



(19) **SU** (11) **1 617 869** (13) **A1**
(51) МПК⁵ **C 04 B 35/52**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО
ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ
СССР**

(21), (22) Заявка: 4604841/33, 11.11.1988

(46) Дата публикации: 30.01.1994

(71) Заявитель:
МГУ им.М.В.Ломоносова

(72) Изобретатель: Авдеев В.В.,
Семененко К.Н., Ионов С.Г., Литвиненко
А.Ю., Ильинская Т.М., Половников
С.П., Щеглов И.И., Шевченко А.Г., Вотинов
А.М., Удинцев П.Г., Геодакян К.В., Павлова Е.П.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТЫХ ИЗОТРОПНЫХ ГРАФИТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

(57)
Изобретение относится к технологии углеррафитовых материалов и изделий на их основе, в частности к способу получения пористых изотропных графитовых изделий-нагревателей, которые могут быть использованы в высокотемпературной технике, например для вакуумных печей. Изобретение позволяет снизить электропроводность и температурный коэффициент электропроводности при 1000 - 2500 С. Для этого способ получения пористых изотропных графитовых изделий включает смешивание дисперсного порошка окисленного графита функции менее 0,25 мм

с 5 - 40 мас. % порошка пека, помещение смеси в газонепроницаемую пресс-форму, выполненную по форме готового изделия, ее термообработку при 500 - 1000 С со скоростью нагрева 10 - 50 град/с и выдержку при конечной температуре 1 - 10 мин. Причем в смесь графита с пеком может быть введено 1 - 10 мас. % окисленных углеродных волокон длиной менее 10 мм. Изделие имеет удельную электропроводность 10-12 Ом⁻¹см⁻¹, плотность 140 кг/м³, пористость 93%, температурный коэффициент электропроводности при 1000 - 2500С 5 -10%.
2 з. п. ф-лы, 1 табл.

S U 1 6 1 7 8 6 9 A 1

S U 1 6 1 7 8 6 9 A 1



(19) **SU** (11) **1 617 869** (13) **A1**
(51) Int. Cl. 5 **C 04 B 35/52**

STATE COMMITTEE
FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 4604841/33, 11.11.1988

(46) Date of publication: 30.01.1994

(71) Applicant:
MGU IM.M.V.LOMONOSOVA

(72) Inventor: **AVDEEV V.V., SEMENENKO K.N., IONOV S.G., LITVINENKO A.JU., IL'INSKAJA T.M., POLOVNIKOV S.P., SHCHEGLOV I.I., SHEVCHENKO A.G., VOTINOV A.M., UDINTSEV P.G., GEODAKJAN K.V., PAVLOVA E.P.**

(54) METHOD OF PRODUCING POROUS ISOTROPIC GRAPHITE MATERIALS

(57) Abstract:

FIELD: carbon-graphite materials production. SUBSTANCE: disperse powder of oxidized graphite having fraction less 0.25 mm is mixed with pitch (its quantity being 5-40 mass %) and placed into gas-proof press-mould. Then heat treatment at 500-1000 C is carried out, heating rate being 10-50 C/s, sustaining at final temperature being 1-10 min. Oxidized carbon fibers having

length less 10 mm may be added into mixture of graphite and pitch (fiber's quantity is 1-10 mass %). Articles has: specific conductivity 10-12 $\text{Om}^{-1}\text{cm}^{-1}$, density 140 kg/m^3 , porosity 93 % , temperature coefficient of conductivity at 1000-2500 C is 5-10% . EFFECT: decreases conductivity and temperature coefficient of conductivity. 3 cl, 1 tbl

S U 1 9 1 7 8 6 9 A 1

1 6 1 7 8 6 9 A 1

Изобретение относится к технологии углеррафитовых материалов и изделий на их основе, в частности к получению пористых изотропных графитовых нагревателей на основе расширенного графита, которые могут быть использованы в высокотемпературной технике, например для вакуумных печей большого размера.

Целью способа является уменьшение электропроводности и температурного коэффициента электропроводности при 1000-2500°C.

Пример. Готовят окисленный графит из 100 г природного графита ГСМ-1 (фракция менее 0,25 мм), обрабатывают его смесью 200 мл 96 % H₂SO₄ с 15 г бихромата калия в течение 30 мин при комнатной температуре при перемешивании, затем отделяют полученное соединение внедрения графита, промывают водой до pH 7 и сушат при 150°C до постоянной массы. Полученный порошок окисленного графита (на 30% больше массы исходного природного графита) смешивают с 20 мас % порошка (фракция менее 0,25 мм) среднетемпературного каменноугольного пека ГОСТ 10200-83 с температурой размягчения 68,5°C с окисленным углеродным волокном на основе ПАИ. Смесь помещают в газопроницаемую цилиндрическую форму (диаметр 15 мм, высота 100 мм), а затем форму - в нагретую до 850°C печь, что обеспечивает скорость нагрева 20 град/с, и выдерживают при 850°C в течение 2 мин для расширения графита, карбонизации пека и спекания изделия. Затем форму с изделием охлаждают в печи и извлекают изделие из формы.

Свойства изделий и состав смеси для их получения представлены в таблице.

Как следует из данных, приведенных в таблице, электропроводность и температурный коэффициент электропроводности у изделий по предложенному способу ниже в 3-7 раз, чем по известному способу (прототипу) при более высокой прочности, особенно при добавлении перед смешиванием с пеком в порошок окисленного графита окисленных углеродных волокон. (56) Патент США N 3627551, кл. 106-56, 1971.

Авторское свидетельство СССР N 1054332, кл. С 04 В 35/54, 1981.

Формула изобретения:

1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТЫХ ИЗОТРОПНЫХ ГРАФИТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ, ВКЛЮЧАЮЩИЙ ПОМЕЩЕНИЕ ПОРОШКА ОКИСЛЕННОГО ГРАФИТА В ГАЗОПРОНИЦАЕМУЮ ПРЕСС-ФОРМУ И ПОСЛЕДУЮЩУЮ ТЕРМООБРАБОТКУ ПРИ СКОРОСТИ НАГРЕВА 10 - 50 ГРАД/С, ОТЛИЧАЮЩИЙСЯ ТЕМ, ЧТО, С ЦЕЛЬЮ УМЕНЬШЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ И ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ ПРИ 1000 - 2500°C, ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ПОРОШОК ОКИСЛЕННОГО ГРАФИТА СМЕШИВАЮТ С 5 - 40 МАС. % ПОРОШКА ПЕКА, А ТЕРМООБРАБОТКУ В ПРЕСС-ФОРМЕ ВЕДУТ ПРИ 500 - 1000°C С ВЫДЕРЖКОЙ 1 - 10 МИН.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в смесь порошков окисленного графита и пека вводят 1 - 10 мас. % окисленных углеродных волокон длиной менее 10 мм.

3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что используют порошок окисленного графита фракции менее 0,25 мм.

35

40

45

50

55

60

Пример	Состав смеси, мес. %			Режимные параметры способа			Характеристики графитовых изделий			
	окислен- ный графит	каменноу- гольный пек	окислен- ные угле- родные волокна	скорость нагрева смеси в форме, град/с	конечная температу- ра термооб- работки, °С	время вы- держки при конеч- ной темпе- ратуре, мин	плотность, кг/м ³	прочность на сжатие, МПа	электропро- водность*, Ом ⁻¹ см ⁻¹	темпере- турный ко- эффициент электропро- водности при 1000– 2500°С. %**
Предложен- ный способ										
1	80	20	–	20	850	2	140	25	10	10
2	95	5	–	50	1000	1	100	20	12	7
3	60	40	–	10	500	10	250	30	15	5
4	70	29	1	20	900	2	150	40	18	9
5	70	20	10	20	900	2	200	45	25	8
Известный способ										
6	100	–	–	50	1200	2	220	15	75	25

* – Электропроводность определялась 4-х зондовым методом на постоянном токе.

** – Температурный коэффициент электропроводности определялся при нагреве в интервале 20–2500 °С в вакууме и рассчитывался по графику температурной зависимости электросопротивления $R_t = R_0(1 + \alpha t)$.