

Moderne Laborofentechnologie

Autor. Dipl.-Ing. Roland Waitz, Linn High Therm GmbH (Germany)

Vor 30 Jahren waren die Ofenräume der Labors noch von klobigen Kästen mit Silberbronzeanstrich dominiert. NiCr Heizleiter in Draht- oder Bandform bis 900 °C und Siliziumkarbid Stäben für Temperaturen bis 1550 °C in Kombination mit Schamottinnenisolation und einer Hinterisolation aus Asbest waren der Stand der Technik.

Ofenbauern blieb meist nur die Möglichkeit, durch hohen Materialeinsatz die Verluste im stationären Betrieb zu verringern, den Betreibern, wegen der Speicherwärme der üppig verbauten Schamottesteine, Abkühlzeiten im 2-stelligen Stundenbereich in Kauf zu nehmen.

Um wenigstens die Aufheizzeiten im Rahmen zu halten wurde entsprechend Leistung installiert und auch „verbraten“ - Energieeinsparung war damals im Laborbereich noch kein großes Thema.

Der fast obligatorische Anstrich mit Silberbronze, eigentlich gedacht um die Ofenverluste zu minimieren, bewirkte Außentemperaturen die zum Spiegeleier braten ausreichten.

	Ofen 1	Ofen 2
Innenisolation	60 mm Sali 1 spez. G.: 0,2 kg/dm ³ WLF: 0,05-0,21 W/mK	124 mm L. Schamotte spez. G.: 0,9Kg/dm ³ WLF: 0,18-0,26 W/mK
Hinterisolation	40 mm Sali 1	60 mm Asbestwolle
Installierte Leistung	10 kW	20 kW
Aufheizzeit	ca. 41min	150 min
Stromverbrauch	6,8 kWh	50 kWh
Gewicht der Isolation	20 kg	125 Kg
Volumen der Isolation	80 dm ³	230 dm ³
Gehäusetemperatur	125 °C*	214 °C
Gespeicherte Wärme	23,5 MJ	165 MJ
Verluste	1270 W/m ²	2910 W/m ²

Tab. 1 Vergleich von Laboröfen mit 16 l Nutzraum (200 x 200 x 400 mm³) bei 1400 °C.

- **Durch einen Luftspalt zwischen Isolation und Gehäuse wird durch Konvektionskühlung die Außentemperatur auf <70 °C verringert.**

Ofen1 mit keramischer Wolle isoliert, Ofen 2 mit Leichtschamotte und Asbestwolle bei beiden Öfen Emissionsfaktor des Gehäuses 0,4.

Mit der Verfügbarkeit keramischer Wollen, mikroporöser Materialien und FeCrAl Heizleitern bis 1350 °C/1400 °C und MoSi₂- Heizern bis 1800 °C/1900 °C änderte sich das Bild.

LINN HIGH THERM setzte die neuen Materialien bereits vor 36 Jahren in der Laborofenbaureihe VMK ein.

Da sich Forschung, Entwicklung und auch die Produktion, für die letztendlich geforscht wird, auf immer hochwertigere Materialien fokussieren, werden die Anforderungen an die Laboröfen immer höher. Wärmebehandlungen unter Schutzgas und Vakuum sind aus der modernen Werkstoffforschung, Oberflächenbehandlung und Analytik nicht mehr wegzudenken.

Die einfachste Form des Schutzgasofens besteht darin, einen normalen Ofen mit Gas zu spülen. Man muss jedoch mit Restsauerstoffgehalten im einstelligen Prozentbereich und relativ hohen Schutzgasverbrauch rechnen. Es können jedoch aus sicherheitstechnischen Gründen keine giftigen und brennbaren Gase verwendet werden.

Als eigentliche Schutzgas-/Vakuumöfen kommen im Prinzip zwei Bauformen in Frage. Der Heißwand- und der Kaltwandofen.

Die im Laborbereich weit verbreiteten Rohröfen arbeiten nach dem Heißwandprinzip. Eine gasdichte Retorte wird in einen Ofen eingesetzt.

Der Vorteil des Rohröfens liegt in der sehr guten Temperaturngleichmäßigkeit und den hohen möglichen Einsatztemperaturen, die Nachteile im schlechten Handling und den stark eingeschränkten Aufheiz- und Abkühlzeiten bei Verwendung von keramischen Rohren.

Einsatzrohre können aus Metall, Quarzglas/Quarzgut, Keramik oder Saphir bestehen.



Bild 1 Hochtemperaturrohröfen KRISPE, Tmax 1840 °C, Saphireinsatzrohr, Kanthal Super 1900 Heizer

Rohrmaterial	Einsatztemperatur	Chemisches Verhalten	Thermoschock Empfindlichkeit	Formbarkeit	Preis
Metall	<1300 °C	-	++	+++	+++
Quarz	<1100 °C*	++	+++	++	+-
Keramik	<1750 °C**	++	-	-	+-
Saphir	bis 1900 °C	+++	+-	-	-

*> 1050 °C Rekristallisation **Vakuumdicht nur bis ca. 1400 °C

Als Sonderbauform dienen Drehrohrofen zur stationären oder kontinuierlichen Behandlung von Schüttgütern, z. B. Pulver und Granulat. Durch die Drehbewegung des Rohres wird das Schüttgut gleichzeitig transportiert und durchmischt. Reaktionen z. B. beim Kalzinieren oder Reduzieren laufen dadurch gleichmäßiger, schneller und vollständiger ab als im Kammerofen. Nachgeschaltete Entsorgungseinrichtungen wie Nachverbrennung oder Wäscher können kleiner dimensioniert werden. Durch spezielle Dichtungssysteme mit Zwischenspülung können Drehrohrofen auch unter brennbaren Atmosphären betrieben werden. LINN HIGH THERM baut Drehrohrofen vom Minidrehrohrofen mit 150 mm beheizter Länge und 25 mm Durchmesser bis zum Produktionsofen mit 6 m Länge und 500 mm Durchmesser.



Bild 2. Drehrohrofen FDHK-3-150/1500/1200-S, 3-zonig Tmax 1200 °C, Rohr D = 150, beheizte Länge 1500 mm

Laboröfen mit schutzgas/vakuumdichter rechteckiger Muffel besitzen Vorteile gegenüber dem Rohrofen mit bequemerem Handling und besserem Nutzraumangebot. Metalle sind das gängigste Material für Schutzgasretorten. Die verwendeten Legierungsqualitäten müssen der Einsatztemperatur und dem Prozess angepasst werden. Wegen ihrer guten Hochtemperaturfestigkeit werden hauptsächlich austenitische Stähle verwendet. Für spezielle Anwendungen z. B. beim Gasnitrieren und in schwefelhaltigen Atmosphären bieten ferritische Stähle jedoch Vorteile. Mit der Nickellegierung Inc 602 CA wurde der maximale Temperaturbereich inzwischen auf 1200 °C erweitert. Besonderes Augenmerk muss der Türkonstruktion gewidmet werden. Der Türflansch muss wegen des verwendeten Dichtungsmaterials gekühlt werden und entspricht daher im Aufbau eher einem Kaltwandofen. Die ideale Lösung sind Schirmbleche hin zum heißen Bereich, die für ein moderates Temperaturgefälle im Muffelmaterial sorgen, ein anschließender Isolationsstopfen zum Abbau der Resttemperatur sowie ein senkrecht herausgeführter Muffelkranz, der die durch die thermische Leitfähigkeit des Muffelmaterials bedingte Belastung der Dichtung verringert.

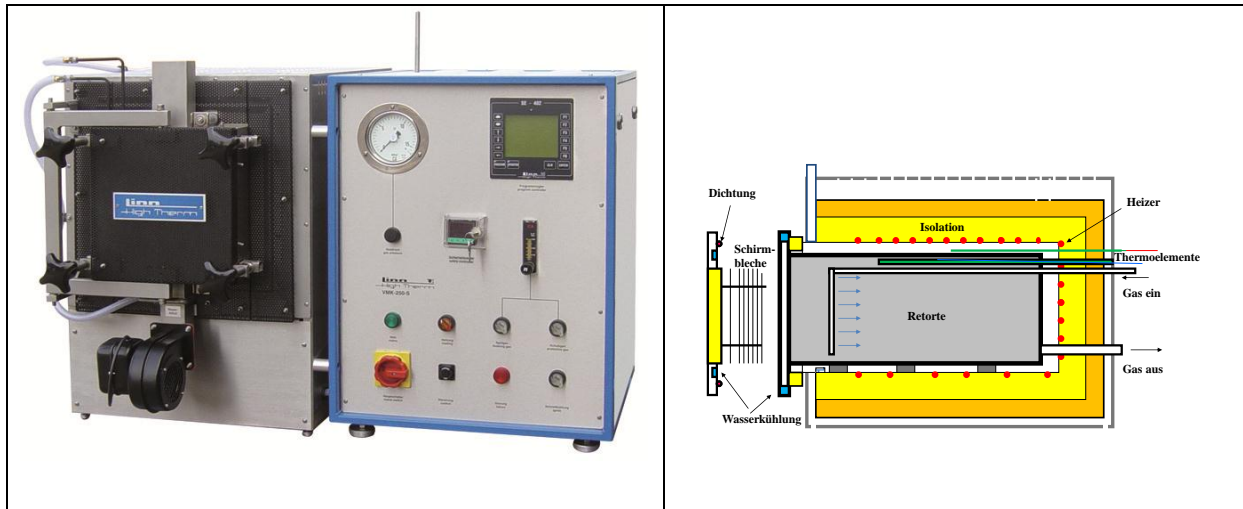


Bild 3 VMK-S 250, T_{max} = 1100 °C, Nutzvolumen 15,0 dm³, schematischer Aufbau VMK-S 250

Die höchsten Temperaturen kann man in Kaltwand-Öfen erzeugen. Man unterscheidet zwei Bauarten, den klassischen Kaltwandofen mit einer Isolation aus Strahlungsschirmen und Öfen mit einer Isolation aus keramischer Wolle oder Graphitfilz .

Bei Kaltwandöfen befinden sich Heizer und Isolation in einer gasdichten / vakuumdichten Kammer. Das heißt, die abdichtende Wand bleibt kalt, aber Isolation und Heizleiter sind der Ofenatmosphäre und Temperatur ausgesetzt. Dies muss bei der Auswahl des Materials berücksichtigt werden und kann abhängig von der Art der Charge und der Wärmebehandlung zu unterschiedlichen Ofenkonzepten führen. Als Heizleiter kommen die Refraktärmetalle wie Molybdän, Wolfram, Tantal und die auch in Luft eingesetzten Heizer wie FeCrAl und Molybdändisilid in Frage. Abhängig von der jeweiligen Atmosphäre ist die maximale Temperatur jedoch beschränkt. Die folgende Tabelle bezieht sich auf die maximale Heizleitertemperatur; die maximale Ofentemperatur muss ca. 50 °C niedriger angesetzt werden. Wird Wolfram oder Graphit bei Temperaturen über 2500 °C eingesetzt, ist die Lebensdauer stark verkürzt.

Atmosphäre	Chem. formula	APM (A1) FeCrAl	Kanthal Super 1700/1800/1900	Molybden Mo	Tungsten W	Graphit C
air	N ₂ , O ₂ , Ar	1400 °C	1700/1800/1850 °C	400 °C	400 °C	400 °C
oxigen	O ₂	1300 °C	1700/1800/1850 °C	<400 °C	<400 °C	<400 °C
nitrogen	N ₂	1200 °C	1600/1700/1800 °C	~ °C	~ 2000 °C	1700 °C
argon	Ar	1400 °C	1600/1700/1800 °C	2000 °C	3000 °C	3000 °C
Hydrogene dry Dew point -60°C	H ₂	1400 °C	1150/1150/1150 °C	1800 °C DP < -28°C	3000 °C	1000 °C (2600)

Hydrogen wet Dew point < +20°C	H₂	1400 °C	1450/1450/1450 °C	<1400 °C	<1350 °C	1000 °C
Vacuum < 10⁻³mbar		1150 °C	1150/1150/1150 °C	1500 °C	2200 °C	2200 °C

Die LINN HIGH THERM Bauserie HT1400 - HT1900 ist modular aufgebaut. Jeder Ofen kann dadurch an individuelle Kundenbedürfnisse angepasst werden. Es stehen Ausführungen von 4 l - 56 l Nutzraum und Temperaturbereiche von 1400 °C – 1820 °C - Graphit beheizt bis 2100 °C- zur Verfügung.

Optional kann zwischen verschiedenen Vakuumpumpständen, Begasungsanlagen, Abfackelung und Sicherheitseinrichtungen für den Betrieb mit explosiven Gasen gewählt werden. Durch den Einsatz moderner Regler mit SPS Ausstattung lassen sich alle notwendigen Schaltfunktionen automatisieren. Durch großzügige Leistungsauslegung und die Doppelkammerkonstruktion lassen sich schnelle Aufheiz- und Abkühlraten erzielen.



Bild 4 HT-1800 Plus G VAC, Hochtemperatur Vakuumofen, Tmax 1820 °, Kammervolumen 26 dm³, Vakuum bis 10⁻³mbar, Schutzgase: N₂,Ar

Sonderöfen mit Graphitheizern und Isolation erschließen den Temperaturbereich bis 2600 °C. Soll aber unter Hochvakuum <10⁻⁴ mbar oder bei Taupunkten < - 40 °C gearbeitet werden, baut man die Öfen mit Heizern und Strahlungsschirmblechen aus Refraktärmetallen, meist Wolfram oder Molybdän. Ein gewünschter Nebeneffekt dieser Bauweise ist die geringe Wärmespeicherung. In Kombination mit Hochdruckgasabschreckung wird diese Bauweise auch bei Vakuum-Härteöfen eingesetzt.



Bild 5 KKV 180/280/2300, Hochtemperatur Vakuumofen ,Wolframmaschenheizer, Isolation: Strahlungsbleche Wolfram,Molybdän, Tmax. 2300 °C, Kammervolumen 7,1 dm³, Vakuum bis 10⁻⁵ mbar, Schutzgase: N₂, Ar,H₂

Die extremen Eigenschaften dieser Öfen werden jedoch mit hohen Wärmeverlusten und Kühlwasserverbrauch erkauft. Dennoch, der Trend im Ofenbau heißt immer energieeffizienter, platzsparender und schneller. Die Entwicklung neuer, besserer Materialien ist dafür erforderlich. Es braucht aber auch innovationsfreudige Ofenbauer, welche die neuen, meist teureren Materialien zum Einsatz bringen und Kunden die bereit sind, für Verbesserungen auch zu zahlen. Der Laborofenbau mit vergleichsweise geringen Materialeinsatz sollte dabei eine Vorreiterrolle spielen.