

Elektrisch beheizte Öfen für Schutzgas- und Vakuumbetrieb

Resistance heated furnaces for protective gas and vacuum operation

Roland Waitz, Peter Wübben

Im Folgenden werden Ofentypen für die Wärmebehandlung von Materialien unter Schutzgas und Vakuum beschrieben. Zu Beginn wird eine kurze Einführung über die Grundlagen der Schutzgas/Vakuumanwendung gegeben. Die einzelnen Ofentypen werden im prinzipiellen Aufbau und Anhand der wichtigsten Einsatzgebiete vorgestellt. Notwendige Sicherheitseinrichtungen für das Arbeiten mit brennbaren und giftigen Gasen werden ebenfalls angesprochen.

In the following article, various types of furnaces for heat treatment of materials under inert gas and vacuum will be described. An introduction to the theory of inert gas/vacuum treatments is given. Different types of furnaces are described in their principal structure and in their most important applications. Necessary safety devices for the working with combustible and explosive gases are also mentioned.

Einleitung

Noch immer werden die meisten Wärmebehandlungen an Luft durchgeführt, z. B. beim Auslagern von Aluminium, zum Härten und Anlassen der meisten Stähle oder Sintern vieler Oxidkeramiken. Normale Luft enthält 78 % Stickstoff, 21 % Sauerstoff und 1 % Argon. Daneben treten noch Spurengase wie z. B. Kohlendioxid auf. Häufig wird der große Anteil des Wasserdampfes vergessen. So kann der Wassergehalt von 1 m³ Luft bei 30 °C und voller Sättigung wie z. B. im tropischen Klima über 30 g betragen, was ca. 3 Gewichtsprozent entspricht.

Da Wasserdampf vor allem bei erhöhten Temperaturen immer oxidierend wirkt, ist sein Anteil in Schutzgasen entscheidend. Die Angabe des Wassergehalts erfolgt meist über den Taupunkt, d. h. die Temperatur in Grad °C auf die das Gas abgekühlt werden muss, bis Wasser auskondensiert. Dies ist vergleichbar mit der Taubildung in der Natur am Morgen oder am Abend. Eine andere, meist in Diagrammen verwendete Darstellung ist das logarithmische Verhältnis von H₂O zu H₂. Beide Angaben lassen sich problemlos umrechnen.

Um Metalle aus Erzen zu erschmelzen, werden Schutzgase vom Menschen schon seit Beginn der Kupferzeit vor ca. 6.000 Jahren eingesetzt. Die Hauptakteure Kohlenstoff und Erz sind dabei über die Jahrtausende gleich geblieben. Die Schutzgasatmosphäre wird durch unvollständige Verbrennung von Kohlenstoff zu Kohlenmonoxid erzeugt. Dieses reduziert das Erz nach der Gleichung $\text{CO} + \text{MeO}_x = \text{Me} + \text{CO}_2$ zum Metall.

Moderne Anwendungen wie flussmittelfreies Löten, Sintern von pulvermetallurgischen Teilen, von Siliziumcarbid und Siliziumnitrid-Keramiken oder die Herstellung von Graphit erfordern sauerstofffreie Schutzgasatmosphären. Für spezielle Verfahren bei der Wärmebehandlung von Stählen (z. B. Nitrieren oder Karbonitrieren) werden Reaktivgase wie Ammoniak eingesetzt.

Der Übergang zwischen Schutzgas und Reaktivgas ist fließend und wird von der Temperatur und dem zu behandelnden Material mitbestimmt. Grob unterscheiden kann man jedoch zwischen brennbaren, explosiven und nichtbrennbaren bzw. neutralen Gasen und Gasmischungen. Daneben werden in einigen speziellen Anwendungen Gase mit einer im

Vergleich zu Luft abgeschwächten oxidierenden Wirkung wie Kohlendioxid oder Exogas eingesetzt.

Der Hauptgrund für die Verwendung von Schutzgasen liegt im Abbau oder dem Vermeiden von störenden Oxidschichten, welche beim Löten oder Sintern die Verbindung von Metallen erschweren, unmöglich machen. Sie sollen z. B. auch ein Verbrennen des Materials bei der Pyrolyse Graphitherstellung verhindern. Speziell beim Sintern mit kleinen Korngrößen des Ausgangsmaterials, und damit großer spezifischer Oberfläche, würde sauerstoffhaltige Atmosphäre eine vollständige Umwandlung zum Oxid bedeuten.

Welche Schutzgasatmosphäre bei welcher Reinheit verwendet werden muss hängt vom gewünschtem Effekt und vom Material ab. Entscheidend ist dabei die Stabilität des jeweiligen Oxids bzw. dessen Affinität zu Wasserstoff oder Kohlenmonoxid, den wichtigsten reduzierenden Gasen. In beiden Fällen wird das Reaktionsgleichgewicht mit steigender Temperatur auf die Seite des Metalls verschoben. Materialien wie Chrom oder Silizium sind bei Raumtemperatur in technisch machbaren Atmosphären immer mit einer Oxidschicht überzogen. Chromoxid ist selbst bei 900 °C in Wasserstoff mit Taupunkt von -80 °C noch stabil, bei 1.200 °C wird es jedoch in Wasserstoff mit Taupunkt von -50 °C zu Chrom reduziert.

Die einfachste Form des Schutzgasofens besteht darin, einen herkömmlichen Ofen zusätzlich mit dem gewünschten Gas zu spülen. Je nach Aufwand für zusätzliche Abdichtungen, z. B. im Türbereich oder des Gehäuses, lassen sich damit im Falle nicht allzu empfindlicher Materialien, z. B. beim Härten von Stählen, bereits brauchbare Ergebnisse erzielen. Man muss jedoch mit Restsauerstoffgehalten im einstelligen Prozentbereich

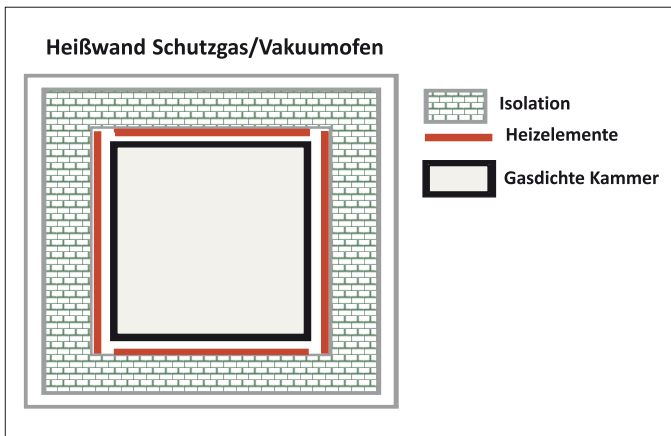


Bild 1: Heißwandofen für Schutzgas und Vakuumbetrieb

Fig. 1: Hot wall furnace for protective gas and vacuum

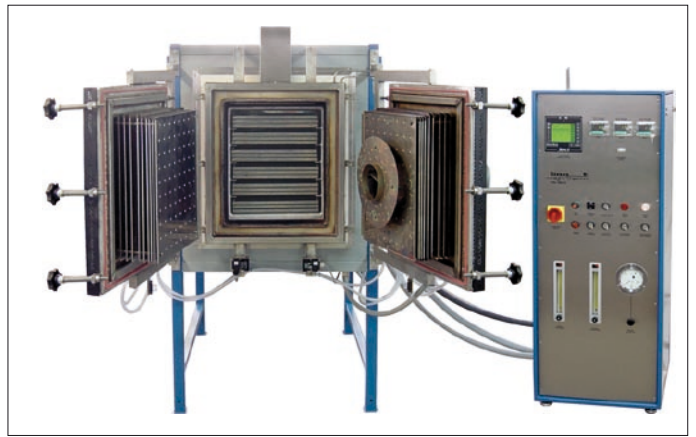


Bild 2: Schutzgasofen KS- S 160 mit Hordengestell und Doppeltür für Umluftbetrieb bis 950 °C oder Hochtemperaturbetrieb bis 1.150 °C

Fig. 2: Protective gas furnace KS- S 160 with kiln furniture and changeable door for forced convection up to 950 °C or use in high temperature range up to 1,150 °C.

und relativ hohem Schutzgasverbrauch rechnen, um einen leichten Überdruck im Ofen zu erzeugen. Es können jedoch aus sicherheitstechnischen Gründen keine giftigen und brennbaren Gase verwendet werden.

Als eigentliche Schutzgasöfen kommen im Prinzip zwei Bauformen in Frage. Der Heißwand- und der Kaltwandofen. Bei letzterem muss zwischen der klassischen Form mit Schirmblechen oder Graphit, Faser- bzw. Steinisolation unterschieden werden. Alle Bauformen lassen sich im Bedarfsfall auch kombinieren.

Bild 3: Faserisolierter Schutzgasofen KF-240S bis 1.200 °C für Reinraumbau, Wasserstoffbetrieb und Gasrückkühlung über Gas/Wasser-Wärmetauscher für schnelle Abkühlzeiten, Reduktion und Sinterung von Edelmetallpellets

Fig. 3: Fibre insulated gastight furnace KF-240S up to 1,200 °C for reduction and sintering of precious metal pellets under hydrogen, gas recooling by gas/water-heatexchanger for fast cooling, furnace prepared for clean room installation

Ofentechnik

Das Heißwandprinzip

In einen Kammerofen wird eine schutzgas-, oder vakuumdichte Retorte (Muffel) eingesetzt. Isolation und Heizelemente liegen außerhalb der Retorte d. h. sie sind der Schutzgasatmosphäre nicht ausgesetzt. (Bilder 1 bis 3) Für Heizelemente und Isolation können die gleichen Werkstoffe wie für den entsprechenden Temperaturbereich an Luft eingesetzt werden.

Retorte

Die Retorte kann zylindrisch- oder quaderförmig sein, aus Metall, Quarzglas oder Keramik bestehen. Für Quarz und Keramik sind für größere Abmessungen nur Zylinderformen (Rohr) praktikabel. Der Preis, speziell für große Abmessungen, ist im Vergleich zu Metall sehr hoch.

Das Haupteinsatzgebiet für Keramik liegt im Hochtemperaturbereich über 1.200 °C, für Quarz bei hochreinen Prozessen bis 1.150 °C, z. B. in der Halbleiterindustrie. Nachteile der Keramik sind die Thermoschockempfindlichkeit der gasdichten Qualitäten (max. Aufheizgeschwindigkeiten liegen je nach Qualität, Größe, Wandstärke und Temperaturbereich zwischen 120 K/h und 400 K/h) und die beschränkte Verfügbarkeit großer Abmessungen. Bei Temperaturen über 1.550 °C sind Keramiken nicht mehr mechanisch formbeständig und vakuumdicht. Rohre aus einkristallinem Aluminiumoxid-Saphir sind bis 1.850 °C vakuumdicht, sie sind zur Zeit aber nur bis max. 40 mm Durchmesser und 1 m Länge lieferbar.

Quarz, im amorphen glasartigen Zustand, hat dagegen eine exzellente thermische Wechselbeständigkeit, neigt aber bei Temperaturen über 1.050 °C zur Rekristallisation, die beim Abkühlen über kurz oder lang zur Zerstörung führt. Um eine möglichst lange Lebenszeit zu erreichen muss auf peinlichste Sauberkeit während Bau und Betrieb der Anlage geachtet werden (Baumwollhandschuhe). Quarz lässt sich praktisch auch bis



1.350 °C ohne Verformung einsetzen, muss aber dann ständig über 300 °C gehalten werden. Die Kristallisation zu β -Cristobalit setzt an der Oberfläche ein und wird z. B. durch Wasserdampf stark begünstigt. Bei Temperaturen < 275 °C wandelt sich die kubische β -Form in die tetragonale Kristallstruktur mit geringerer Dichte um, was zu Abplatzungen und Rissen führen kann. Durch regelmäßiges „Abbeizen“ mit Fluor- oder Phosphorsäure lässt sich ein „Durchkristallisieren“ verhindern. Bei jeder Behandlung wird aber die Materialdicke vermindert.

Beim durch Sinterung hergestelltem, opaken Quarzglas tritt dieses Problem nur abgeschwächt auf. Quarzglas enthält aber normalerweise mehr Verunreinigungen. Rohre aus beiden Materialien sind nur bis zu einer gewissen Größe realisierbar. Zurzeit sind Durchmesser bis zu 570 mm bei Quarzglas und 1.000 mm bei Quarzglas mit Längen von bis zu 4 m industriell erhältlich.

Metalle sind das gängigste Material für Schutzgasretorten. Die verwendeten Legierungsqualitäten müssen der Einsatztemperatur und dem Prozess angepasst werden. Hauptsächlich verwendet werden austenitische Stähle wie 1.4541, Betrieb bis 850 °C, 1.4841 bis 1.100 °C, Inconel als Schweißkonstruktion bis 1.150 °C, Guss bis 1.250 °C, APM TM (nur als Rohr) bis 1.300 °C.

Für den Einsatz nahe der maximalen Temperatur werden zylindrische Formen bevorzugt, da weniger Spannungen auftreten. Das gleiche gilt wegen der besseren Druckverteilung für den Vakuumbetrieb. Je nach Größe und Aufwand (Materialdicke, Wellform) lassen sich Vakuumöfen in Heiwandbauweise bis 1.100 °C realisieren. Es muss dabei berücksichtigt werden, dass die Festigkeit aller gängigen metallischen Werkstoffe zwischen 500 und 800 °C stark abfällt. Unter Umständen kann im Ofen mit einem Stützvakuum von 80 bis 90 % des Retortenvakuums gearbeitet werden.

Der Gaseinlass in die Kammer erfolgt üblicherweise durch ein Rohr mit mehreren Bohrungen. Das Gas wird dadurch gleichmäßig über die Ofenkammer verteilt. Bei großen Gasflüssen, wie sie z. B. zum Testen von Katalysatoren oder Brennstoffzellenkomponenten benötigt werden, wird das Einlassrohr meanderförmig verlängert. Es dient dann zur Gasvorwärmung.

Tür

Besonderes Augenmerk muss der Türkonstruktion gewidmet werden. Der Bereich der Türdichtung muss wegen des verwendeten Dichtungsmaterials, zu meist Silikon oder Viton (max. 280 °C) im kalten Bereich liegen und entspricht daher im Aufbau eher einem Kaltwandofen.

Der Türbereich stellt eine Schwachstelle der Konstruktion dar. Die Verluste an der im Allgemeinen nicht beheizten Türseite sollen möglichst gering sein und auch der Temperaturübergang von Dichtung zum Ofeninneren nicht zu steil gewählt werden. Ideal ist eine kleine, sehr tiefe Tür. Beim klassischen Rohrofen ist dies der Fall, doch Beschicken und Entladen sind schwierig und nur bei kleinen Teilen möglich. Die vermeintliche Lösung ist ein dicker Isolationsstopfen in der Tür, das Ergebnis sind dann durch starken Temperaturgradienten gebrochene Keramikrohre und verworfene oder gerissene Metallmuffeln. Die ideale Lösung sind Schirmbleche hin zum heißen Bereich, die für ein moderates Temperaturgefälle im Muffelmaterial sorgen, ein anschließender Isolationsstopfen zum Abbau der Resttemperatur und ein senkrecht herausgeführter Muffelkranz der die durch die thermische Leitfähigkeit des Muffelmaterials bedingte Belastung der Dichtung verringert. Eine Wasserkühlung der Dichtungsflächen ist bei Ofentemperaturen über 400 °C dennoch nötig. In einigen Spezialfällen (z. B. Gasreaktoren) können Metalldichtungen im heißen Bereich eingesetzt werden. Sie sind jedoch nur einmal verwendbar bzw. nur mit großem Aufwand wieder zu verwenden.

Weiterhin muss die Kondensationsproblematik im kalten Teil der Tür berücksichtigt werden. Eine Kühlung der Türdichtung durch ein Temperiergerät mit unter Druck stehendem Wasser ($T < 130$ °C) oder Wärmeträgeröl (< 220 °C) als Fluid hilft die Kondensation abzuschwächen oder ganz zu vermeiden.

Heizelemente

Die Auswahl der Heizer ist bei Heiwandöfen eher unproblematisch. Wie bereits erwähnt kommen die gleichen Materialien wie für Öfen an Luft zum Einsatz. Chemische Reaktionen mit dem Schutzgas müssen nicht berücksichtigt werden. Bei Rohröfen mit $T_{max} > 1.350$ °C wer-

den Molybdän-Disilizidheizer ($MoSi_2$) bis 1.850 °C verwendet, sonst FeCrAl-Heizer wie Kanthal A1™ (1.400 °C) oder APM™ (1.420 °C). Als Faustregel gilt für alle Öfen, dass die maximal erreichbare Ofentemperatur ca. 50 °C unter der maximalen Temperatur des Heizleiters liegen muss, um eine vernünftige Lebensdauer zu erreichen. Die maximale Temperatur in Schutzgasmuffeln liegt ca. 100 °C bis max. 50 °C unter der Ofentemperatur.

Isolation

Eine ideale Isolation für einen Schutzgasofen gibt es nicht. Einerseits sollen die Wärmeverluste beim Aufheizen und in der Haltezeit möglichst gering sein, um Energie zu sparen und den Anschlusswert des Ofens gering zu halten, andererseits soll das Chargenmaterial meist schnell abkühlen, also in möglichst kurzer Zeit gespeicherte Energie verlieren.

Die erste Forderung wird durch eine Isolation aus keramischer Faser oder mikroporösem Material ideal erfüllt. Beide haben eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit und Wärmespeicherkapazität. Letztere unterstützt auch eine schnelle Abkühlung, diese wird jedoch von der guten Isolationswirkung behindert. Der Preis einer Faserisolation für Temperaturen über 1.100 °C ist relativ hoch. Die Auslegung der Wärmedämmung für Heiwandöfen ist daher immer ein Spagat zwischen Energieverbrauch, Zykluszeit und Ofenpreis. Entscheidend ist letztlich die Prozesssicherheit, welche die Grenzen vorgibt, in denen der Ofen wirtschaftlich optimal betrieben werden kann.

Einen guten Kompromiss stellt eine kombinierte Isolation aus Feuerleichtstein mit einer Hinterisolation aus Fasermaterial oder mikroporösem Material dar. Zusätzlich kann über Gebläse kühle Frischluft durch ein Verteilersystem in Raum zwischen Isolation und Schutzgasmuffel geblasen und der Ofen so aktiv gekühlt werden. Eine aufwändigere, aber sehr effektive Möglichkeit ist es, die Ofenatmosphäre mittels eines Seitenkanalverdichters über einen externen Gas-Wasserwärmetauscher zu zirkulieren und rück zu kühlen.

Die Gebläse bzw. der Seitenkanalverdichter lassen sich dabei über Frequenzumrichter temperaturabhängig regeln. Die erreichbaren Abkühlzeiten sind abhängig von der Anfangstemperatur, Charge (Gewicht, spez. Wärme) und der Entnahmetemperatur. Sie liegen meist im



Bild 4: Programmregler SE-402

Fig. 4: Program controller SE-402

Bereich von 1 bis 10 h. Eine noch effektivere Abkühlung wird durch entfernen der Schutzgasmuffel aus der Ofenanlage und einsetzen in eine Kühleinrichtung, wie z. B. bei Haubenöfen, erreicht.

Temperaturverteilung

Die Temperaturverteilung oder -gleichmäßigkeit wird bestimmt von der Geometrie, den Strahlungsverhältnissen, der Konvektion und der Wärmeleitung des Gases. Bei Heißwandöfen wird im Allgemeinen eine tiefe Bauform bevorzugt. Meist erfolgt die Beheizung von vier bis fünf Seiten. Bei unbeheizter Tür tritt dort ein starker Temperaturabfall auf, der umso weiter in das Ofenvolumen hineinreicht, je größer die Türfläche ist.

Die Wärmeleitung im Gas (bis auf Wasserstoff/Helium) kann meist vernachlässigt werden. Die Hauptakteure sind Konvektion und Strahlung. Bei natürlicher Konvektion ist diese der bestimmende Faktor bis etwa 200 °C, danach überwiegt die Wärmeübertragung durch Strahlung. Wird eine verstärkte Konvektion durch Gasumwälzgebläse erzwungen, bleibt diese bis etwa 400 °C bestimmend und bis 800 °C deutlich wirksam. Darüber wird die Wärmeübertragung und Temperatur von der Strahlung beherrscht. Ist eine genaue Temperaturverteilung über ein großes Volumen erforderlich, sollte bei Temperaturen bis 400 °C eine Gasumwälzung verwendet werden, über 800 °C ist eine Mehrzonenheizung sinnvoll, zwischen 400 °C und 800 °C am besten beides. Gasumwälzungen können bis 900 °C ein-

gesetzt werden. Sollte prozessbedingt ein Einsatz bis max. 1.050 °C (z. B. Entbindern bei 300 °C und Vorsintern bei 1.100 °C) mit guter Temperaturverteilung nötig sein, muss sich der Heißgasumwälzer mit speziellem Lüfterrad auf minimale Drehzahl z. B. 1/s herunterregeln lassen, um nicht zerstört zu werden. Ein Drehen der Ventilatorrads ist aber nötig, da sich sonst die Antriebswelle verziehen kann.

Bei Mehrzonenheizung wird meist mit zwei oder drei Regelstrecken, verteilt über die Ofenlänge (Türbereich, Mittelteil, Rückwand), gearbeitet. Mit den geschilderten Maßnahmen sind Temperaturabweichungen von ± 3 bis ± 7 K über das Ofenvolumen zu erreichen. Mit höherem Aufwand z. B. sechsseitige Beheizung und Trimmmöglichkeit für die Heizzonen sind für Spezialanwendungen auch höhere Genauigkeiten machbar. Meist ist es jedoch einfacher, das nutzbare Ofenvolumen im Verhältnis zur Muffelabmessung zu beschränken, um eine ähnlich gute Temperaturverteilung zu erreichen.

Steuerung und Regelung

Die Auslegung der Steuer- und Regelanlage, insbesondere die Platzierung der Thermoelemente erfordert bei Heißwandöfen einige Vorüberlegungen, die das Temperatur-Zeit-Regime des Prozesses berücksichtigen müssen. Standardmäßig kommt bei LINN HIGH THERM der Programmregler SE-402 der Firma Stange zum Einsatz (**Bild 4**), der sich durch seine einfache Bedienung auszeichnet. Der SE-402 hat einen Speicher für 25 Programme mit bis zu 50 Schritten. An das Gerät werden direkt die Thermo-

elemente angeschlossen, die dann für die genaue Regelung oder die Datenerfassung verwendet werden können. Von einem PC mit installiertem Prozessleitsystem kann über eine RS 422 Schnittstelle der Regler angesteuert werden. Am PC können alle relevanten Daten zur archiviert und weiterverarbeitet werden.

Eine praktikable Lösung ist eine Messstelle, die sich in einem in die Schutzgaskammer eingeschweißten Rohr befindet. Dadurch kann es leicht von außen gewechselt werden und ist auch nicht der Ofenatmosphäre ausgesetzt. Wichtig ist das bei Verwendung von PtRh-Thermoelementen bei Wasserstoffbetrieb. Dieses Element wird auf den Regler geführt.

Ein Sicherheitsregler überwacht die Temperatur im Zwischenraum vom Heizer zur Schutzgaskammer. Dadurch wird sichergestellt, dass es bei schnellen Aufheizen und hohem Chargengewicht nicht zu einer Überhitzung (Überfahren des Ofens) und somit zur Zerstörung der Schutzgasmuffel kommt. Ein zusätzliches flexibles Schleppelement im Ofenraum, das auf eine Anzeige und/oder einen Temperaturschreiber geführt wird, ist in vielen Fällen sinnvoll, da es die wirkliche Temperatur an der Charge messen und protokollieren kann.

Wird das Thermoelement in der Kammer platziert, reagiert es beim Anfahren, abhängig von Charge und Muffel, mehr oder weniger träge. Speziell bei schnellem Aufheizen und Haltezeit bei niedrigen Temperaturen kann es dann zu einem „Überschießen“ des Ofens kommen. Die Wärme muss erst durch die Muffel dringen und das Thermoelement erreichen; in dieser Zeit läuft die Heizung mit voller Leistung weiter, was zur Folge hat, dass

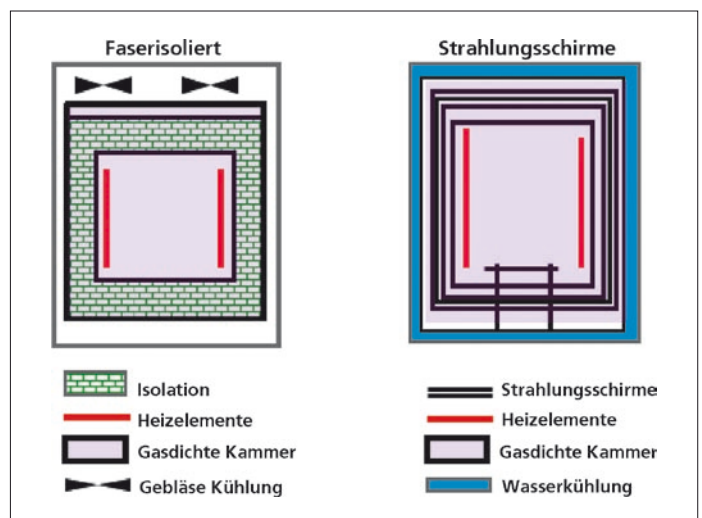


Bild 5: Aufbau von Kaltwandöfen mit Faserisolation oder Strahlungsschirmen

Fig. 5: Design of cold wall furnaces with fibre insulation or radiation screens

die Ofenanlage überhitzt. Trotz Abschalten der Heizung steigt die Temperatur in der Kammer weiter an, dieser Effekt lässt sich durch langsames Anfahren und die Wahl geeigneter PID Regelparameter vermeiden. Eine Platzierung des Thermoelements außerhalb der Kammer ermöglicht lineares Aufheizen ohne Überschwingen, allerdings muss vorher empirisch ermittelt werden, wie groß die Differenz zwischen Ofen und Schutzgaskammer im jeweiligen Temperaturbereich ist. Das Problem kann mit modernen Differenzreglern behoben werden, wenn das innere Element als Führung und das Element außen als Stellgröße mit eingestelltem Offset verwendet wird.

Das Kaltwandprinzip

Bei Kaltwandöfen befinden sich Heizer und Isolation in einer gasdichten/vakuumdichten Kammer (**Bild 5**). Das heißt, die abdichtende Kammerwand befindet sich nicht auf Ofenraumtemperatur. An das Material werden bezüglich der Warmfestigkeit und Temperaturbeständigkeit keine besonderen Anforderungen gestellt, dennoch wird meist Edelstahl verwendet, um Korrosion auszuschließen. Öfen, die unter Überdruck arbeiten müssen werden deshalb in dieser Technologie aufgebaut. Hochdruck-Sinteröfen (**Bild 6**) werden zur Herstellung von porenfreien pulvermetallurgischen Teilen und Keramiken benötigt. In der

Hochtemperatur-Supraleiter-Entwicklung und bei der Wärmebehandlung von Rubinen zur Farbverbesserung wird unter reiner Sauerstoffatmosphäre bis zu Drücken von 1.000 bar gearbeitet. Bei Bedarf z. B. für Ultrahochvakuumöfen oder zur Vermeidung von Kontamination im Nuklearbereich kann das Material zusätzlich elektropoliert werden.

Dagegen sind Isolation und Heizleiter der Ofenatmosphäre und Temperatur ausgesetzt, dies muss bei der Auswahl des Materials berücksichtigt werden und kann abhängig von Art der Charge und des Wärmebehandlungsprozesses zu unterschiedlichen Ofenkonzepten führen.

Heizleitermaterialien

Die gängigen Heizleitermaterialien für Schutzgasöfen sind wie im Falle der Heißwandöfen Eisen-Chrom-Aluminium Legierungen, Molybdän-Disilizid, Molybdän, Wolfram und Graphit. In Ausnahmefällen werden aufgrund des chemischen Verhaltens auch Tantalheizer eingesetzt. Die maximale Einsatztemperatur in unterschiedlichen Gasen ist in **Tabelle 1** aufgeführt. Für kombinierten Schutzgas/Luft-Betrieb eignen sich nur FeCrAl-Legierungen und MoSi₂. Der klassische Kaltwandaufbau mit Strahlungsblechen aus dem gleichen Material wie der Heizer kann nicht mit MoSi₂ realisiert werden, da keine dünnwandigen Bleche aus MoSi₂ hergestellt werden.



Bild 6: Hochdruckofen bis 1.000 °C mit max. Sauerstoffbetrieb bis 100bar, Molybdän-di-Silizid beheizt für die Entwicklung von Hochtemperatur-Supraleitern (HTSL)

Fig. 6: High pressure furnace up to 1,000 °C, operation under pur oxigen up to 100 bar, heated with molybdenum disilicid, for development of high-temperature superconductive materials (HTSC)

Tabelle 1: Max. Heizelementtemperaturen

Table 1: Max. heating element temperature

Gas	Formel	APM (A1) FeCrAl	Kanthal Super 1700/1800/1900	Molybdän Mo	Tungsten W	Graphit C
Luft	N ₂ , O ₂ , Ar	1.400 °C	1.700/1.800/1.850 °C	400 °C	500 °C	400 °C
Sauerstoff	O ₂	1.300 °C	1.700/1.800/1.850 °C	< 400 °C	< 500 °C	< 400 °C
Stickstoff	N ₂	1.200 °C	1.600/1.700/1.800 °C	-1.480 °C	-1.480 °C	1.700 °C
Argon	Ar	1.400 °C	1.600/1.700/1.800 °C	2.000 °C	3.000 °C	3.000 °C
Ammoniak	NH ₃	1.200 °C	< 1.400 °C	1.100 °C	< 1.480 °C	< 1.700 °C
Wasserstoff trocken Taupunkt -60 °C	H ₂	1.400 °C	1.150/1.150/1.150 °C	1.800 °C DP < -28 °C	3.000 °C	1.700 °C (2.400 °C)
Wasserstoff nass Taupunkt +20 °C	H ₂	1.400 °C	1.450/1.450/1.450 °C	< 1.400 °C	< 1.350 °C	
Wasserdampf	H ₂ O	1.200 °C	1.600/1.700/1.800 °C	700 °C	700 °C	
Exogas 10 % CO ₂ 5 % CO, 15 % H ₂		1.150 °C	1.600/1.700/1.700 °C	< 1.200 °C (CO ₂)	900 °C	
Endogas 40 % H ₂ , 20 % CO		1.050 °C	1.400/1.450/1.450 °C	< 1.400 °C (CO)	900 °C	2.500 °C
Vacuum < 10 ⁻³ mbar		1.150 °C	1.150/1.150/1.150 °C	1.500 °C	2.200 °C	2.200 °C



Bild 7: Kaltwandofen KKV-140/270/2000 bis 2.200 °C, Toplader mit Wolfram-Maschenheizer, Turbopumpstand bis 10⁻⁵ mbar, Begasungs- und Abfackeleinrichtung für Wasserstoffbetrieb

Fig. 7: Cold wall furnace KKV 140/270/2000 up to 2,200 °C, toploader with tungsten mesh heater, turbomolecular pump up to 10⁻⁵ mbar, gas supply and burning device for hydrogen

Öfen mit Strahlungsschirmisolation

Kaltwandöfen mit Strahlungsschirmen (**Bild 7**) werden als Hochvakuumöfen bis 10⁻⁷ mbar, Vakuum-Härteöfen mit Gas-Schnellabschreckung, für die Wärmebehandlung und Sinterung empfindlicher Legierungen z. B. mit Niob- oder Chromanteilen sowie zum Aktivlöten eingesetzt.

Ofenkammer

Die Ofenkammer besteht aus Edelstahl und benötigt meist eine Wasserkühlung. Diese kann als Doppelmantel oder durch eine aufgeschweißte Kühlschlange ausgeführt sein. Beim Doppelmantel muss darauf geachtet werden, dass eine gerichtete Wasserführung gewährleistet ist und sich keine Stellen im Strömungsschatten oder Toträumen bilden, in denen sich Gasblasen sammeln können. Speziell letztere können durch Überhitzung zur Zerstörung des Behälters führen. Bei Verwendung einer Kühlschlange ist auf ausreichenden Wärmeübergang und vollständige Kühlung des gesamten Behälters vor allem im Türbereich zu achten.

Temperaturmessung und Regelung

Die Messung bis maximal ca. 2.100 °C kann mit Wolfram-Rhenium-Mantel-

thermoelementen erfolgen. Bei höheren Temperaturen wird mit Pyrometer gearbeitet. Eine Kombination dieser beiden Messmethoden ist sinnvoll. Mit dem Thermoelement kann der Ofen auch im unteren Temperaturbereich genau geregelt werden. Einfache Pyrometer arbeiten erst ab ca. 800 °C. Im Überlappungsbereich von Thermoelement- und Pyrometermessbereich kann die Einstellung des Pyrometers kontrolliert werden (Emissionsfaktor, geometrische Anordnung). Bei höheren Temperaturen wird das Thermoelement in die Isolation zurück gezogen. Der Einbau eines Temperaturbegrenzers mit zusätzlichen Pyrometern wird dringend empfohlen.

Isolation

Die schlechte Effektivität der Strahlungsisolation bedingt einen hohen Energieverbrauch. Ein Ofen mit Wolframmaschenheizer mit Durchmesser 200 mm und Höhe von 350 mm, bis 2.000 °C und fünf Strahlungsblechen benötigt eine Anschlussleistung von ca. 36 kW bei Vakuumbetrieb, für Argon muss mit ca. 6 %, bei Stickstoff ca. 8 % und für Betrieb unter Wasserstoff mit ca. 50 % höherer Leistung gerechnet werden. Die Zahl der Strahlungsschirme ist der Maximaltemperatur des Ofens angepasst. Üb-

lich sind sechs bis neun Schirme im Temperaturbereich von 1.600 bis 2.800 °C. Die Verluste unter Vakuum lassen sich bei kleinem Schirmblechabstand nach folgender Formel grob berechnen.

$$E = \sigma \cdot \frac{T_i^4 - T_a^4}{\left(\frac{1}{\varepsilon_i} + \frac{1}{\varepsilon_a} - 1\right) + n \cdot \frac{2}{\varepsilon_s}}$$

E = Verluste [W/m²]

σ = Stefan-Boltzmann-Konstante [5,67x10⁻⁸ W/m²]

T_i = Ofentemperatur [K]

T_a = Gehäusetemperatur [K]

n = Anzahl der Schirmbleche

ε_i = Emissionsfaktor Heizer

ε_a = Emissionsfaktor Gehäuse

ε_s = Emissionsfaktor Strahlungsschirm

Bei reinen Vakuumöfen kann der Abstand der einzelnen Schirmbleche sehr gering sein in Gasatmosphären lässt sich die Isolationswirkung durch Variation der Abstände, außen groß nach innen hin kleiner werdend, optimieren. Der Abstand wird so groß gewählt, dass die Verluste durch Wärmeleitung minimiert werden, aber klein genug, dass sich keine Konvektion der Gasatmosphäre ausbilden kann.

Die innersten Schirmbleche werden meist aus dem gleichen Material wie der Heizer gefertigt. Von innen nach außen hin kann dann auf preiswertere Materialien übergegangen werden, z. B. Wolfram-Molybdän-Inconel-Edelstahl. Die gegenüber Fasermaterial schlechte Isolationswirkung des Strahlungsschirm-Paketes hat aber auch Vorteile wenn es darum geht hohe Abkühlungsgeschwindigkeiten zu erreichen. Unterstützt wird dies durch die geringe spezifische Wärme der eingesetzten Materialien (Mo: 0,251 J/g °K bei einem spezifischen Gewicht 10,22 g/cm³ im Vergleich zu Stahl 0,449 J/g °K bei 7,8 g/cm³).

Beheizung

Die gängigsten Heizleitermaterialien sind Molybdän bis ca. 1600 °C und Wolfram bis 2400 °C. Werden höhere Temperaturen gefahren muss mit stark verkürzter Lebensdauer gerechnet werden (die Abdampfrate von Mo bei 1800 °C beträgt 3 x 10⁻² mg/cm² h). Bei Wolfram wird diese Abdampfrate erst bei 2400 °C erreicht. Die Heizelemente können aus Blechen, unge- locht, gelocht oder Streifen (**Bild 8**), aus Draht oder Maschengewebe (**Bild 9**) gefertigt werden. Bleche werden vor al-

lem bei Mo-Heizern, Gewebe bei Wolfram eingesetzt. Wegen des niedrigen Widerstands der Heizelemente sind sehr hohe Heizströme nötig, die einige 1000 A betragen können.

Öfen mit Faser- oder Stein-Isolation

Wenn die Anforderungen an das Vakuum und den Taupunkt der Ofenatmosphäre nicht zu hoch sind (Vakuum bis max. 10^{-2} bis 10^{-3} mbar) kann zur Isolation keramische Faser, Graphitfilz (bis 10^{-4} mbar, mit sehr leistungsstarken Pumpen bis 10^{-5} mbar) oder eine Ausmauerung verwendet werden (**Bilder 10 und 11**). Gängig sind keramische Fasermaterialien bis $1.800\text{ }^{\circ}\text{C}$, wie sie auch in Öfen für Betrieb an Luft verwendet werden.

Wenn in reduzierenden Gasen, speziell mit Wasserstoff bei Temperaturen über $1.600\text{ }^{\circ}\text{C}$ gearbeitet wird muss spezielles höherwertiges Fasermaterial mit geringerem SiO_2 Gehalt und höheren Al_2O_3 Gehalt verwendet werden. Herkömmliches Fasermaterial würde sich aufgrund von Reduktionsreaktionen schnell zersetzen. Wird der Ofen häufig, wie z. B. in der Nuklearindustrie über $1.700\text{ }^{\circ}\text{C}$ unter Wasserstoff betrieben, wird die innerste Isolationsschicht durch eine Ausmauerung mit Hohlkorundsteinen ersetzt, damit wird auch bei extremen Bedingungen eine längere Lebensdauer garantiert.

Graphitfilz Isolation ist in Qualitäten erhältlich, die in Kombination mit Graphit-Heizern Ofentemperaturen bis über $2.800\text{ }^{\circ}\text{C}$ zulassen. Die Abdampfraten von Kohlenstoff sind dann jedoch extrem. Die Wirksamkeit der Isolation, da mit dem Arbeitsgas in Kontakt, wird stark durch dessen Wärmeleitfähigkeit beeinflusst. Diese beträgt bei Wasserstoff und Helium abhängig von der Temperatur bis zum 7-fachen von Luft. Dies muss bei der Auslegung von Isolation und Heizern berücksichtigt werden.

Da sich Schutzgasöfen, bedingt durch Heizleiter-Material und Brenngut, erst bei relativ geringen Temperaturen öffnen lassen und eine Abkühlung der Kammer mit dem Schutzgas sehr teuer (Gasverbrauch) oder mit Gasrückkühlung aufwendig ist, muss ein Kompromiss zwischen geringem Energieverbrauch und noch tolerierbaren Abkühlzeiten bei der Auslegung der Isolation gefunden werden. Auch darf von einem heißen Ofengehäuse keine Gefahr



Bild 8: Wolfram-Bandheizer $T_{\text{max}} 3.000\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit Strahlungsschirmen und Chargentisch

Fig. 8: Tungsten-stripe heater with radiation sheets and working plate



Bild 9: Wolfram-Maschenheizer $T_{\text{max}} 2.300\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit Strahlungsschirmen

Fig. 9: Tungsten-mash heater with radiation sheets



Bild 10: HT 1600 G VAC Schutzgas/Vakuum-Ofen bis $1.600\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit 3-zoniger Regelung

Fig. 10: HT 1600 G VAC protective gas/vacuum furnace up to $1,600\text{ }^{\circ}\text{C}$ with 3-zone heating

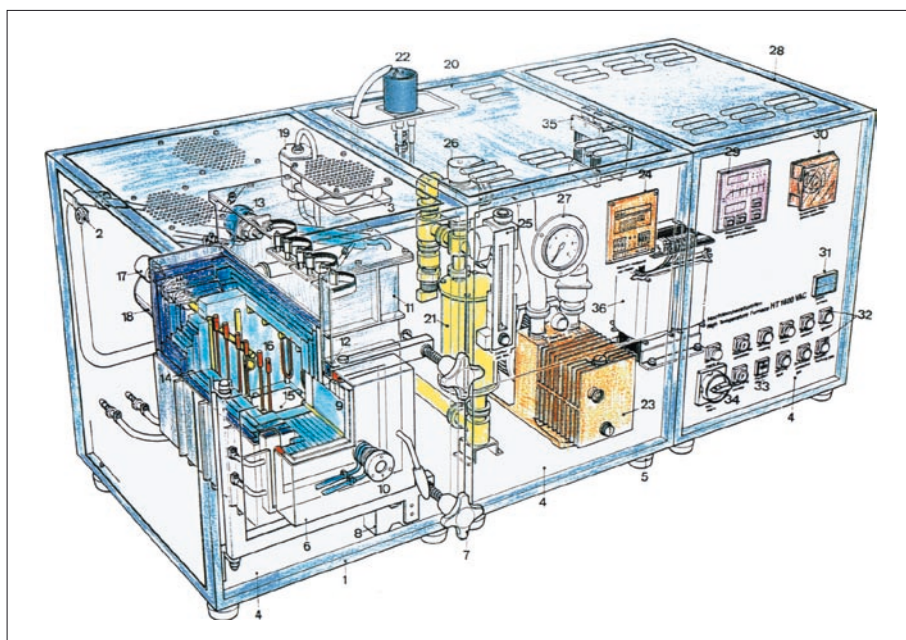


Bild 11: Schema HT 1600 Vac mit Begasung und Abfackelvorrichtung für Wasserstoffbetrieb

Fig. 11: Drawing of HT 1600VAC with gas supply and burning device for hydrogen operation

Tabelle 2: Explosionsgrenzen und Zündtemperatur von Gasen bei 20 °C und 1,013 mbar**Table 2:** Explosion limits and ignition temperature for different gases at 20 °C and 1,013 mbar

Gas	Formel	Spezifisches Gewicht (-) < Luft (+) > Luft	Untere Explosionsgrenze 20 °C, 1013 mbar	Obere Explosionsgrenze 20 °C, 1013 mbar	Zündtemperatur	Gefahr explosiv (Ex) giftig (G) Erstickung (E)
Ammoniak	NH ₃	0,72 kg/m ³ (-)	15 %	27 %	690 °C	Ex, G, E
Wasserstoff	H ₂	0,084 kg/m ³ (-)	4 %	74 %	570 °C	Ex, E
Methan	CH ₄	0,671 kg/m ³ (-)	5 %	15 %	580 °C	Ex, E
Kohlenmonoxid	CO	1,17 kg/m ³ (-)	12,5 %	74 %	630 °C	Ex, G, E
Propan	C ₃ H ₈	1,88 kg/m ³ (+)	2,2 %	9,5 %	480 °C	Ex, E
Endogas 1 C ₃ H ₈	31 % H ₂ 23 % CO 46 % N ₂	0,89 kg/m ³ (-)	7 %	72 %	560 °C	Ex, G, E
Endogas 2 CH ₄	40 % H ₂ 23 % CO 37 % N ₂	0,79 kg/m ³ (-)	7 %	72 %	560 °C	Ex, G, E
Exogas	14 % H ₂ 7 % CO 5 % N ₂	1,12 kg/m ³ (-)	17 %	72 %	560 °C	Ex, G, E
Spaltgas	25 % N ₂ 75 % H ₂	0,38 kg/m ³ (-)	3 %	72 %	530 °C	Ex, E

für den Betreiber ausgehen. Bewährt hat sich vom striktem Kaltwandprinzip abzuweichen und die gasdichte Ofenkammer außen mit einem zweiten Gehäuse zu umgeben. Die Isolationsdicke wird so gewählt, dass das Innengehäuse max. 200 °C erreicht. Diese Wärme wird durch Ventilatoren, die Luft durch den Zwischenraum zum Außengehäuse blasen, schnell abgeführt. So kann man Abkühlzeiten von ca. 1 h von 1.400 °C auf 600 °C erreichen, gleichzeitig bleibt die Oberflächentemperatur des Ofens bei max. 40 °C über Umgebungstemperatur.

Der Vorteil dieses Ofenprinzips liegt in einem um Faktor 5 geringeren Leistungsbedarf als bei einem Kaltwandofen mit Strahlungsblechen. Es bietet ebenso die Möglichkeit, bei MoSi₂ Heizern während einer Ofenfahrt auch bei Temperaturen über 1.400 °C von oxidierende auf reduzierende Atmosphäre zu wechseln. Erkauft wird dies allerdings mit Einschränkungen bei Vakuum und Taupunkt. Dafür ist die große Oberfläche der eingesetzten keramischen Faser verantwortlich. Speziell keramische Fasern sind stark hygroskopisch. Beim Öffnen des Ofens schlägt sich die Feuchtigkeit der Umgebungsluft als dünne Wasserschicht auf der Faseroberfläche nieder und wird beim nächsten Aufheizen von innen nach außen fortschreitend wieder freigesetzt. Aus diesem Grund sollten Öfen nicht über längere Zeit offen stehen, da

sich sonst erhebliche Wassermengen niederschlagen. Bei Wiederinbetriebnahme des Ofens macht sich das durch eine deutlich geringere Aufheizgeschwindigkeit sowie schlechteres Endvakuum und höheren Taupunkt bemerkbar.

Sicherheitstechnik

Alle sicherheitstechnisch relevanten Systeme müssen redundant ausgelegt sein. Die Gefahren, die bei Verwendung von Schutzgasen ausgehen können sind vor allem Vergiftung, Erstickung, Verpuffung und Explosion.

Erstickung

Bei der Verwendung von neutralen Gasen wie Stickstoff oder Argon kann bei den üblichen Spülmengen und bei guter Raumdurchlüftung keine bedrohliche Konzentration von Gas entstehen, auch wenn das Abgas direkt in den Raum geleitet wird. Zu beachten ist, dass Argon (1,784 kg/m³) deutlich schwerer und Stickstoff etwas leichter als Luft ist. Im Falle von Argon kann das in schlechtdurchlüfteten Räumen zu Problemen führen. Kohlendioxid (1,977 kg/m³) sollte grundsätzlich über einen Abzug oder direkt ins Freie abgeleitet werden. Allgemein gilt, dass Räume in denen mit Schutzgasen gearbeitet wird gut durchlüftet sein müssen. Ofenhersteller und

Endkunde sollten daher gemeinsam ein Raumluftkonzept erstellen.

Vergiftung

Von den in Schutzgasöfen eingesetzten Gasen sind vor allem Mischungen von Exo- und Endogas, die Kohlenmonoxid (CO) enthalten, gefährlich. Der MAK-Wert (Maximale Arbeitsplatz Konzentration) für CO ist mit 30 ppm vom Gesetzgeber niedrig angesetzt. Besonders gefährlich ist CO da es geruchlos ist und selbst bei geringer Konzentration in der Atemluft bei längerer Exposition durch seine hohe Affinität zum Hämoglobin (roter Blutfarbstoff) stark im Blut angereichert wird. Ammoniak (MAK: 20 ppm) ist durch seinen stechenden Geruch auch in geringsten Konzentrationen feststellbar.

Verpuffungs-Explosionsgefahr

Gase lassen sich in

- oxidierend-exotherm: Luft, Wasserdampf, Kohlendioxid,
- neutral: Stickstoff, Argon, Helium,
- reduzierend-endotharm: Wasserstoff, Kohlenmonoxid, Methan, Ammoniak usw.

unterteilen.

Mischungen von Wasserstoff und Stickstoff mit H₂-Gehalten < 5 % sind redu-

zierend, aber nicht brennfähig. Sie können daher sicherheitstechnisch wie neutrale Gase behandelt werden (**Tabelle 2**).

Um einen Ofenraum mit brennbaren Gasen füllen zu können, darf dieser keinen Sauerstoff enthalten. Dazu gibt es drei verschiedene Verfahren:

- langsames Einleiten von Brenngas bei Temperaturen über 750 °C
- Freispülen mit inertem Gas
- Evakuieren, anschließend mit Schutzgas befüllen.

Einleiten von Brenngas

Das Verfahren ist am kostengünstigsten, hat aber zwei entscheidende Nachteile. Es kann normalerweise nur bei kontinuierlichen Öfen oder bei Öfen mit Schleuse angewandt werden, da sonst das Brenngut erst an Luft bis mindestens 750 °C erwärmt werden muss. Im Brennraum darf die Verbrennungstemperatur 750 °C nicht unterschreiten. Falls ein ungünstiges Volumenverhältnis von kalten zu heißen Bereichen besteht, z. B.

wenn sich Wärmeisolation innerhalb der Schutzgaskammer befindet oder bei kontinuierlichen Öfen in deren Auslauf meist eine Kühlstrecke vorhanden ist, müssen diese eventuell separat mit neutralem Gas freigespült werden. Der Füllvorgang ist abgeschlossen wenn die aus dem Ofen austretenden Gase brennbar sind. Vor dem Öffnen des Ofens muss der Vorgang diesmal durch Einleiten von Luft wiederholt werden. Die Probleme sind die gleichen wie oben erwähnt. Zusätzlich sollte der Ofen noch längere Zeit mit Luft gespült werden um eventuell aus der Isolation austretendes Gas zu verdünnen.

Freispülen mit inertem Gas

Dies ist die meist verbreitete Methode. Vor dem Einlassen des brennbaren Gases wird der Sauerstoffgehalt im Ofen durch Spülen mit Stickstoff oder Argon auf einen Wert < 1 % gebracht.

Berechnung des Restgasgehaltes in Abhängigkeit von der Anfangskonzentration K_0 und dem Spülfaktor $S = V / V_0$:

$$K = K_0 \cdot e^{-V/V_0} = K_0 \cdot e^{-S}$$

V_0 = Kammervolumen

V = Spülgasvolumen

K_0 = Anfangskonzentration

K = Endkonzentration

Ist ein Spülgasstrom \dot{V}_{sp} vorgegeben errechnet sich die notwendige Spülzeit zum Erreichen von 1 % Restsauerstoffgehalt:

$$t = -\frac{V_0}{\dot{V}_{sp}} \cdot \ln\left(\frac{0,01}{0,21}\right) = 3 \cdot \frac{V_0}{\dot{V}_{sp}}$$

Theoretisch wäre dazu bei einem Ofen mit 1 m³ Innenvolumen V_0 (dieses entspricht nicht dem Nutzraum, sondern dem gesamten Volumen inklusive Isolation beim Heißwand- bzw. Schirmblechbereich beim Kaltwandofen) 3 m³ Spülgas nötig. Dies entspricht einem Spülfaktor von 3. Aus Sicherheitsgründen (tote Ecken, Isolation) wird jedoch mit Spülfaktor 5 gearbeitet, wobei auf einen leichten Überdruck im Ofen zu achten ist. Danach kann brennbares Schutzgas eingeleitet werden.

Die Einleitstelle für das Spülgas ist so zu wählen bzw. zu gestalten, dass der

Linn High Therm

Industrieöfen Laboröfen
Induktionserwärmung Mikrowellenerwärmung

HK 2010
Wiesbaden
13.-15.10.10
10 / 1050

6 Kanal
Fallschacht-Kammerofen 1200 °C + 6 Retortenöfen
1200 °C

Hochtemperatur-
Sonderanlagen
bis 2800 °C

Hochtemperaturöfen, Schutzgas / Vakuum,
bis 2 m³, 2000 °C

Induktionserwärmung bis 1000 kW,
Hoch- und Mittelfrequenz

Linn High Therm GmbH • Heinrich-Hertz Platz 1 • 92275 Eschenfelden / Germany
Tel: +49 9665 9140-0 • Fax: +49 9665 1720 • info@linn.de • www.linn.de

Tabelle 3: Restsauerstoffgehalt in Abhängigkeit vom Spülfaktor oder Vakuum das einen vergleichbaren Sauerstoffpartialdruck erzeugt

Table 3: Residual oxygen content depending of flushing volume and comparable vacuum with same oxygen level

Spülfaktor	Sauerstoffgehalt (%)	Vakuum (mbar)
0	21	1031
1	7,7	378
2	2,8	137
3	1	45
4	0,38	18
5	0,14	6,9
6	0,05	2,4
7	0,019	1
8	0,0007	$3 \cdot 10^{-1}$
9	0,0025	$1 \cdot 10^{-1}$
10	0,0009	$5 \cdot 10^{-2}$
16	0,000006	$3 \cdot 10^{-4}$

komplette Ofenraum und auch vor- und nachgeschaltete Einbauten (Rohre, Bubbler, Kondensatfallen) gespült werden. Am Ende der Ofenfahrt muss der Vorgang wiederholt werden um den Ofen freizuspülen. Es ist dabei zu beachten dass der Gehalt des brennbaren Gases nun 100 % beträgt und nicht 21 % (Sauerstoffgehalt Luft). Der Spülfaktor sollte deshalb auf ca. 6,5 erhöht werden (**Tabelle 3**).

Um den Vorgang zu überwachen und absolut sicher zu gestalten sind folgende Einrichtungen bzw. Überwachungsfunktionen in die Begasungseinrichtung zu integrieren:

- Überwachung der Spülzeit, des Spülgasflusses und des Spülgasvorrats (bei Flaschen). Durch induktive Überwachung eines minimalen Gasstroms (G_{\min}) im Durchflussmesser und einer minimalen Spülzeit (S_{\min}) kann durch die in der Kontrolleinheit vorab festgelegten Werte ($S_{\min} \times G_{\min} > 5 \times \text{Volumen}$) eine ausreichende Spülung gewährleistet werden. Über den Flaschendruck wird der Spülgasvorrat kontrolliert, der mindestens das 12-fache des Kammervolumens betragen muss, um den Ofen nach der Schutzgasbehandlung auch wieder freispülen zu können.
- Eine Messung des Sauerstoffrestgehalts im Ofen (Sollwert $< 1\%$) sichert auch gegen evtl. auftretende Lecks oder stärkere Sauerstoffausgasungen ab.

- Durch ein Halteventil im Gasausgang wird ein leichter Überdruck von ca. 5 bis 50 mbar im Ofen erzeugt, der verhindert, dass Luft in die Kammer eindringen kann.
- Der Schutzgasfluss wird ebenfalls überwacht. Falls z. B. beim Abkühlen der Schutzgasstrom aufhört, entsteht ein Unterdruck in der Kammer der zur Implosion bzw. zum Ansaugen von Luft in die Kammer führen kann. In beiden Fällen könnten zündfähige Gasgemische entstehen.
- Verriegelung der Tür vom Einleiten des Schutzgases bis zur Beendigung des Freispülvorgangs.
- Gassensoren an potentiell gefährdeten Stellen (Türdichtung, Begasungseinrichtung, Raumdecke).
- Notwasserversorgung, um bei Ausfall des Kühlwassers die Dichtungen nicht zu überhitzen.

Evakuieren und anschließendes Befüllen mit Schutzgas

Diese Technik kann bei Öfen angewendet werden, die neben Schutzgas auch für Vakuumbetrieb vorgesehen sind, z. B. wenn der Ofenprozess kombiniert Gas/Vakuum-Behandlung erfordert oder hochreine Atmosphäre (Partialdruck $O_2 < 10^{-6}$ mbar) benötigt wird.

Zündfähige Gemische werden bereits bei einer Vorevakuierung des Ofens auf 45 mbar vermieden. In der Praxis evakuiert man meist bis in den 10^{-1} mbar

Bereich, der sich noch leicht und schnell mit einer einstufigen Drehschieberpumpe erreichen lässt. Als zusätzliche Sicherheit schaltet man die Pumpe ab und registriert den Druckanstieg (automatischer Lecktest). Liegt dieser über einem vorgegebenen Wert, kann auf Lecks im System geschlossen werden, die vor dem Einleiten des Schutzgases behoben werden müssen. Zum Entladen muss der Ofen mit inertem Gas, wie oben beschrieben, freigespült werden. In Einzelfällen ist auch eine erneute Evakuierung denkbar, der Gasballasteingang der Vakuumpumpe muss dann an Inertgas angeschlossen werden. Die Fördermenge der Pumpe muss so gedrosselt werden, dass problemlos abgefackelt werden kann. Das Vorevakuieren einer Ofenkammer empfiehlt sich bei der Behandlung von dichten Schüttgütern oder auf Spulen gewickeltem Draht, da sich die Hohlräume nur mit großem Zeit- und Gasaufwand freispülen lassen.

Elektrisch beheizte Schutzgas und Vakuumöfen werden heute im Temperaturbereich von 100 °C bis 3.000 °C eingesetzt. Das Anwendungsspektrum erstreckt sich vom Trocken in der Halbleiterindustrie bis zur Herstellung von Spezialgraphiten. Dazwischen liegt das weite Arbeitsfeld der Wärmebehandlung von Kupferdraht, anderen Buntmetallen, Edelstahl und der Platin- und Refraktärmetalle. Für die Herstellung von Leuchtstoffen, Nanopulvern, Reinstsilizium, Nichtoxidkeramiken und viele chemische Prozesse sind Schutzgasöfen unentbehrlich. Schutzgas- und Vakuumöfen sind damit eine, wenn auch wenig bekannte, Schlüsseltechnologie unseres Zeitalters.

Dipl.-Ing. Roland Waitz
Linn High Term GmbH, Eschenfelden



Tel.: 09665 9140-20
E-Mail: waitz@linn.de

Dr. Peter Wübben
Linn High Term GmbH, Eschenfelden



Tel.: 09665 9140-0
E-Mail: wuebben@linn.de