

# Spezielle elektrisch widerstandsbeheizte Anlagen

## Trocknen von keramischen Bauteilen

Viele keramische Massen werden im bildsamen oder flüssigen Zustand durch Zusatz von Wasser verarbeitet. Dieses Wasser muss nach der Formgebung in einem Trocknungsprozess wieder aus dem Keramikteil entfernt werden. Dies geschieht am häufigsten durch Konvektion (Umluft). Die bewegte Luft transportiert Wärme zum Trocknungsgut und gleichzeitig die austretende Feuchtigkeit vom Gut weg.

Bei der Gestaltung eines solchen Umlufttrockners ist auf eine gleichmäßige Luftführung und eine präzise Temperaturregelung zu achten, da sonst die Gefahr der Beschädigung oder Zerstörung, besonders bei stark variierenden Wandstärken, des keramischen Trocknungsgutes besteht (die Trocknung erfolgt beim klassischen konvektiven Trocknen von außen nach innen).

Ofentechnisch sind viele Lösungen möglich. Im einfachsten Fall ist es ein Umluftofen, der über eine präzise Regeltechnik verfügt und mit Mischluft fährt, um die Luftfeuchte kontrolliert abzusenken..

Es sind aber auch kontinuierliche Lösungen möglich – als Banddurchlaufofen oder als platzsparender Paternosterofen. (Bild 1 Paternosterofen)



Bild 1: Paternosterofen 500°C (Foto Linn High Therm)

## Calzinieren von keramischen Pulvern und Granulaten

Die steigenden Anforderungen an Keramiken für den technischen, elektronischen oder medizinischen Einsatz stellen immer höhere Ansprüche an die Reinheit, Homogenität und Oberflächenbeschaffenheit der Ausgangspulver.

Optimale Eigenschaften werden nur erreicht, wenn das Gemisch eine homogene Behandlung erfährt. Das gilt sowohl für die Temperatur-Zeit-Kurve als auch für die Umgebungsatmosphäre.

Bei der einfachsten Methode werden die Ausgangspulver in keramische oder metallische Kästen, bzw. Tiegel gefüllt und im Batch-Ofen behandelt. Dieses Verfahren hat jedoch schwerwiegende Nachteile:

- hoher Energieverbrauch, lange Zykluszeiten
- Zerkleinern von Sinterkuchen
- Variation der Pulvereigenschaften



Bild 2: Schutzgasdichter Hochtemperaturkammerofen 52 Liter / 1820°C (Foto Linn High Therm)

Die Lösung ist ein Ofen mit kontinuierlichem, behälterlosem Transport, bei dem die Teilchen gleichzeitig durchmischt werden, so dass die Exposition gegenüber der Temperatur und Atmosphäre im Mittel homogen bleibt: Der Drehrohrföfen.

Bei gasbeheizten Drehrohrföfen wird das Rohr im Gegensatz zu elektrisch beheizten auch von innen heraus erwärmt. Dadurch dient das Rohr selbst als Wärmeisolation, so dass es außen relativ kühl bleibt und überall frei zugänglich ist. Die Materialauswahl und die Möglichkeiten zu mechanischer Lagerung, Antrieb, etc. sind kaum beschränkt.

Gasbeheizte Öfen benötigen jedoch hohen Infrastrukturaufwand und sind, was Reinheit der Atmosphäre und Gasstrom anbelangt, nicht gut steuerbar.

Für Versuchs-, Technikums- und kleinere Produktionsöfen sind elektrisch beheizte Drehrohrföfen die geeignetere Wahl. Die Grenzen bei keramischen plasmagespritzten Rohren

liegen etwa bei  $D_{\max} = 500 \text{ mm}$  und  $L_{\text{beheizt}} = 5 \text{ m}$ . Bei metallischen Rohren können die maximalen Größen bei Temperaturen  $< 600^\circ\text{C}$  auch höher liegen. (Bild 3 Hochtemperaturdrehrohröfen)

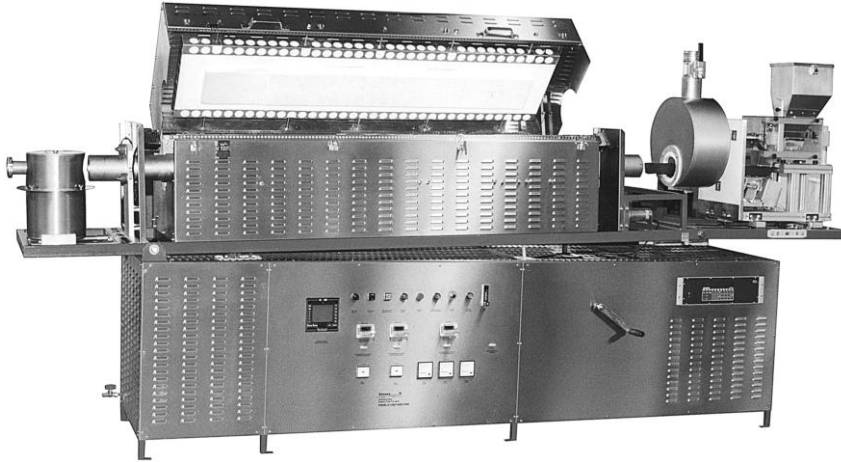


Bild 3: Hochtemperaturdrehrohröfen  $1600^\circ\text{C}$  (Foto Linn High Therm)

Bei Mikrowellen- und Mikrowellenhybrid-Drehrohröfen werden Quarzglasrohre oder Keramikrohre verwendet. Muss ein Metallrohr verwendet werden so kann die Mikrowelleneinspeisung nur durch die Stirnseiten des Rohres realisiert werden. Diese Anwendung ist auf Grund der zu hohen Leistungsdichte im Wirkungsraum, auf kleine bis mittlere Leistungen beschränkt. Bei den Mikrowellenhybrid-Drehrohröfen findet zusätzlich eine konventionelle Beheizung statt, wobei in der Regel eine Gas- oder Widerstandbeheizung verwendet wird.

### **Rohr**

Je nach Temperatur und Brenngut können verschiedene Rohrtypen zum Einsatz kommen. Möglicher Abrieb und Verunreinigung des Brenngutes und Reaktionen sind zu berücksichtigen. Bei Pulvern muss zur Vermeidung des „Anbackens“ eine zusätzliche Abstreifvorrichtung eingebaut werden.

### Metallische Rohre

Gängige Materialien sind 1.4841 bis  $1050^\circ\text{C}$  (Versprödungsneigung bei ausschließlichem Betrieb zwischen  $700\text{-}850^\circ\text{C}$ ), 1.4828 bis  $950^\circ\text{C}$ , Inconel bis  $1150^\circ\text{C}$  und neuerdings APM<sup>®</sup> (FeCrAl) bis  $1300^\circ\text{C}$ . Metallrohre sind mechanisch robust, erlauben hohe Aufheiz- und Abkühlraten, die Einbauten z. B. Schnecken und Abstreifer sind relativ einfach realisierbar. Die geringe Härte kann aber durch Abrieb zur Verunreinigung des Brenngutes führen, da metallische Hochtemperaturwerkstoffe relativ viele und z.T. auch kritische Legierungsbestandteile, z.B. Ni, enthalten.

Quarz/Quarzgut  $T_{\max}$  für Quarz ist  $1050^\circ\text{C}$ . Die Rohre können auch noch bei höheren Temperaturen eingesetzt werden. Beim Abkühlen unter  $700^\circ\text{C}$  tritt eine Rekristallisation ein, die bis zur Zerstörung des Einsatzrohres führen kann. Die Zyklenzahl und Lebensdauer lässt sich nur schwer vorhersagen, da sie stark von externen Parametern wie z.B. der Luftfeuchtigkeit abhängt. Quarzglas als bevorzugtes Material der Halbleiterindustrie ist in

hochreiner Form lieferbar. Eine Kontamination des Brenngutes ist nahezu ausgeschlossen. Weiterhin hat Quarz ein extrem gutes Thermoschockverhalten.

### Keramik

Keramische Rohre haben hohe Abriebsbeständigkeit, die enthaltenen Stoffe sind eher unkritisch und es können hohe Einsatztemperaturen bis 1750°C gefahren werden. Mit den teureren Plasma gespritzten Rohen lassen sich größere Dimensionen realisieren. Eingesetzt werden meist Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Werkstoffe je nach Temperatur mit steigenden Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalten zwischen 60-99.7%. In speziellen Fällen macht auch der Einsatz von SiC-Rohren Sinn. Die hohe thermische Leitfähigkeit bewirkt eine gute Wärmeübertragung bei hohen Durchsätzen und lässt höhere Aufheizraten zu. Für Aluminiumoxidrohre liegen die max. Aufheizraten bei dicht gesinterten Qualitäten bei 120-360 K/h bis 1200°C, darüber bei 180-360 K/h.

**Heizer:** Da bei den gängigen Bauformen die Heizer der Umgebungsluft exponiert sind, werden die aus dem normalen Ofenbau bekannten Materialien eingesetzt. FeCrAl (APM<sup>®</sup>) bis 1400°C, MoSi<sub>2</sub> bis 1850°C Heizleitertemperatur. Die max. Temperatur im Rohr ist ca. 50-100°C niedriger anzusetzen.

Die Heizung ist meist mehrzonig, da im Drehrohr verschiedene Reaktionen ablaufen: Die Aufheizphase mit Trocknung des Pulvers mit relativ hohem Energiebedarf, einer Zone, in der exotherme oder endotherme Reaktionen ablaufen können und einer Halte- oder Abkühlphase, bei der nur Wärmeverluste ausgeglichen oder sogar gekühlt werden müssen. Für eine gute Temperaturgleichmäßigkeit sind 3-Zonen bei kleineren Aggregaten meist ausreichend.

**Auslegung:** Der übliche Füllgrad für Drehrohröfen liegt bei ca. 10% des Drehrohrvolumens. Je nach Art und Form des Brenngutes (Pulver, Granulat, Blättchen) kann der Füllgrad aber auch stark davon abweichen.

**Beschickung:** Die Dosierung und Beschickung erfolgt über Rüttler oder eine Förderschnecke. Rüttler erfordern neben einer Frequenzsteuerung meist zusätzliche flexible mechanische Einbauten um Fördermengen exakt einzustellen.

**Transport und Antrieb:** Der Antrieb erfolgt über einen frequenzgesteuerten Drehstrommotor. Die Durchlaufzeit lässt sich stufenlos über Drehzahl (1-10 min<sup>-1</sup>) und Anstellwinkel (1-20°) variieren.

## **Entbindern von keramischen Bauteilen**

Neben den klassischen Verfahren hat sich in den letzten Jahren für die Massenproduktion kleiner, komplex geformter keramischer Teile die CIM (Ceramic Injection Moulding) Technologie durchgesetzt. Ein Grund dafür war die erhebliche Verkürzung der Entbinderungszeiten durch neuartige organische Bindersysteme. Es können 3 Technologien unterschieden werden - Thermisches-, Lösungs- und Katalytisches Entbindern.

Allen drei genannten Verfahren ist gemeinsam, dass meist ca. 0,5 – 3 % des Binders im Werkstück verbleibt, um so die mechanische Festigkeit bis zum Sintern zu gewährleisten.

### **Thermisches Entbindern.**

Keramischen Pulvern werden zur Plastifizierung organische Bindemittel beigelegt. Diese müssen vor dem Brenn- oder Sinterprozess wieder ausgetrieben werden. Das geschieht in der Regel im Temperaturbereich zwischen 200°C und 700°C.

Oxidkeramiken werden meist in einfachen Öfen unter normaler Atmosphäre entbindert. Wichtig ist dennoch eine gute Abdichtung des Ofenraumes und die Möglichkeit aktiv abzusaugen oder bei Bedarf vorgewärmte Luft einzublasen. Eine Luftumwälzung gewährleistet homogene Temperaturen und den schnellen Abtransport der Zerfallsprodukte. (Bild 4 Umluftkammerofen)



Bild 4: Umluftkammerofen 0,6 m<sup>3</sup> / 550°C (Foto Linn High Therm)

Für Nichtoxide ist eine Schutzgasatmosphäre, meist Stickstoff, Argon oder auch Formiergase mit kleinem Wasserstoffanteil notwendig. Als Schutzgasofen wird ein Retortenofen verwendet. Da beim Entbindern unter Sauerstoffausschluss meist hochmolekulare Abgase entstehen, die schon bei relativ hohen Temperaturen wieder kondensieren, muss eine Kühlfalle direkt im Gasausgang des Ofens vorgesehen sein. Im industriellen Einsatz wird wegen der hohen Entsorgungskosten eine direkte Nachverbrennung bevorzugt. Eine Gasumwälzung ist wegen der kondensierbaren Abgase dringend erforderlich. Diese gewährleistet auch die erforderliche Temperaturgleichmäßigkeit im unteren Temperaturbereich bis 500°C. Für höhere Temperaturen, z.B. wenn das Entbindern mit einer Vorsinterung kombiniert wird, ist wegen des hier überwiegenden Wärmetransportes durch Strahlung eine mehrzonige Regelung des Ofens anzuraten. (Bild 5 Schutzgasdichter Kammerofen)



Bild 5: Schutzgasdichter Kammerofen 480 Liter / 1100°C (Foto Linn High Therm)

### **Katalytisches Entbindern:**

Bei dieser Technologie mit Arbeitstemperaturen um 120 °C und Gasumwälzung lassen sich auch relativ große Teile in überschaubaren Zeiträumen entbindern. Neben einer Dosierpumpe für den Katalysator (rauchende Salpetersäure) ist auch eine gasbeheizte Nachverbrennung notwendig, die sich nur bei kleineren Einheiten in geschlossenen Räumen durchführen lässt. Große Anlagen arbeiten mit genehmigungspflichtigen Abfackeleinrichtungen über Dach.

### **Sintern von keramischen Bauteilen**

Das Sintern ist bei der Keramikfertigung der Prozess, bei dem durch Wärmeeinwirkung eine Wandlung vom porösen Rohling geringer mechanischer Festigkeit zu einem dichten Werkstück höherer mechanischer Festigkeit erfolgt. Der Sinterbereich liegt meist bei ca. 70-80 % der Schmelztemperatur der betreffenden Stoffe.

Für das Brennen oder Sintern kommen im wesentlichen folgende Ofentypen in Frage:

- Kammeröfen für die universelle Anwendung
- Rollendurchlauföfen für den kontinuierlichen Prozess
- Herdwagenöfen für bequemes Beschicken und Entladen
- Haubenöfen für schwierige Aufbauten (der beladene Boden ist stationär).
- Elevatoröfen für sehr gleichmäßige Temperaturverteilung durch vierseitige Beheizung und ein wirtschaftliches Beschicken, da parallel zum Ofenzyklus ein Wechselboden ergonomisch beschickt werden kann. Da das Abkühlen der Charge im Ofen gerade im unteren Temperaturbereich verhältnismäßig langsam erfolgt, für viele Keramiken aber die Abkühlgeschwindigkeit unterhalb 500 °C unkritisch ist, kann beim

Elevatorofen das Gut bei 500 °C gefahrlos und bequem entnommen werden. Eine hohe Chargenfrequenz wird so erreicht.

Bei allen diesen Ofentypen gelingen durch mehrzonige Regelungen gleichmäßige Temperaturverteilungen ( $\pm 5$  K und besser).

Zum Sintern von Nitriden, Karbiden und manchmal auch Oxidkeramiken werden die oben aufgeführten Ofentypen als Schutzgas- und diskontinuierlichen Vakuumofenanlagen bis  $10^{-5}$  mbar realisiert. Weiterhin verlangen keramische Sonderwerkstoffe wie Piezo-, Kondensator-, Bio- oder Transparentkeramik, spezielle Ofenatmosphären, z.B. Wasserstoff, Stickstoff etc. Modifizierte Ausführungen mit Ofenkammern für Überdruck bis 200 bar und Temperaturen bis über  $2000^{\circ}\text{C}$  sind für spezielle Anforderungen erforderlich. (Bild 6 Hochdruckkammerofen)



Bild 6: Hochdruckkammerofen 25 bar /  $1800^{\circ}\text{C}$  (Foto Linn High Therm)