(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 473 942 B1**

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **03.05.95**

(51) Int. Cl.[6]: **B01F 13/06**

(21) Anmeldenummer: **91112939.3**

(22) Anmeldetag: **01.08.91**

(54) **Verfahren zum Imprägnieren von Feststoffen mit flüssigen Bindemitteln und dessen Anwendung.**

(30) Priorität: **05.09.90 DE 4028078**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.03.92 Patentblatt 92/11

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
03.05.95 Patentblatt 95/18

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI

(56) Entgegenhaltungen:

DD-A- 80 174	**DE-A- 2 600 607**
DE-A- 3 405 092	**DE-A- 3 734 526**
DE-B- 1 220 834	**GB-A- 587 698**
GB-A- 1 478 830	**US-A- 2 516 436**
US-A- 3 429 726	**US-A- 4 020 154**
US-A- 4 057 227	**US-A- 4 361 405**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Band 11, Nr. 44 (M-560)[2491], 10. Februar 1987;& JP-A-61 209 110 (MATSUSHITA) 17-09-1986

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Band 7, Nr. 155 (C-175)[1300], 7. Juli 1983; & JP-A-58 67 328 (TANEZOU) 21-04-1983

(73) Patentinhaber: **Eirich, Hubert**
Sandweg 16
D-74736 Hardheim (DE)

Patentinhaber: **Eirich, Paul**
Bahnhofstrasse 11
D-74736 Hardheim (DE)

Patentinhaber: **Eirich, Walter**
Spessartweg 18
D-74736 Hardheim (DE)

(72) Erfinder: **Dürr, Herbert**
Ulmenweg 15
W-6967 Buchen-Hainstadt (DE)
Erfinder: **Eirich, Walter**
Spessartweg 18
W-6969 Hardheim (DE)

(74) Vertreter: **Weber, Dieter, Dr. et al**
Weber, Dieter, Dr.,
Seiffert, Klaus, Dipl.-Phys.,
Lieke, Winfried, Dr.
Postfach 61 45
D-65051 Wiesbaden (DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 473 942 B1

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Band 11, Nr. 371 (C-462)[2818], 3. Dezember 1987;& JP-A-62 144 740 (NITSUKUU) 27-06-1987

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, Band 9, Nr. 78 (C-274)[1801], 6. April 1985;& JP-A-59 213 429 (TOOKIYOO) 03-12-1984

Beschreibung

Das nachstehend beschriebene Verfahren eignet sich für alle Mischungen mit flüssigen Bindemitteln, bei denen verfahrenstechnisch eine möglichst hohe Dichte der Mischung oder des daraus hergestellten Produktes erwünscht ist.

Diese Voraussetzungen treffen z. B. bei feuerfesten Produkten zu, die mit Teer, Pech oder flüssigem Kunstharz gebunden werden, sowie bei Kohlenstoffprodukten mit Teerbindungen, z. B. für die Herstellung von Anoden für die Aluminiumelektrolyse, Graphitelektroden für die Stahlerschmelzung, Kohlebürsten usw.

Es ist grundsätzlich bekannt, Mischungen, die aus Grob- und Feinkomponenten bestehen, mit flüssigen Bindemitteln zu vermischen, wobei die Trockenstoffe vorgewärmt in den Mischer gegeben werden oder die gesamte Mischung in einem Mischer erwärmt wird.

Bei der Verwendung von vorgewärmten Trokkenstoffen wird das Bindemittel, meinst ebenfalls vorgewärmt, flüssig zugegeben. Bei der Aufheizung der Trockenstoffe im Mischer kann auch festes Bindemittel, das während des Aufheizens geschmolzen wird, verarbeitet werden.

Es ist ebenfalls bekannt, Formlinge, die aus den oben beschriebenen Mischungen hergestellt werden,z. B. Graphitelektroden, nach der Verformung einem Imprägnierprozeß unterVakuum oder kombiniert unter Vakuum und Druck zu unterwerfen. Bei dem Imprägnierprozeß sollen die Poren des Formlings noch durch Bindemittel aufgefüllt werden. Es ist dabei allerdings sehr schwierig, insbesondere bei größeren Formlingen, das Bindemittel bis in den Kern des Formlings hineinzuziehen, bzw. hineinzudrücken. Noch schwieriger ist es, Bindemittel in die Poren der Körnung zu transportieren, da diese durch die erste Bindemittelschicht und durch Feinstoffe abgedeckt sind.

Eine Imprägnierung des Primärkorns findet bei dem bisherigen Verfahren nur in vernachlässigbarem Umfang statt.

Das Einbringen von flüssigen Bindemittein in die Poren des Primärkorns wird außerdem dadurch erschwert, daß sich die in den Poren enthaltene Luft während der Erwärmung ausdehnt und somit den eventuellen Kapillarkräften, die zum Einsaugen von dem Bindemittel führen könnten, entgegenwirkt. In der Regel ist die Viskosität des Bindemittels so hoch, daß die Kapillarkräfte allein nicht ausreichen, um ein Einsaugen des Bindemittels in die Poren des Primärkornes zu erzielen. Je nach Bindemittelbeschaffenheit erschwert eine unter Umständen erhöhte Oberflächenspannung den Eindringprozeß des Bindemittels in die Poren des Primärkorns.

Es wird heute versucht, dem beschriebenen Problem entgegenzuwirken, indem die Viskosität des flüssigen Bindemittels durch die Anwendung höhrerer Temperaturen reduziert wird. Dies bedeutet jedoch, daß die gesamte Mischung auf höhere Temperatur gebracht werden muß, was zu maschinentechnischen Problemen und erhöhtem Energieaufwand führt.

Bei höheren Temperaturen verdampfen außerdem Bindemittelfraktionen, die der Mischung verlorengehen und zusätzlich entsorgt werden müssen. Bei höheren Temperaturen können außerdem unerwünschte Oxidationserscheinungen und Crackprozesse am Bindemittel auftreten.

Die US-A-4,057,227 beschreibt ein Verfahren zur schnellen Herstellung eines keramischen Schlammes mit gesteuerter Viskosität, Dichte und dergleichen, bei dem ein flüssiges Bindemittel und unlösliche keramische Feinstoffe unterschiedlicher Teilchengrößen in einem Behälter miteinander vermischt werden, wobei man die Schlammbestandteile in den erwünschten Mengen in den Behälter gibt und genügend Luft aus dem Behälter entfernt, um anschließende Lufteinschlüsse in den Schlammbestandteilen zu verhindern, sodann die Schlammbestandteile unter Homogenisierung vermischt und anschließend das Gemisch dem Behälter entnimmt. Die Entfernung der Luft aus dem Behälter erfolgt mit Hilfe eines Vakuums.

Die JP-A-61 209110 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer gleichmäßigen Dispersion von Füllstoffkomponente und Harzkomponente, indem die Harzkomponente unter Rühren in Vakuum allmählich zu der Füllstoffkomponente zugesetzt wird. Die Füllstoffkomponente und Harzkomponente werden unter Vakuum geknetet.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Imprägnieren von Feststoffen mit flüssigen oder verflüssigbaren Bindemitteln zu schaffen, bei welchem die Imprägnierung des Primärkorns unter Vermeidung der oben beschriebenen Nachteile erreicht wird.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt mit dem Verfahren nach Anspruch 1 und bevorzugt mit den weiteren Verfahrensmerkmalen der Unteransprüche.

Das Bindemittel kann, wie angegeben, bei der Zugabetemperatur flüssig sein. Es kann aber auch pulverförmig zugegeben werden und sich erst während des Mischens entweder durch Wärmezufuhr von außen oder durch die Wärme des Mischgutes verflüssigen.

Ein Beispiel für ein solches verflüssigbares Bindemittel ist ein bei den angegebenen Temperaturen schmelzendes Kunstharz Beispielsweise in der Feuerfestindustrie werden zum Teil vorgewärmte Rohstoffe benutzt, und das Harz wird in Pulverform zugegeben. In anderen Fällen wird die

erforderliche Wärmeenergie durch die mechanische Energie des Mischprozesses zugeführt. Selbstverständlich können auch beheizte Mischer eingesetzt werden. Bei dieser Verfahrensvariante könnte der Mischprozeß folgendermaßen ablaufen: Die erwärmte Mischung wird in den Mischer gegeben oder die Mischung wird im Mischer erwärmt, worauf ein pulverförmiges Bindemittel zugegeben und kurzzeitig vorgemischt wird, worauf Vakuum angelegt wird und sich das Harzpulver verflüssigt, worauf abschließend Druckausgleich erfolgt und der Druck auf Überatmosphärendruck gebracht wird.

Die Imprägnierung des Primärkorns mit dem flüssigen bzw. verflüssigten Bindemittel erfolgt in der Hauptsache bei dem an die Vakuumbehandlung anschließenden Druckausgleich, bei dem in die Poren Luft einströmt und dabei das flüssige oder verflüssigte Bindemittel mit in die Poren nimmt.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann chargenweise oder kontinuierlich durchgeführt werden. Die Zuführung der Trockenstoffe könnte beim kontinuierlichen Verfahren durch eine Zellenradschleuse als Drucksperre erfolgen. Anschließend an den Mischeraustrag kann druckdicht eine Vakuumpresse angeordnet sein, die einen druckdichten kontinuierlichen Austrag ermöglicht. Bei vielen Anwendungsfällen kann die Presse gleichzeitig auch eine gewünschte Verformung oder Vorverformung des Mischgutes bewirken.

Das oben erwähnte Einsaugen des flüssigen oder verflüssigten Bindemittels in die Poren des Primärkorns kann dadurch erfolgen, daß zeitweise während der kontinuierlichen Behandlung das Vakuum ausgeglichen oder reduziert wird. Bei der Kombination mit einer Vakuumpresse könnte beispielsweise im Mischraum bei einem höheren Vakuum als in der Presse gearbeitet werden. Es kann aber auch im Mischer selbst das Vakuum variiert werden, indem es entweder in regelmäßigen Zeitabständen durch Druckausgleich aufgehoben oder durch kurzzeitigen Mischerverschluß in regelmäßigen Intervallen verstärkt wird. Die Intervalle der Vakuumverminderung oder -verstärkung müssen auf die Verweilzeit des Mischgutes im Mischer abgestimmt werden, so daß wenigstens einmal während der Verweilzeit des Mischgutes im Mischer eine Reduzierung oder Aufhebung des Vakuums erfolgt.

Für die Aluminiumelektrolyse werden in den Schmelzwannen Blockanoden für die Zuführung der elektrischen Energie eingesetzt. Blockanoden bestehen in der Regel aus einer Mischung von 85% Petrolkoks und 15% Pech als Bindemittel. Nach dem herkömmlichen Verfahren wird Petrolkoks entweder außerhalb eines Mischers in einer geeigneten Vorrichtung auf ca. 180 °C erhitzt oder aber mit Umgebungstemperatur in den Mischraum eingebracht und durch äußere Mantelbeheizung erwärmt. Das Bindemittel wird als flüssige Schmelze ebenfalls mit einer Temperatur von ca. 180 °C in das bewegte Mischgut eingebracht und dort mit dem Petrolkoks vermischt. Durch diese Art der Imprägnierung entsteht eine krümelige, klebende Masse, welche anschließend in entsprechenden Formpressen zu Anodenblöcken verpreßt wird. Bevor die Anodenblöcke in die Schmelzwanne eingesetzt werden können, müssen sie einer weiteren thermischen Behandlung unterzogen werden. Hierbei werden sie auf ca. 1050 bis 1100 °C erhitzt, wobei die flüchtigen Bestandteile aus den flüssigen Bindemittelanteilen ausgetrieben werden und das Bindemittel verkokt.

Bei der thermischen Behandlung dehnt sich die Luft innerhalb des porösen Festkörperanteils entsprechend der Temperaturentwicklung aus, so daß der Verband von Bindemittel und Feststoffanteil im Mikrobereich gestört wird. Dies führt zu verschlechterten elektrischen Eigenschaften der Anode in der Schmelzwanne, und außerdem wird die mechanische Beständigkeit unter Einsatzbedingungen reduziert.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Druck bei Beendigung der Vakuumanwendung nicht nur auf Atmosphärendruck ausgeglichen, sondern auf Überatmosphärendruck erhöht. Damit wird es möglich, die noch nicht ganz gefüllten Restvolumina der evakuierten Poren vollständig mit Bindemittel zu füllen, weil unter Umständen zur Überwindung von Oberflächenspannungen usw. eine Druckdifferenz von ca. 1 bar nicht ausreicht.

Als vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens zum Imprägnieren wird vorgeschlagen, daß zunächst nur die körnigen Feststoffe im Mischraum evakuiert werden und das Bindemittel unter Vakuum während des Mischprozesses den körnigen Feststoffen zugeführt wird und die pulverförmigen Feststoffe erst im Anschluß daran zugegeben werden. Damit wird das Eindringen des flüssigen Bindemittels in die porösen Hohlräume der Feststoffe erleichtert, weil feinpulverige Bestandteile die Eingänge in die Poren nicht verstopfen können. Außerdem wird vermieden, daß die relativ große spezifische Oberfläche der pulverförmigen Feststoffe zu viel Bindemittel verbraucht. Nachdem die Aufgabe der feinpulverigen Komponenten darin besteht, mit den grobkörnigen Bestandteilen eine möglichst dichte Packung eines Formkörpers zu bilden, indem sie sich in den Zwickelräumen der Grobbestandteile einlagern, genügt es völlig. wenn sie am Ende des Mischprozesses zugegeben werden und an den benetzten Oberflächen der Grobbestandteile haften.

Als weitere alternative Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird vorgeschlagen,

das flüssige Bindemittel vor der Zugabe in das unter Vakuum stehende, bewegte Mischgut mit Lösungsmittel zu verdünnen, um das Eindringen in die porösen Hohlräume zu unterstützen. Das gegenüber der Normalrezeptur überschüsslge Lösungsmittel wird unter Vakuum dem Mischgut entzogen und einer Kondensationsanlage zugeführt. Nachdem praktisch kein Verbrauch an Lösungsmittel auftritt, kann das kondensierte Lösungsmittel beliebig oft zu weitere Chargen verwendet werden.

Neben der imprägnierqualität spielt für den Verarbeitungsprozeß der Anodenmasse in den Formpressen die Produkttemperatur während der Aufbereitung eine wichtige Rolle. Es ist bekannt, die Mischguttemperatur durch Zugabe von Wasser während des Mischprozesses und durch Verdunstenlassen des Wassers auf eine entsprechende Temperatur einzustellen. Die Zugabe von Wasser hat neben den Problemen, die sich aus der Entsorgung der Brüden ergeben, den weiteren Nachteil, daß die restlose Entfernung des Wassers aus dem Mischgut problematisch ist. Restwasser in einer Anodenmasse führt zu erheblich verschlechterten Produktqualitäten.

Erfindungsgemäß wird deshalb in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung des Verfahrens vorgeschlagen, das Bindemittel mit einer solchen zusätzlichen Menge an Lösungsmittel zu versehen, damit nach Beendigung des Imprägnierprozesses unter Vakuum und der damit erfolgten Verdunstung des Lösungsmittels unter Ausnutzung der Verdunstungsenthalpie die gewünschte Temperatur erzielt wird. Die Verwendung von Lösungsmittel zur Kühlung der Anodenmasse hat den entscheidenden Vorteil, daß, selbst wenn geringe Restbestandteile in der Masse übrig bleiben würden, dieselben während der thermischen Nachbehandlung ebenfalls zu Kohlenstoff vercracken würden.

Beispiel 1

Herstellung von Blockanoden für die Aluminlumelektrolyse

Bei dem erfindungsgemäß vorgeschlagenen Verfahren wird zunächst Petrolkoks ebenfalls entweder außerhalb oder innerhalb des Mischraumes durch äußere Mantelbeheizung auf 180 °C erwärmt. Der Mischraum und der darin befindliche Feststoff werden vor der Bindemittelzugabe evakuiert, so daß auch die in den Poren der Feststoffe befindliche Luft praktisch vollständig entfernt wird. Sobald der notwendige Unterdruck erzielt ist, wird das flüssige Bindemittel, welches ebenfalls eine Temperatur von 180 °C aufweist, in das bewegte Mischgut eingegeben. Der Mischprozeß wird zunächst unter Vakuum weitergeführt, so daß der Feststoff allseitig von Bindemittel benetzt wird. Wegen der luftleeren Poren der Feststoffe können Kapillarkräfte voll zur Geltung kommen, so daß das Bindemittel in die Poren eindringen kann. Nach Beendigung des Vakuumprozesses und durch den herbeigeführten Druckausgleich mit der umgebenden Atmosphäre erfolgt noch ein "Nachdrücken" des Bindemittels in die noch unter Unterdruck stehenden Hohlärume der Feststoffpartikel. Bei dem erfindungsgemäß vorgeschlagenen Verfahren kann der Bindemittelantell, bezogen auf das Bindemittel, um 4 bis 9 % erhöht werden. Demzufolge ist auch die Dichte der Anode nach dem Preßvorgang und auch nach der thermischen Behandlung entsprechend höher. Dies führt u. a. zu verbesserten elektrischen Eigenschaften und auch zu einer deutlichen Erhöhung der Standzeiten in der Schmelzwanne.

Beispiel 2

In einem Gegenstrommischer in Vakuumausführung mit drehendem Mischbehälter und exzentrisch angeordnetem hochtourigem Mischwerkzeug werden 800 kg Anodenmasse, bestehend aus 640kg Petrolkoks und 160 kg Pech, unter den erfindungsgemäßen Bedingungen imprägniert. Die Mischguttemperatur beträgt in diesem Beispiel 170 °C und soll um 30 °C auf 140 °C für die anschließende Verformung abgesenkt werden. Als anteiliges Lösungsmittel zur Viskositätserniedrigung des Bindemittels (Pech) und zur Kühlung der Masse durch Verdunsten wird m-Kresol mit der chemischen Formel C_7H_8O eingesetzt. Man kennt die spezifische Wärme der Anodenmasse mit 1,05 kJ/kg und die Verdampfungsenthalpie von m-Kresol mit 423 kJ/kg. Damit läßt sich die zur Verdunstungskühlung erforderliche Lösungsmittelmenge errechnen. Der Berechnung zufolge werden 59,5 kg m-Kresol benötigt.

Weitere Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens ergeben sich aus der Beschreibung der in der Zeichnung gezeigten Verfahrensschemen.

In der Zeichnung zeigt:

Figur 1 eine schematische Darstellung einer ersten Ausführungsform der Erfindung und

Figur 2 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform der Erfindung.

Mit 1 wird in Figur 1 die schematisch dargestellte Vakuummischeinrichtung bezeichnet. Der Feststoff. z. B. Koks, wird in einer hier nicht dargestellten Einrichtung abgewogen und mit der Förderschnecke 2 einem elektrischen Aufheizgerät 3 gebracht, welches den elektrischen Widerstand des Kokses zur Erwärmung ausnutzt. Das schematisch dargestellte Elektrodenpaar zur Stromeinführung trägt die Nummern 4 und 5. Die Zugabe des vorgewärmten flüssigen Bindemittels erfolgt aus der schematisch dargestellten Waage 6. Für die Erzeu-

gung des Vakuums ist die Vakuumpumpe 7 vorgesehen. Im Falle der Kondensation des Lösungsmittels ist ein Kondensator 8 mit Kühlwasserzufuhr 9 und Kühlwasserabfuhr 10 zwischen Vakuumpumpe 7 und Vakuummischeinrichtung 1 angeordnet. Das kondensierte Lösungsmittel gelangt in den Sammelbehälter 11 und wird mit einer Fördepumpe 12 der als Waage ausgebildeten Dosiereinrichtung 13 zugeführt. Aus Gründen der Übersicht wurde auf die Darstellung der notwendigen Armaturen, Steuerungseinrichtungen usw. verzichtet.

Das oben beschriebene Verfahren wird sinngemäß angewandt bei der Herstellung von feuerfesten Produkten, die mit Teer, Pech oder flüssigem Kunstharz gebunden werden, sowie bei weiteren Kohlenstoffprodukten mit Teer- bzw. Pechbindungen. z. B. für Graphitelektroden für Lichtbogenöfen, Kohlebürsten und dergleichen.

Das obige Verfahren läßt sich außerdem sinnvoll anwenden, bei Mischprozessen mit stark porösen, feuchtigkeitsaufsaugenden Stoffen, wie z. B. Blähton, Schlacke, Ziegeisplit usw., weiche mit einem hydraulischen Bindemittel, z. B. Zement, gebunden werden sollen. In diesen Fällen werden die genannten Zuschläge Blähton, Schlacke, Ziegelsplit usw. zunächst evakuiert, damit die Poren luftfrei werden. Anschließend daran wird das Wasser unter Vakuum in das bewegte Mischgut, welches nach dem oben beschriebenen Wirkungsprinzip die Hohlräume mit Wasser fülit, eingegeben. Bei der anschließenden Zugabe des hydraulisch abbindenden Bindemittels. z. B. Zement, wird vermieden, daß dasselbe in die Poren eindringt. In die Poren eingedrungenes hydraulisches Bindemittel ist für die Bindefähigkeit verloren und steigert unnötigerweise die Kosten.

Versuche haben gezeigt, daß ohne Einbuße an Festigkeit nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hydraulisches Bindemittel in erheblichem Umfang eingespart werden kann.

In Figur 2 ist eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens mit kontinuierlicher Arbeitsweise dargestellt.

Die Vakuummischeinrichtung besitzt das Bezugszeichen 21. In dieser Vakuummischeinrichtung wird mit Hilfe der Vakuumpumpe 27 ein Unterdruckniveau p1 eingestellt. Die Mischeinrichtung 21 wird aus den Vorratsbehältem 22 und 24 kontinuierlich beschickt. Die Dosierung erfolgt mit einer Differentialwaage. Als Druckabsperrorgan und Austrageinrichtung ist für den Feststoff im Vorratsbehälter 22 eine Zellradschleuse 23 vorgesehen. Die Flüssigkeit wird aus dem Vorratsbehälter 24 ebenfalls mit Hilfe einer Differentialwaage zugeführt. Zwischen dem Vorratsbehälter 24 und der Vakuummischeinrichtung 21 ist ein Regelventil 25 vorgesehen.

Die Verweilzeit bzw. Füllstandshöhe des Mischgutes in der Vakuummischeinrichtung 21 wird mittels einer regelbaren Austragklappe 26 konstant gehalten. Für die Regelung der Füllstandshöhe können entweder entsprechende Füllstandssensoren eingesetzt werden oder der Mischer auf eine Waage gesetzt werden.

Das aus der Austragklappe 26 austretende Mischgut wird über einen Überleittrichter 34 einer Doppelschneckenpresse zugeführt, die eine erste durch einen Antrieb 30 angetriebene Förderschnecke 29 und eine durch einen Antrieb 33 angetriebene zweite Förderschnecke 31 mit einem Mundstück 32 aufweist. Die Schnecke 29 dient einerseits dazu, die beiden Unterdruckräume voneinander zu trennen, und andererseits dazu, eine gewisse mechanische Vorverdichtung des Mischgutes vor der Verformungsschnecke zu erzielen. Die Verformungsschnecke ist die Schnecke 31. Durch einen Mischgutpfropfen im Mundstück 32 ist es möglich, mit Hilfe der Vakuumpumpe 28 einen Unterdruck p2 zu erzeugen. Wenn das Vakuum p2 geringer als das Vakuum p1 ist, braucht das Vakuum in der Vakuummischeinrichtung 21 nicht unterbrochen zu werden, da beim Übertritt des Mischgutes in die Schneckenpresse und damit in einen Raum mit geringerern Vakuum das flüssige Bindemittel in die Poren des Primärkornes eindringt, bevor das Mischgut der Verformung in der Schnekke 31 mit dem Mundstück 32 unterzogen wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Imprägnieren einer Mischung aus körnigen und/oder pulverförmigen porösen Feststoffen mit flüssigen oder durch Erwärmen verflüssigbaren Bindemitteln durch Erzeugung eines Vakuums im Mischraum während des Mischens, **dadurch gekennzeichnet**, daß unmittelbar an die Imprägnierung unter Vakuum der Druck im Mischraum auf Überatmosphärendruck erhöht wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1**, dadurch gekennzeichnet**, daß das flüssige Bindemittel unter Vakuum dem bewegten Mischgut zugegeben wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß das verflüssigbare Bindemittel mit den Feststoffen vorgemischt und nach Erzeugung des Vakuums verflüssigt wird.

4. Verfahren zum Imprägnieren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß während des Mischens der körnigen Feststoffe im Mischraum ein Vakuum erzeugt und das flüssige oder verflüssigbare Bindemittel

unter Vakuum zugegeben wird und im Anschluß daran die pulverförmigen Feststoffe zugegeben werden.

5. Verfahren zum Imprägnieren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß das flüssige oder verflüssigbare Bindemittel mit erhöhtem Lösungsmittelanteil unter Vakuum den Feststoffen zugegeben und der erhöhte Lösungsmittelanteil nach Beendigung des Mischprozesses unter Vakuum dem Mischgut entzogen und einer Kondensationsanlage zugeführt wird.

6. Verfahren zum Imprägnieren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß Lösungsmittel in einer solchen Menge mit dem Bindemittel zugegeben wird, um während des anschließenden Verdunstungsprozesses das Mischgut auf eine vorbestimmte Temperatur zu kühlen.

7. Anwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6 zur Herstellung von Ausgangsgemischen für die Elektroden- oder Kohlebürstenherstellung oder zur Herstellung von Gemischen hydraulischer Bindemittel mit Zuschlagstoffen.

Claims

1. A method of impregnating a mixture of granular and/or powdery porous solids with binding agents which are liquid or which can be liquefied by heating, by producing a vacuum in the mixing chamber during the mixing operation, characterised in that immediately following the impregnation operation under vacuum the pressure in the mixing chamber is increased to a pressure above atmospheric.

2. A method according to claim 1 characterised in that the liquid binding agent is added under vacuum to the moved material to be mixed.

3. A method according to claim 1 characterised in that the binding agent which can be liquefied is pre-mixed with the solid materials and liquefied after generation of the vacuum.

4. An impregnation method according to one of claims 1 to 3 characterised in that a vacuum is produced in the mixing chamber during the operation of mixing the granular solid materials and the liquid or liquefiable binding agent is added under vacuum and subsequently thereto the powdery solid materials are added.

5. An impregnation method according to one of claims 1 to 4 characterised in that the liquid or liquefiable binding agent is added with an increased proportion of solvent to the solid materials under vacuum and the increased proportion of solvent is removed from the material being mixed after termination of mixing process under vacuum and passed to a condensation installation.

6. An impregnation method according to claim 5 characterised in that such an amount of solvent is added with the binding agent to cool the material being mixed to a predetermined temperature during the subsequent evaporation process.

7. Use of the method according to one of claims 1 to 6 for the production of starting mixtures for the production of electrodes or carbon brushes or for the production of mixtures of hydraulic binding agents with additives.

Revendications

1. Procédé pour l'imprégnation d'un mélange de matières solides poreuses, granuleuses et/ou sous forme de poudre, avec des liants liquides ou susceptibles d'être liquéfiés par échauffement, par engendrement d'un vide dans l'espace de mélange, durant le mélange, caractérisé en ce que directement à la suite de l'imprégnation sous vide, la pression dans l'espace de mélange est accrue à une pression supérieure à la pression atmosphérique.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le liant liquide est additionné sous vide au produit de mélange mu.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le liant susceptible d'être liquéfié est mélangé au préalable avec les matières solides, et est liquéfié après engendrement du vide.

4. Procédé pour l'imprégnation selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que pendant le mélange des matières solides granuleuses dans l'espace de mélange, un vide est engendré et le liant liquide, ou susceptible d'être liquéfié est additionné sous vide, et les matières solides sous forme de poudre sont additionnées consécutivement.

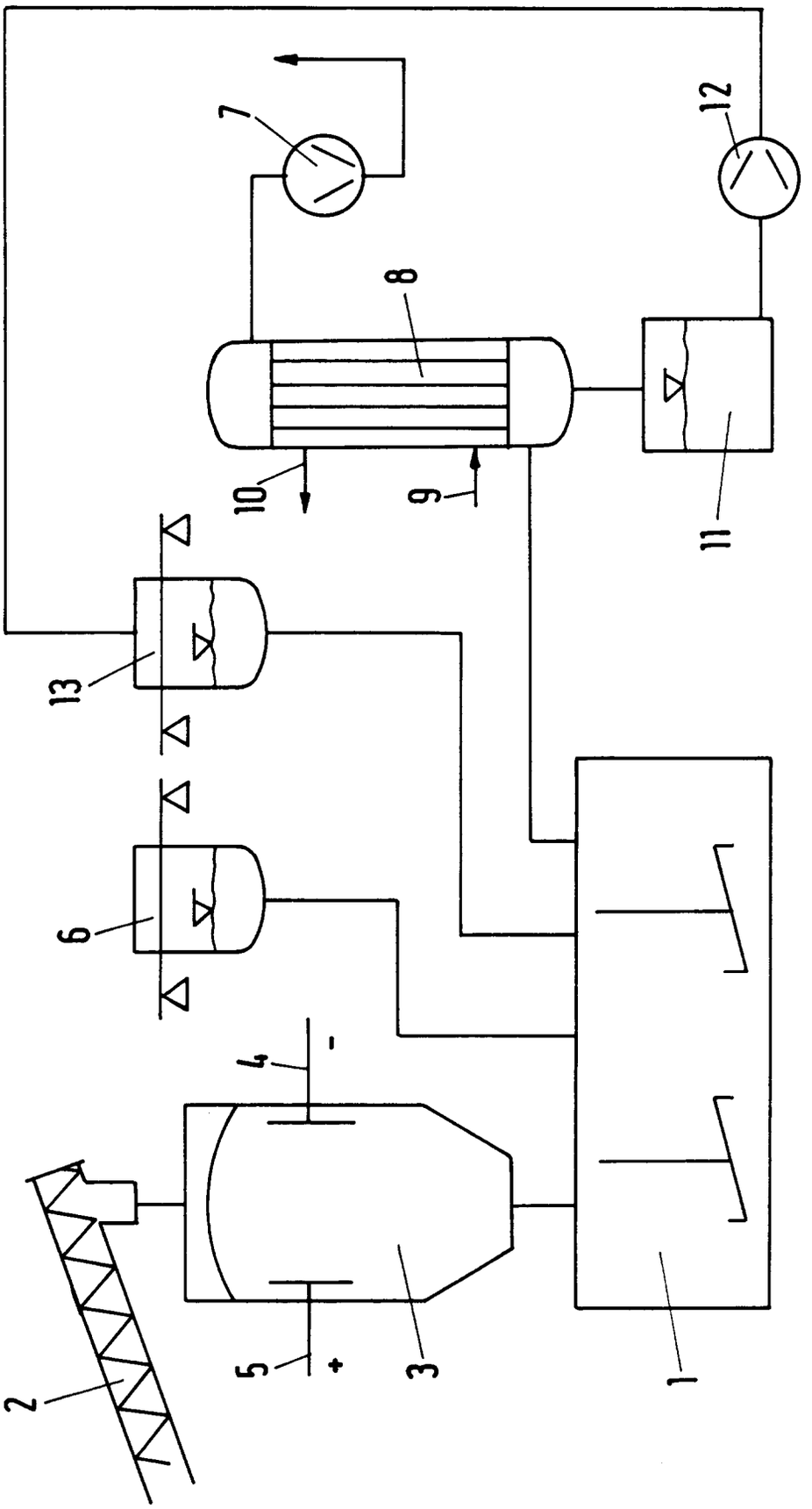
5. Procedé pour l'imprégnation selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le liant liquide, ou susceptible d'être liquéfié,

avec une part de solvant accrue, est additionné sous vide aux matières solides, et, après la fin du processus de mélange, la part de solvant accrue est soutirée sous vide, au mélange, et amenée à une installation de condensation.

6. Procédé pour l'imprégnation selon la revendication 5, caractérisé en ce que du solvant est additionné en une quantité telle, avec le liant, afin, durant le processus d'évaporation consécutif de refroidir le mélange à une température prédéterminée.

7. Emploi du procédé selon l'une des revendications 1 à 6, pour la réalisation de mélanges de base pour la réalisation d'électrodes ou de balais de charbon, ou pour la réalisation de mélanges de liants hydrauliques avec des matières d'addition.

Fig.1



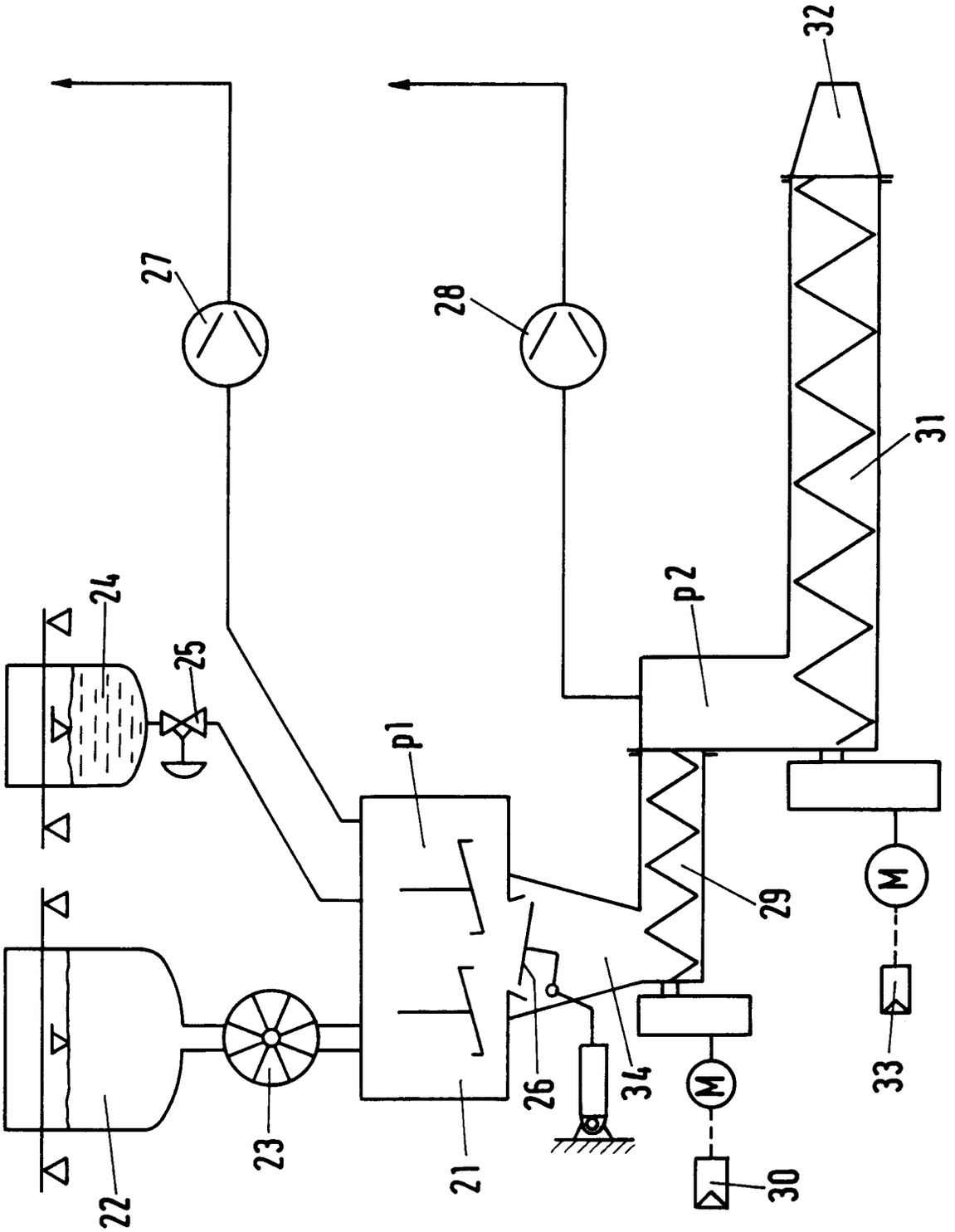


Fig.2