

# Thermal Technology Laborofen 1000 - 4560 - FP – 20

## Technische Daten

### Maximaltemperatur

In He bis 2275°C

In Ar mit Glück 1700°C

(Ist durch die bei höheren Temperaturen sporadisch auftretenden **Ar- Ionisationskurzschlüsse** begrenzt)

Heizleistung : maximal **20 kVA**

### Brennraum

114 mm Durchmesser und 153 mm Höhe

### Aufheizrate:

Man kann im Extremfall in 30 Min von Raumtemperatur bis Endtemperatur fahren...

**THERMAL TECHNOLOGY GMBH**

HOCHTEMPERATUR OFENSYSTEME

### Peter Ott

Service & Sales Engineer (Europe)

Bismarckstraße 28A

D-95444 Bayreuth

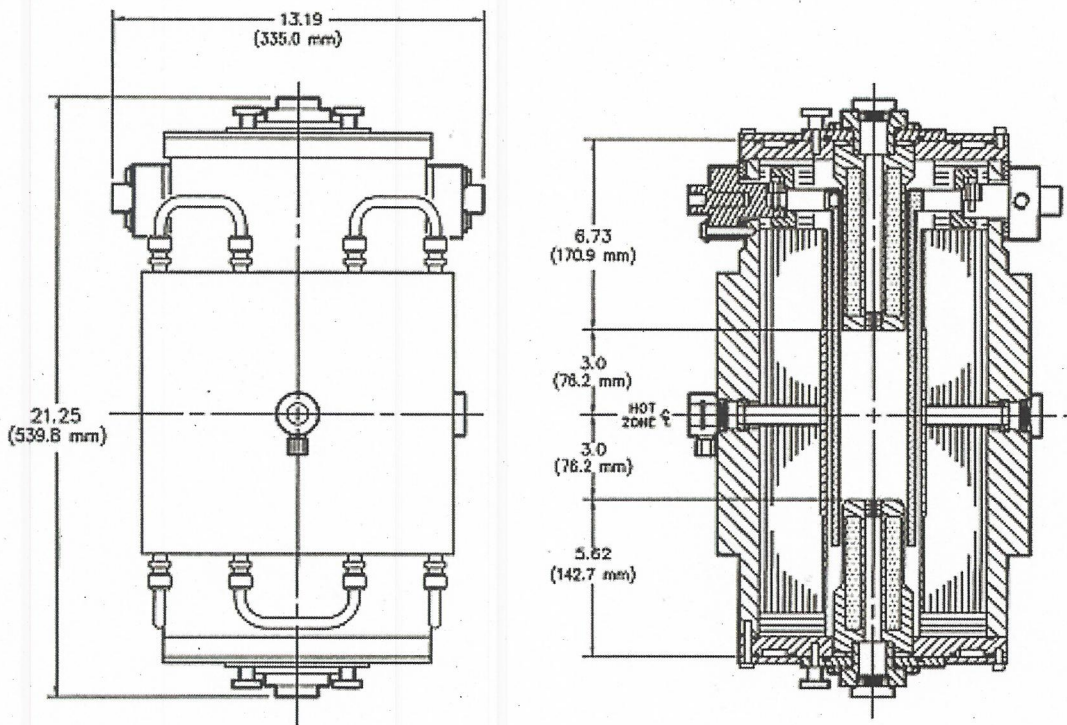
+49 (0)921 62019

+49 (0)921 62010

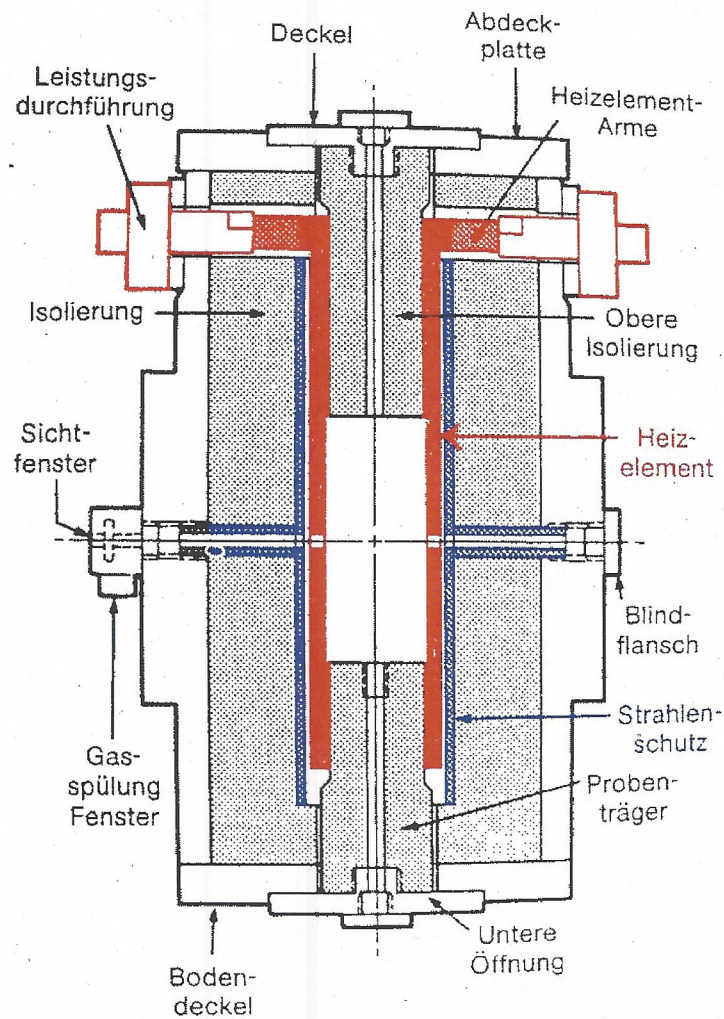
p.ott@thermaltechnology.eu

Kundendienst



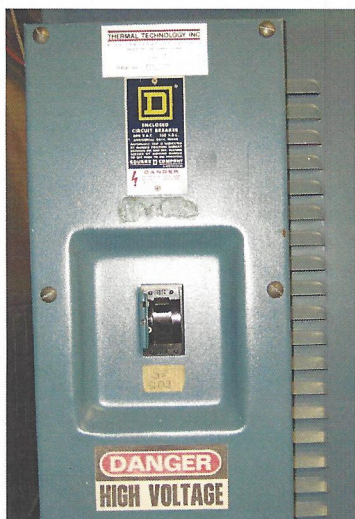


Ofenabmessungen



Bezeichnungen

# Bedienpanel am Schaltschrank

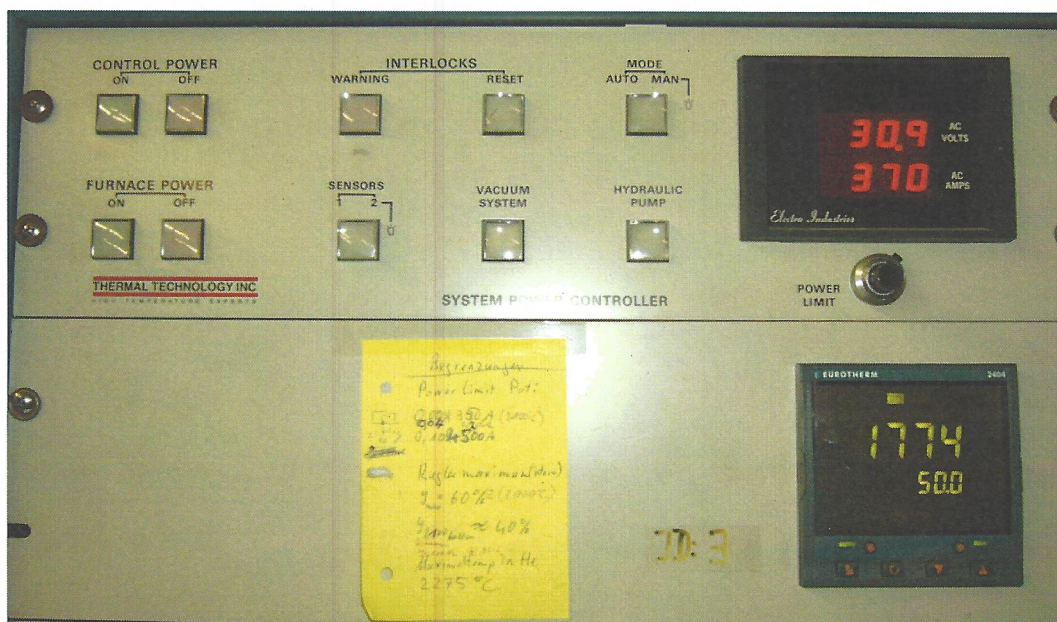


**Hauptschalter** an der linken Seite und 100A- Sicherung für den gesamten Schaltschrank

Unten → AUS

Oben → EIN

Mitte → **Überstrom**, Sicherung hat abgeschaltet. Sie muss nach Abkühlung wieder eingeschaltet werden.



## Oberste Reihe

**CONTROL POWER ON OFF** → Elektronik ein / aus,

Der Regler und das Temperatur- Meßsystem werden momentan über ein gesondertes Verlängerungskabel mit Spannung versorgt

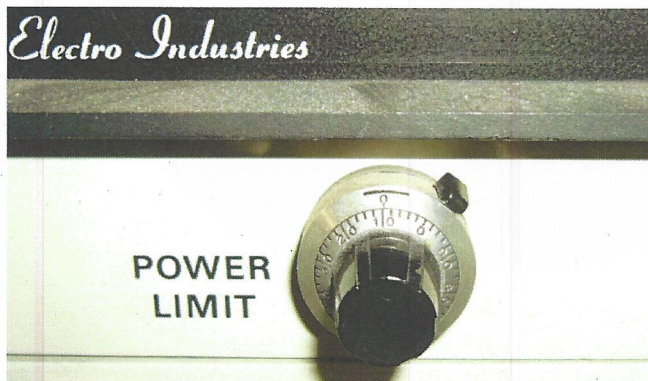
**FURNACE POWER ON OFF** → Thyristorsteller für die Ofenheizung ein / aus

**INTERLOCKS** → Sicherheitskreise für Ofenheizung, z.B. Strömungswächter für das Kühlwasser.  
links: Anzeige  
rechts: Quittierung + Zurücksetzung

Die restlichen Schalter in der oberen Reihe sind ohne Funktion.



**Rechts oben**  
Anzeige für Heizelement- Spannung und –Strom und Regler für die Strombegrenzung.

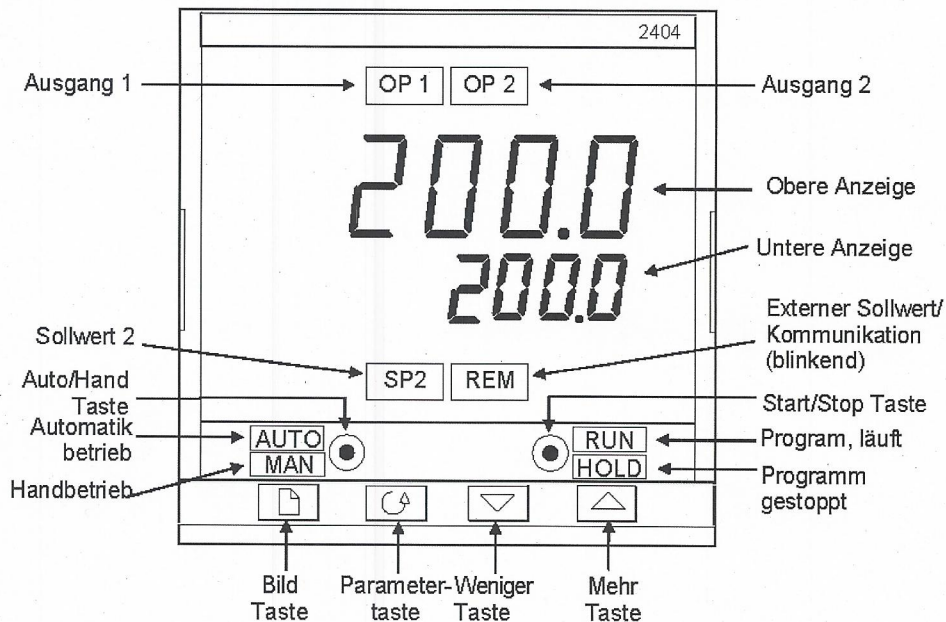


**Einstellung der Strombegrenzung**  
des Thyristorstellers auf 10 SK →  
 $I_{max} = 500A$  Heizstrom  
(Siehe Abb.!) 500A sollten normalerweise ausreichen und schonen das Heizelement...  
  
(Stellung bei 0 SK → ca. 350A)

**Zweite Reihe:**  
**Eurotherm 2404**

Temperaturregler und Programmgeber.

Identifikation für iTools: ID 3



Modell 2404 Bedienoberfläche

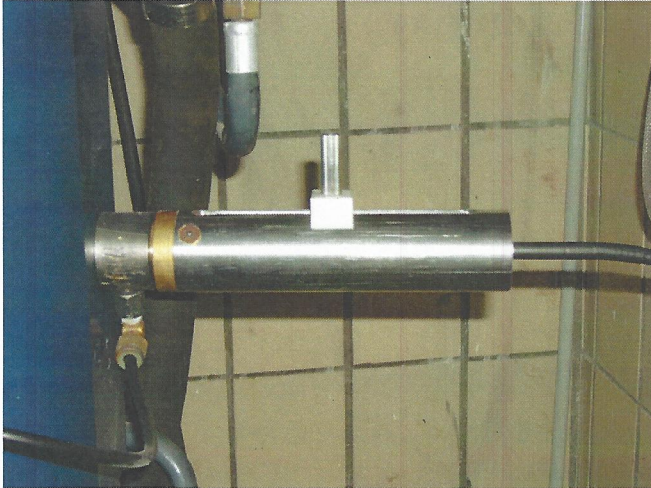
- **Im manuellen Betrieb** kann man mit den Pfeiltasten **die Leistung einstellen**
- **Im Automatikbetrieb** kann man mit den Pfeiltasten **die Solltemperatur einstellen**
- **Die Parametertaste** ruft einige wenige Parameter zur **Veränderung mit den Pfeiltasten** auf, wie z.B. die maximal zulässige Leistung.  
*Das ist eine wichtige Funktion, falls der Rechner mal nicht klappen sollte!*

### Dritte Reihe

Temperaturregler und Stellglied für einen externen Eigenbau- Entbinderungs-ofen)  
Identifikation für iTools: ID 2

### 5. Reihe

Temperaturmessung



Pyrometer Messkopf am Ofen mit  
Fensterpülung



Temperaturanzeige Pyrometer

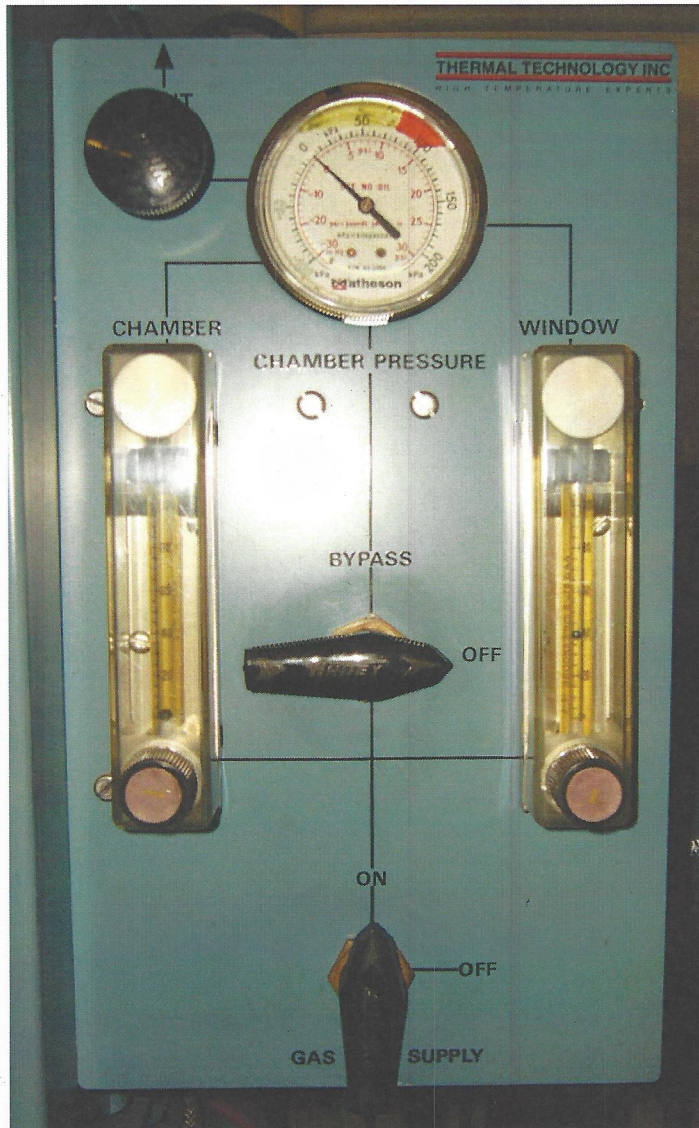
### **WILLIAMSON Mehrwellenlängen Strahlungs- Pyrometer mit Glasfaser- Messsignalübertragung**

(14 000€ Also Vorsicht!)

Das Gerät ist weitgehend unempfindlich gegen leichte Verschmutzung des  
Kammerfensters und gegen leichte Verengungen des Strahlenganges.

Trotzdem sollte man den Strahlengang nach jedem Brand kontrollieren und  
gegebenenfalls säubern.

# Konsole für die Kammerspülung



**Oben links VENT:**  
Ausblasventil → Umgebung

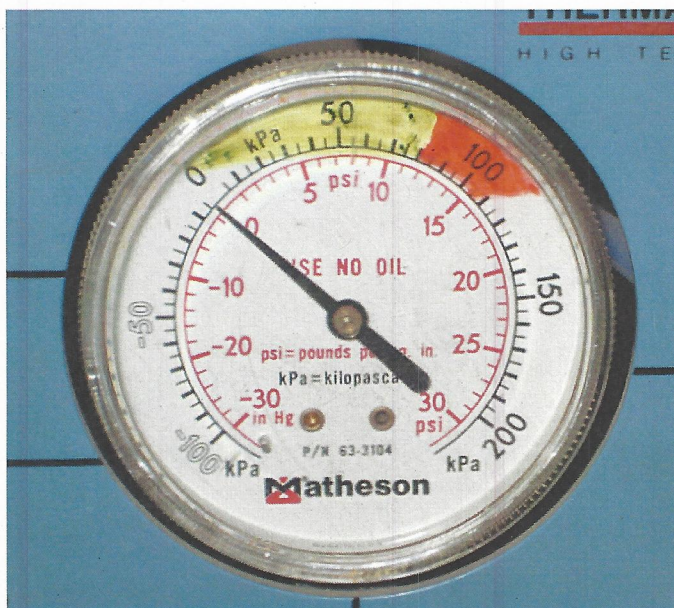
**CHAMBER PREASURE**  
**Druckmesser Kammerdruck**  
Schwarze Skala Bereich:  
-100kPa bis + 200 kPa  
(-1 bar bis + 2 bar)

**Links Mitte CHAMBER:**  
Durchflussmesser und Stellventil  
für Kammerspülung.

**Rechts Mitte WINDOW:**  
Durchflussmesser und Stellventil  
für Fensterspülung

**Hahn Mitte BYPASS:**  
Schnellspülung der Brennkammer

**Unten Mitte**  
**GAS SUPPLY:**  
Hauptahn für das gesamte  
Spülgas.



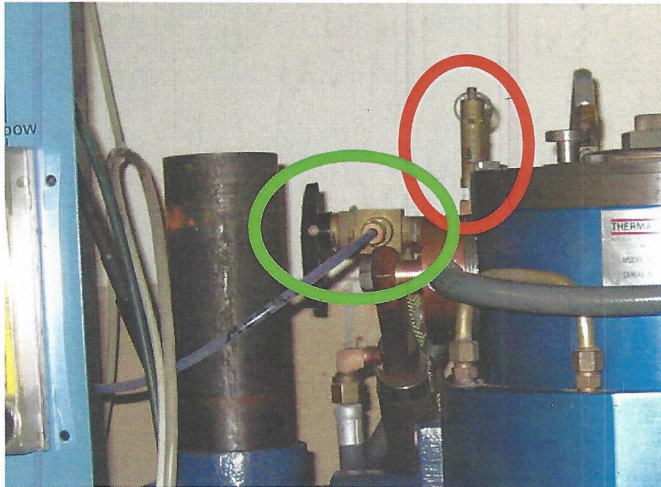
**Druckmesser**  
**Kammerdruck**  
**Schwarze Skala:**  
Messbereich  
-100 kPa bis + 200 kPa  
(-1 bar bis + 2 bar)

**Rote Skala**  
Messbereiche  
-30 bis 0 Zoll Hg für Unterdruck

0 bis +30 psi (Pound / Zoll<sup>2</sup>) für  
Überdruck  
*Die spinnen schon, die Amerikaner...*

## Kammerauslass mit Überdruckventil (rot) und Umschalhahn (grün)

Der Hahnknebel zeigt immer in Strömungsrichtung,



**Umschalhahn für den Kammerauslass**  
von der Bedienerposition aus gesehen



**Vom Schaltschrank aus gesehen:**

### Stellung AUSBLAS“

Die Kammerabgase werden durch die dünne Leitung zu dem Ausblasventil in der Konsole für die Kammerspülung geführt.



**Vom Schaltschrank aus gesehen:**

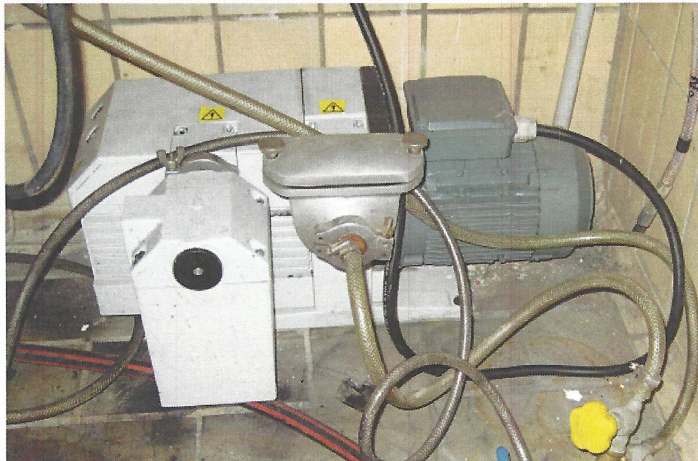
### Stellung VAKUUM

Der Hahnknebel zeigt hier auf die dicke Leitung, die zu der Vakuumpumpe führt.

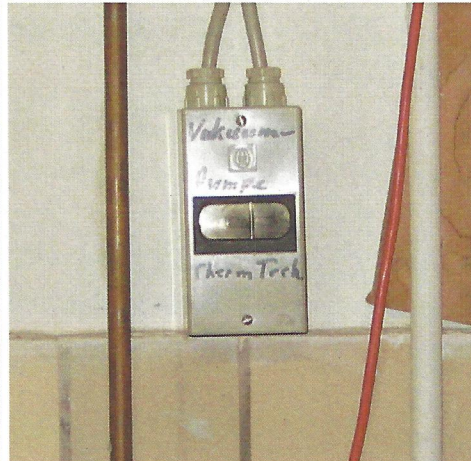
Zeigt der Hahnknebel genau senkrecht nach oben oder unten, ist der Kammerauslass verschlossen. → Stellung ZU

Ein eventueller Kammerüberdruck kann jederzeit über das Überdruckventil entweichen.

## Vakuumpumpe



Leybold TRIVAC DB25 B  
Mit Staub- und Auspufffilter (gegen Öldämpfe)



**Schalter für die Vakuumpumpe**  
rechts neben dem Waschbecken



**Ventile für die Vakuumpumpe**  
Die Pumpe wird auch zum Evakuieren der Foliengießmasse benötigt, daher werden einige Umschaltarmaturen benötigt.

**Zum Betrieb des Ofens sind**  
die beiden **gelben Ventile zu öffnen**  
und die beiden **blauen Hähne zu schließen-**



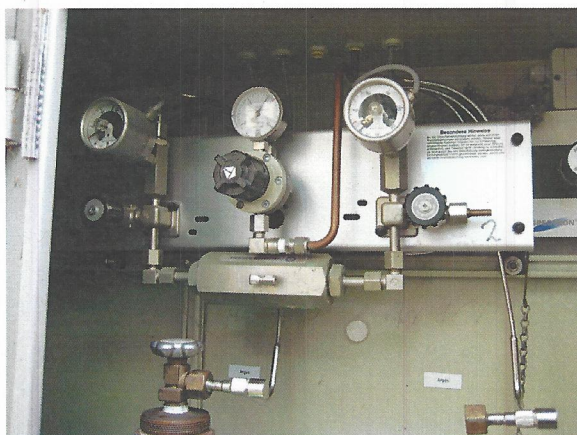
# Zentrale Gasversorgung

Gasflaschenschrank im Innenhof neben dem Heizungskeller

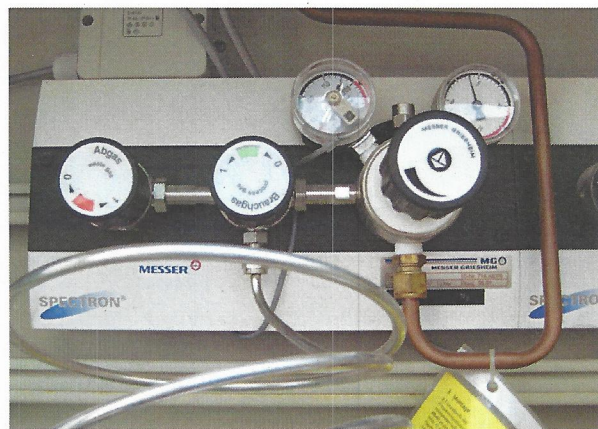


In den rechten 2 Schränken stehen (von links nach rechts):  
2 Flaschen Argon für ICP und die Öfen mit automatischer Flaschenumschaltung  
1 Flasche hochreines Argon. NUR für die Chemie (AAS)  
1 Flasche Stickstoff, auch für die Öfen  
1 Flasche Sauerstoff

**Achtung: Flaschentransport IMMER NUR mit fest aufgeschraubter Kappe!**

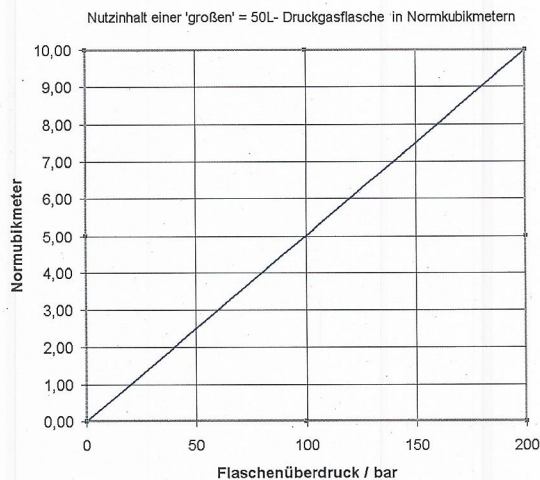


Argon



Stickstoff

Ablesen des Flaschendruckes (auf dem 0 – 250 bar- oder 0 – 200 bar- Manometer)



Abschätzung des Gasbedarfes pro Brand:

3\* Spülen = **150 Liter**

6 Stunden Fensterspülung 1 L / min = **360 Liter**

Das entspricht ca. 7,5 bar Druckverlust in der Flasche.

### Weitere Ar- Verbraucher im FbWKGK:

Chemie ICP selten, dann aber ca. 1 ganze Flasche pro Tag!!!

Rastermikroskopie, Sputtern mit wenigen Litern / Tag

Bitte vor dem Brand mit Stickstoff kontrollieren, ob noch mindestens 20 bar Flaschendruck anstehen!

Bei einem Brand mit Argon vorher(!) Rücksprache mit der Chemie nehmen, ob ICP-Arbeitszeiten geplant sind, dann müssen immer 2 Flaschen angeschlossen sein, eine ganz volle und eine mit über 50 bar.

Eine volle Flasche Ar sollte noch im Lagerschrank als Reserve stehen.

Lieferant (zur Zeit 2011)

**Baustoffe Weyer, Höhr- Grenzhausen**

**02624 / 72 72**

Lieferung üblicherweise ein mal / Woche, meist Freitags.

(Achtung: Der Transport eigenen im Privat PKW ist Verboten!)

**Ca.- Preise, dazu kommen je 30€ Flaschenpfand + MwSt**

**50L Flasche Stickstoff (4.6) 135.-€**

**50L Flasche Argon 4.6 (ICP und Öfen) 185.-€**

50L Flasche **Argon 4.8** für Spektrometer, AAS 285.-€

Typische Ca. Zusammensetzungen verschiedener Ar und N2 Gase in Vol% oder Vol ppm.

Gemäß Thermal Technology ,sollte' man Argon und Stickstoff 5.x einsetzen. Das ist aber kaum bezahlbar.

Argon 4.6 und Stickstoff 4.6 sind, gemäß Thermal Technology, auf Kosten der Lebensdauer des Heizelementes auch tolerierbar.

Reinheiten:

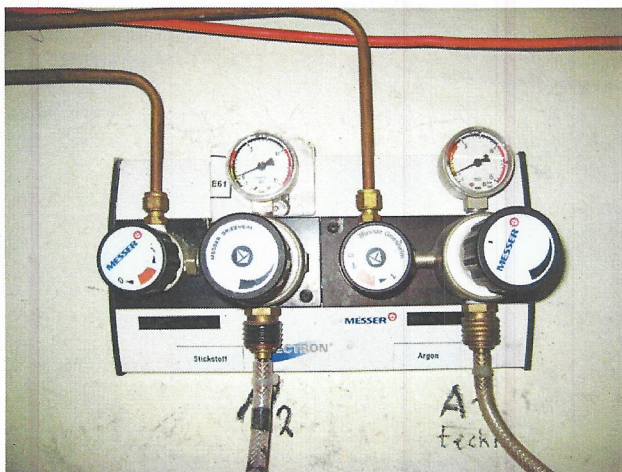
Produktbezeichnung	Ar Vol.-%	Nebenbestandteile					Taupunkt °C
		N <sub>2</sub> ppm	O <sub>2</sub> ppm	C <sub>n</sub> H <sub>m</sub> ppm	CO <sub>2</sub> ppm	H <sub>2</sub> O ppm	
Argon 4.6	≥ 99,996	< 30	< 4	< 1	< 1	< 5	- 62
Argon 4.8	≥ 99,998	< 10	< 3	< 1	< 1	< 5	- 62
Argon 5.0	≥ 99,999	< 5	< 2	< 0,5	< 0,2	< 2	- 72
Argon 6.0	≥ 99,9999	< 0,5	< 0,2	< 0,1	< 0,1	< 0,5	- 80
Argon flüssig	≥ 99,999	< 5	< 2	< 0,5	< 0,2	< 2	- 72

Gaszustand:	Gasförmig				
	Stickstoff 2.8	Stickstoff 5.0	Stickstoff 5.5	Stickstoff 6.0	
Produktbezeichnung:	99,8	99,999	99,9995	99,9999	
Reinheit, Vol.-%:					
Nebenbestandteile, vpm:	Sauerstoff	≤ 100	≤ 3	≤ 1	≤ 0,5
	Feuchtigkeit	≤ 50	≤ 5	≤ 2	≤ 0,5
	Kohlenwasserstoffe	-	≤ 0,2	≤ 0,1	≤ 0,1
	CO + CO <sub>2</sub>	-	-	≤ 0,5	≤ 0,1

Bei Linde findet man **Stickstoff 2.8 flüssig** mit immerhin **<2000ppm O<sub>2</sub>!!!!**  
 Stickstoff GA 220 dürfte Stickstoff 4.6 mit 99,995%N<sub>2</sub> und <10 ppm O<sub>2</sub> sein.  
**Einzelflaschen, gasförmig**

Typ	Volumen [l]	Außen-Ø ca. [mm]	Länge m. Kappe ca. [mm]	Gesamtgewicht ca. [kg]	Fülldruck ca. [bar]	Füllung* [m <sup>3</sup> ]
10	10	140	970	15	200	2,1
20	20	204	965	35	200	4,2
50	50	229	1640	80	200	10,7
50	50	229	1640	88	300	15,3

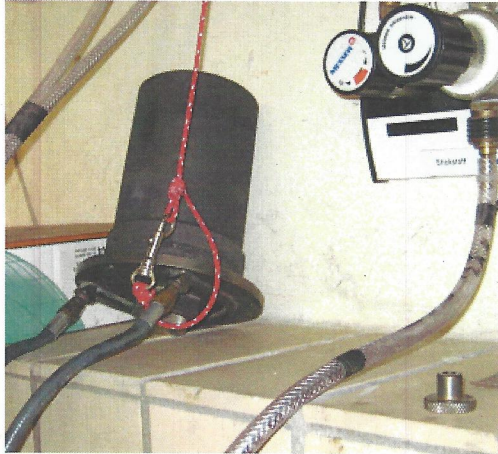
\* Die Füllung erfolgt manometrisch. Der Fülldruck ist abhängig von der Umgebungstemperatur.



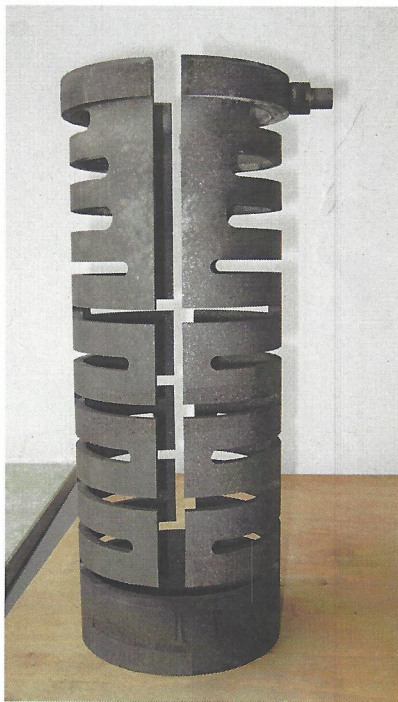
**Gasversorgung im Ofenraum**  
 mit je einem Absperrventil, Druckregler und Steckkupplung

links: Stickstoff (N<sub>2</sub>)  
 rechts: Argon (Ar)

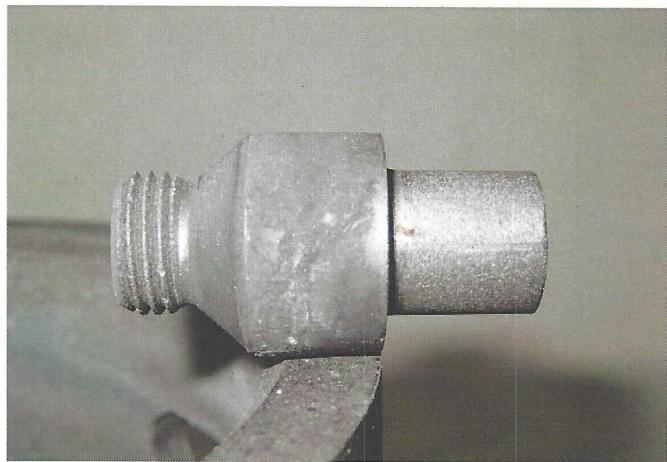
## Weitere Anmerkungen, Abbildungen und Service- Hinweise



Der obere Deckel (600.-€) ist auf der Konsole abgelegt und gegen Herunterfallen gesichert.

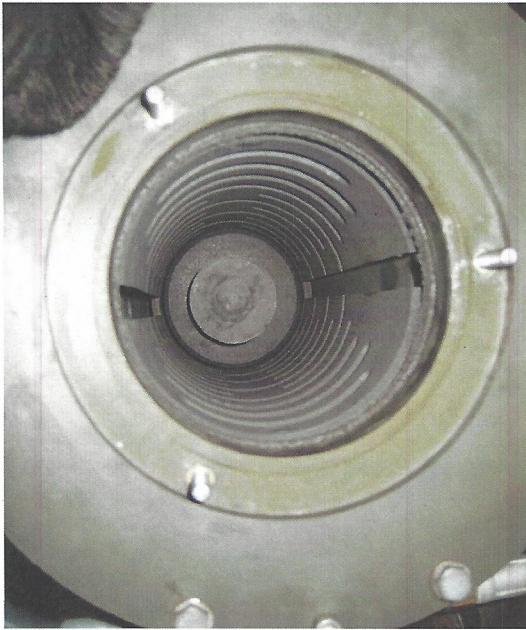


Heizelement für Thermal Technology Ofen. Der rechte Heizelementarm ist eingeschraubt



### Heizelementarm

Über das Gewinde und den Konus fließt der Strom von  $>500$  A in das Heizelement, daher müssen diese Arme immer „**gefühlvoll genügend fest genug**“ in das Heizelement eingeschraubt werden. Andernfalls kann das Gewinde ausbrennen und so das ganze Heizelement (800.-€) unbrauchbar machen.



Die Probe(n) soll(en) möglichst zentrisch im Ofen stehen.

**Achtung** beim Zentrieren, darf das Heizelement nicht berührt werden!

# Betrieb des Ofens

## Kontrolle, ob genügend Spülgas da ist.

(Siehe Kapitel: Weitere Ar- Verbraucher im FbWGK)

- Brand mit **Stickstoff** mindestens 20 bar Flaschendruck.
- Brand mit **Argon vorher(!)** Rücksprache mit der Chemie!  
Wenn ICP- Arbeitszeiten geplant sind, dann müssen immer eine **ganz volle und eine zweite mit über 50 bar**. Angeschlossen sein. Sonst reicht auch 1 Flasche mit > 20 bar.

## Setzen des Ofens

- Oberen Deckel an den 3 Rändelmuttern öffnen, auf die (saubere!) Konsole neben dem Ofen legen und gegen Herabfallen mit der Schnur sichern.
- Unteren Deckel an den 3 Rändelmuttern öffnen und ev. in die (saubere!) Kiste am Boden legen und gegebenenfalls abdecken.
- Behälter mit Proben auf den Sockel des **unteren Deckels platzieren** und vorsichtig wieder in den Ofen einschieben und mit den 3 Rändelmuttern sichern.
- Von oben kontrollieren, (Taschenlampe!) ob der Behälter auch genau zentrisch sitzt.  
Nach Bedarf Position mit einem Holz- oder Kunststoffstab korrigieren.
- Oberen Deckel einsetzen und mit den 3 Rändelmuttern sichern.

## Evakuieren und Spülen des Ofens

- **Alle Ofenhähne und Ventile schließen**

(Die Stromversorgung braucht noch nicht an zu sein.)

<b>Umschalthahn_Auslass</b> zu	Vent zu
(Pfeil nach oben)	Bypass zu (Off)
	Chamber zu
Gas-Supply zu	Window zu

- Vakuumpumpe ein,  
die beiden **gelben Ventile öffnen**, die **2 blauen Hähne schließen**
- Pneumatik- Stecker für das Spülgas an die Gasversorgung anschließen (Ar oder N<sub>2</sub>). Absperrventil öffnen, 1 - 2 bar Vordruck einstellen.
- **1. Evakuieren: Umschalthahn\_Auslass** langsam in Richtung Vakuum drehen und Kammer während ca. 2 Minuten evakuieren (Sonst fliegt der Deckel des Behälters hoch!)
- Umschalthahn ganz in Richtung Vakuum drehen und Vakuum für etwa 30 Minuten halten.

*Während dieser Zeit kann man den Ofen einschalten und über iTools das Brennprogramm erstellen-*

- **1. Spülen:** Gasversorgung an der Wand einschalten  
Gas-Supply auf  
Bypass auf  
Umschalthahn\_Auslass zu  
Kammerdruck bis maximal +50 kPa ansteigen lassen  
dann Gas-Supply wieder zu.

- **2. und 3. Evakuieren: Umschalhahn\_Auslass** langsam in Richtung Vakuum drehen und Kammer während ca. 2 Minuten evakuieren Vakuum wenige Sekunden bei ca. < -95kPa stehen lassen.
- **2. und 3. oder besser endgültiges Spülen**  
Gas-Supply auf Bypass auf Windows und Chamber ja auf ca. 50% Umschalhahn\_Auslass zu Kammerdruck bis maximal +50 kPa ansteigen lassen dann Gas-Supply wieder zu.
- Bypass zu, Gasdruck ruhig stehen lassen.
- Vakuumpumpe aus.
- **Dichtigkeitsprüfung:**  
(spätestens nach jeden 5. Brand mal testen!)  
Ofen genügend lange evakuieren (Siehe oben!).  
Umschalhahn\_Auslass zu  
Vakuumpumpe aus
- Der Ofen sollte in 15 Stunden nicht mehr als 6 kPa an Vakuum verlieren.

## Einschalten

- Hauptschalter EIN
- Control Power ON Furnace
- Power bleibt noch AUS
- Stecker für die Reglerstromversorgung Einstecken  
Nach dem Booten des Reglers  
RUN- Taste > 5 Sekunden drücken (Reset)  
Automatikmodus einstellen und Solltemperatur mit den Pfeiltasten auf 1000°C einstellen  
Manuellen Betrieb einstellen mit den Pfeiltasten 0%Leistung einstellen
- ITools starten und mit dem Regler verbinden  
(Siehe gesonderte Anleitung)

## Erstellen des Brennprogramms

- 1. Segment in ca. 5 Minuten bis 1000°C
- Weitere Segmente nach Anforderung
- Nach der Haltezeit ist ein definiertes Kühlsegment für die ersten -100K sinnvoll. Z.B.: in 30 Minuten.
- 1. Segment in ca. 5 Minuten bis 1000°C um die Heizung langsam abzuschalten.
- Dwell Segment(e) für den Rest der Zeit
- Im Regler'rezept' (beim 2404- Regler: Operator.OP\OPHi) überprüfen, ob die Maximalleistung des Reglers auf 60% bis 65% eingestellt ist. (oder auf einen ‚besseren‘ Erfahrungswert)

## Starten des Brennprogramms

- **Umschalhahn\_Auslass** → Stellung Ausblasen
- Vent langsam öffnen, bis der Ofendruck sichtbar fällt
- Bei 0,0 kPa Gas-Supply auf und geforderten Gasfluss einstellen z.B.:  
Chamber auf 30%  
Window auf 30%
- Kühlwasserventil am Waschbecken ½ Umdrehung öffnen  
(Der Strömungswächter im Schaltschrank muss dabei leise klicken)
- Die Leistung am Regler muss auf 0% stehen!
- Furnace Power ON
- Die Leistung am Regler mit der **^**-Taste auf 10% stehen!  
(Oder iTools- Parameter **Zielwert Ausgangsleistung tOP** setzen)  
*Es sollte nun ein Heizstrom von ca. 100 A – 150 A fließen.*
- Alle 20 Minuten die Leistung um 5% erhöhen bis nach ca. 1 Stunde  
980°C erreicht sind.  
*Bei 15% sollten ca. 200 A fließen, bei 20% dann 250 A.*

## Umschalten auf Automatik + Programm

- Zwischen 990°C und 1000°C  
Regler auf Automatik  
Programm mit RUN starten
- Den iTools- SCOPE Schreiber starten
- Temperatur und Heizleistung (Stellgröße) regelmäßig protokollieren,  
gegebenenfalls die maximal erlaubte Leistung am Regler erhöhen.
- Die Kühlwassermenge bei Kühlwassertemperaturen von über 30°C um  
1 bis 2 Umdrehungen erhöhen.
- **In der Haltezeit** (ca. 15 Minuten nach Erreichen der Temperatur):  
Im Regler'rezept' (beim 2404- Regler: Operator.OP\OPHi)  
die maximal erlaubte Leistung **so klein, wie möglich einstellen**,!  
(Toleranzen um +0,5% bis maximal +1% sind OK)  
  
*(Falls das Pyrometerloch wieder einmal zuwächst, kann die  
Temperatur so nicht beliebig hoch steigen...)*  
  
*Wenn man nicht unter Ar brennt kann man nun in Ruhe einen verdienten Kaffee  
genießen!*
- Sollte es zu stärkeren Ausgasungen H<sub>2</sub>S oder C<sub>m</sub>H<sub>n</sub>... kommen, ist die  
Raumlüftung auf Stufe 1 einzuschalten.



## Kühlen des Ofens

- Abwarten, bis die Leistung auf 0% gesunken ist (Heizstrom 0 A).
- Nach weiteren ca. 30 Sekunden **Furnace Power OFF**  
*dann kann der Regler keinen Unsinn mehr machen...*
- *Eigentlich kann man nun iTools beenden und allen Strom abschalten.*
- **Kühlwasser anlassen!**
- Mindestens den Window Gasstrom anlassen, **sonst saugt der Ofen Luftsauerstoff an und verbrennt!**
  - **(Notkühlung ohne Gas**  
VENT zu  
Umschalhahn\_Auslass zu  
Gas-Supply zu  
Bypass zu  
Window zu  
Chamber zu  
*Hoffen, dass der Ofen dicht ist.)*
- Bei unter 1000°C Kühlwasser zurück auf ½ Umdrehung
- 1 Stunde später, wenn keine Glut mehr sichtbar ist kann man das Kühlwasser auf Minimum einstellen d.h. man hört es gerade noch fließen.

## Abschalten

- **2 Stunden** nach dem Erreichen der ‚Kühltemperatur 1000°C‘  
**Kühlwasser aus.**
- **Gasversorgung aus und Umschalhahn\_Auslass zu (Pfeil nach oben)**  
Vent zu  
Pypass zu (Off)  
Chamber zu  
Window zu  
Gas-Supply zu  
Ventil an der Gasversorgung zu
- ITools beenden und  
spätestens jetzt alle Stromversorgungen aus
- Ev. Raumlüftung wieder ausschalten.

## Aussetzen des Ofens

- **Nach dem Betrieb unter Stickstoff kann Blausäure (HCN) entstanden sein!**

**Daher den Ofen vor dem Öffnen unbedingt Spülen!**

- **Vorher die Raumlüftung auf Stufe 1 einschalten!**

***Sollte es bei dem Evakuieren nach Mandeln (= HCN) riechen, müssen ALLE Personen den Raum sofort verlassen!***

***Der Raum darf erst nach 1 Stunde Lüftungszeit wieder betreten werden!***

*(Daher VORHER die Lüftung einschalten!!!)*

*(Die Vakuumpumpe kann dabei ruhig weiterlaufen)*

- **Evakuieren:** Vakuumpumpe ein (gelbe Ventile offen...)  
**Umschalhahn\_Auslass** langsam in Richtung Vakuum drehen und Kammer während ca. 2 Minuten evakuieren  
(Sonst fliegt der Deckel des Behälters hoch!)
- Durch Ziehen an dem Ring des Sicherheitsventils nach oben den Ofen Belüften.
- Umschalhahn\_Auslass zu Vakuumpumpe aus

- Unteren Deckel an den 3 Rändelmuttern öffnen  
Behälter mit den Proben entnehmen  
Deckel ev. in die (saubere!) Kiste am Boden legen und abdecken.