

Hochtemperatur-Druckofen

Autor(en): **Busch, G. / Hulliger, F. / Winkler, U.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Helvetica Physica Acta**

Band (Jahr): **27 (1954)**

Heft I

PDF erstellt am: **10.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-112505>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Hochtemperatur-Druckofen

von G. Busch, F. Hulliger und U. Winkler.

Physikalisches Institut der ETH., Zürich.

(16. I. 1954.)

Zum Ausglühen von Graphit und zur Herstellung von Sinterprodukten sowie hochschmelzender Legierungen und intermetallischer Verbindungen aus leicht verdampfenden Komponenten wurde ein Ofen für Temperaturen bis 3000°C gebaut. Die Bedingungen an den Ofen, welche die genannten verschiedenartigen Verwendungszwecke erfordern, wurden mit den folgenden Daten erfüllt:

1. Höchsttemperatur 2800°C unter Vakuum bei einer gegebenen maximalen Leistung von 30 kW.

2. Betrieb unter Vakuum (Vorvakuum) – z. B. zum Ausglühen von Graphit – oder mit Drücken bis 10 atü Schutzatmosphäre (Argon oder Stickstoff) zur Herstellung intermetallischer Verbindungen und hochschmelzender Legierungen.

3. Kurze Anheizzeit zur Vermeidung des Verdampfens von Schmelzgut mit hoher Verdampfungsgeschwindigkeit.

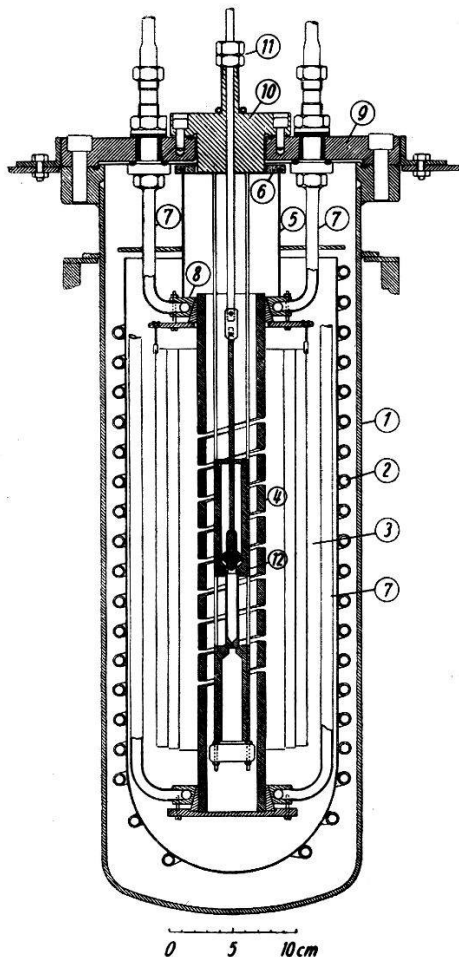
4. Konstanz der eingestellten Temperatur ($\Delta T \approx 25^\circ\text{C}$) während mehrerer Stunden (Tempern, Sintern).

Fig. 1 zeigt einen Querschnitt des Ofens: Der Autoklav besteht aus einem geschweissten Stahltopf (1) von 600 mm Höhe, 200 mm Durchmesser und 4 mm Wandstärke, einem 20 mm dicken, aufgeschraubten Deckel (9) und einem verschraubbaren, die Schmelzvorrichtung tragenden Ofendeckel (10). Der Stahltopfdeckel (9) ist durch eine Eisenplatte fest mit dem den Ofen tragenden Gestell verbunden, während der Stahltopf (1) und sämtliche Zuleitungen des Ofens leicht losgeschraubt werden können. Seitliche Führungen und ein Gegengewicht zum Stahltopf ermöglichen ein bequemes Demontieren des Ofens.

Das Heizelement des Ofens ist, in Anlehnung an das Konstruktionsprinzip von ARSEM¹⁾, ein 420 mm langes Graphitrohr (4) (40 mm \times 55 mm), das in der Mitte auf einer Länge von 220 mm

spiralförmig ausgefräst ist. Dadurch wird in der Mitte des Rohres eine erhebliche Vergrößerung des Widerstandes erreicht und die heisse Zone auf das Mittelstück des Graphitrohres beschränkt. Ausserdem wird die Wärmeausdehnung von der federnden Spirale aufgenommen.

Die Graphitspirale wird mit 0,5 bis 30 kVA geheizt. Diese Leistung wird von einem Generator geliefert*), dessen Spannung durch einen Regeltransformator auf maximal 70 Volt heruntersetzt wird.



1. Verschweisster Stahltopf.
2. Kupfermantel mit aufgelöteten Kühlspiralen.
3. Strahlungsschutzschirme aus Molybdän.
4. Graphitspirale (Heizelement).
5. Strahlungsschutzmantel aus Kupfer.
6. Aufhänger aus Aluminiumoxyd (Degussit).
7. Elektrische Zuleitungen (wassergekühlt).
8. Halterung des Graphitrohrs.
9. Stahltopfdeckel.
10. Ofendeckel mit Tiegelaufhängung.
11. Stopfbüchse.
12. Schmelzsystem.

Fig. 1.

Querschnitt des Ofens.

Bei Höchstbelastung fließen ca. 450 Amp. durch den Ofen. Der Widerstand des Heizkreises beträgt 0,15 Ohm, wovon 97% auf den eigentlichen Heizraum entfallen. Durch die abschirmende Wirkung von drei konzentrisch angeordneten Strahlungsschutzzyklern aus Molybdän (3) erreicht man eine Temperatur, die mindestens der dreifachen Leistung ohne Strahlungsschutz entsprechen würde, wie

*) Wir danken Herrn Prof. ED. GERECKE, Elektrotechnisches Institut der ETH., für die leihweise Überlassung einer Generatorgruppe und Herrn dipl. el. ing. A. RUFELI für seine Mithilfe an der Installation.

folgende Abschätzung zeigt: Es seien r_1 der Radius des Graphitrohres, r_2 , r_3 und r_4 die Radien der Strahlungsschirme und r_5 der Radius des wassergekühlten Kupferzylinders (2). Ω_{ik} bezeichne den Winkel, unter welchem man den i -ten Zylinder vom k -ten aus sieht. Die auf den Kühlmantel übertragene Leistung ohne Schutzzylinder ist²⁾:

$$L_0 = \frac{\sigma A_1 A_5 \left[F_1 T_1^4 - \frac{\Omega_{15}}{\pi} F_5 T_5^4 \right]}{A_5 + \frac{\Omega_{15}}{\pi} A_1 (1 - A_5)} \approx \frac{\sigma A_1 A_5 F_1 T_1^4}{A_5 + \frac{\Omega_{15}}{\pi} A_1 [1 - A_5]}.$$

Bedeutet L_{ik} die Energie, die von F_i nach F_k fließt, so ist

$$L_{ik} = \frac{2 \pi l \sigma A_i A_k \left[r_i T_i^4 - \frac{\Omega_{ik}}{\pi} r_k T_k^4 \right]}{A_k + \frac{\Omega_{ik}}{\pi} A_i [1 - A_k]}.$$

Im thermischen Gleichgewicht ist $L_{12} = L_{23} = L_{34} = L_{45}$. Daraus folgt unter Vernachlässigung des Gliedes $\frac{\Omega_{45}}{\pi} F_5 T_5^4$:

$$L_0 \approx \frac{1}{4} \sigma A_1 F_1 T_1^4 < \frac{1}{3} L_0.$$

Bei der Berechnung wurden für die Absorptionsvermögen $A_1 = 0,8$ (Graphit) und $A_2 = A_3 = A_4 = A_5 = 0,4$ gesetzt³⁾. Die Radien sind:

$$\begin{aligned} r_1 &= 27 \text{ mm} & r_2 &= 42 \text{ mm} & r_3 &= 51 \text{ mm} \\ r_4 &= 60 \text{ mm} & r_5 &= 85 \text{ mm}. \end{aligned}$$

Die strahlende Graphitfläche misst 330 cm^2 . Nach dieser Abschätzung erreicht der innerste Strahlungsschirm im stationären Fall die Temperatur $T_2 = 0,96 T_1$. Berücksichtigt man noch die Wärmeableitung durch das Graphitrohr, so lautet die Energiebilanz:

$$L_{\text{Spirale}} \approx \frac{1}{4} \sigma A_1 F_1 T_1^4 + \frac{2 \lambda Q}{l} [T_1 - T_5] = 0,97 L$$

und damit die Leistung in kW:

$$\begin{aligned} L_{\text{kW}} &\approx 0,39 \cdot 10^{-12} T_1^4 + 1,68 \cdot 10^{-3} (T_1 - T_5), \\ \sigma &= 5,75 \cdot 10^{-12} \text{ Wattcm}^{-2}\text{grad}^{-4}, \quad \lambda = 0,2 \text{ cal cm}^{-1}\text{grad}^{-1}\text{sek}^{-1}, \\ Q &= 10,5 \text{ cm}^2, \quad l = 10 \text{ cm}. \end{aligned}$$

Fig. 2 zeigt die berechneten und die experimentellen Werte. Mit 30 kVA liessen sich im Vakuum 2800°C erreichen. Unter 10 atü Argondruck erniedrigt sich die Höchsttemperatur auf 2300°C . Für Temperaturen bis 1900°C unter Vakuum genügt die Leistung des Hausnetzes von 10 kVA (220 Volt).

Wegen der hohen Heizleistung wurden für die Stromzuführungen (7) je zwei wasserdurchflossene Kupferrohre ($8 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$) verwendet, die zugleich als Halterung der Graphitspirale dienen. Den Kontakt zwischen dem an den Enden elektrolytisch verkupferten Graphitrohr und dem wassergekühlten Kupferring (17) der

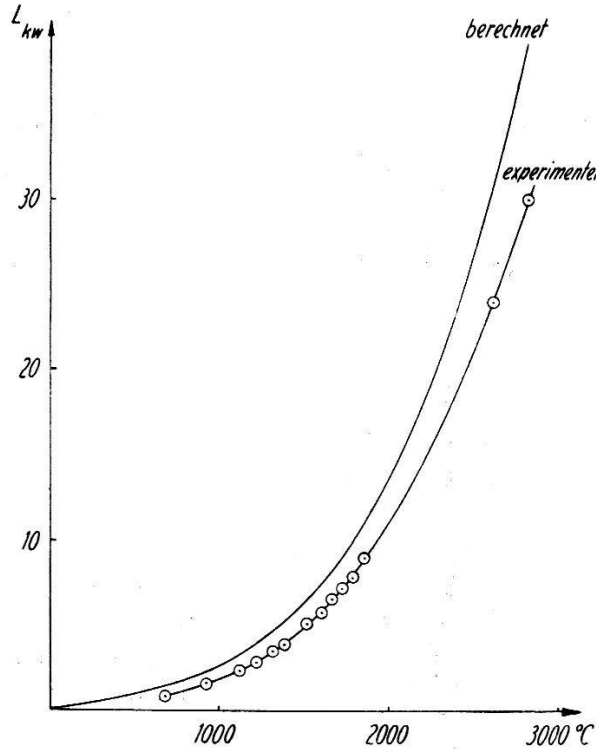


Fig. 2.

Heizleistung in Funktion der Temperatur.

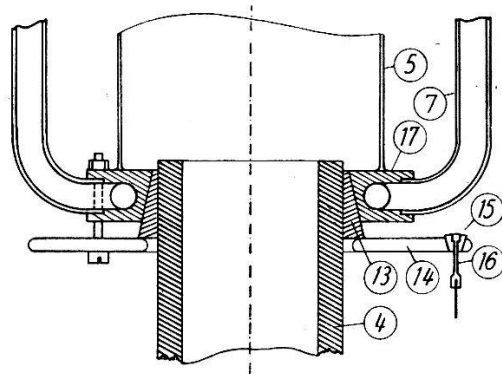
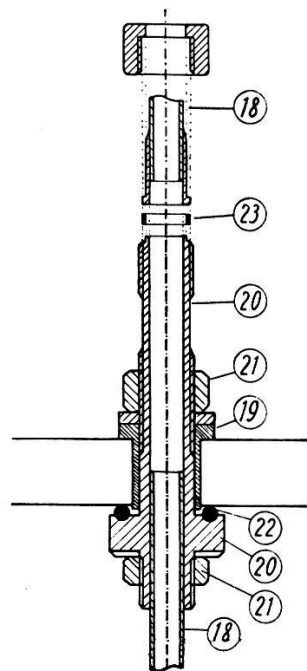


Fig. 3.

Halterung der Graphitspirale.

- 13. Zweiteiliger Kupferkonus.
- 14. Eiserne Ringscheibe zur Aufhängung der Strahlungsschirme.
- 15. Degussiteinlage zur elektrischen und Wärmeisolation.
- 16. Molybdänhaften.
- 17. Konischer Kupferring.

Stromzuführung (7) bildet ein zweiteiliger Kupferkonus (13). Eine eiserne Ringscheibe (14), welche den Kupferkonus (17) an das Graphitrohr presst, trägt die drei Strahlungsschirme (3) an je drei Molybdänhaften (16) durch eine Aluminiumoxydeinlage (15) (Degussit) elektrisch isoliert. Als Wärmeschutz dienen auch ein auf den obern Kupferring (17) aufgelöteter Kupfermantel (5) und eine horizontale, an die Kupferrohre der obern Stromzuführung angelötete Kupferscheibe, die beim Heizen unter Druck das Zirkulieren der heissen Gase verhindern. Das ganze System ist von einem Kupfer- topf (2) mit aufgelöteten Kühlspiralen umgeben. Beim Heizen unter



- 18. Wassergekühltes Kupferrohr als Stromleitung.
- 19. Hartgummihülse zur elektrischen Isolation.
- 20. Verbindungsstück aus Messing.
- 21. Gegenmuttern.
- 22. Gummidichtungsring.
- 23. Bleidichtung.

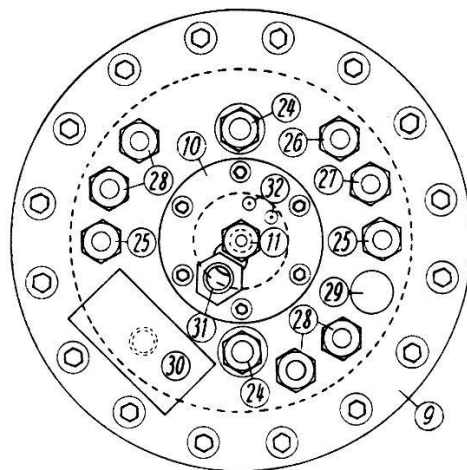
Fig. 4.

Isolierte Durchführung für den Heizstrom.

Vakuum und besonders unter Druck sowie zur raschen Abkühlung des Ofens können pro Minute 60 l Kühlwasser durch den Ofen geschickt werden. Das Wasser erwärmt sich dabei um weniger als 10°C.

Die isolierte Stromdurchführung (7) durch den Deckel (9) ist in Fig. 4 dargestellt. Eine Hartgummihülse (19) trennt das Verbindungsstück (20) vom Deckel. Das zur Graphitspirale führende Kupferrohr (18) ist in das Verbindungsstück (20) eingelötet, während die Stromzuführung vom Transformator unter Verwendung einer Bleidichtung (23) mit dem Verbindungsstück verschraubt ist. Ein Gummiring (22) zwischen dem Flansch des Verbindungsstückes und dem Deckel (9) schliesst das Topfinnere druck- und vakuumdicht ab. Bei den übrigen Durchführungen sind die Kupferrohre beidseitig an das Verbindungsstück angeschraubt. An Stelle des Gummiringes wurden beidseitig Kupfer-Asbest-Scheiben verwendet, wobei

die inneren mit Araldit abgedichtet sind. Fig. 5 zeigt den Stahltopfdeckel mit den verschiedenen Durchführungen und Armaturen.



0 5 10 cm

Fig. 5.

Autoklavdeckel.

- | | |
|--|-----------------------------|
| 24. Isolierte elektr. Anschlüsse (Fig. 4). | 29. Sicherheitsventil. |
| 25. Geerdete elektrische Anschlüsse. | 30. Manometer. |
| 26. Vakuumanschlussrohr. | 31. Schauglas. |
| 27. Schutzgaseinlassrohr. | 32. Kovardurchführungen für |
| 28. Kühlwasseranschlüsse. | Thermoelement. |

Fig. 6 zeigt den Ofendeckel im Schnitt. Der wassergekühlte Deckel (10) besitzt zwei Kovardurchführungen (32) für das Thermoelement (Pt-Pt_{10%}Rh), einen in die Ofenmitte gerichteten Stutzen mit einem

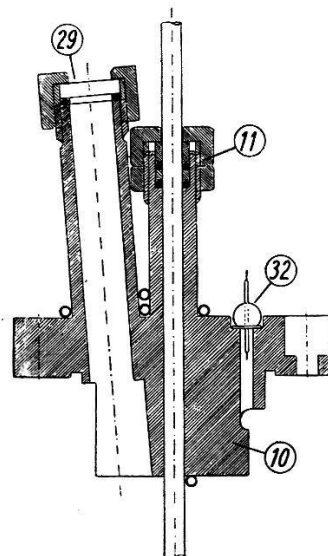


Fig. 6.

Plexiglasfenster (31) und eine druck- und vakuumdichte Stopfbüchse für den Rührer (11). Drei in den Deckel eingeschraubte

Molybdänstäbe tragen den Schmelztiegel aus Graphit, Quarz oder Aluminiumoxyd. Die aus Fig. 1 ersichtliche Tiegelanordnung erlaubt während des Schmelzvorganges ein wirksames Rühren. Durch Heben des Rührers, der in den konischen Innenteil des Tiegels eingeschliffen ist, kann das Schmelzgut in die darunter befindliche Form gegossen werden.

Die Temperaturmessung bis 1500°C geschieht durch ein dem Tiegel anliegendes Pt-PtRh-Thermoelement. Oberhalb 1500°C kann die Temperatur des Schmelz- oder Sintergutes durch das Schauglas (31) mit Hilfe eines Strahlungs-pyrometers bestimmt werden.

Der Ofen hat die an ihn gestellten Anforderungen restlos erfüllt. Eine Temperatur von 1000°C wird innert 30 sec erreicht. In zwei vorangegangenen Arbeiten haben wir auf die Herstellung intermetallischer Verbindungen mit Hilfe des beschriebenen Ofens hingewiesen⁴⁾.

Literaturverzeichnis.

- 1) E. v. ANGERER und H. EBERT, Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen. Braunschweig 1952, 8. Aufl., 241.
- 2) A. BRAUN und G. BUSCH, Helv. Phys. Acta **20**, 48 (1947).
- 3) W. ESPE und M. KNOLL, Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik, Berlin 1936, 127.
- 4) G. BUSCH und U. WINKLER, Helv. Phys. Acta **26**, 395, 578 (1953).

Errata.

Rectification; Volumen XXVI, Fasciculus Sextus (1953).

Magnétorésistance du cobalt et température

par R. DE MANDROT (Lausanne).

Lire: 6 000 Oersted environ, au lieu
de 12 000 Oersted environ.

(à la 5^e ligne.)

Volumen XXVI, Fasciculus Septimus et Octavus (1953).

Die Isotopen Verschiebungen im Spektrum des Argons

VON HORST MEYER.

Seite 815, Tabelle 1, Kolonne 6, heisst es:

$(\nu_{38} - \nu_{36}) \cdot 10^3$ in cm^{-1} , korrigiert und abgerundet
anstatt nur: $(\nu_{38} - \nu_{36}) \cdot 10^3$ in cm^{-1} .

Seite 816, Tabelle 2, Kolonne 5, heisst es:

Spez. Versch. $\delta T_{40-36} \cdot 10^3$ in cm^{-1}
anstatt: Spez. Versch. $(T_{40} - T_{36}) \cdot 10^3$ in cm^{-1}

Seite 816, Tabelle 2, Kolonne 8, heisst es:

Spez. Versch. $\delta T_{38-36} \cdot 10^3$ in cm^{-1}
anstatt: Spez. Versch. $(T_{38} - T_{36}) \cdot 10^3$ in cm^{-1} .