никольская

Техред В. Серякова

Корректор И. Осиновская

Заказ 365/584

Изд. № 259

Тираж 729

Подписное

НПО «Поиск» Государственного комитета СССР по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент»