

Induktives Schmelzen im Kaltwandtiegel: Technologie und Anwendungen

von **Hans Windsheimer, Roland Waitz, Peter Wübben**

Der Artikel beschreibt aktuelle Entwicklungen auf dem Gebiet des Kaltwandtiegelschmelzens. Aktuelle Anwendungen auf dem Gebiet des Schmelzens reaktiver Metalllegierungen sowie deren apparative Umsetzungen bei Linn High Therm (LHT) für Labor- sowie semi-industrielle Kaltwandtiegelschmelzanlagen werden präsentiert.

Induction cold crucible melting – technology and applications

This article presents current developments in the field of induction cold crucible melting. Recent applications for melting of reactive metal alloys as well as their technical implementations in laboratory and semi-industrial scale cold wall crucible melting furnaces are presented by Linn High Therm (LHT).

Reaktive und hochschmelzende Metalle, wie z. B. Titan, Tantal, Niob oder Molybdän können in hohen Reinheitsgraden nicht in keramischen oder Graphittiegeln geschmolzen werden. Aufgrund chemischer Reaktionen mit den Tiegelmaterialien kommt es zu Schmelzverunreinigungen, welche zu Eigenschaftsdegradationen der Metalle im späteren Einsatz führen. Beispielsweise führt das Schmelzen von Titan- und Titanlegierungen in oxidkeramischen Tiegeln zur Aufnahme von Sauerstoff in Titan, wodurch Versprödungseffekte auftreten [1]. Diese unerwünschten Verunreinigungen können in vielen Fällen nur durch Einsatz der sog. Kaltwandinduktionstiegeltechnologie vermieden werden. Hierbei handelt es sich um einen induktionsbeheizten wassergekühlten Kupfertiegel, welcher die Metallschmelze beinhaltet (**Bild 1**). Durch den Kontakt zwischen Metallschmelze und Tiegel kommt es zu einer Wärmeabfuhr aus der Schmelze, woraus eine dünne Schicht erstarrten Metalls als Barriere zwischen Tiegel und Schmelze resultiert. Diese verhindert direkten Kontakt zwischen Schmelze und Tiegel und unterbindet hierdurch chemische Reaktionen bzw. Diffusion von Verunreinigungselementen, wodurch hochreine und hochschmelzende Metalle erfolgreich verarbeitet werden können [2].

Kaltwandtiegelschmelzen stellt eine spezielle Ausprägung der Erwärmung elektrisch leitfähiger Materialien

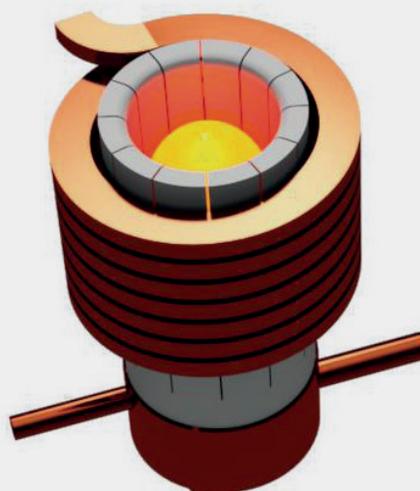


Bild 1: Schematische Darstellung eines Kaltwandinduktionstiegels mit Schmelzfällung

durch alternierende elektrische Felder dar. Bedingt durch das Ampèresche Gesetz führt der Fluss eines Stromes durch eine Induktionsspule zur Ausbildung eines magnetischen Wechselfeldes, welches wiederum zur Bildung von Wechselströmen in einem innerhalb der Spule platzierten elektrischen Leiter – hier: Kaltwandtiegel aus Kupfer – führt.

In einfachster Ausprägung besteht ein Kaltwandtiegel aus einer ringförmigen Wand einzelner, wassergekühlter Palisaden, welche auf einer Bodenplatte fixiert sind. Die aus Kupfer gefertigten und wassergekühlten Palisaden haben untereinander keinen elektrischen Kontakt. Hierdurch addieren sich – bedingt durch den Fluss induzierter Ströme innerhalb der Palisaden – die einzelnen Magnetfelder, wodurch wiederum ein magnetisches Wechselfeld erzeugt wird, welches auf das Werkstück einwirkt und durch Ohmsche Verluste Wärme im Werkstück erzeugt. Die sich zwischen Schmelze und Tiegel ausbildende feste Metallschicht („Skull“) agiert hierbei als eigengebildete Isolierschicht [3].

Bild 2 zeigt eine schematische Darstellung eines Kaltwandtiegels sowie der zugehörigen Induktionsspule zum Schmelzen von Metallen. Bei genügend hoher applizierter Leistung bzw. hohem Magnetfeld um die Palisaden kommt es bei Metallschmelzen aufgrund der elektromagnetischen Kräfte (Lorentzkräfte) zu einer Badüberhöhung, d. h. die Metallschmelze ist zu großen Teilen nicht in direktem physikalischem Kontakt mit den Tiegelpalisaden. Dies begünstigt das Schmelzverhalten hinsichtlich der Erreichung hoher Materialreinheiten und verringert Wärmeverluste.

ANWENDUNGEN

Das Schmelzen im Kaltwandinduktionstiegel (KIT) erfreut sich trotz des vergleichsweise hohen Energiebedarfs bei zugleich geringer Energieeffizienz steigender Beliebtheit.

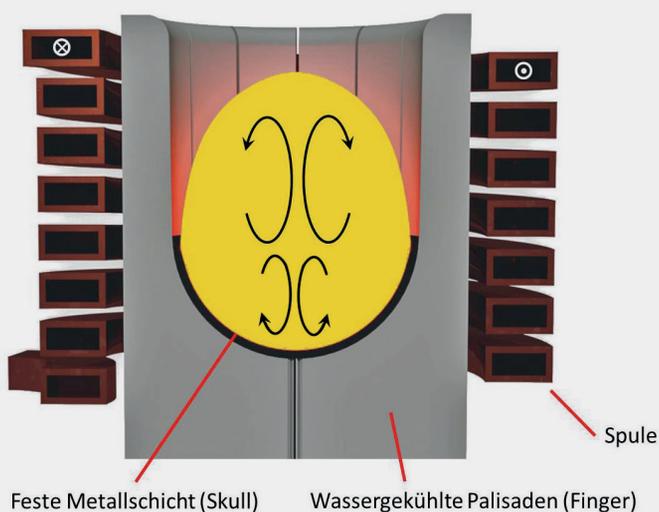


Bild 2: Schnittansicht eines Kaltwandinduktionstiegels

Durch erreichbare Temperaturen von deutlich über 3.000 °C erlaubt es das nahezu kontaminationsfreie Schmelzen von Refraktärmetallen und deren Legierungen, welche sich im flüssigen Zustand chemisch zumeist extrem aggressiv verhalten. Da keine Verunreinigungen durch Tiegelwerkstoffe auftreten können und sich Schmelzen nahezu beliebig überhitzen lassen, kann die Technik auch zum Abdampfen von Verunreinigungen in Reinstoffen, z. B. in der Halbleiterindustrie, verwendet werden.

Generell hat sich die Kaltwandtiegeltechnologie bei der Verarbeitung von Titan und Titanlegierungen etabliert und wird vielfach angewandt [4, 5]. Daneben ist das Schmelzen im Kaltwandtiegelofen eine der vielversprechendsten Technologien zum Einschmelzen und Verglasen von nuklearen Abfällen [6-8]. Da es keine Verunreinigungen von Tiegelmaterialien gibt und der Kaltwandtiegel vielfach wiederverwendet werden kann, fallen nur sehr geringe Mengen kontaminierter Materialien als endlagerpflichtige Abfälle an.

Das Schmelzen im Kaltwandinduktionstiegel eignet sich im Besonderen für Materialien, deren elektrische Leitfähigkeit mit der Temperatur stark zunimmt, wie z. B. Gläser und ZrO_2 [9, 10]. Das bei Umgebungstemperatur elektrisch isolierende Ausgangsmaterial wird pulverförmig in den Kaltwandtiegel gegeben. Bis zur Erreichung einer genügenden elektrischen Leitfähigkeit mit steigender Temperatur muss es vorgewärmt werden. Dazu muss ein Material, das sich bei Raumtemperatur leicht induktiv erwärmen lässt, als Suszeptor in den Tiegel gebracht werden. Dies kann im Falle von ZrO_2 durch ein Stück metallisches Zirkonium realisiert werden oder im Falle von Gläsern durch ein Stück Graphit. In beiden Fällen wird das Pulver in der direkten Umgebung des Suszeptors durch Wärmeleitung aufgeheizt bis es selbst genügend Leitfähigkeit besitzt, um direkt induktiv erwärmt werden zu können, was materialabhängig im Temperaturbereich zwischen 600-1.200 °C geschieht. Das Startmaterial oxidiert bei hohen Temperaturen und Luftatmosphäre wie z. B. bei Zirkonium zu ZrO_2 oder bei Graphit zu CO_2 , welches als Gas keine Spuren im Material hinterlässt. Besteht trotzdem Kontaminationsgefahr, lässt sich das „Startmaterial“ auch in Quarz „verpacken“ und nach dem Vorheizen aus dem Tiegel entfernen. Den prinzipiell niedrigeren elektrischen Leitfähigkeiten oxidischer Werkstoffe im Vergleich zu Metallen wird mit einer Erhöhung der notwendigen Arbeitsfrequenzen in den MHz-Bereich zur Erzielung begründet niedriger Eindringtiefen entgegengewirkt [9].

Heute ist derart produziertes ZrO_2 nach Silizium und Saphir das mengenmäßig wichtigste einkristalline Material. Es wird wegen seines hohen Brechungsindex und seiner hohen Brillanz als Schmuckstein (= Diamant-Ersatz) verwendet.

DESIGN VON KALTWANDTIEGELN

Laboranlagen mit KITs, die ein Schmelzvolumen von 2 bis 20 ml (entsprechen 16 bis 160 g Edelstahl) aufweisen, sind problemlos kommerziell erhältlich. Ebenso sind auf dem Markt Anlagen für das Schmelzen im 3-stelligen kg-Bereich (KIT-Volumen 30 dm³ entsprechen 240 kg Edelstahl) verfügbar.

Als Hersteller von elektrisch beheizten Ofenanlagen verfügt LHT über langjährige Erfahrungen im Bau von Induktionsschmelzanlagen. Laboranlagen zum Schmelzen im KIT gehören schon lange zum Produktportfolio. LHT hat nach intensiver Entwicklungsarbeit erfolgreich mit KITs im Bereich 0,1 bis 1 dm³ (entspricht 0,8 bis 8 kg Edelstahl), wie sie für Entwicklungen im Pilotanlagenaufbau benötigt werden, eine Lücke geschlossen.

Für KITs dieser Größe war eine Neuentwicklung notwendig, da diese konstruktiv völlig anders ausgeführt werden müssen als große Produktions-KITs. Maßgeblich für das Design ist die KIT-Oberfläche, über die mehr als 90 % der eingebrachten Energie abgeführt werden muss. Üblicherweise geschieht dies durch die interne Wasserkühlung des KITs. Hierbei ist die Strömungsgeschwindigkeit des Kühlwassers in Abhängigkeit vom Kühlwasserdruck in den Palisaden und bei Zu- und Ablauf zu beachten. Die entsprechenden Leitungs- und Strömungsquerschnitte müssen so dimensioniert sein, dass Turbulenzen und Toträume vermieden werden, da diese zu unnötigen Druckverlusten führen und zu einer unzureichenden Durchströmung und damit Wärmeabfuhr beitragen.

Die über die Induktionsspule eingebrachte Energie kann nicht, wie beim Schmelzen im konventionellen Tiegel, stufenlos variiert werden, da eine bestimmte Mindestenergie für das sich im KIT ausbildende Magnetfeld und die daraus resultierenden elektromagnetischen Kräfte notwendig ist. Die elektromagnetischen Kräfte sind entscheidend dafür, dass die flüssige Schmelze keinen direkten Kontakt mit der Seitenwand des KITs bekommt. Das sich im KIT ausbildende Magnetfeld hängt von der Position der Induktionsspule über dem Boden des KITs ab. Bei den hier betrachteten KIT-Baugrößen und Bauform wurde die optimale Position der Spule durch intensive Versuche bestimmt. **Bild 3** zeigt Ergebnisse mit einem leeren KIT, um Wechselwirkungen mit der Probe auszuschließen.

Aus dem Diagramm lässt sich entnehmen, dass bei einer Spulenposition zu weit über dem Boden des KIT, der Eingangsstrom zur Induktionsspule am geringsten ist, da die Einkoppelung nicht ausreichend ist. Bei einer Spu-

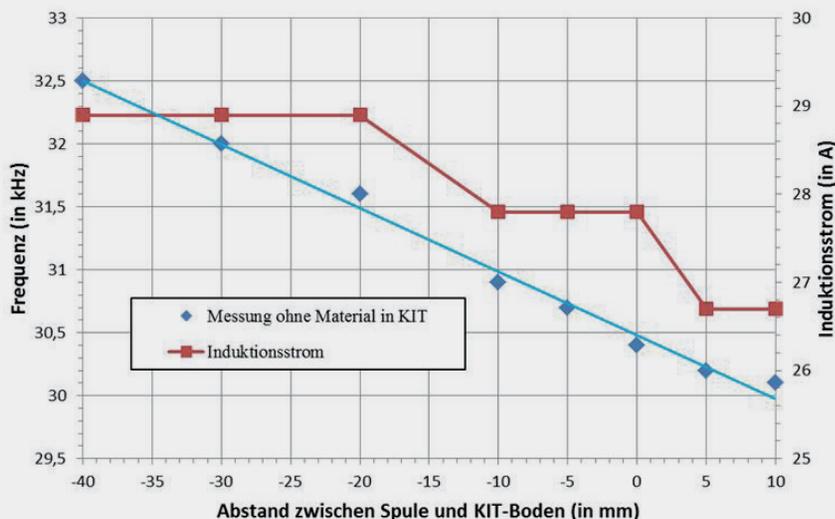


Bild 3: Variation der Spulenposition

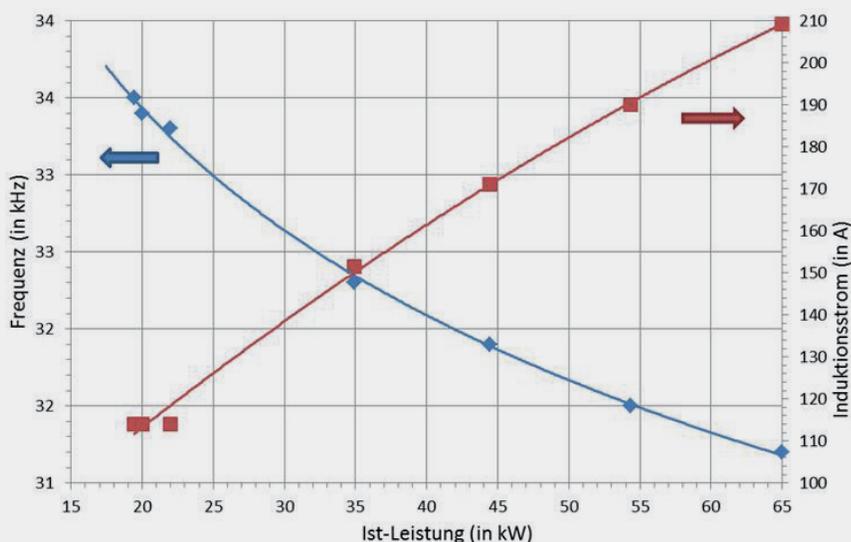


Bild 4: Typischer Verlauf der Frequenz und des Stroms für einen befüllten KIT (V = 600 cm³)

lenposition tief unter dem Boden des KITs stellt sich ein gleichbleibender höherer Strom ein. Die optimale Position der Spule ist das Plateau zwischen beiden Extremen. Hier herrscht ein Gleichgewicht zwischen maximaler Ankoppelung des KITs und dem bauartbedingten Kurzschlussstrom im KIT unterhalb des KIT-Bodens.

Bild 4 zeigt beispielhaft den bei der optimalen Spulenposition resultierenden Strom- und Frequenzverlauf in Abhängigkeit von der applizierten Ist-Leistung. Aus den angegebenen Diagrammen lassen sich – maßgeschneidert auf die zugrundeliegenden Anwendungszwecke – die optimalen Betriebsbedingungen ermitteln.

LHT-KALTWANDINDUKTIONSANLAGEN

Je nach Anwendungsfall können Kaltwandtiegel und die dazugehörigen Induktionsanlagen in einer Vielzahl an Größen realisiert werden. So ist für Schmelzversuche im Laborbereich zumeist ein geringes Tiegelvolumen von nur wenigen cm³ genügend, hingegen muss aufgrund der eventuellen Materialvariabilität und dem damit verbundenen breiten Bereich der notwendigen Arbeitsfrequenz der Induktionsanlagen der Frequenzbereich möglichst breit sein.

Für Laborversuche sowie die Prototypenfertigung bieten sich Tiegelgrößen von 25 bis 1.000 cm³ an. **Tabelle 1** gibt einen Überblick über verschiedene Kaltwandtiegelanlagen, deren Tiegel- und Spulenaufbauten sowie typische Schmelzkörper. Zur Erniedrigung der durchschnittlichen Schmelzzeit bzw. zur Erhöhung des Durchsatzes können derartige Anlagen auch mit mehreren unabhängig bedienbaren Spulen-/Tiegelaufbauten versehen werden. Durch eine breite Auslegung der Tiegel- und Spulencharakteristika wird das Aufschmelzen unterschiedlichster Materialien, wie beispielsweise Edelstähle bzw. Titan oder Titanlegierungen, ermöglicht. Derartige Anlagen sind mit einer Vielzahl an Optionen, wie beispielsweise Begasungseinrichtungen, Pyrometer oder Vakuum-Pumpständen individuell auf Kundenanforderungen abstimmbare.

Aus intensiven Versuchskampagnen mit einer Vielzahl verschiedener Anlagen und KIT's ergibt sich ein Bereich

notwendiger zu applizierender Leistungen in Abhängigkeit des Tiegelvolumens (**Bild 5**). Einige der verwendeten Tiegel im Volumenbereich von 25 bis 500 cm³ sind exemplarisch gezeigt. Die Schwankungsbreite ergibt sich durch den Einfluss verschiedener zu schmelzender Materialien und den damit verbundenen unterschiedlichen Prozesstemperaturen.

FAZIT

Die Realisierung von KITs im Labor- und/oder Produktionsmaßstab erfordert eine Anpassung an die jeweiligen Anforderungen hinsichtlich Chargengröße und Zusammensetzung der zu schmelzenden Materialien (Tabelle 1). Je nach Ausprägung sind meist unterschiedliche Konzeptionen notwendig, um beispielsweise eine ausreichende Kühlung des Tiegels zu gewährleisten und um die im KIT induzierten elektrischen Ströme für ein vollständiges und stabiles Magnetfeld nutzen zu können.

LHT hat in einem aufwendigen Entwicklungsprogramm dieses umgesetzt und hat damit sein Produktspektrum hinsichtlich Schmelzen im KIT im Pilotmaßstab, beginnend bei Tiegelgrößen von 25 cm³ bis hin zu semi-industriellen Prototypenanlagen mit Kapazitäten bis zu 1.000 cm³, angepasst. Hierbei kann auf eine Vielzahl zu behandelnder Materialien, wie etwa Stähle, Edelstähle, NE- oder Refraktärmetalle, eingegangen werden.

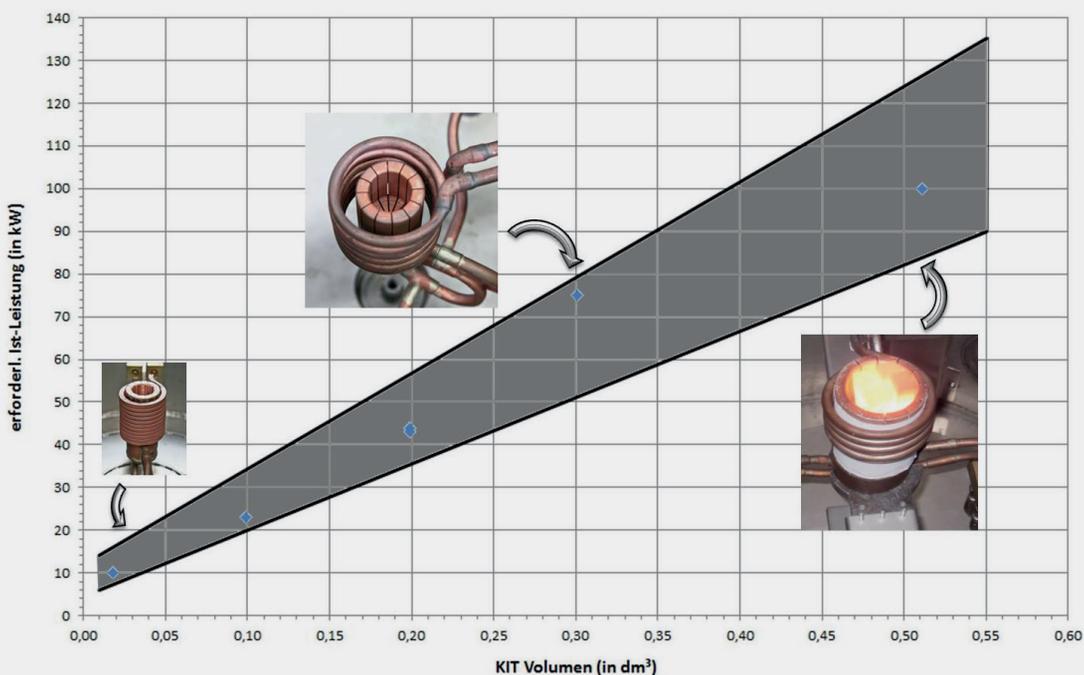


Bild 5: Bereich der zu applizierenden Ist-Leistung verschiedener KIT's in Abhängigkeit des Tiegelvolumens

LITERATUR

- [1] Ana Kostov, Bernd Friedrich, Predicting thermodynamic stability of crucible oxides in molten titanium and titanium alloys, Computational Materials Science, Volume 38, Issue 2, December 2006, Pages 374-385
- [2] Mühlbauer, A., History of Induction Heating and Melting, Vulkan Verlag, Essen, 2008
- [3] T. Liu, Z. Dong, Y. Zhao, J. Wang, T. Chen, H. Xie, J. Li, H. Ni, D. Huo, Purification of metallurgical silicon through directional solidification in a large cold crucible, Journal of Crystal Growth 355 (2012) 145-150.
- [4] Ding, H., Chen, R., Guo, J., Bi, W., Xu, D., Fu, H., Directional solidification of titanium alloys by electromagnetic confinement in cold crucible, Materials Letters, 59, 7, pp. 741-745, 2005
- [5] Broihanne, G., Bannister, J., Using cold-crucible melting for titanium precision castings, JOM, 52, 5, pp. 21-23, 2000
- [6] Stefanovsky, S. V., Ptashkin, A. G., Knyazev, O. A., Zen'kovskaya, M. A., Marra, J. C., Cold crucible vitrification of uranium-bearing high level waste surrogate, MRS Proceedings, 1107, 269, 2008
- [7] Demine, A. V., Krylova, N. V., Polyektov, P. P., Shestoporov, I. N., Smelova, T. V., Gorn, V. F., Medvedev, G. M., High level liquid waste solidification using a "cold" crucible induction melter, MRS Proceedings, 663, 27, 2000
- [8] Kobelev, A. P., Stefanovsky, S. V., Knyazev, O. A., Lashchenova, T. N., Radon, S. I. A., Marra, J. C., Holtzscheiter, E. W., Herman, C. C., Induction heated cold crucible melter testing with troublesome high level waste components, Environmental Issues and Waste Management Technologies in the Ceramic and Nuclear Industries XI: Proceedings of the 107th Annual Meeting of The American Ceramic Society, Baltimore, Maryland, USA 2005, Ceramic Transactions, 176, 159, 2005
- [9] Osiko, V. V., Borik, M. A., Lomonova, E. E., Synthesis of refractory materials by skull melting technique, Springer Handbook of Crystal Growth, pp. 433-477, 2010

| | KIT-Laboranlage | MFG 100 Doppeltiegel-Anlage | MFG 180 |
|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|----------------------------------|
| P_{max} (kW) | 10 | 2 x 50 | 180 |
| Anschlußleistung (kVA) | 14 | 130 | 230 |
| Atmosphäre | Vakuum (10^{-2} mbar), Ar | Vakuum (10^{-3} mbar), Ar | Vakuum (10^{-5} mbar), Ar |
| T_{max} (°C) | 2000 | 1800-2000 | 1800-2000 |
| Frequenz (kHz) | 150 - 450 | 40-50 | 30-40 |
| Tiegelvolumen (cm ³) | 25 | 100 - 300 | 800 - 900 |
| Anwendung | NE- und Refraktärmetalle | Reinst-Fe-Werkstoffe | Edelstähle, Ni-Basis-Legierungen |

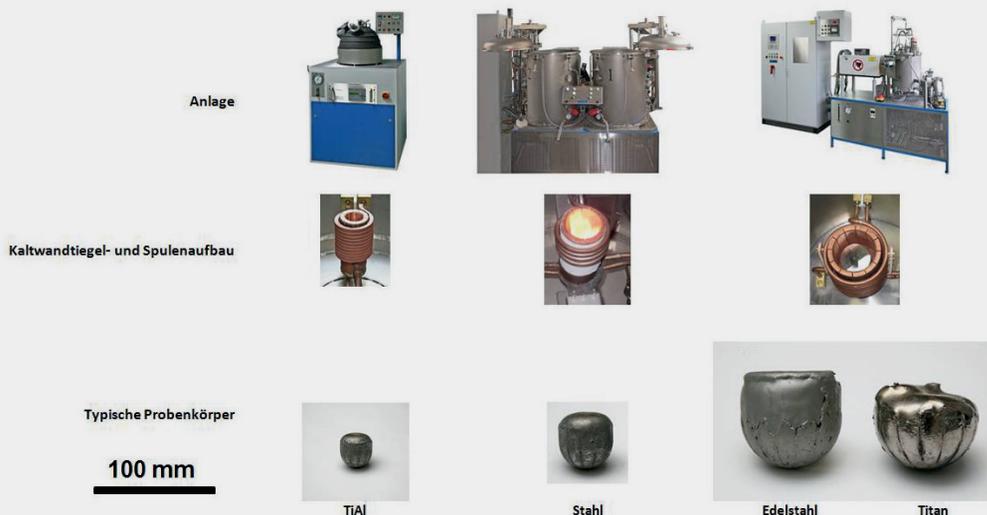


Tabelle 1: Übersicht über ausgewählte Kaltwandtiegelinduktionsanlagen sowie deren Eckdaten und Schmelzkörper

- [10] Nacke, B., Kudryash, M., Behrens, T., Niemann, B., Lopukh, D., Martynov, A., Chepluk, S., Induction Skull Melting of Oxides and Glasses in Cold Crucible, International Scientific Colloquium Modelling for Material Processing, 2006

AUTOREN



Dr.-Ing. Hans Windsheimer
Linn High Therm GmbH
Eschenfelden
Tel.: 09665/ 9140-76
windsheimer@linn.de



Roland Waitz
Linn High Therm GmbH
Eschenfelden
Tel.: 09665/ 9140-20
waitz@linn.de



Dr. Peter Wübben
Linn High Therm GmbH
Eschenfelden
Tel.: 09665/ 9140-62
wuebben@linn.de