

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2779171

СПОСОБ ЗАЩИТЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ГРАФИТИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ОТ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» (RU)*

Авторы: *Фещенко Роман Юрьевич (RU), Еремин Роман Николаевич (RU), Романова Наталья Александровна (RU), Матыльский Бронислав Эдуардович (RU)*

Заявка № 2021120239

Приоритет изобретения 09 июля 2021 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 05 сентября 2022 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 09 июля 2041 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C25B 11/04 (2021.08); H05B 7/06 (2021.08)

(21)(22) Заявка: 2021120239, 09.07.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.07.2021

Дата регистрации:
05.09.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 09.07.2021

(45) Опубликовано: 05.09.2022 Бюл. № 25

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
ФГБОУ ВО СПбГУ, Патентно-лицензионный
отдел

(72) Автор(ы):

Фещенко Роман Юрьевич (RU),
Еремин Роман Николаевич (RU),
Романова Наталья Александровна (RU),
Матыльский Бронислав Эдуардович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Санкт-Петербургский горный
университет» (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2359948 C1, 27.06.2009. RU
2128242 C1, 27.03.1999. RU 2252191 C1,
20.05.2005. SU 175156 A1, 21.09.1965. BY 11708
C1, 30.04.2009. US 6228424 B1, 08.05.2001.

(54) СПОСОБ ЗАЩИТЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ГРАФИТИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ОТ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к электрометаллургии, в частности к получению устойчивых к высокотемпературному окислению электродов из синтетического графита, применяемых в электролизерах для получения магния и в других металлургических агрегатах. Технический результат - увеличение стойкости графитированных электродов к высокотемпературному окислению, увеличение срока службы графитированных электродов. В способе защиты металлургических графитированных электродов от высокотемпературного окисления сначала приготавливают пропиточную композицию, содержащую, мас. %: дигидрофосфат алюминия 7-10; дигидрофосфат цинка 25-30; ортофосфорную кислоту 12-16; смачивающий агент - изопропиловый спирт 2; воду остальное. Перед пропиткой графитированные электроды сначала очищают от механической пыли, а затем выдерживают под разрежением при давлении от

700 до 1000 Па в течение от 1 до 2 часов. Далее в пропиточную камеру заливают, не допуская попадания воздуха, предварительно подготовленную пропиточную композицию, которую нагревают до температуры от 40 до 45 °С и выдерживают в ней электроды из расчета от 2 до 2,5 часов на 50 мм поперечного сечения электрода от его края до центра. После электроды направляют на весовой контроль: если прибавка массы менее 7 %, то направляют на повторную пропитку, а если прибавка массы более 7 %, то направляют на сушку. Сушку производят в два этапа в сушильной печи: на первом этапе нагрев производят со скоростью от 2 до 3 °С/мин до температуры от 140 до 150 °С и выдерживают от 1 до 1,5 часов, на втором этапе - со скоростью от 10 до 15 °С/мин до температуры от 550 до 600 °С. Затем оставляют остывать, при этом происходит образование кристаллической пленки на доступной поверхности электрода. 1 табл., 45 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C25B 11/04 (2021.08); H05B 7/06 (2021.08)

(21)(22) Application: **2021120239, 09.07.2021**

(24) Effective date for property rights:
09.07.2021

Registration date:
05.09.2022

Priority:

(22) Date of filing: **09.07.2021**

(45) Date of publication: **05.09.2022** Bull. № 25

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO SPGU, Patentno-litsenziyonnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Feshchenko Roman Iurevich (RU),
Eremin Roman Nikolaevich (RU),
Romanova Natalia Aleksandrovna (RU),
Matylskii Bronislav Eduardovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet» (RU)**

(54) **METHOD FOR PROTECTING METALLURGICAL GRAPHITISED ELECTRODES AGAINST HIGH-TEMPERATURE OXIDATION**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to electrometallurgy, in particular, to production of high-temperature oxidation-resistant electrodes from synthetic graphite, applied in electrolyzers for producing magnesium and in other metallurgical units. In the method for protecting metallurgical graphitised electrodes against high-temperature oxidation, an impregnating composition is first prepared, containing, wt.%: aluminium dihydrophosphate 7 to 10; zinc dihydrophosphate 25 to 30; orthophosphoric acid 12 to 16; a wetting agent - isopropyl alcohol 2; water the rest. Prior to impregnating, the graphitised electrodes are first cleaned from mechanical dust, then held under evacuation at a pressure from 700 to 1,000 Pa for 1 to 2 hours. The previously prepared impregnating composition is then poured into the impregnation chamber, avoiding air ingress, then heated to a

temperature of 40 to 45°C, and the electrodes are held in said composition as calculated for 2 to 2.5 hours per 50 mm of the cross section of the electrode from edge to the centre thereof. After holding, the electrodes are directed for weight control: if the weight gain is below 7%, they are directed for re-impregnation; if the weight gain is below 7%, they are directed for drying. The electrodes are dried in two stages in a drying furnace: at the first stage, heated at a rate of 2 to 3°C/min to a temperature of 140 to 150°C and held for 1 to 1.5 hours; at the second stage, at a rate of 10 to 15°C/min to a temperature of 550 to 600°C. Then the electrodes are left to cool, wherein a crystalline film is formed on the accessible surface of the electrode.

EFFECT: increase in the high-temperature oxidation resistance of graphitised electrodes, prolongation of the operating life of graphitised electrodes.

1 cl, 1 tbl, 45 ex

RU 2 779 171 C1

RU 2 779 171 C1

Изобретение относится к электрометаллургии, в частности к электролитическому получению первичного магния, и может быть использовано для увеличения срока службы графитированных электродов, эксплуатируемых в окислительных средах металлургических агрегатов.

5 Известен способ защиты углеграфитового материала от окисления (патент РФ №2252191, опубл. 20.05.2005), включающий пропитку углеграфитового материала водным раствором солей металлов и ортофосфорной кислоты, сушку на воздухе, термообработку материала с формированием в порах материала ультрафосфата, охлаждение, пропитку охлажденного материала пленкообразующим полимером и
10 повторную термообработку, отличающийся тем, что сначала углеграфитовый материал пропитывают смесью, содержащей гидрофосфат калия, гидрофосфат марганца, ортофосфорную кислоту и воду при массовом соотношении (0,5-0,7):(2,0-2,8):(1,8-2,2):(10-50) соответственно, затем сушат и термообрабатывают при подъеме температуры со скоростью 15-20°C/ч до 650-700°C с формированием 2,0-5,0 масс. % ультрафосфата
15 в расчете на начальный вес материала, пропитывают охлажденный материал смесью фурфуролового спирта и фенолформальдегидной смолы в массовом соотношении соответственно (8,0-9,0):(1,0-2,0) с последующей термообработкой материала при подъеме температуры со скоростью 8-20°C/ч до 280-350°C до достижения содержания сухого остатка 0,5-5,0 масс. %.

20 Недостатком данного способа является применение двух циклов пропитки с последующей сушкой, что приводит к повышенному расходу тепловой энергии на получение защищенного от окисления углеграфитового материала. Кроме того, использование фенолформальдегидной смолы вызовет сложности с утилизацией полученных изделий после их эксплуатации.

25 Известен способ получения защитного покрытия на фрикционных углеродных изделиях (патент РФ 2013423, опубл. 30.05.1994), включающий приготовление силикофосфатного коллоидного раствора, смешивание с первым борсодержащим компонентом и нитридом бора, нанесение суспензии и термообработку, отличающийся тем, что силикофосфатный коллоидный раствор готовят путем введения золя кремниевой
30 кислоты в раствор дигидрофосфата марганца в ортофосфорной кислоте, нейтрализованный гидроксидом калия и водным раствором аммиака до pH 3,0-4,5, в качестве первого борсодержащего компонента используют аморфный бор при следующем соотношении компонентов в пересчете на основное вещество, мас. %: золь кремниевой кислоты 1-5; дигидрофосфат марганца 5-7; ортофосфорная кислота 40-55;
35 гидроксид калия 3-7; водный раствор аммиака 2-12; аморфный бор 18-30; нитрид бора 1-5, а термообработку проводят до 500-580°C в нейтральной атмосфере.

Недостатком данного способа является формирование защитного слоя только по поверхности электрода. При механическом повреждении данного слоя будет происходить интенсивное локальное разрушение самого углеродного изделия.

40 Известен способ обработки графитовых электродов магниевого электролизера (патент РФ №2128242, опубл. 27.03.1999), включающий пропитку его расплавами метафосфатов калия и натрия и обработку расплавами солей щелочных и щелочноземельных металлов, отличающийся тем, что после обработки метафосфатами электрод нагревают в сушильной камере и затем погружают в расплав солей щелочных
45 и щелочноземельных металлов, одновременно подают анодный потенциал и выдерживают при этом потенциале при температуре 670-700°C. При этом электрод нагревают в сушильной камере при температуре до 300°C, а анодный потенциал поддерживают эквивалентным поверхностной плотности тока 0,20-0,45 А/см².

Недостатком данного способа является применение расплавов метафосфатных солей щелочных и щелочноземельных металлов, пары которых токсичны и коррозионно активны, кроме того, на проведение пропитки в расплаве расходуется значительное количество тепловой энергии.

5 Известен способ получения защитных покрытий на изделиях с углеродсодержащей основой (патент РФ 2560461, опубл. 20.08.2015), включающий формирование на поверхности изделия шликерного покрытия на основе композиции, состоящей из смеси порошков тугоплавких элементов и/или соединений, по крайней мере один из которых химически активен к кремнию и образует при взаимодействии с ним карбид кремния
10 и/или тугоплавкие силициды, и/или тройные соединения, и временного связующего, реакционное спекание шликерного покрытия в вакууме в парах кремния путем пропитки конденсатом его паров с последующим нагревом до температуры завершения реакций образования указанных соединений, отличающийся тем, что в композиции для формирования шликерного покрытия используют нанодисперсные порошки или смесь
15 ультра- и нанодисперсных порошков, а пропитку шликерного покрытия конденсатом паров кремния при его реакционном спекании осуществляют путем капиллярной конденсации паров кремния на стадии нагрева и/или изотермической выдержки изделия в интервале температур 1300-1450°C при температуре паров кремния, превышающей температуру изделия на 10÷50 градусов; при этом пропитку конденсатом паров кремния
20 наиболее мелких пор материала шликерного покрытия производят при меньшей температуре и/или меньшей разнице температур и, наоборот, пропитку более крупных пор производят при большей температуре и/или большей разнице температур.

Недостатком данного способа является формирование защитного слоя только по поверхности электрода. При механическом повреждении данного слоя будет
25 происходить интенсивное локальное разрушение.

Известен способ защиты от окисления изделий из композитного материала, содержащего углерод, и изделие, защищенное этим способом, (патент РФ № 2359948, опубл. 27.06.2009), принятый за прототип, включающий, по меньшей мере, один этап пропитывания композитного материала в глубину пропитывающей композицией,
30 содержащей, по меньшей мере, один фосфат металла в растворе и диборид титана в форме порошка, имеющего размер частиц, находящийся в диапазоне от 0,1 мкм до 200 мкм. Технический результат - обеспечение защиты изделия от окисления при температурах выше 1000°C, в том числе в присутствии катализатора окисления углерода и во влажных условиях.

35 Недостатком данного способа является недостаточно полное заполнение пор при применении его к графитированным электродам, особенно с крупным поперечным сечением, по причине того, что в порах электродов содержится воздух, который будет препятствовать проникновению вглубь пропиточного раствора, а также будет вытеснять раствор из пор во время сушки. Эти процессы приведут к снижению стойкости
40 графитированных электродов к высокотемпературному окислению по мере их выгорания.

Техническим результатом является увеличение стойкости графитированных электродов к высокотемпературному окислению в технологических средах металлургических агрегатов.

45 Технический результат достигается тем, что вначале готовят пропитывающую композицию, содержащую, мас. %: дигидрофосфат алюминия 7-10; дигидрофосфат цинка 25-30, ортофосфорную кислоту 12-16, смачивающий агент - изопропиловый спирт 2; воду остальное, перед пропиткой графитированные электроды сначала очищают от

механической пыли, а затем выдерживают под разрежением при давлении от 700 до 1000 Па в течение от 1 до 2 часов, далее в пропиточную камеру заливают, не допуская попадания воздуха, предварительно подготовленную пропиточную композицию, которую нагревают до температуры от 40 до 45°C, и выдерживают в ней электроды из расчета от 2 до 2,5 часов на 50 мм поперечного сечения электрода от его края до центра, а после их направляют на весовой контроль, если прибавка массы менее 7 %, то направляют на повторную пропитку, а прибавка массы более 7 %, то направляют на сушку, которую производят в два этапа в сушильной печи, на первом этапе нагрев производят со скоростью от 2 до 3°C/мин до температуры от 140 до 150°C и выдерживают от 1 до 1,5 часов, на втором со скоростью от 10 до 15°C/мин до температуры от 550 до 600°C, затем оставляют остывать, при этом происходит образование кристаллической пленки на доступной поверхности электрода.

Способ реализуется следующим образом. В емкости с мешалкой, вращающейся со скоростью от 100 до 1000 об/мин приготавливают пропитывающую композицию содержащую масс. % дигидрофосфата алюминия от 7 до 10, дигидрофосфата цинка от 25 до 30, ортофосфорной кислоты от 12 до 16, изопропилового спирта 2 и воды остальное. В качестве смачивающего агента используют изопропиловый спирт. Графитированные электроды со склада обдувают от механической пыли сжатым воздухом из шланга. Затем загружают в пропиточный реактор, где выдерживают под разрежением для удаления воздуха из пор в течение от 1 до 2 часов при давлении от 700 до 1000 Па. После завершения предварительной выдержки в пропиточную камеру заливают, не допуская попадания воздуха, предварительно подготовленную пропиточную композицию, который нагревают до температуры от 40 до 45°C. В растворе под разрежением электроды выдерживают из расчета от 2 до 2,5 часов на 50 мм поперечного сечения электрода от его края до центра. После завершения выдержки электродов в растворе открывают запорный воздушный клапан пропиточной камеры и сливают пропитывающую композицию. Далее пропитанные электроды направляют на весовой контроль, после взвешивания электроды с прибавкой массы менее 7 % направляют на повторную пропитку. Электроды с прибавкой массы более 7 % направляют на сушку, которую производят в 2 этапа в сушильной печи. На первом этапе электроды нагревают со скоростью от 2 до 3°C/мин до температуры от 140 до 150°C и выдерживают от 1 до 1,5 часов. При этом происходит удаление свободной влаги и переход дигидрофосфата алюминия в дигидропирофосфат. На втором этапе электроды нагревают со скоростью от 10 до 15°C/мин до температуры от 550 до 600°C. Затем электроды оставляют остывать, при этом происходит переход дигидропирофосфата алюминия и дигидрофосфата цинка в соответствующие метафосфаты с образованием кристаллической пленки на поверхности пор и всего электрода, которая защищает электроды от высокотемпературного окисления.

Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. Образец электродного графита марки НР в форме куба с ребром 50 мм выдерживали в закрытом реакторе 1 ч. под разрежением при абсолютном давлении 1000 Па, далее заливали нагретый до 40°C раствор, содержащий 25 масс. % дигидрофосфата цинка, 7 масс. % дигидрофосфата алюминия, 12 масс. % ортофосфорной кислоты, 2 масс. % и 54 масс. % воды, при полном погружении в который выдерживали образец еще в течение часа, поддерживая температуру равной 40°C. После пропитки образец подвергали термообработке в два этапа: на первом нагревая со скоростью 2°C/мин до 140°C и выдерживали в течение одного часа, на втором нагревая до 550°C со скоростью 10°C/мин.

Готовый образец испытывали на устойчивость к окислению, выдерживая его при температуре 800°C в течение 5 часов на воздухе. Потеря массы составила 4,2 %.

Примеры со 2 по 42 выполняли аналогично примеру 1, состав раствора, параметры обработки и потеря в ходе изотермической выдержки приведены в таблице 1.

5 Примеры с 43 по 45. Образец электродного графита, аналогичный образцам в примерах 1-42, не подвергая обработке, испытывали на устойчивость к окислению аналогично образцам 1-42. Потери массы приведены в таблице 1.

10 Проведенные эксперименты подтверждают, что обработка графитированных электродов в течение 2-2,5 ч на 50 мм поперечного сечения электрода от его края до центра нагретым до 40-45°C пропиточным раствором, с последующей двухстадийной термообработкой сушкой, после предварительной выдержкой электродов под разрежением не менее 1-2 ч позволяет повышать устойчивость изделий к окислению в высокотемпературных кислородсодержащих средах металлургических агрегатов, например, электролизерах для производства магния.

15 Увеличение стойкости графитированных электродов к высокотемпературному окислению в технологических средах металлургических агрегатов достигается за счет формирования на доступной поверхности электрода защитной пленки, состоящей из кристаллических метафосфатов алюминия и цинка, которые образуются из компонентов пропиточной композиции в процессе термообработки, при этом качество образующейся
20 пленки, ее толщина и защитные свойства будут определяться величиной прибавки массы после пропитки и соблюдением заявленных скоростей нагрева на отдельных этапах термообработки.

Таблица 1 - Условия обработки образцов и результаты испытания их на устойчивость к окислению

№ пп	Состав раствора, % масс					Технологические параметры обработки									Δм после испытаний, %
	Zn(H ₂ PO ₄) ₂	Al(H ₂ PO ₄) ₃	H ₃ PO ₄	C ₃ H ₈ O	H ₂ O	τ _{выдержки} , ч	P _{выдержки} , Па	t _{р-ра} , °C	Время пропитки, ч	V нагрева 1 этап, °C/мин	tперво-го этапа, °C	Выдержка при t ₁ , ч	V нагрева 2 этап, °C/мин	tвторо-го этапа, °C	
1	25	7	12	2	54	1	1000	40	1	2	140	1	10	550	4,2
2	25	7	16	2	50	2	700	45	1,25	3	150	1,5	15	600	3,5
3	25	10	12	2	51	1	850	40	1,25	2	150	1,5	15	600	3,5
4	25	10	16	2	47	2	1000	45	1	3	140	1	10	550	4,1
5	30	7	12	2	49	1	700	40	1	2	140	1	10	550	4,5
6	30	7	16	2	45	2	850	45	1,25	3	150	1,5	15	600	3,5
7	30	10	12	2	46	1	1000	40	1	2	150	1	15	550	3,7
8	30	10	16	2	42	2	700	45	1,25	3	140	1,5	10	550	4,1
9	25	7	12	3	53	1	850	40	1,25	2	140	1,5	10	600	4,1
10	25	7	16	3	49	2	1000	45	1	3	150	1	15	600	3,7
11	25	10	12	3	50	1	700	40	1	2	150	1	10	550	4,5
12	25	10	16	3	46	2	850	45	1,25	3	140	1,5	15	600	3,5
13	30	7	12	3	48	1	1000	40	1,25	2	140	1	15	600	4,4
14	30	7	16	3	44	2	700	45	1,25	3	150	1,5	10	550	3,5
15	30	10	12	3	45	1	850	40	1,25	2	150	1,5	10	550	4,2
16	30	10	16	3	41	2	1000	45	1	3	140	1	15	600	4,5
17	22,5	8,5	14	2,5	52,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	6
18	32,5	8,5	14	2,5	42,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	7,3
19	27,5	5,5	14	2,5	50,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	8,2
20	27,5	11,5	14	2,5	44,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	7,2
21	27,5	8,5	10	2,5	51,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	7,9
22	27,5	8,5	18	2,5	43,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	6,6
23	27,5	8,5	14	1	49	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	8,4
24	27,5	8,5	14	4	46	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	7,5

25	27,5	8,5	14	2,5	47,5	0,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	6,8	
26	27,5	8,5	14	2,5	47,5	2,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	7,6	
27	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	1100	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	6,5	
28	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	650	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	6	
5	29	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	35	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	7,9
30	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	50	1,15	2,5	145	1,25	12,5	575	6,5	
31	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,4	2,5	145	1,25	12,5	575	7,6	
32	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	0,85	2,5	145	1,25	12,5	575	7	
33	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	1,5	145	1,25	12,5	575	8,4	
34	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	3,5	145	1,25	12,5	575	7,2	
10	35	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	130	1,25	12,5	575	8,5
36	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	160	1,25	12,5	575	7,4	
37	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	0,75	12,5	575	8,2	
38	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,75	12,5	575	7,5	
39	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	7,5	575	6	
40	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	17,5	575	6,8	
15	41	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	650	7,9
42	27,5	8,5	14	2,5	47,5	1,5	850	42,5	1,15	2,5	145	1,25	12,5	550	6,6	
43	без обработки														27,4	
44	без обработки														29,1	
45	без обработки														28,2	

20 (57) Формула изобретения

Способ защиты металлургических графитированных электродов от высокотемпературного окисления, включающий пропитку пропитывающей композицией, содержащей фосфаты алюминия и цинка, отличающийся тем, что вначале готовят пропитывающую композицию, содержащую, мас. %: дигидрофосфат алюминия 7-10; дигидрофосфат цинка 25-30; ортофосфорную кислоту 12-16; смачивающий агент - изопропиловый спирт 2; воду остальное, перед пропиткой графитированные электроды сначала очищают от механической пыли, а затем выдерживают под разрежением при давлении от 700 до 1000 Па в течение от 1 до 2 часов, далее в пропиточную камеру заливают, не допуская попадания воздуха, предварительно подготовленную пропиточную композицию, которую нагревают до температуры от 40 до 45°C, и выдерживают в ней электроды из расчета от 2 до 2,5 часов на 50 мм поперечного сечения электрода от его края до центра, а после их направляют на весовой контроль, если прибавка массы менее 7%, то направляют на повторную пропитку, а прибавка массы более 7%, то направляют на сушку, которую производят в два этапа в сушильной печи, на первом этапе нагрев производят со скоростью от 2 до 3°C/мин до температуры от 140 до 150°C и выдерживают от 1 до 1,5 часов, на втором - со скоростью от 10 до 15°C/мин до температуры от 550 до 600°C, затем оставляют остывать, при этом происходит образование кристаллической пленки на доступной поверхности электрода.

40

45