

(19)



(11)

EP 1 525 342 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
22.04.2009 Bulletin 2009/17

(51) Int Cl.:
D01F 9/12 (2006.01) D01F 9/22 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **03748208.0**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2003/002204

(22) Date de dépôt: **11.07.2003**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2004/007819 (22.01.2004 Gazette 2004/04)

(54) **PROCEDE ET INSTALLATION DE TRAITEMENT THERMIQUE DE PRODUITS EN CARBONE CONTENANT DU SODIUM**

VERFAHREN UND ANLAGE ZUR THERMISCHEN BEHANDLUNG VON NATRIUM-ENTHALTENDEN KOHLENSTOFFPRODUKTEN

METHOD AND INSTALLATION FOR HEAT TREATMENT OF CARBON PRODUCTS CONTAINING SODIUM

(84) Etats contractants désignés:
AT DE FR GB

• **MINET, Jacky**
Domaine de la Forêt
F-33160 Saint Medard en Jalles (FR)

(30) Priorité: **12.07.2002 FR 0208818**

(74) Mandataire: **Joly, Jean-Jacques et al**
Cabinet Beau de Loménie
158, rue de l'Université
75340 Paris cedex 07 (FR)

(43) Date de publication de la demande:
27.04.2005 Bulletin 2005/17

(73) Titulaire: **Snecma Propulsion Solide**
33187 Le Haillan Cedex (FR)

(56) Documents cités:
FR-A- 2 024 938 US-A- 3 179 605
US-A- 3 413 094 US-A- 4 388 289
US-A- 4 507 272

(72) Inventeurs:
• **LONCLE, Etienne**
12 Rue Du Bussac
F-33185 Le Haillan (FR)

EP 1 525 342 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

Arrière-plan de l'invention

[0001] L'invention concerne le traitement thermique à haute température de produits en carbone contenant du sodium, et plus particulièrement le traitement d'effluents gazeux produits lors du traitement thermique.

[0002] Un domaine particulier d'application de l'invention est la réalisation de textures ou préformes en fibres de carbone destinées à constituer des renforts fibreux pour des pièces en matériau composite tel que composite carbone/résine, par exemple C/époxy ou C/phénolique, ou composite thermostuctural, par exemple composite carbone/carbone (C/C) ou composite à matrice céramique et renfort carbone.

[0003] De telles textures fibreuses (cf. US-A-3 413 094 et US-A-4 388 289) sont habituellement obtenues à partir de fibres de précurseur de carbone qui sont plus aptes à subir les opérations textiles requises pour la mise en forme de ces textures. Des fibres de précurseur de carbone couramment utilisées sont des fibres de polyacrylonitrile (PAN) préoxydé, des fibres de brai, des fibres phénoliques et des fibres de rayonne.

[0004] Au moins pour certaines applications, il est nécessaire non seulement de transformer le précurseur en carbone, mais aussi de réaliser un traitement thermique subséquent à haute température, typiquement au-delà de 1000°C et sous pression réduite, pour éliminer des métaux ou impuretés métalliques notamment du sodium provenant du précurseur, et/ou pour conférer des propriétés physico-chimiques particulières aux fibres.

[0005] Ainsi, dans le cas par exemple de produits en carbone provenant du précurseur PAN préoxydé, il est courant de réaliser deux étapes successives :

- une première étape de carbonisation proprement dite par transformation chimique du précurseur en carbone, cette première étape étant réalisée à l'échelle industrielle dans un four en élevant progressivement la température de chauffage du four jusqu'à environ 900°C, et
- une deuxième étape de traitement thermique à haute température visant notamment à éliminer par sublimation le sodium provenant du précurseur, cette deuxième étape étant également réalisée dans un four en élevant progressivement la température jusqu'à environ 1600°C, voire jusqu'à environ 2000°C à 2200°C, ou même 2500°C pour éliminer d'autres impuretés métalliques ou réaliser un traitement thermique à très haute température des fibres de carbone.

[0006] La deuxième étape est généralement réalisée sous pression réduite et sous balayage de gaz neutre tel que l'azote.

[0007] Dans le cas de produits en carbone constitués par des textures fibreuses de renfort pour des pièces en

matériau composite, la deuxième étape est réalisée habituellement avant densification de la texture fibreuse par la matrice résine, carbone ou céramique du matériau composite. Dans le cas de matériau composite thermostuctural à matrice carbone et/ou céramique, la densification peut être effectuée par voie liquide, c'est-à-dire imprégnation par un composé liquide, tel qu'une résine, précurseur du matériau de la matrice, et transformation de ce précurseur par traitement thermique. La densification peut aussi être effectuée par voie gazeuse, c'est-à-dire par infiltration chimique en phase vapeur, les deux processus, voie liquide et voie gazeuse étant bien connus et pouvant éventuellement être associés.

[0008] Dans les installations existantes, le refroidissement des effluents gazeux provoque un dépôt contenant du sodium sur les parois de canalisations en aval de la sortie des effluents hors du four de traitement thermique. Il est nécessaire de procéder à un nettoyage régulier de ces canalisations, ce qui n'est pas aisé en raison du risque de réaction violente du dépôt contenant du sodium.

Objet et résumé de l'invention

[0009] L'invention a pour but de proposer un procédé qui évite l'inconvénient précité en empêchant la formation sur des parois de canalisations d'extraction d'effluents gazeux, de dépôts potentiellement dangereux au stade du nettoyage de ces canalisations.

[0010] Ce but est atteint grâce à un procédé du type selon lequel on chauffe les produits en carbone dans un four, sous balayage de gaz neutre et sous pression réduite, avec extraction continue hors du four d'effluent gazeux contenant notamment du sodium sous forme sublimée, par une canalisation d'évacuation d'effluent, procédé dans lequel, conformément à l'invention, on injecte au moins un produit de neutralisation du sodium dans la canalisation d'évacuation d'effluent, immédiatement en aval de la sortie d'effluent gazeux hors du four.

[0011] De la sorte, le dépôt qui se forme sur les parois de la canalisation d'évacuation d'effluent ou d'autres dispositifs en aval de la sortie d'effluent hors du four peut être éliminé aisément et sans danger à un stade ultérieur. La déposante a observé que non seulement du sodium élémentaire est évacué sous forme sublimée avec l'effluent gazeux, mais aussi des composés du sodium susceptibles de former un dépôt potentiellement gênant voire dangereux, tel que l'oxyde de sodium NaO₂. Par neutralisation du sodium, on entend ici non seulement la neutralisation de sodium élémentaire, mais aussi la neutralisation de composés tels que NaO₂.

[0012] Par produit de neutralisation du sodium, on entend un produit permettant d'obtenir un composé du sodium stable et assez facilement éliminable. On choisit de préférence un produit de manipulation assez aisée, par exemple de la vapeur d'eau ou de préférence du dioxyde de carbone éventuellement mélangé avec de la vapeur d'eau.

[0013] Le produit de neutralisation peut être injecté au

niveau ou en aval d'un coude formé par la canalisation d'évacuation d'effluent gazeux hors du four.

[0014] Le produit de neutralisation injecté peut en outre être dilué dans un gaz neutre tel que de l'azote.

[0015] Le produit de neutralisation peut être injecté en continu dans le courant d'effluent gazeux extrait du four pendant le traitement thermique, de manière à former un composé du sodium stable et facilement éliminable et éviter le dépôt de sodium sur la paroi de la canalisation d'évacuation.

[0016] Dans un autre mode de réalisation du procédé, le produit de neutralisation est injecté dans la canalisation d'évacuation après la fin du traitement thermique afin de neutraliser le sodium déposé sur la paroi de la canalisation d'évacuation, avant nettoyage de celle-ci.

[0017] L'invention a aussi pour but de fournir une installation permettant de mettre en oeuvre le procédé.

[0018] Ce but est atteint grâce à une installation de traitement thermique de produits en carbone contenant du sodium, du type comportant un four, des moyens d'alimentation du four en gaz neutre de balayage, et une canalisation d'extraction d'effluent gazeux hors du four, installation qui comporte en outre, conformément à l'invention des moyens d'injection d'un produit de neutralisation du sodium dans la canalisation d'extraction immédiatement après la sortie du four.

Brève description des dessins

[0019] D'autres particularités et avantages du procédé et de l'installation de traitement thermique conformes à l'invention ressortiront à la lecture de la description faite ci-après, à titre indicatif mais non limitatif, en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 est une vue générale très schématique d'une installation selon un mode de réalisation de l'invention ;
- la figure 2 est une vue de détail montrant une partie d'un dispositif d'extraction d'effluent gazeux hors du four de l'installation de la figure 1 ; et
- la figure 3 est une vue de détail montrant une partie d'un dispositif d'extraction d'effluent gazeux hors du four de l'installation de la figure 1, selon un autre mode de réalisation de l'invention.

Description détaillée de modes de réalisation

[0020] Des modes de réalisation de l'invention seront décrits ci-après dans le cadre de l'application au traitement thermique à haute température de textures fibreuses en carbone obtenues par carbonisation de textures en fibres de précurseur de carbone. Par traitement thermique à haute température, on entend un traitement à une température habituellement supérieure à celle rencontrée par les textures lors de la carbonisation, c'est-à-dire une température supérieure à 1000°C, typiquement comprise entre 1400°C et 2000°C à 2200°C, voire

2500°C. Le traitement thermique est réalisé sous pression réduite, inférieure à la pression atmosphérique, de préférence inférieure à 50 kPa typiquement entre 0,1 kPa et 50 kPa, de préférence inférieure à 5 kPa, et sous balayage de gaz neutre tel que l'azote ou l'argon. Le procédé selon l'invention est applicable à l'élimination de sodium présent à faible teneur dans les fibres, par exemple moins de 80 ppm, ou à beaucoup plus forte teneur, supérieure à 3500 ppm.

[0021] La figure 1 montre très schématiquement un four 10 comprenant un suscepteur 12 de forme cylindrique et d'axe vertical qui délimite latéralement un volume ou enceinte 11 pour le chargement de produits (non représentés) en carbone.

[0022] Le suscepteur 12, par exemple en graphite, est surmonté d'un couvercle 14, est chauffé par couplage inductif avec un inducteur 16 qui entoure le suscepteur avec interposition d'un isolant thermique 18. L'inducteur est alimenté par un circuit 20 qui délivre un courant en fonction du besoin de chauffage du four.

[0023] L'inducteur peut être divisé en plusieurs sections sur la hauteur du four. Chaque section est alimentée séparément en courant électrique afin de définir dans le four différentes zones de chauffage dans lesquelles la température peut être régulée indépendamment.

[0024] Le fond du four est formé d'un isolant thermique 22 recouvert d'une sole de four 24, par exemple en graphite, sur laquelle repose le suscepteur 12.

[0025] L'ensemble est logé dans une enveloppe 26 par exemple métallique fermée de façon étanche par un couvercle amovible 28.

[0026] Une canalisation 30 munie d'une vanne 31 est reliée à une source (non représentée) de gaz inerte, par exemple de l'azote N₂. La canalisation 30 alimente le four 10 en gaz inerte de balayage à la partie supérieure de celui-ci, éventuellement par plusieurs entrées 32 s'ouvrant en des endroits différents autour de l'enveloppe 26 du four.

[0027] Un dispositif d'extraction 40 est relié à un conduit de sortie 42 du four traversant le fond de celui-ci, pour extraire l'effluent gazeux produit lors du traitement thermique des produits en carbone, afin d'en éliminer notamment du sodium résiduel.

[0028] Le dispositif 40 est relié au conduit de sortie 42 par une canalisation d'évacuation 44 munie d'une entrée 46 d'injection de dioxyde de carbone CO₂. Comme le montre en détail la figure 2, la canalisation 44 forme un coude 44a à son extrémité raccordée par une bride 45 au conduit de sortie 42 du four. L'entrée d'injection 46 est raccordée à une canalisation 48 reliée à une source (non représentée) de gaz CO₂ et munie d'une vanne 49. La canalisation 48 se prolonge par une buse 50 qui pénètre dans la canalisation 44 afin d'injecter le gaz CO₂ dans cette canalisation vers l'extrémité aval du coude 44a et éviter une injection accidentelle du gaz CO₂ à l'intérieur du four par le conduit de sortie 42. Plusieurs points d'injection de gaz CO₂ espacés l'un de l'autre le long de la canalisation 44 peuvent être prévus.

[0029] L'injection de CO₂ est réalisée au plus près de la sortie du four, à un niveau où le sodium contenu dans l'effluent est toujours sous forme sublimée. L'injection au niveau d'un coude de la canalisation 44 favorise un mélange par turbulence entre l'effluent gazeux et CO₂.

[0030] Deux colonnes 52, 54 munies de plateaux 53, 55 imposant un trajet tortueux aux gaz sont reliées en série entre la canalisation 44 et une canalisation 56 munie d'une vanne 57.

[0031] Une pompe 58 est montée sur la canalisation 56, entre la vanne 57 et une vanne 59 afin de pouvoir mettre en circuit ou isoler la pompe 58. La pompe 58 permet d'établir le niveau de pression réduite souhaitée dans le four. Bien qu'une seule pompe soit représentée, la présence de deux pompes peut être envisagée par souci de redondance. L'effluent gazeux extrait par la pompe 58 est amené à un brûleur 60 qui alimente une cheminée 62.

[0032] Le four 10 est équipé de capteurs de température reliés au circuit de commande 20 afin de régler la température de chauffage à la valeur voulue.

[0033] On utilise par exemple deux capteurs 64a, 64b constitués par des pyromètres à visée optique, qui sont logés sur le couvercle 28 au regard de fenêtres 28a 28b pratiquées dans celui-ci et d'ouvertures 14a 14b pratiquées dans le couvercle 14 du suscepteur. L'utilisation de plusieurs capteurs pyrométriques n'est pas une nécessité, mais permet d'effectuer des mesures à différents niveaux et d'éliminer par comparaison d'éventuelles mesures aberrantes. On utilise de préférence des pyromètres de type bichromatique produisant un signal continu constamment exploitable.

[0034] La température mesurée par les capteurs 64a 64b est transmise au circuit de commande 20 afin d'alimenter l'inducteur pour faire évoluer cette température suivant un profil de montée en température pré-établi.

[0035] A partir d'une température d'environ 1000°C, selon la pression régnant dans l'enceinte, le sodium contenu dans les textures fibreuses est libéré et est évacué avec l'effluent gazeux sous une forme sublimée, à l'état élémentaire et éventuellement à l'état combiné, par exemple à l'état d'oxyde de sodium NaO₂. Du CO₂ est injecté dans la canalisation 44 avec un débit contrôlé par ouverture de la vanne 49 afin de réaliser une neutralisation de Na (ou NaO₂) dès sa sortie du four et d'éviter son dépôt sur les parois de la canalisation 44.

[0036] A titre de sécurité, l'injection de CO₂ peut être démarrée à une température inférieure à 900°C. Cette injection est également de préférence poursuivie au moins jusqu'à la fin du processus. Le carbonate de sodium produit est recueilli notamment dans les colonnes à plateaux 52, 54. L'effluent gazeux épuré de sodium est amené au brûleur 60.

[0037] On notera que la neutralisation du sodium par CO₂ se traduit par une diminution de la teneur en ions cyanure (CN⁻) dans le dépôt recueilli par les colonnes 52, 54 par rapport à ce qui est observé en l'absence de passivation, ce qui ajoute à la sécurité apportée par l'ab-

sence de dépôt de Na.

[0038] Le dispositif d'extraction 40, ou au moins une partie de celui-ci comprenant les colonnes à plateaux 52, 54 et éventuellement la canalisation 44 est nettoyé périodiquement afin d'éliminer notamment le carbonate de sodium déposé. Le nettoyage peut être effectué par rinçage à l'eau in situ ou par lavage à l'eau dans un conteneur de lavage après démontage au moins partiel du dispositif d'extraction.

[0039] Selon un autre mode de réalisation de l'invention (figure 3), la neutralisation du sodium est effectuée par hydratation. A cet effet, la canalisation 44 est munie d'un ou plusieurs dispositifs d'injection 70 par exemple sous forme d'anneaux creux 72 entourant la canalisation 44. Le dispositif d'injection 70 est placé immédiatement en aval du coude 44a, avec interposition d'une vanne d'isolement 71 entre la sortie 42 du four et le dispositif d'injection 70. Dans l'exemple illustré, deux anneaux sont prévus espacés l'un de l'autre le long de la canalisation 44. Les anneaux d'injection 72 sont alimentés en parallèle par une canalisation 74 reliée d'une part à une source d'agent de neutralisation, par exemple une source de vapeur d'eau par l'intermédiaire d'une canalisation 76 munie d'une vanne 75 et, d'autre part, à une source de gaz neutre tel qu'azote ou argon, par l'intermédiaire d'une canalisation 78 munie d'une vanne 57.

[0040] En aval du dispositif d'injection 70, dans le sens d'écoulement d'effluent gazeux, la canalisation 44 présente un orifice de purge raccordé à une canalisation de purge 80 munie d'une vanne 81. En aval du raccordement avec la canalisation de purge, la canalisation 44 peut être reliée directement à la pompe 58 par l'intermédiaire de la vanne 57, l'utilisation de colonnes à plateaux n'étant pas ici indispensable. Le reste de l'installation est identique à ce qui a été décrit plus haut.

[0041] Chaque anneau d'injection 72 forme un conduit torique entourant la canalisation 44 et communiquant avec celle-ci à travers des perçages 74 formés dans la paroi de la canalisation. Les perçages 74 peuvent être inclinés par rapport à la normale à la paroi de la canalisation 44 pour diriger le flux d'agent de neutralisation vers l'aval.

[0042] L'injection du mélange H₂O+N₂ peut être réalisée pendant le processus de traitement thermique, comme décrit plus haut à propos de l'injection de CO₂, ou après la fin du processus de traitement thermique pour hydrater le sodium déposé sur la paroi de la canalisation 44.

[0043] Dans les deux cas, afin d'éviter un dépôt de sodium sur la paroi de la canalisation 44 en amont du dispositif d'injection le plus proche de la sortie du four, la canalisation 44 peut être calorifugée le long de sa partie reliant la canalisation de sortie 42 à ce dispositif d'injection. Le calorifugeage 43 permet d'éviter une condensation prématurée de sodium sur la paroi de la canalisation 44 par refroidissement trop rapide de l'effluent gazeux. Le calorifugeage 43 peut être remplacé ou complété par des moyens de chauffage par exemple par ré-

sistances électriques.

[0044] Après la fin du traitement thermique, lorsque l'hydratation du sodium contenu dans l'effluent gazeux est réalisée par injection en continu dans le courant d'effluent gazeux, ou après l'hydratation du dépôt de sodium réalisée à la suite du traitement thermique, on procède à une purge ou nettoyage de la canalisation 44.

[0045] A cet effet, les vannes 75 et 81 sont ouvertes, les vannes 71, 57 et 77 étant fermées et de l'eau sous forme liquide est admise dans la canalisation 76 et, de là, dans le dispositif d'injection 70. Plusieurs rinçages consécutifs de la canalisation 44 peuvent être effectués pour éliminer la soude produite par neutralisation du sodium.

[0046] Après rinçage, un séchage de la canalisation 44 peut être réalisé par simple ouverture de la vanne 57 et mise en marche de la pompe 58, les vannes 75 et 81 étant fermées.

[0047] Bien que seule de la vapeur d'eau puisse être injectée, dans le mode de réalisation de la figure 3, la dilution par de l'azote est préférée pour éviter une réaction trop violente avec le sodium, la quantité de sodium à neutraliser étant faible.

[0048] Dans le mode de réalisation des figures 1 et 2, le CO₂ injecté peut aussi être dilué par mélange avec de l'azote.

[0049] D'autres variantes de réalisation sont possibles, notamment en modifiant le mode de réalisation des figures 1 et 2 de manière à injecter en continu non pas du CO₂, mais de la vapeur d'eau ou un mélange de CO₂ et de vapeur, avec éventuellement dilution par gaz neutre.

[0050] On notera toutefois qu'en comparaison avec H₂O, la neutralisation du sodium par CO₂ est avantageuse en ce qu'elle produit du carbonate de sodium qui est plus facile à traiter, moins corrosif et moins réactif que la soude.

[0051] Le procédé et l'installation qui viennent d'être décrits conviennent particulièrement pour des produits en carbone obtenus à partir de précurseur PAN préoxydé, notamment pour des textures fibreuses en carbone destinées à la fabrication de pièces en matériau composite de type carbone/résine C/C ou C/céramique, par exemple à matrice carbure de silicium (C/SiC) ou à matrice ternaire silicium-bore-carbone (C/Si-B-C).

[0052] Les textures sont réalisées en fibres à l'état précurseur de carbone plus aptes à subir des opérations textiles que les fibres de carbone. Ces textures peuvent être unidimensionnelles tels que des fils ou câbles, ou bidimensionnelles, tels que tissus ou nappes formées de fils ou câbles parallèles, ou encore tridimensionnelles, telles que des préformes obtenues par bobinage filamenteux, ou par empilement, enroulement ou drapage de tissus ou nappes en strates superposées et éventuellement liées entre elles par aiguilletage ou couture, par exemple. Des exemples de préformes fibreuses sont des préformes de cols ou divergents de tuyère ou des préformes de disques de frein.

[0053] L'invention s'applique aussi à des produits en carbone, obtenus à partir de matériaux précurseurs de carbone autres que le PAN préoxydé, contenant également du sodium et éventuellement un ou plusieurs autres métaux ou impuretés métalliques à éliminer. Des exemples de tels précurseurs sont des brais, des matériaux phénoliques, ou une rayonne.

[0054] Le procédé selon l'invention est avantageux en ce qu'il permet d'éliminer du sodium présent à très faible teneur dans les fibres, par exemple moins de 80 ppm, sodium qui serait impossible à éliminer par un autre procédé tel que rinçage à l'eau. Il permet aussi d'éliminer du sodium présent dans de plus fortes quantités dans les fibres, par exemple à plus de 3500 ppm.

[0055] Outre le sodium, le calcium et/ou le magnésium peuvent être éliminés par sublimation.

[0056] Dans le cas, notamment de produits en carbone devant présenter un degré de pureté élevé, des métaux tels que Fe, Ni et Cr peuvent aussi devoir être éliminés en plus du sodium. Il est alors nécessaire de réaliser le traitement thermique jusqu'à une température suffisante pour assurer la sublimation de ces métaux, par exemple une température atteignant 2000°C ou 2200°C, voire 2500°C.

Revendications

1. Procédé de traitement thermique de produits en carbone contenant du sodium, selon lequel on chauffe les produits dans un four sous pression réduite et sous balayage de gaz neutre, avec extraction continue hors du four d'effluent gazeux contenant du sodium sous forme sublimée, par une canalisation d'évacuation d'effluent, **caractérisé en ce que** on injecte au moins un produit de neutralisation du sodium dans la canalisation d'évacuation d'effluent, immédiatement en aval de la sortie de l'effluent gazeux hors du four.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le produit de neutralisation du sodium est choisi parmi le dioxyde de carbone et la vapeur d'eau.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce que** le produit de neutralisation est injecté au niveau ou en aval d'un coude formé par la canalisation d'évacuation d'effluent hors du four.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, **caractérisé en ce que** le produit de neutralisation injecté est dilué dans un gaz neutre.
5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** le gaz neutre est l'azote ou argon.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le produit de neutralisation est injecté en continu dans le courant d'effluent gazeux extrait du four pendant le traitement thermique.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le produit de neutralisation est injecté dans la canalisation d'évacuation après la fin du traitement thermique afin de neutraliser du sodium déposé sur la paroi de la canalisation d'évacuation, avant nettoyage de celle-ci.
8. Installation de traitement thermique de produits en carbone contenant du sodium, comportant un four (10), des moyens (30) d'alimentation du four en gaz neutre de balayage, et une canalisation (44) d'évacuation d'effluent gazeux hors du four, **caractérisée en ce qu'elle** comporte en outre des moyens (50 ; 72) d'injection d'un produit de neutralisation du sodium dans la canalisation d'évacuation (44) immédiatement après la sortie du four.
9. Installation selon la revendication 8, **caractérisée en ce qu'elle** comporte au moins une buse (50) d'injection de produit de neutralisation pénétrant dans la canalisation d'évacuation (44).
10. Installation selon la revendication 9, **caractérisée en ce que** la buse (50) pénètre dans un coude (44a) de la canalisation d'évacuation (44).
11. Installation selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, **caractérisée en ce qu'elle** comporte plusieurs points d'injection d'agent de neutralisation espacés l'un de l'autre le long de la canalisation d'évacuation.
12. Installation selon l'une quelconque des revendications 8 à 10, **caractérisée en ce que** la canalisation d'évacuation (44) est munie d'un dispositif de purge (80, 81).

Claims

1. A method of heat treating carbon bodies containing sodium, in which method the bodies are heated in an oven under low pressure while being swept with an inert gas, with gaseous effluent containing sodium in sublimed form being extracted continuously from the oven via an effluent exhaust pipe, **characterized in that** at least one sodium-neutralizing agent is injected into the effluent exhaust pipe immediately downstream from the outlet for extracting gaseous effluent from the oven.
2. A method according to claim 1, **characterized in**

that the sodium-neutralizing agent is selected from carbon dioxide and steam.

3. A method according to any one of claims 1 and 2, **characterized in that** the sodium-neutralizing agent is injected at or downstream from a bend formed by the pipe for exhausting effluent from the oven.
4. A method according to any one of claims 2 and 3, **characterized in that** the injected sodium-neutralizing agent is diluted in an inert gas.
5. A method according to claim 4, **characterized in that** the inert gas is nitrogen or argon.
6. A method according to any one of claims 1 to 5, **characterized in that** the sodium-neutralizing agent is injected continuously into the stream of gaseous effluent extracted from the oven during heat treatment.
7. A method according to any one of claims 1 to 5, **characterized in that** the sodium-neutralizing agent is injected into the exhaust pipe after the end of heat treatment in order to neutralize sodium deposited on the wall of the exhaust pipe prior to cleaning it.
8. An installation for heat treating carbon bodies containing sodium, the installation comprising an oven (10), means (30) for feeding the oven with an inert gas for sweeping purposes, and a pipe (44) for exhausting gaseous effluent from the oven, **characterized in that** it further comprises means (50 ; 72) for injecting a sodium-neutralizing agent into the exhaust pipe (44) immediately after the outlet from the oven.
9. An installation according to claim 8, **characterized in that** it comprises at least one nozzle (50) for injecting the sodium-neutralizing agent, which nozzle penetrates into the exhaust pipe (44).
10. An installation according to claim 9, **characterized in that** the nozzle (50) penetrates into a bend (44a) of the exhaust pipe (44).
11. An installation according to any one of claims 8 to 10, **characterized in that** it comprises a plurality of points for injecting sodium-neutralizing agent, which points are spaced apart from one another along the exhaust pipe.
12. An installation according to any one of claims 8 to 10, **characterized in that** the exhaust pipe (44) is provided with a purge device (80, 81).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Wärmebehandlung von natriumhaltigen Kohlenstoffprodukten, wonach die Produkte in einem Ofen unter vermindertem Druck sowie unter Spülen mit Neutralgas erhitzt werden und Abgase, die Natrium in sublimierter Form enthalten, über eine Rohrleitung zum Abführen der Abgase kontinuierlich aus dem Ofen abgezogen werden, **dadurch gekennzeichnet, daß** wenigstens ein Produkt zur Neutralisierung des Natriums in die Rohrleitung zum Abführen der Abgase, direkt nach dem Austritt der Abgase aus dem Ofen eingespritzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Produkt zur Neutralisierung des Natriums aus Kohlendioxid und Wasserdampf ausgewählt ist.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Neutralisierungsprodukt im Bereich eines oder nach einem durch die Rohrleitung zum Abführen der Abgase aus dem Ofen gebildeten Krümmer(s) eingespritzt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 und 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** das eingespritzte Neutralisierungsprodukt in einem Neutralgas verdünnt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Neutralgas Stickstoff oder Argon ist.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Neutralisierungsprodukt in den während der Wärmebehandlung aus dem Ofen abgezogenen Abgasstrom kontinuierlich eingespritzt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Neutralisierungsprodukt nach dem Ende der Wärmebehandlung in die Abführrohrleitung eingespritzt wird, um Natrium, das sich an der Wand der Abführrohrleitung abgesetzt hat, vor deren Reinigung zu neutralisieren.
8. Anlage zur Wärmebehandlung von natriumhaltigen Kohlenstoffprodukten, umfassend einen Ofen (10), Mittel (30) zum Beaufschlagen des Ofens mit Spülneutralgas sowie eine Rohrleitung (44) zum Abführen der Abgase aus dem Ofen, **dadurch gekennzeichnet, daß** sie ferner Mittel (50; 72) zum Einspritzen eines Produkts zum Neutralisieren des Natriums in die Abführrohrleitung (44), direkt nach dem Ausgang des Ofens umfaßt.
9. Anlage nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** sie wenigstens eine in die Abführrohrleitung (44) eindringende Düse (50) zum Einspritzen eines Neutralisierungsprodukts umfaßt.
10. Anlage nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Düse (50) in einen Krümmer (44a) der Abführrohrleitung (44) eindringt.
11. Anlage nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** sie mehrere, entlang der Abführrohrleitung beabstandete Punkte zum Einspritzen eines Neutralisierungsmittels aufweist.
12. Anlage nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Abführrohrleitung (44) mit einer Entlüftungsvorrichtung (80, 81) ausgestattet ist.

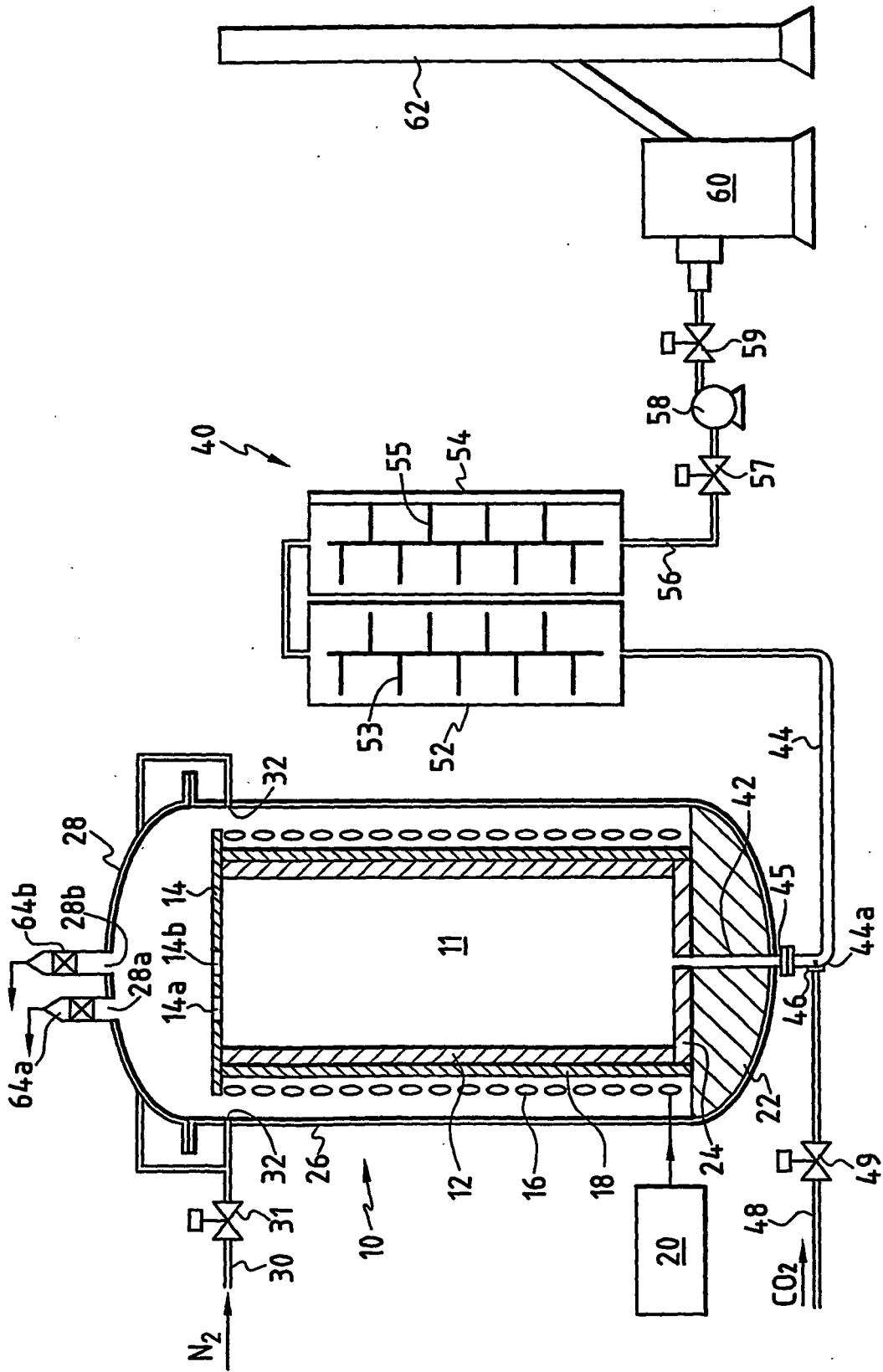


FIG.1

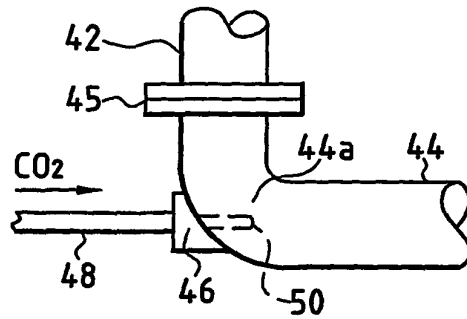


FIG. 2

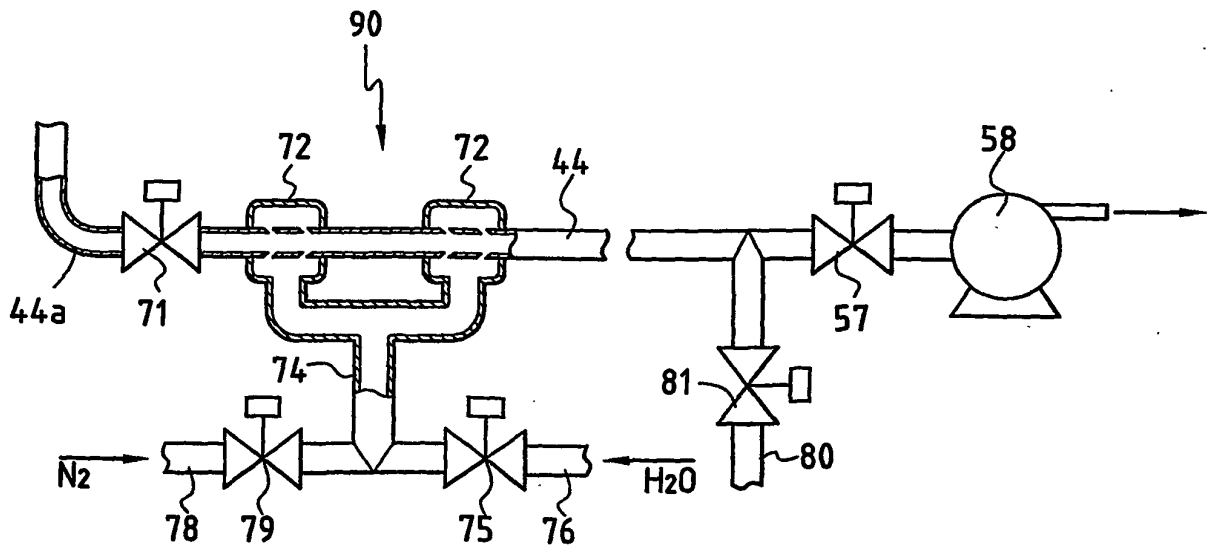


FIG. 3

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- US 3413094 A [0003]
- US 4388289 A [0003]