n Numéro de publication:

0 248 781 **A1** 

12

### DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 87870077.2

(st) Int. Cl.4: H 05 B 3/26

H 05 B 3/14

Date de dépôt: 05.06.87

(30) Priorité: 06.06.86 BE 216753

Date de publication de la demande: 09.12.87 Bulletin 87/50

84 Etats contractants désignés: AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE 7 Demandeur: COMPAGNIE INTERNATIONALE DE PARTICIPATION ET D'INVESTISSEMENT CIPARI S.A. 4-10 Boulevard d'Avranches Luxembourg (LU)

nventeur: Geuskens, Georges Avenue des Cailles 46 B-1170 Bruxelles (BE)

> Deltour, Robert Avenue des Campanules 52 B-1170 Bruxelles (BE)

Vallier, Thierry Rue de la Roche 49 B-1490 Court-St-Etienne (BE)

Mandataire: De Brabanter, Maurice et al Bureau VANDER HAEGHEN 63 Avenue de la Toison d'Or B-1060 Bruxelles (BE)

## 64) Elément chauffant et procédé pour sa fabrication.

6) L'élément chauffant (1) comprend au moins une feuille de support (2) électriquement isolante, une couche de résine (3) thermodurcie stable jusqu'à environ 500°C et dans laquelle sont dispersées des particules de noir de carbone (6) et deux conducteurs métalliques (4).

Le procédé de fabrication comprend les étapes suivantes : on fait adhérer à une face d'une feuille de support (2) une couche conductrice de résine (3) chargée de noir de carbone (6) et on met deux conducteurs électriques (4) en contact avec cette couche (3).

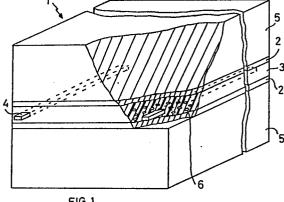


FIG.1

#### Description

10

15

20

25

35

40

45

50

55

60

#### ELEMENT CHAUFFANT ET PROCEDE POUR SA FABRICATION

La présente invention est relative à un élément chauffant et à un procédé pour sa fabrication.

On sait que l'adjonction d'une quantité suffisante de noir de carbone dans un polymère normalement isolant peut le rendre conducteur de l'électricité. L'état de la question est présenté dans un ouvrage récent intitulé "Carbon Black-Polymer Composites" (édit. E. K. Sichel, M. Dekker, New York, 1982). Diverses applications de cette propriété en vue de la fabrication d'éléments chauffants sont commercialisées, notamment sous forme de rubans chauffants autorégulants. Ces applications sont cependant limitées à des températures d'environ 150°C

La présente invention a pour objet un élément chauffant capable de supporter des températures nettement plus élevées, par exemple, de l'ordre de 450°C.

Suivant l'invention, l'élément chauffant comprend au moins une feuille de support électriquement isolante et stable à la température de service dudit élément, une couche conductrice de l'électricité appliquée sur une face de la feuille de support, constituée d'une résine synthétique thermodurcie stable jusqu'à une température d'environ 500°C et dans laquelle sont dispersées des particules de noir de carbone, ainsi que deux conducteurs métalliques en contact avec ladite couche et sensiblement parallèles entre eux, ces conducteurs étant destinés à être connectés à une source de courant électrique.

Selon une particularité de l'invention, l'élément chauffant comprend deux feuilles de support isolantes de même nature ou de natures différentes, entre lesquelles est intercalée la couche susdite.

Dans une forme de réalisation de l'élément chauffant suivant l'invention, la couche de résine est une couche de résine silicone réticulée contenant avantageusement environ 1 à 20 % en poids et, de préférence, 7 à 13 % en poids de particules de noir de carbone par rapport à la résine sèche.

La ou les feuilles de support de l'élément chauffant suivant l'invention sont, de préférence, en mica ou en verre.

L'élément chauffant suivant l'invention peut se présenter sous diverses formes, par exemple sous forme carrée ou rectangulaire, voire même courbe, et peut présenter des dimensions quelconques.

La présente invention concerne également un procédé de fabrication d'un élément chauffant, dans lequel procédé on fait adhérer à une face d'une feuille de support électriquement isolante et stable à la température de service dudit élément, une couche conductrice de l'électricité d'une résine qui est soluble dans un solvant organique et qui est stable jusqu'à une température d'environ 500°C, dans laquelle sont dispersées des particules de noir de carbone, et on met deux conducteurs électriques sensiblement parallèles entre eux en contact avec la couche de résine.

Dans une forme de réalisation particulière du procédé suivant l'invention, on dissout une résine silicone réticulable dans au moins un solvant organique, on disperse uniformément des particules de noir de carbone dans la solution de résine, on étend la solution de résine chargée de particules de noir de carbone, en une ou plusieurs couches, sur une face de la feuille de support et on provoque la réticulation de la couche de résine après avoir appliqué sur cette couche de résine deux conducteurs métalliques sensiblement parallèles entre eux.

Le cas échéant, une deuxième feuille de support éventuellement revêtue d'une ou plusieurs couches de solution de résine chargée de particules de noir de carbone est appliquée sur la couche de résine de la première feuille de support, en veillant à ce que les couches de résine portées par les deux feuilles de support soient en contact l'une avec l'autre et collées l'une à l'autre.

D'autres particularités et détails de l'élément chauffant et de son procédé de fabrication ressortiront de la description suivante des figures 1 et 2 des dessins ci-annexés qui représentent en perspective et partiellement en coupe, à échelle fortement agrandie, un élément chauffant, ainsi que de la description suivante d'exemples de fabrication d'éléments chauffants.

La figure 1 est une vue en perspective partiellement en coupe d'un élément chauffant désigné dans son ensemble par la notation de référence 1. Cet élément 1 comprend :

- une feuille de support 2 qui est stable à la température de service dudit élément 1 et est électriquement isolante :
- une couche d'une résine synthétique stable jusqu'à une température d'environ 500°C, et
- deux conducteurs métalliques 4 en contact avec ladite couche de résine 3, ces conducteurs 4 étant sensiblement parallèles entre eux et étant destinés à être connectés à une source de courant électrique.

Dans la forme de réalisation représentée à la figure 1, l'élément chauffant 1 comprend deux feuilles de support 2 stables jusqu'à la température de service de l'élément chauffant et électriquement isolantes, la couche de résine 3 étant placée entre ces deux feuilles 2.

Les faces extérieures de ces feuilles de support 2 peuvent être recouvertes d'une plaque métallique 5 ayant, par exemple, une épaisseur de 1 mm.

Une des faces extérieures des feuilles de support peut également être recouverte par une plaque d'isolation thermique telle qu'une plaque en asbeste ciment.

Les feuilles de support 2 sont de préférence en mica ou en verre. L'épaisseur de ces feuilles 2 peut, par exemple, être de 0,2 à 1,5 mm ou davantage.

La résine synthétique dans laquelle sont dispersées des particules 6 conductrices de l'électricité, telles que

des particules de noir de carbone de granulométrie inférieure à 0,25 micron, est une résine qui doit être stable jusqu'à environ 500° C et qui adhère bien à la feuille de support ou aux feuilles de support 2. Cette résine est, de préférence, une résine silicone réticulée.

La couche de résine 3 peut contenir de 1 à 20 % en poids, de préférence, de 7 à 13 % en poids de particules de noir de carbone par rapport à la résine sèche.

5

10

15

30

35

40

50

55

60

65

Les conducteurs métalliques 4 se présentent sous la forme de fils ou rubans conducteurs, par exemple, en cuivre ou laiton.

La résine qui peut être appliquée sur la feuille de support 2 en une ou plusieurs couches présente de façon avantageuse, par couche, un poids compris entre 0,01 et 0,1 et, de préférence, entre 0,02 et 0,05 gramme par cm² de surface de la feuille de support recouverte de résine.

La résistance carrée d'un élément chauffant 1, c'est-à-dire la résistance mesurée entre deux conducteurs métalliques parallèles formant les côtés d'un carré est, de préférence, comprise entre 40 et 400 ohms, de sorte que la température de service de l'élément chauffant peut atteindre 450°C lorsqu'une tension de 220 volts est appliquée entre les deux conducteurs 4.

La résine thermiquement stable peut être un polyimide thermodurcissable, une polystyrylpyridine, un époxyde imide, mais est, de préférence, une résine silicone ou organopolysiloxane.

Parmi les résines silicones, les résines de formule I suivante sont préférées :

dans laquelle R représente un groupe alkyle ou aryle.

Dans une forme de réalisation avantageuse, la résine utilisée est une résine phénylsilicone ou polyphénylsilsesquioxane, celle-ci présentant une adhérence remarquable sur le verre et le mica. De plus, cette résine phénylsilicone ou polyphénylsilsesquioxane présente l'avantage :

- d'être soluble dans des solvants organiques à la température ambiante, de manière à faciliter son application sur la feuille de support ;

- d'être réticulable ;

- et d'être stable jusqu'à une température d'environ 500°C.

L'élément chauffant 1 représenté à la figure 2 est similaire à celui de la figure 1, si ce n'est que la couche de résine 2 est intercalée entre une feuille 7 électriquement isolante à base de verre du type "pyrex" et une feuille 8 électriquement isolante à base de mica, par exemple une feuille de papier mica.

Le procédé de fabrication d'un élément chauffant suivant l'invention consiste :

- à dissoudre une résine thermostable, telle qu'une résine silicone, dans un solvant tel que du benzène, du toluène, du xylène ou leurs mélanges, ou de la N-méthylpyrrolidone;

- à disperser dans cette solution des particules conductrices telles que des particules de noir de carbone, de préférence, du type superconducteur, ces particules étant avantageusement des aggrégats de particules creux d'environ 0,2 micron de diamètre, par exemple le "Ketjenblack EC" de AKZO (Pays-Bas), le "Blackpearls 2000" de CABOT (U.S.A.) et le "Philblack XE-2" de PHILLIPS PETROLEUM (U.S.A.);

- à étendre la solution de résine chargée de particules, en une ou plusieurs couches, sur une face d'une feuille de support électriquement isolante, telle que par exemple une feuille de papier mica Cogemicanite 505.3 de COGEBI (Belgique);

à laisser sécher le film de résine déposé sur la feuille de support par évaporation du ou des solvants ;
à placer deux conducteurs métalliques sur le film de résine, de manière à ce qu'ils soient parallèles entre eux

- à recouvrir le film de résine d'une deuxième feuille de support électriquement isolante (par exemple en verre ou en papier mica), et

- à chauffer l'ensemble par exemple à 200°C et éventuellement sous pression, de manière à permettre la réticulation de la couche de résine interposée entre les feuilles de support.

La deuxième feuille de support peut être revêtue d'une couche de résine avant son application sur la couche de résine en contact avec les deux conducteurs métalliques portés par la première feuille de support, de façon que les deux couches de résine soient superposées et collées l'une à l'autre.

La concentration de la résine en solution est adaptée de manière à ce qu'elle puisse être étendue facilement sous forme d'un film uniforme, par exemple par pistolage ou à l'aide d'un pinceau ou d'un rouleau. Cette concentration peut atteindre 50 % en poids, mais est avantageusement comprise entre 10 et 25 % en poids.

Les exemples suivants illustrent le procédé suivant l'invention.

Exemple 1

On a dilué, à la température ambiante, la solution de résine silicone "805" de DOW CORNING (U.S.A.) dans un mélange de solvants à base de xylène et de toluène. La solution obtenue contenait 15 % en poids de résine.

#### 0 248 781

On a dispersé dans cette solution 7 % en poids, par rapport à la résine sèche, de Ketjenblack EC et on a étalé cette solution sur une feuille de support en papier mica Cogemicanite 505.3 de COGEBI, de manière à obtenir après séchage un poids de résine de 0,05 g par cm² de surface de la feuille de support. Après avoir disposé deux fils de cuivre parallèlement l'un à l'autre, on a recouvert l'ensemble d'une autre feuille de papier mica et on a soumis l'ensemble à un traitement thermique à 200°C pendant 1 heure.

L'élément chauffant obtenu présentait une résistance carrée de 400 ohms.

Un test de chauffage à l'aide de cet élément intercalé entre deux plaques d'acier de 1 mm d'épaisseur a montré qu'il était possible d'atteindre une température de 60°C lorsqu'une différence de potentiel de 220 volts est appliquée entre les deux fils conducteurs.

Exemple 2

10

20

25

30

35

40

45

50

55

60

En procédant de la manière décrite dans l'exemple 1, au départ d'une solution à 20 % en poids de résine 805 de DOW CORNING chargée de 10 % de Ketjenblack EC par rapport à la résine sèche et en étalant une quantité de résine correspondant, après séchage, à 0,03 g par cm² de support en papier mica, on a obtenu un élément dont la résistance carrée valait 100 ohms et qui atteignait, lorsqu'il était intercalé entre deux plaques métalliques, une température de 200°C pour une alimentation en 220 volts.

Exemple 3

On a procédé comme dans l'exemple 1 au départ d'une résine silicone Baysilone P850 de BAYER (RFA) en solution à 15 % dans un mélange de solvants organiques. La solution contenait en suspension 10 % de Ketjenblack EC par rapport à la résine sèche. Elle a été étalée sur du papier mica, de manière à obtenir, après séchage, un poids de 0,04 g de résine par cm². L'élément présentait une résistance carrée de 80 ohms. Cet élément placé entre deux plaques métalliques de 1 mm d'épaisseur permettait d'obtenir à la surface une température de 265°C lorsqu'il était alimenté en 220 volts.

Exemple 4

On a procédé comme dans l'exemple 1 au départ d'une résine silicone Baysilone P850 de BAYER (RFA) en solution à 20 %. On a ajouté le Ketjenblack EC à raison de 10 % en poids par rapport à la résine sèche. On a étalé la résine par épaisseurs égales sur deux supports de papier mica. Après le séchage de la résine, on a superposé les supports de manière à ce que les couches conductrices se touchent. La résistance carrée de cet élément était de 45 ohms. Entre deux plaques d'acier de 1 mm d'épaisseur, on atteignait à la surface une température de 400°C lorsque l'élément était alimenté en 220 volts.

Exemple 5

On a procédé comme dans l'exemple 1, si ce n'est qu'on a utilisé des feuilles de support en verre d'une épaisseur de 1,5 mm.

L'élément chauffant avait des propriétés similaires à celles de l'élément chauffant de l'exemple 1.

Exemple 6

On a procédé comme dans l'exemple 1, si ce n'est qu'on a utilisé une feuille de support en papier mica et une feuille de support en verre.

La présente invention n'est pas limitée aux exemples décrits ci-dessus. Ainsi, on peut utiliser à la place de feuilles de support en papier mica ou en verre de faible épaisseur, des feuilles de support en toute autre matière isolante du point de vue électrique et stable à la température de service de l'élément chauffant, par exemple des feuilles de support en résine silicone réticulée.

De plus, la résine chargée de particules conductrices peut nécessiter plusieurs traitements thermiques pour sa réticulation. Ainsi, la polystyrylpyridine qui présente une très haute résistance thermique doit subir, après une cuisson à 200°C pendant 1 heure et une cuisson à 200°C sous pression (5 à 10 bars) pendant 2 heures, une postcuisson à 200°C, voire 300°C, pendant quelques heures.

Naturellement, on peut également utiliser des sources de courant électrique ayant une tension différente de 220 volts pour alimenter l'élément chauffant.

L'élément suivant la présente invention peut être utilisé dans des articles électroménagers tels que grille-pain électriques, plaques de cuisson, radiateurs, etc., ainsi que dans de nombreuses applications industrielles.

Revendications

1. Elément chauffant, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une feuille de support (2,7,8) électriquement isolante et stable à la température de service dudit élément, une couche (3) conductrice de l'électricité appliquée sur une face de la feuille de support (2) constituée d'une résine synthétique thermodurcie stable jusqu'à une température d'environ 500°C et dans laquelle sont dispersées des particules (6) de noir de carbone, ainsi que deux conducteurs métalliques (4) en contact avec ladite couche (3) et sensiblement parallèles entre eux, ces conducteurs (4) étant destinés à être connectés à

#### 0 248 781

une source de courant électrique.

- 2. Elément chauffant suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend deux feuilles de support isolantes (2,7,8) de même nature ou de natures différentes, entre lesquelles est intercalée la couche (3) susdite.
- 3. Elément chauffant suivant l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la couche (3) précitée est une couche de résine silicone réticulée.
- 4. Elément chauffant suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche (3) susdite contient environ 1 à 20 % en poids de particules (6) de noir de carbone par rapport à la résine sèche.
- 5. Elément chauffant suivant la revendication 4, caractérisé en ce que la couche (3) susdite contient environ 7 à 13 % en poids de particules (6) de noir de carbone par rapport à la résine sèche.
- 6. Elément chauffant suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la feuille de support (2,7,8) est en mica ou en verre.
- 7. Elément chauffant suivant la revendication 6, caractérisé en ce qu'une feuille métallique (5) est appliquée sur la face de la ou des feuilles de support (2) qui est opposée à la face en contact avec la couche de résine (3).
- 8. Elément chauffant suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que sa résistance carrée est de 40 à 400 ohms.
- 9. Elément chauffant suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le poids de la couche de résine (3) est compris entre 0,02 et 0,05 gramme par cm² de surface de la feuille de support
- 10. Procédé de fabrication d'un élément chauffant suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on fait adhérer à une face d'une feuille de support (2,7,8) électriquement isolante et stable à la température de service dudit élément (1) une couche (3) conductrice de l'électricité d'une résine qui est soluble dans un solvant organique et qui est stable jusqu'à une température d'environ 500°C, dans laquelle sont dispersées des particules (6) de noir de carbone et on met deux conducteurs électriques (4) sensiblement parallèles entre eux en contact avec la couche de résine (3).
- 11. Procédé suivant la revendication 10, caractérisé en ce qu'on met deux fils conducteurs (4) sensiblement parallèles entre eux en contact avec la résine (3) avant sa réticulation.
- 12. Procédé suivant la revendication 10, caractérisé en ce qu'on dissout une résine silicone réticulable dans au moins un solvant organique, on disperse uniformément des particules (6) de noir de carbone dans la solution de résine, on étend la solution de résine chargée de particules de noir de carbone, en une ou plusieurs couches, sur une face de la feuille de support (2,7,8) et on provoque la réticulation de la couche de résine après avoir appliqué sur cette couche de résine (3) deux conducteurs métalliques (4) sensiblement parallèles entre eux.
- 13. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 10 à 12, caractérisé en ce qu'on interpose la couche de résine (3) entre deux feuilles de support (2,7,8) de même nature ou de natures différentes.
- 14. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé en ce qu'on utilise une ou des feuilles de support (2,7,8) en mica ou en verre.
- 15. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 10 à 14, caractérisé en ce qu'on applique une feuille métallique (5) sur la face de la ou des feuilles de support (2) qui est opposée à la couche de résine (3).

5

10

15

20

25

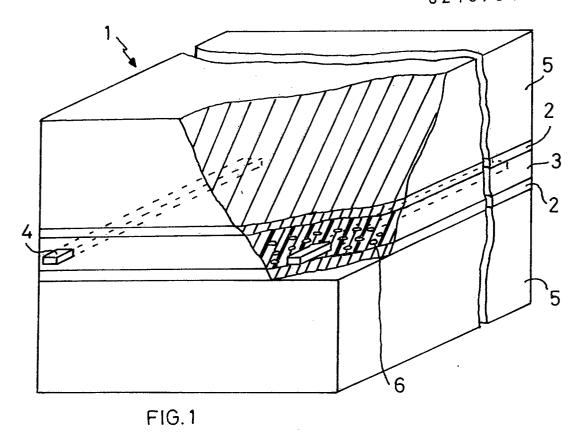
*30* 

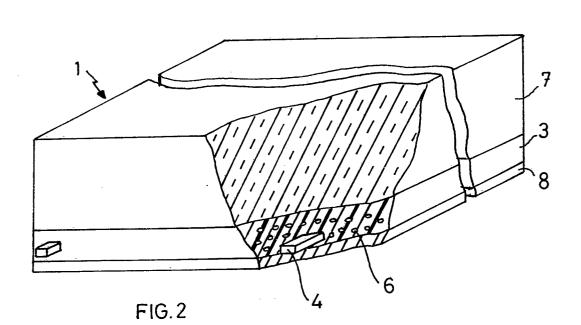
35

40

45

50



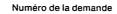




# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

EP 87 87 0077

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS						······································
Catégorie	Citation du document avec indication, en des parties pertinentes		as de besoin,	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)	
Х	GB-A-1 319 730 * Page 2, ligne			1,4,10	) H 05 E H 05 E	3 3/26 3 3/14
А	FR-A-2 423 037  * Page 8, li ligne 34 *	,	,	1,3,4,		
A	GB-A- 996 390 INDUSTRIES)  * Page 2, ligne ligne 44 *	•	page 3,	1-3,6, 7,10, 11,13 15		
A	* Page 1, co dernier alinéa; de gauche, li droite, ligne 1	lonne de page 2, gne 1 - co	droite, colonne	1,2,4, 8,10, 11,13		TECHNIQUES IES (Int. Cl.4)
A	EP-A-0 175 550	 (RAYCHEM)				
À	FR-A-2 146 352 CHEMICAL)	 (KOHKOKU	-/-			
Le p	résent rapport de recherche a été é	tabli pour toutes les re	evendications			
	Lieu de la recherche Date d'achèvemer LA HAYE 14-09-		ent de la recherche - 1987	Examinateur RAUSCH R.G.		
Y : parti autro A : arriè O : divu	CATEGORIE DES DOCUMENT iculièrement pertinent à lui seu iculièrement pertinent en comb e document de la même catégo re-plan technologique logation non-écrite ument intercalaire	l pinaison avéc un	D: cité dans la L: cité pour d'a	le brevet antério ôt ou après cet demande	eur, mais publ te date	ié à la





## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

EP 87 87 0077

	DOCUMENTS CONSID	ERES COMME P	ERTINENT	s	Page 2	
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes			evendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Ci.4)	
A	DE-A-1 565 333 ELECTRONICS)	(BEDCO				
A	DE-A-2 505 564	 (STEGER)				
			-			
	~-					
				·		
				·		
					DOMAINES TECHNIQUES	
į					RECHERCHES (Int. Cl.4)	
	•	-				
	•			•	•	
-						
Lei	présent rapport de recherche a été é Lieu de la recherche	Examinateur				
Lieu de la recherche Date d'achèvement de la reche LA HAYE 14-09-1987				RAUSCH R.G.		
Y: par	CATEGORIE DES DOCUMEN ticulièrement pertinent à lui set ticulièrement pertinent en com- tre document de la même catégorière-plan technologique ulgation non-écrite	E JI binaison avec un D	théorie ou pr document de date de dépô cité dans la d cité pour d'al	brevet antér t ou après ce lemande	ise de l'invention ieur. mais publié à la tte date	
O : div	ulgation non-écrité cument intercalaire	&	: membredela	même famille	e, document correspondant	