



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **243 086 A1**

4(51) F 27 B 14/06
C 04 B 35/52

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP F 27 B / 283 542 7

(22) 02.12.85

(44) 18.02.87

(71) VEB Elektrokohle Lichtenberg, 1130 Berlin, Herzbergstraße 128/139, DD

(72) Foest, Wolfgang, Dipl.-Ing.; Günther, Horst, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Hochtemperaturbehandlung von Kohlenstoff- oder Graphiterzeugnissen in einem Induktionsofen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Hochtemperaturbehandlung von Kohlenstoff- oder Graphiterzeugnissen in einem Induktionsofen. Die Aufgabe besteht darin, den Wärmeverlust durch Wärmeleitung zu verringern und damit das vertikale Temperaturgefälle im Ofen zu verringern. Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß an Stelle einer Rußisolation ein weiterer Graphiteinsatzziegel, der mit induktiv gut ankoppelndem Material gefüllt ist, eingesetzt wird. Fig. 2

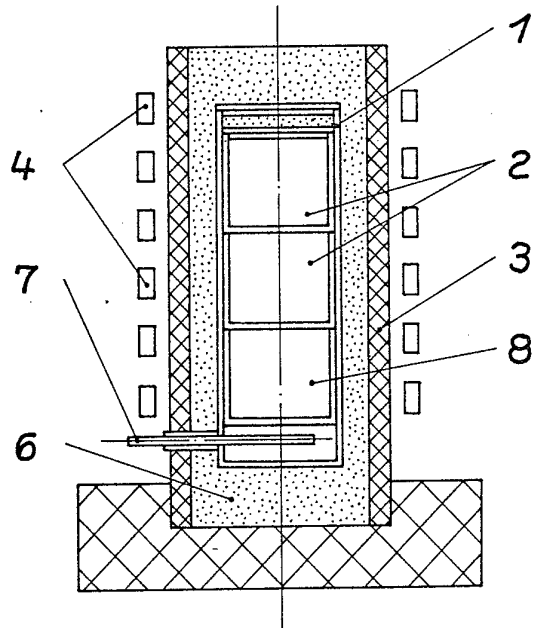


Fig. 2

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Hochtemperaturbehandlung von Kohlenstoff- oder Graphiterzeugnissen in einem Induktionsofen, **gekennzeichnet dadurch**, daß in dem Induktionsofen zusätzlich zu den Einsatztiegeln ein weiterer Graphittiegel mit perforiertem Boden und einer Füllung aus induktiv gut ankoppelndem Material unterhalb der Einsatztiegel im Ofen angeordnet wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß das induktiv gut ankoppelnde Material stückiger oder körniger Graphit ist.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß das induktiv gut ankoppelnde Material stückiger oder körniger, leicht graphitierbarer Kohlenstoff ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Hochtemperaturbehandlung von Kohlenstoff- oder Graphiterzeugnissen in einem Induktionsofen. Die Behandlung wird mit dem Ziel durchgeführt, Kohlenstoffwerkstoffe zu graphitieren, zu reinigen oder bereits graphitisiertes Material weiter zu reinigen. Erzeugnisse, die eingesetzt werden, sind beispielsweise Elektroden oder Graphitpulver für die Spektralanalyse, Graphitformteile für die Atomabsorptionsspektrometrie und Graphite für die Mikroelektronik.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Kohlenstoffwerkstoffe, an die besonders hohe Forderungen bezüglich der Qualität und Gleichmäßigkeit ihrer Eigenschaften, wie elektrische Leitfähigkeit und Reinheit, gestellt werden, werden in Induktionsöfen graphitiert bzw. einer Hochreinigung unterzogen. Die angewendeten Temperaturen liegen üblicherweise bei 2800 bis 3300 K, im Vakuum auch darunter. Zur Erzielung hoch- bzw. höchstreiner Graphitwerkstoffe werden bei diesen Temperaturen reaktive Gase, wie Chlor und Freone, durch das Einsatzgut geleitet. Die zu reinigenden oder zu graphitierenden Formkörper werden in Graphiteinsatztiegel eingelegt und diese Tiegel übereinander in einem Graphitinnentiegel, der sich im Induktionsofen befindet, eingesetzt. Zur thermischen Isolierung der Graphiteinsatztiegel nach unten werden vorwiegend Ruß bzw. Kohlenstoffilze oder -fasern verwendet, die sich im unteren Teil des Graphitinnentiegels befinden. Trotz der thermischen Isolierung tritt ein Temperaturgefälle nach unten, hauptsächlich verursacht durch Wärmeleitung und Konvektion, in vertikaler Richtung im Einsatzgut auf. Dieses Temperaturgefälle wird durch die Strömung des relativ zur Umgebung kalten Reinigungsgases noch verstärkt und kann trotz günstigster Auslegung der Induktionsspule wesentlich mehr als 60 K erreichen. Das führt dazu, daß die Formkörper in Abhängigkeit von ihrer Lage im Ofen unterschiedliche Endtemperaturen erreichen und damit unterschiedliche Eigenschaften erhalten. Diese Inhomogenität der Eigenschaften, schon in einer Charge, verursacht einen erhöhten Prüf- und Nachbehandlungsaufwand und verringert das effektive Ofennutzvolumen bzw. die erzielbare Ausbeute drastisch.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Hochtemperaturbehandlung von Kohlenstoffformkörpern im Induktionsofen so zu verändern, daß eine weitgehende Homogenität der Eigenschaften der Formkörper erreicht wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, das Verfahren zur Hochtemperaturbehandlung von Graphitformkörpern im Induktionsofen durch die Beschickung des Ofens so zu verändern, daß das Temperaturgefälle in vertikaler Richtung weitgehend abgebaut wird. Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß die thermische Isolationsschicht aus Ruß in dem Graphitinnentiegel durch einen weiteren Graphiteinsatztiegel, der mit induktiv ankoppelndem Material gefüllt und einem perforiertem Boden versehen ist, ersetzt wird.

Als induktiv ankoppelndes Material wird stückiger oder körniger gereinigter Graphit verwendet. Das induktiv ankoppelnde Material kann auch graphitierbares Kohlenstoffmaterial beliebiger Geometrie, mit jedoch möglichst großer Oberfläche sein. Vorteilhaft wirkt sich bei der erfindungsgemäßen Lösung aus, daß die passive Wärmeisolation in Form von schlecht leitendem Ruß durch eine aktive, sich selbst erwärmende Schicht ersetzt wird.

Damit wird die Ableitung von Wärme von den Graphiteinsatztiegeln nach unten wesentlich vermindert. Bei zusätzlicher Anwendung von Reinigungsgasen durchströmen diese das Einsatzmaterial des Zusatztiegels zwangsläufig und werden beim Kontakt mit dessen Oberfläche erhitzt. Damit kann das vertikale Temperaturgefälle im Induktionsofen auf vernachlässigbare Werte reduziert werden. Das hat zur Folge, daß das Einsatzgut eine einheitliche Temperaturbeaufschlagung erfährt und somit in seinen temperaturabhängigen Eigenschaften wesentlich homogener erhalten wird.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung zeigen:

Fig. 1: einen Induktionsofen im Schnitt, nach bisheriger Ausführung

Fig. 1 zeigt einen Induktionsofen, der in herkömmlicher Weise beschickt ist. Auf einem Fundament ruht ein Schamottetiegel 3, der von einer wassergekühlten Induktionsspule 4 umgeben ist. In eine Rußpackung 6 ist der Graphitinnentiegel 1 eingebettet. In dem Graphitinnentiegel 1 befindet sich auf dem Boden eine Rußschicht 5 als thermische Isolation in die das Gaseinleitungsrohr 7 hineinragt. Auf die Rußschicht 5 werden die Graphiteinsatztiegel 2 gestellt die das zu behandelnde Material (nicht dargestellt) aufnehmen. Wird nun der Induktionsofen angeschlossen, koppeln die Graphiteinsatztiegel 2 mit dem Einsatzmaterial induktiv an, nicht aber die Rußschicht 5. Die Rußschicht 5 wird überwiegend durch Wärmeleitung erhitzt. Durch unterschiedliche Wärmeableitung und Konvektion entsteht ein vertikaler Temperaturabfall nach unten im Ofen. Wird zur Reinigung des Einsatzmaterials noch Gas durch das Gaseinleitungsrohr 7 dem Ofen zugeführt, tritt ein zusätzlicher Kühleffekt von unten ein, so daß das Temperaturgefälle wesentlich mehr als 60K betragen kann.

Fig. 2 zeigt einen Induktionsofen, wie er nach dem erfindungsgemäßen Verfahren beschickt wird. Bei sonst üblichem Aufbau wird direkt auf das Gaseinleitungsrohr 7 ein zusätzlicher Graphiteinsatztiegel 8 gesetzt, der vorzugsweise einen perforierten Boden aufweist. Dieser Tiegel 8 ist mit einem induktiv gut ankoppelndem Material gefüllt und übernimmt, indem er sich selbst aufheizt, die Funktion, den Wärmeabfluß von den Graphiteinsatztiegeln 2 zu verhindern. Darüber hinaus wird das ihn durchströmende Reinigungsgas beim Kontakt mit der Oberfläche des in ihm enthaltenen Einsatzgutes erhitzt. Der Zusatztiegel 8 ist mit einer Graphitkörnung der Teilchengröße von 1 bis 10 mm, vorzugsweise 3 mm beschickt. Die Reinheit dieser Graphitkörnung richtet sich nach der Forderung an die Endreinheit des Einsatzgutes in den Tiegeln 2. Die Messung der erreichten Endtemperatur an verschiedenen Punkten in vertikaler Richtung in den Graphiteinsatztiegeln ergaben selbst bei Anwendung von Reinigungsgasen vernachlässigbare Temperaturunterschiede.

In einem weiteren Versuch wurde der Zusatztiegel 8 mit gebrannten Kohlenstoffkörpern kleinerer Abmessungen gefüllt. Diese Füllung koppelte mit steigender Temperatur immer besser induktiv an und wurde graphitisiert. Diese Formkörper konnten für weniger anspruchsvolle Einsatzzwecke hinsichtlich Graphitierungsgrad und Reinheit verwendet werden. Das Material in den Einsatztiegeln 2 wies jedoch ebenfalls eine hohe Homogenität in den Eigenschaften auf.

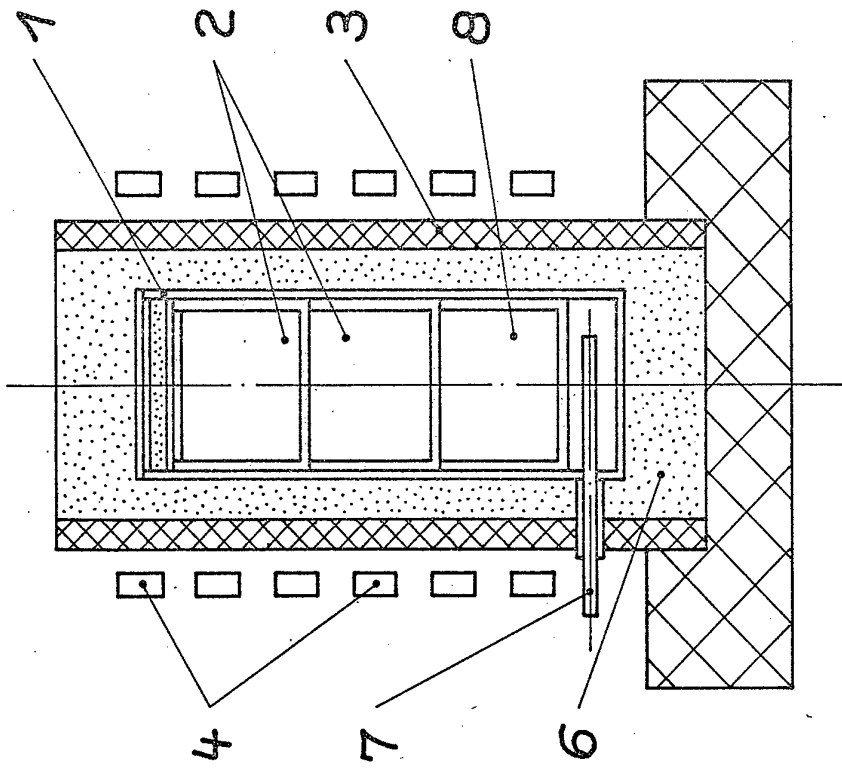


Fig. 2

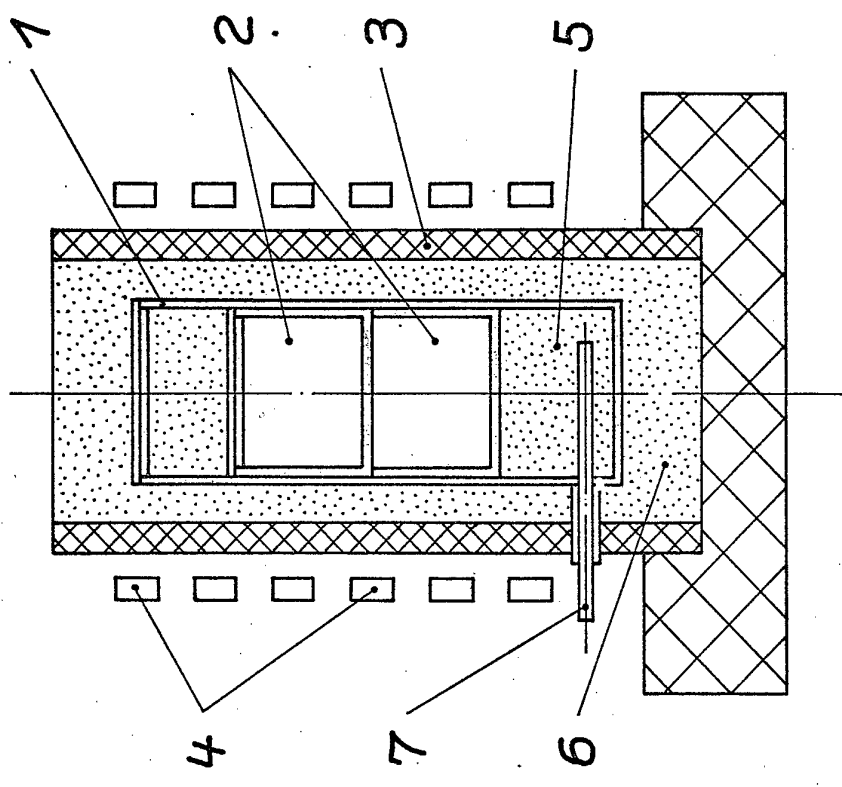


Fig. 1