

0 1000 2000 3000

2200°C

Wärmebehandlung bei niedrigen Drücken

Hochtemperatur Vakuumöfen erlauben die Wärmebehandlung von Proben bei niedrigen Drücken (bis 10^{-6} mbar) sowie unter speziell einstellbaren Partialgasatmosphären. Beim Konzept „Bottom Loader“ wird der Boden zum Beschicken abgesenkt und aus dem Ofen herausgefahren. Danach kann der Boden nach vorne geschwenkt werden. Das erleichtert die Beschickung, da das Nutzvolumen von allen Seiten zugänglich ist. Außerdem können beispielsweise Probenthermoelemente punktgenau platziert werden.

CARBOLITE GERO bietet die Baureihe HTBL von 50 bis 200 l Nutzraum und für Temperaturen bis 2.200 °C an. Die Öfen sind für den Vakuumbetrieb ausgelegt. Jeder beliebige Druck zwischen 10 und 1.000 mbar Absolutdruck kann durch eine integrierte Druckregelung mit einer Genauigkeit von etwa ± 2 mbar geregelt werden. Diese Druckregelung funktioniert unabhängig von der eingeleiteten Gasmenge, die in jedem Prozessschritt neu definiert werden kann. So können beispielhaft bei niedrigem Druck hohe oder niedrige Gasmengen durchgeleitet werden. Die Druckregelung gleicht die entsprechenden Schwankungen aus.

Für hohe Prozesssicherheit wurden die Öfen zusätzlich mit redundanten Thermoelementen und Pyrometern ausgestattet. Die Steuerung führt selbständig Plausibilitätsprüfungen durch und würde bei unwahrscheinlichen Messergebnissen der Pyrometer oder Thermoelemente auf die redundante Messeinrichtung umschalten. Thermoelemente werden im Bereich von Raumtemperatur bis 1200 °C eingesetzt. Oberhalb dieser Temperatur werden alle Thermoelemente zu deren Schutz automatisch aus dem Ofen gezogen, die Umschaltung auf die Pyrometer erfolgt automatisch. Die Pyrometer haben einen Messbereich von 350 °C bis 2.200 °C. Durch die Verwendung von 4 unabhängigen Pyrometern pro Anlage kann die Probe präzise überwacht und der Temperaturverlauf protokolliert werden. In Verbindung mit einer modernen Siemens-Steuerung S7-300 (SPS) lassen sich anspruchsvolle thermische Prozesse zuverlässig programmieren, überwachen und steuern. Die Visualisierung erfolgt am anlageninternen PC Bildschirm (WIN CC).

FEATURES

- ▶ Wassergekühlter Behälter mit Nutzvolumina bis 200l
- ▶ Erhältlich in Graphit- sowie metallischen Ausführungen je nach gewünschter Atmosphärenreinheit, Maximaltemperatur und Querkontamination mit der Probe
- ▶ Hochvakuum bis 5×10^{-6} mbar
- ▶ Wasserstoff-Partialdruck zwischen 10 und 1000 mbar möglich
- ▶ Hochreiner Prozessraum
- ▶ Probe von allen Seiten zugänglich

Anwendungsbeispiele HTBL

Härten, Anlassen / Glühen, Tempern, Abschrecken, Löten, Entgasen, Pyrolyse, Silizieren, Carbonisieren, Rapid Prototyping, Sintern, Entbindern, Synthese, Sublimation, Trocknen

Synergie zwischen Großforschungseinrichtung und Industrie

CARBOLITE GERO hat in Zusammenarbeit mit dem Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR) in Stuttgart zwei Hochtemperatur-Vakuumöfen für die industrielle Fertigung von C/C-SiC Bauteilen mittels Pyrolyse und Silizierung für die norwegische Firma Nammo Raufoss AS gebaut.

Die Anlagen sind in der Lage, die Hochtemperaturprozesse der Fertigung von thermisch und mechanisch extrem belasteten Funktionsbauteilen aus faserverstärkter Keramik durchzuführen.

MATERIAL

Der fertige C/C-SiC Werkstoff besteht aus lasttragenden C/C-Bündeln, eingebettet in eine SiC-Matrix. Charakteristische Eigenschaften von C/C-SiC Werkstoffen sind:

- Sehr hohe Temperatur- und Thermoschockfestigkeit
- Schadenstolerant (nicht sprödbrechend)
- Hohe mechanische Festigkeiten bei hohen Temperaturen
- Geringe Dichte (1,9 g/cm³)
- Sehr hohe Abrasions- und Korrosionsfestigkeit
- Sehr geringe thermische Ausdehnung
- Innerer Oxidationsschutz

VERFAHREN

- 1 Nach dem Mischen der Kohlenstofffasern mit Harz (meistens Phenolharze) werden die Bauteile in eine Grobform gepresst und bei ca. 190 °C polymerisiert.
- 2 Im nächsten Schritt werden diese Bauteile in einem Schutzgas- bzw. Vakuumofen pyrolysiert/carbonisiert. Beim Erwärmen unter Stickstoff werden die Pyrolyseabgase aus dem Bauteil entfernt und in einer Abfackelvorrichtung vollständig verbrannt. Die separate Heizung der Gasführung bis zur Fackel verhindert dabei unerwünschte Ablagerungen. Bei ca. 900 °C erfolgt ein Wechsel von der Stickstoffatmosphäre auf Vakuum und die Carbonisierung wird bis zu einer maximalen Temperatur von 1.650 °C durchgeführt.
- 3 Nach dem Abkühlen werden die durch die Pyrolyse entstandenen offenporösen C/C (carbon/carbon) Bauteile zur Qualitätskontrolle aus dem Ofen entnommen.
- 4 Die C/C-Bauteile werden anschließend in Stapeltiegeln auf der Grundplatte des Silizierungsovens aufgestapelt. In den Stapeltiegeln wird zusätzlich zum Bauteil noch die erforderliche Menge Silizium für die Silizierung in



HTBL 50 GR

Form eines Granulats mit eingewogen. Eine darüber angeordnete Retorte schützt den Ofen vor dem Siliziumdampf bei Arbeitstemperatur. Die eigentliche Silizierung erfolgt bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes von Silizium etwa bei 1.650 °C. Der Prozess wird unter Vakuum gefahren. Das flüssige Silizium infiltrierte das poröse C/C-Bauteil rein über Kapillarkräfte und durchtränkt das Bauteil vollständig. Das Silizium reagiert an den inneren Kontaktflächen mit einem geringen Teil des Kohlenstoffs zu SiC.

BESONDERHEITEN

Durch das Bottom Loader Konzept mit zusätzlicher Bodenheizung ist eine sehr gute Temperaturverteilung in den Öfen gewährleistet. Durch die Verwendung einer Graphitretorte lässt sich die Gasführung so einstellen, dass Verschmutzungen weitgehend vermieden werden. Selbst die Gasauslassleitungen müssen nicht gereinigt werden. Alle Pyrolyseprodukte werden verbrannt. Durch den vollautomatischen Programmablauf beschränkt sich die Bedienung fast ausschließlich auf das Be- und Entladen.