

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2788294

СПОСОБ ЗАЩИТЫ ГРАФИТИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ОТ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Ерохина Ольга Олеговна (RU), Фещенко Роман Юрьевич (RU), Пирогова Надежда Алексеевна (RU), Еремин Роман Николаевич (RU)*

Заявка № 2022117444

Приоритет изобретения **28 июня 2022 г.**

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации **17 января 2023 г.**

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает **28 июня 2042 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 (2022.08); H05B 7/085 (2022.08)

(21)(22) Заявка: 2022117444, 28.06.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
28.06.2022

Дата регистрации:
17.01.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 28.06.2022

(45) Опубликовано: 17.01.2023 Бюл. № 2

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Ерохина Ольга Олеговна (RU),
Фещенко Роман Юрьевич (RU),
Пирогова Надежда Алексеевна (RU),
Еремин Роман Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: Ерохина О.О. и др. Пропитка
каменноугольным пеком изделий из
искусственного графита. Фундаментальные
и прикладные исследования. Актуальные
проблемы и достижения: Сборник избранных
статей Всероссийской (национальной) научной
конференции, Санкт-Петербург, 11 декабря
2012 года - 11 декабря 2021 года. Санкт-
Петербург: Частное научно-образовательное
(см. прод.)

(54) СПОСОБ ЗАЩИТЫ ГРАФИТИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ОТ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии, в частности к получению устойчивых к высокотемпературному окислению электродов из синтетического графита, применяемых в металлургических агрегатах. Способ включает получение на поверхности электродов защитного слоя с использованием пропиточной композиции, содержащей среднетемпературный пек, нагрев и изотермическую выдержку электродов. Вначале готовят пропиточную композицию путем нагревания среднетемпературного пека до температуры от 150 до 170°C и последующего добавления от 20 до 30 мас.% одного из тугоплавких оксидов или их смеси, в качестве которых используют диоксид титана, диоксид

кремния и оксид хрома (III), далее графитированные электроды загружают в автоклав и без доступа воздуха заливают подготовленной пропиточной композицией, нагревают от 250 до 350°C при давлении от 5 до 6 атм и выдерживают в течение от 1,5 до 2,5 ч. После электроды охлаждают и подвергают термообработке путем нагрева со скоростью от 2 до 3°C/мин до температуры от 1200 до 1300°C и выдержки при конечной температуре в течение от 1,5 до 2,5 ч и охлаждают. Техническим результатом является увеличение стойкости графитированных электродов к высокотемпературному окислению. 1 табл., 36 пр.

(56) (продолжение):

учреждение дополнительного профессионального образования Гуманитарный национальный исследовательский институт "НАЦРАЗВИТИЕ", 2021, с. 26-28. RU 2560461 C1, 20.08.2015. CN 107043276 B, 05.05.2020. RU 2049763 C1, 10.12.1995. CN 110002839 A, 12.07.2019. CN 100534951 C, 02.09.2009. RU 2359948 C2, 27.06.2009. RU 2623446 C2, 26.06.2017.

R U 2 7 8 8 2 9 4 C 1

R U 2 7 8 8 2 9 4 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11)**2 788 294**⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.
C25B 11/04 (2006.01)
H05B 7/085 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
C25B 11/04 (2022.08); H05B 7/085 (2022.08)

(21)(22) Application: **2022117444, 28.06.2022**(24) Effective date for property rights:
28.06.2022Registration date:
17.01.2023

Priority:

(22) Date of filing: **28.06.2022**(45) Date of publication: **17.01.2023** Bull. № 2

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2,
Patentno-litsenziyonnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Erokhina Olga Olegovna (RU),
Feshchenko Roman Iurevich (RU),
Pirogova Nadezhda Alekseevna (RU),
Eremin Roman Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet» (RU)****(54) METHOD FOR PROTECTION OF GRAPHITIZED ELECTRODES FROM HIGH-TEMPERATURE OXIDATION**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to metallurgy, in particular to the production of electrodes of synthetic graphite, resistant to high-temperature oxidation, used in metallurgical units. The method includes obtainment of a protective layer on a surface of electrodes, using an impregnating composition containing a medium-temperature pitch, heating and isothermal exposure of electrodes. First, the impregnating composition is prepared by heating of medium-temperature pitch to a temperature from 150 to 170°C and subsequent addition from 20 to 30 wt.% of one of refractory oxides or a mixture thereof, as which titanium dioxide, silicon

dioxide, and chrome (III) oxide are used. Next, graphitized electrodes are loaded to autoclave and filled with the prepared impregnating composition without access of air, heated from 250 to 350°C with pressure from 5 to 6 atm, and exposed from 1.5 to 2.5 h. After that, electrodes are cooled and subjected to thermal processing by heating at a speed from 2 to 3°C/min to a temperature from 1200 to 1300°C and exposure at a final temperature from 1.5 to 2.5 h, and cooled.

EFFECT: increase in resistance of graphitized electrodes to high-temperature oxidation.

1 cl, 1 tbl, 36 ex

RU 2 788 294 C1

RU 2 788 294 C1

Изобретение относится к электрометаллургии, в частности к получению электростали в дуговых сталеплавильных печах и ферросплавов в руднотермических печах, и может быть использовано для увеличения срока службы графитированных электродов, эксплуатируемых в окислительных средах металлургических агрегатов.

5 Известен устойчивый к окислению материал покрытия для графитового электрода при плавке в электропечи (патент CN № 110002839, опубл. 12.07.2019), изготовленный из смеси порошка карбида кремния, порошка плотного корунда, микропорошка глинозема, микропорошка кремния, порошка металлического кремния, порошка карбида бора и связующего вещества жидкого дигидрогенфосфата алюминия в
10 следующих весовых соотношениях: от 10 до 15 частей порошка карбида кремния 200 меш; 15-20 частей порошка карбида кремния 320 меш; 25-35 частей плотного корундового порошка 200 меш; 20-30 частей глиноземного порошка 3-5 микрон; 12-16 частей кремниевого порошка 0,5-1 микрон; 1-2 части металлического порошка кремния 200 меш; 0,2-0,3 части порошка карбида бора 200 меш; 48-52 части жидкого
15 дигидрофосфата алюминия. Все порошки засыпают в смеситель и перемешивают 10-15 минут, добавляют раствор дигидрофосфата алюминия и продолжают перемешивать 10-15 минут, получая готовое жидкое покрытие. Жидкое покрытие равномерно наносят на поверхность графитового электрода (кроме контактной зоны проводящей пластины) с помощью распылителя или ручным способом, толщина
20 напыления составляет 2-3 мм для самопроизвольного высыхания

Недостатком данного способа является недостаточно полное заполнение пор при применении его к графитированным электродам, особенно с крупным поперечным сечением. При нанесении получается тонкий слой, не закрепленный на поверхности, что может привести к легкому его механическому удалению. Оксиды алюминия, фосфаты
25 и карбид бора могут негативно влиять на дальнейшую эксплуатацию электродов ввиду загрязнения расплава.

Известен способ обработки углеграфитов пропиткой растворами оксидов (патент CN № 100534951, опубл. 11.07.2007), включающий обработку углеграфитов оксидным раствором, отличающийся тем, что: нефтяной кокс, пековый кокс и пек используют в
30 качестве сырья, смесь подвергают смешению, прессованию, многократному обжигу и пропитке, графитизации и механической обработке, после чего осуществляется пропитка раствором оксидов. Состав сырья заготовки: частицы нефтяного кокса и пекового кокса в качестве заполнителя, пека в качестве связующего. Гранулометрический состав наполнителя следующий: 45-85% для фракции менее 0,5 мм, 15-55% для фракции от 0,5
35 до 1 мм. Количество пека составляет 20-30%. Для пропитки раствором оксида используют следующий состав: смесь двух сверхтонких порошков 0,05-0,5 мкм Al_2O_3 и SiO_2 или смесь двух сверхтонких порошков 0,05-0,5 мкм Al_2O_3 и TiO_2 или смесь Al_2O_3 , SiO_2 и TiO_2 . Затем добавляют 1,0-3,0 масс.% $Na_5P_3O_{10}$, тщательно перемешивают и
40 механически измельчают до образования полупрозрачного коллоидного раствора, после чего помещают углеграфитовое изделие в пропиточный бак, откачивают воздух до -0,098-0,085 МПа и выдерживают 0,5-1,5 часа, затем вводят вышеуказанный раствор в бак и выдерживается под давлением 0,5 до 1,2 МПа в течение 3-8 часов. Затем пропитанное изделие извлекают из пропиточного бака, сушат и нагревают до 300-
45 950 °С в течение 80-120 часов.

Недостатком данного способа является использование фосфатов и оксида алюминия, негативно влияющих на эксплуатацию электродов в технологических процессах ввиду загрязнения расплава. Кроме того, при пропитке формируется сплошной слой, не

имеющий сродства к поверхности электрода, который может растрескиваться в высокотемпературных условиях или же механически повреждаться в ходе эксплуатации.

Известен способ получения упрочняющего покрытия на пористых материалах (патент РФ № 2049763С1, опубл. 10.12.1995) включающий нанесение на поверхность изделия экзотермического состава, содержащего оксид кремния, алюминий и водный раствор жидкого стекла, сушку и нагрев, отличающийся тем, что состав содержит указанные компоненты в следующем соотношении, мас.: оксид кремния 24,0-25,6; алюминий 14,4-16,0; 1-3%-ный водный раствор жидкого стекла. Остальное после сушки при комнатной температуре дополнительно выдерживают при 100-120 °С в течение 2-3 ч, а затем инициируют химическое горение путем нагрева до 650-750 °С.

Недостатком данного способа является формирование упрочняющего покрытия, не имеющего сродства к графитовой подложке, что может приводить к растрескиванию в высокотемпературных условиях или же механически повреждаться в ходе эксплуатации

Известен способ защиты графитового электрода (патент CN № 107043276В, опубл. 05.05.2020), включающий нагрев графитового электрода так, что температура его поверхности достигает выше 1500 °С, затем распыление смешанного микропорошка SiO₂ и TiO₂ на поверхность раскаленного графитового электрода газом азота высокого давления для формирования плотного карбидного или нитридного слоя покрытия на поверхности графитового электрода посредством реакции восстановления и реакции нитрирования, при этом размер частиц SiO₂ и TiO₂ ≤ 200 мкм, а массовое соотношение SiO₂ и TiO₂ в смешанном микронизированном порошке составляет от 1:1 до 5:1.

Возможен нагрев графитового электрода до температуры 1600 °С. Время распыления смешанного микронизированного порошка SiO₂ и TiO₂ не превышает 20 с.

Недостатком данного способа является возникновение внутренних напряжений в нагретом электроде за счет использования для напыления микропорошков азота высокого давления.

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 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 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 °С при температуре паров кремния, превышающей температуру изделия на 10÷50 градусов; при этом пропитку конденсатом паров кремния 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 является разница в термическом расширении образованного защитного слоя и электродов, что может приводить к трещинообразованию при повышенных температурах.

Известен способ защиты металлургических графитированных электродов от высокотемпературного окисления (Ерохина О.О. и др. Пропитка каменноугольным пеком изделий из искусственного графита. Фундаментальные и прикладные исследования. Актуальные проблемы и достижения: Сборник избранных статей 5 Всероссийской (национальной) научной конференции, Санкт-Петербург, 11 декабря 2012 – 11 декабря 2021. Санкт-Петербург: Частное научно-образовательное учреждение дополнительного профессионального образования Гуманитарный национальный исследовательский институт «НАЦРАЗВИТИЕ», 2021, с. 26-28), принятый за прототип, включающий формирование на поверхности электродов защитного слоя, получаемого 10 пропиткой среднетемпературным пеком и дальнейшим обжигом при температурах до 1000 °С.

Недостатком является низкая структурная упорядоченность кокса, образованного в порах электрода при обжиге среднетемпературного пека, что влияет на высокую скорость выгорания пропитки.

15 Техническим результатом является увеличение стойкости графитированных электродов к высокотемпературному окислению.

Технический результат достигается тем, что способ защиты металлургических графитированных электродов от высокотемпературного окисления включает получение на поверхности электродов защитного слоя с использованием пропиточной композиции, 20 содержащей среднетемпературный пек, нагрев и изотермическую выдержку электродов, при этом вначале готовят пропиточную композицию путем нагревания среднетемпературного пека до температуры от 150 до 170°С и последующего добавления от 20 до 30 мас.% одного из тугоплавких оксидов или их смеси, в качестве которых используют диоксид титана, диоксид кремния и оксида хрома (III), далее 25 графитированные электроды загружают в автоклав и без доступа воздуха заливают подготовленной пропиточной композицией, нагревают от 250 до 350°С при давлении от 5 до 6 атм и выдерживают в течении от 1,5 до 2,5 часов, после этого сливают композицию, а электроды охлаждают до комнатной температуры, затем электроды подвергают термообработке путем нагрева со скоростью от 2 до 3°С/мин до 30 температуры от 1200 до 1300°С и выдержки при конечной температуре в течение от 1,5 до 2,5 ч и охлаждают на воздухе до образования на поверхности электрода защитного слоя.

Способ реализуется следующим образом. В начале готовят пропиточную композицию, которая состоит из среднетемпературного пека и тугоплавких оксидов 35 или их смеси. Среднетемпературный пек помещают в бак и нагревают до температуры от 150 до 170 °С, после чего добавляют один из следующих тугоплавких оксидов: диоксид титана, диоксид кремния, оксид хрома (III), составляющие 20-30 масс.% от общей массы пропиточной композиции или их соединений, а именно 10 масс.% SiO₂, 10 масс.% TiO₂ или 20 масс.% SiO₂, 10 масс.% TiO₂ или 10 масс.% SiO₂, 20 масс.% TiO₂ 40 или 15 масс.% SiO₂, 15 масс.% TiO₂ или 10 масс.% SiO₂, 10 масс.% Cr₂O₃ или 20 масс.% SiO₂, 10 масс.% Cr₂O₃ или 10 масс.% SiO₂, 20 масс.% Cr₂O₃ или 15 масс.% SiO₂, 15 масс.% Cr₂O₃ или 10 масс.% TiO₂, 10 масс.% Cr₂O₃ или 20 масс.% TiO₂, 10 масс.% Cr₂O₃ или 10 масс.% TiO₂, 20 масс.% Cr₂O₃ или 15 масс.% TiO₂, 15 масс.% Cr₂O₃ или 10 масс.% Cr₂O₃, 45 10 масс.% TiO₂, 10 масс.% SiO₂ или 6,65 масс.% Cr₂O₃, 6,7 масс.% TiO₂, 6,65 масс.% SiO₂. Состав пропиточной композиции зависит от смачиваемости оксидов нагретым среднетемпературным пеком. Затем графитированные электроды загружают в автоклав, куда заливают, не допуская попадания воздуха предварительно подготовленную

пропиточную композицию. Автоклав нагревают до температуры от 250 до 350 °С при давлении от 5 до 6 атм, после чего выдерживают на протяжении от 1,5 до 2,5 часов. Затем сливают пропиточную композицию, а электроды вынимают из автоклава и охлаждаются до комнатной температуры на воздухе. Охлажденные электроды помещаются в обжиговую печь, где нагреваются до температуры от 1200 до 1300°С со скоростью от 2 до 3°С/мин и выдерживают в течение от 1,5 до 2,5 часов без доступа воздуха. При нагреве происходит выделение летучих компонентов из среднетемпературного пека и его коксование. На поверхности электрода образуется сплошное покрытие закоксованного пека с включением оксидов, устойчивых к высокотемпературному окислению. После выдержки электроды извлекают из печи и оставляют остывать на воздухе до полного охлаждения.

Способ поясняется следующими примерами.

Образец сравнения изготавливался из электродного графита марки УНР в форме куба с ребром 50 мм и 100 масс.% среднетемпературного пека, предварительно нагретого до 160°С, помещали в автоклав, который в дальнейшем нагревали до 300 °С, после чего образец и пек выдерживали в закрытом реакторе 2 ч при избыточном давлении 5,5 атм при температуре 300°С. После пропитки образец подвергали термообработке в коксовой пересыпке со скоростью нагрева 2,5°С/мин и выдерживали при температуре 1250°С на протяжении 2 ч.

Готовый образец испытывали на устойчивость к окислению, выдерживая его при температуре 1100 °С в течение 5 часов на воздухе. Потеря массы составила 35,6 %.

Примеры со 1 по 36 изготавливались аналогично образцу сравнения, состав смеси, температурные режимы технологических процессов и потеря в ходе изотермической выдержки приведены в таблице 1.

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

№ пп	Состав смеси, % масс				Технологические режимы							Δ _м после испытаний, %
	Средне-температурный пек	TiO ₂	SiO ₂	Cr ₂ O ₃	Температура нагрева пека, °С	Температура выдержки автоклава, °С	Давление в автоклаве, атм	Время выдержки в автоклаве, ч	Скорость нагрева обжиговой печи, °С/мин	Температура выдержки в печи, °С	Время выдержки, ч	
	100	0	0	0	160	300	5,5	2	2,5	1250	2	35,6
1	80	20	0	0	150	300	6	2,5	2,5	1250	2	22,5
2	80	0	20	0	160	300	5	1,5	2,5	1250	2	22,2
3	80	0	0	20	170	300	5,5	2	2	1250	2	20,1
4	80	10	10	0	160	300	5,5	2	2,5	1250	2	19,3
5	80	0	10	10	160	300	5,5	2	3	1200	1,5	18,6
6	80	10	0	10	160	300	5,5	2	2	1200	2	20,1
7	80	6,65	6,7	6,65	160	300	5,5	2	2,5	1250	2	20,5
8	75	25	0	0	160	300	5,5	2	2,5	1200	2,5	19,8
9	75	0	25	0	150	300	5,5	2	2,5	1250	2	21,1
10	75	0	0	25	160	350	5,5	2	2,5	1250	2	18,5
11	70	30	0	0	160	250	5,5	2,5	2,5	1250	2	19,7
12	70	0	30	0	170	300	5,5	1,5	2	1250	2	17,9
13	70	0	0	30	150	300	5,5	2	2,5	1300	2,5	14,5
14	70	20	10	0	160	250	5,5	1,5	3	1250	2	17,7
15	70	10	20	0	160	250	5,5	1,5	3	1250	2	18,9
16	70	15	15	0	160	250	5,5	1,5	3	1250	2	18,2
17	70	0	20	10	160	300	6	2	3	1250	2	18,3
18	70	0	10	20	160	300	6	2	2,5	1250	2	17,9
19	70	0	15	15	160	250	5,5	1,5	3	1250	2	19,0

20	70	20	0	10	170	350	5,5	2	2,5	1250	2	20,1
21	70	10	0	20	160	300	5,5	2	2,5	1300	2	18,7
22	70	15	0	15	160	300	5,5	2	2,5	1250	2	19,6
23	70	10	10	10	160	300	5,5	2	3	1300	2,5	16,6
24	95	5	0	0	140	300	5,5	2	2,5	1100	1	30,7
25	92,5	0	7,5	0	160	300	6,5	2	2,5	1400	3	33,2
26	92,5	2,5	5	0	140	400	5,5	1,5	1,5	1400	3	32,1
27	90	0	5	5	160	300	5,5	2	2,5	1250	1	30,2
28	90	5	0	5	160	300	5,5	3	3,5	1250	2	29
29	88,5	5	5	1,5	180	400	5,5	2	2,5	1250	1,5	30,3
30	85	0	0	15	160	350	6	2	2,5	1250	2	29,2
31	65	35	0	0	160	400	5,5	2	2,5	1250	2	28,4
32	65	0	35	0	180	200	5,5	3	2,5	1250	2	27,7
33	65	0	0	35	180	200	4,5	1	2,5	1400	1,5	28,7
34	60	20	20	0	140	300	6	2	3,5	1250	2	28,8
35	60	0	20	20	160	300	5,5	1	2,5	1250	2	27,7
36	60	20	0	20	160	300	6,5	2,5	2	1250	2	27,9

Примеры 24-36 изготавливались при содержании среднетемпературного пека в пропиточной композиции в интервале от 85 масс.% до 95 масс.% и от 60 масс.% до 65 масс.%; температуры нагрева пека по примерам 24, 26, 34 составляли 140 °С, по примерам 29, 32, 33 – 180 °С, температура выдержки в автоклаве по примерам 26, 29, 31 составила 400 °С, по примерам 32, 33 – 200 °С; давление в автоклаве по примерам 25, 36 составило 6,5 атм, по примерам 33 – 4,5 атм; время выдержки в автоклаве по примерам 28, 32 составило 3 часа, по примерам 33 и 35 – 1 час; скорость нагрева в обжиговой печи составляла 1,5 °С/мин для примера 26 и 3,5 °С/мин для примеров 28 и 34; температура выдержки для примера 24 составила 1100 °С, для примеров 25, 26 и 33 – 1400 °С; время выдержки было равным 1 час для примеров 24 и 27, 3 часа для примеров 25 и 26. Потеря массы для примеров 24-36 составила от 27,7% до 33,2%.

Примеры 1-23 изготавливались при содержании среднетемпературного пека в пропиточной композиции равным от 20 до 30 масс.%, температура нагрева пека варьировалась от 150 до 170 °С, температура выдержки в автоклаве составляла от 250 до 350 °С при давлении от 5 до 6 атм, время выдержки составляло от 1,5 до 2,5 часов. Температура нагрева обжиговой печи составляла от 1200 до 1300 °С при скорости нагрева от 2 до 3 °С/мин и выдержке в течении от 1,5 до 2,5 часов в зависимости от примера. Данные примеры характеризовались более низкими потерями массы после испытаний, которая составляет от 14,5% до 22,5%.

Полученное защитное покрытие, состоящее из закоксованного среднетемпературного пека и включений тугоплавких соединений, является стойким к высокотемпературному окислению и может быть использовано для графитированных электродов, применяемых в металлургических агрегатах.

(57) Формула изобретения

Способ защиты металлургических графитированных электродов от высокотемпературного окисления, включающий получение на поверхности электродов защитного слоя с использованием пропиточной композиции, содержащей среднетемпературный пек, нагрев и изотермическую выдержку электродов, отличающийся тем, что вначале готовят пропиточную композицию путем нагревания среднетемпературного пека до температуры от 150 до 170°С и последующего добавления от 20 до 30 мас.% одного из тугоплавких оксидов или их смеси, в качестве которых используют диоксид титана, диоксид кремния и оксид хрома (III), далее графитированные электроды загружают в автоклав и без доступа воздуха заливают подготовленной

пропиточной композицией, нагревают от 250 до 350°C при давлении от 5 до 6 атм и выдерживают в течение от 1,5 до 2,5 ч, после этого сливают композицию, а электроды охлаждают до комнатной температуры, затем электроды подвергают термообработке путем нагрева со скоростью от 2 до 3°C/мин до температуры от 1200 до 1300°C и выдержки при конечной температуре в течение от 1,5 до 2,5 ч и охлаждают на воздухе до образования на поверхности электрода защитного слоя.

10

15

20

25

30

35

40

45