

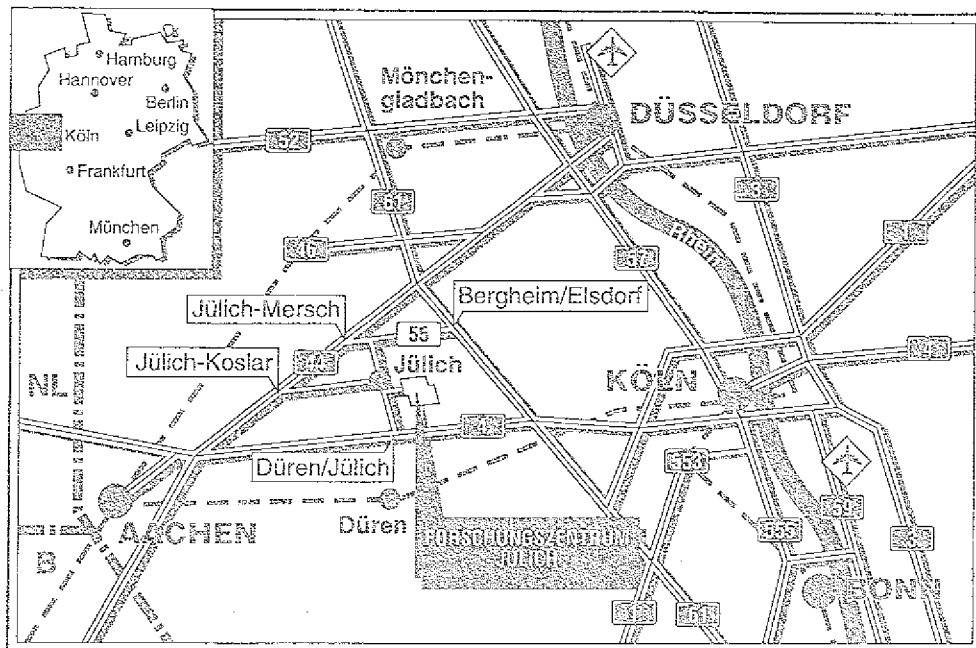
Zentralabteilung Technologie

**Baugruppen und Werkstoffe
für eine Heißwandanlage
zur Züchtung von
Galliumarsenid-Einkristallen**

Klaus Baumüller · Karl-Heinz Trompa
Christoph Meixner · Jürgen Weißenburg

Handwritten text at the top of the page, possibly a header or title, which is mostly illegible due to blurring.

Handwritten text at the bottom of the page, possibly a footer or concluding remarks, which is mostly illegible due to blurring.



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2511

ISSN 0366-0885

Zentralabteilung Technologie Jül-2511

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Baugruppen und Werkstoffe für eine Heißwandanlage zur Züchtung von Galliumarsenid-Einkristallen

Klaus Baumüller¹⁾ · Karl-Heinz Trompa¹⁾
Christoph Meixner²⁾ · Jürgen Weißenburg¹⁾

¹⁾ Forschungsstelle für Kristallzüchtung im ZWG Adlershof, Berlin

²⁾ Forschungszentrum Jülich GmbH, Zentralabteilung Technologie –
Neue Physikalische Technologien

STRUCTURAL COMPONENTS AND MATERIALS
FOR A HOT-WALL CRYSTAL PULLER
TO GROW GaAs-CRYSTALS

by

Klaus Baumüller
Karl-Heinz Trompa
Jürgen Weißenburg
Christoph Meixner

ABSTRACT

Basic investigations to seal a hot-wall crystal pulling vessel against Arsen vapour leakage have been carried out. The wall material under investigation was either quartz or metal. The corrosion behaviour of metals, alloys, protective coatings and ceramics at 700°C against As-vapour has been examined. Based on these experiments, technically feasible solutions for disconnectable flanges out of different materials have been developed. Also, a valve is presented, that can be operated at 700°C and which is leaktight in an As-vapour environment.

BAUGRUPPEN UND WERKSTOFFE FÜR
EINE HEISSWANDANLAGE ZUR ZÜCHTUNG
VON GALLIUMARSENID-EINKRISTALLEN

von

Klaus Baumüller
Karl-Heinz Trompa
Jürgen Weißenburg
Christoph Meixner

ZUSAMMENFASSUNG

Für eine Heißwandkristallzuchtanlage wurden grundlegende Untersuchungen zur Abdichtung eines Kristallzuchtgefäßes aus Quarz oder einem metallischen Werkstoff gegen Arsendampfleckagen gemacht. Weiterhin wurde die Korrosions-beständigkeit von Metallen, Legierungen, Schutzschichten und Keramiken gegenüber dampfförmigem Arsen bei 700°C untersucht. Basierend darauf wurden technisch realisierbare Lösungen für lösbare Flansche bei verschiedenen Materialpaarungen entwickelt. Ebenso wird ein bei 700°C dichtendes, gegen Arsendampf resistentes HV-Ventil vorgestellt.

The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities. It emphasizes the need for transparency and accountability in financial reporting. The second part of the document provides a detailed overview of the company's financial performance over the past year, including a breakdown of revenue, expenses, and profit. The third part of the document outlines the company's strategic goals for the upcoming year, focusing on increasing market share and improving operational efficiency. The fourth part of the document discusses the company's commitment to environmental sustainability and social responsibility, highlighting various initiatives and programs in place. The fifth part of the document provides a summary of the company's overall financial health and outlook for the future.

Diese Arbeit "Baugruppen und Werkstoffe für eine Heißwandanlage zur Züchtung von Galliumarsenid-Einkristallen" entstand in enger Zusammenarbeit der Zentralabteilung Technologie-Arbeitsgruppe Neue Physikalische Technologien des Forschungszentrum Jülich (Leiter: Dr. Krawczynski) und der Forschungsstelle für Kristallzüchtung in der Zentralstelle für wissenschaftlichen Gerätebau (ZWG), Berlin (Leiter: Dr. W. Schröder).

INHALTSVERZEICHNIS

1.	EINLEITUNG	1 - 1
	Literaturverzeichnis	1 - 3
2.	DICHTIGKEITSUNTERSUCHUNG UND KORROSIONSTESTS FÜR EINE HEISSWAND-KRISTALLZUCHTANLAGE	2 - 1
2.1	Dichtigkeitsuntersuchungen	2 - 3
2.1.1	Eigenschaften von Graphitdichtungen	2 - 4
2.1.2	Versuchsaufbau mit Graphitdichtungen	2 - 6
2.1.3	Ergebnisse	2 - 7
2.2	Korrosionsuntersuchungen	2 - 9
2.2.1	Chemische Eigenschaften und Vorkommen von Arsen	2 - 9
2.2.2	Versuchsaufbau für Korrosionsuntersuchungen und Auswertung	2 - 11
2.2.3	Ergebnisse	2 - 12
2.3	Literaturverzeichnis	2 - 19
3.	FLANSCHVERBINDUNGEN FÜR DIE GaAs-ZÜCHTUNGS- UND TEMPERGEFÄSSE	
3.1	Technische Anforderungen	3 - 1
3.2	Prinzipien und Lösungen	3 - 2
3.2.1	Dichtungen für die Flansch- und Rohrform	3 - 4
3.2.2	Spülgasverschlüsse zur Schutz- und Sicherheitstechnik	3 - 12
3.2.3	Die Kontaktzone zwischen Flansch und Spannmittel	3 - 25
3.2.4	Spann- und Verriegelungs-Vorrichtungen	3 - 28
3.3	Lösungsanmerkungen	3 - 33
3.3.1	Metall - Metall - "Hotwall"	3 - 33
3.3.2	Quarz - Quarz - "Gremmelmaier"	3 - 34
3.3.3	Quarz - Metall "Temper- und Hotwall-Verfahren"	3 - 35
3.3.4	Zusammenfassung	3 - 36
	Literaturverzeichnis	3 - 36

4.	TECHNISCHE REALISIERUNG EINES HOCHTEMPERATUR- VAKUUMVENTILS FÜR EINE GALLIUMARSENID- ZÜCHTUNGSANLAGE	
4.1	Anforderungen	4 - 1
4.2	Prinziplösung	4 - 2
4.3	Technische Realisierung	4 - 8
4.3.1	Ventilsitz und Dichtkammer	4 - 10
4.3.2	Ventilgehäuse	4 - 13
4.3.2.1	Temperaturen und Wärmeströme	4 - 13
4.3.2.2	Festigkeitsberechnung	4 - 21
4.3.3	Heizer	4 - 27
	Zusammenfassung	
	Literaturverzeichnis	4 - 28

1. Einleitung

Von den IIIIV - Halbleitermaterialien hat Gallium - Arsenid die größte Bedeutung als Substratmaterial für Optoelektronik- und Hochfrequenzbauelemente gefunden.

Diese Einsatzgebiete stellen unterschiedliche technische Anforderungen an das Kristallmaterial. Während für die optoelektronischen Bauelemente Substratmaterial mit niedriger Versetzungsdichte ($< 5 \cdot 10^3 / \text{cm}^2$) gefordert wird, stehen für Hochfrequenzbauelemente die Forderungen nach semiisolierendem Material im Vordergrund. Für die Züchtung einkristallinen Gallium - Arsens werden die Verfahren nach Gremmelmaier, Czochralski und Bridgman angewendet [1][2][3][4].

Während das Bridgman - Verfahren (horizontal, vertikal) infolge des bei der Züchtung eingestellten niedrigen Temperaturgradienten (ca. 10 K/cm^1) Kristallmaterial mit Versetzungsdichten von $5 \cdot 10^3 / \text{cm}^2$ liefert, wird das Czochralski - Verfahren mit einer Boroxid - Abdeckschmelze (Temperaturgradient ca. 100 K/cm^1) für Kristalldurchmesser von 100 mm für das semiisolierende Halbleitermaterial eingesetzt (epd $2 \cdot 10^4 \dots 1 \cdot 10^5 / \text{cm}^2$). Für die Homogenisierung des Materials (Dotierung, Verunreinigung, Defekte) erfolgt im Anschluß an die Züchtung eine Temperung (Stunden bis zu einigen Tagen) bei Temperaturen kurz unterhalb des Schmelzpunktes. Über eine getrennte Temperaturregelung einer Arsenquelle wird im Reaktor ein Arsendampfdruck von 1 bar eingestellt. Die Integration von Optoelektronik- und Hochfrequenzbauelementen auf einem Chip stellt höhere Forderungen an das Substratmaterial.

Die Züchtung der GaAs - Einkristalle nach dem Czochralski-Verfahren mit größeren Abdeckschmelzhöhen (Vermeidung des Temperatursprunges), der Einsatz von vertikalen- und/oder transversalen Magnetfeldern zur Beeinflussung der Konvektion in der Schmelze und die Züchtung ohne Abdeckschmelze bei Wandtemperaturen von ca. $650 \text{ }^\circ\text{C}$ (Verhinderung der Arsenkondensation) bei einem Arsen gasdruck von 1 bar (Überdruck) sind einige der Richtungen die international besprochen werden, diese Forderungen nach verbesserter Homogenität und niedriger Versetzungsdichte zu erfüllen. Dabei sind die Forderungen nach Reinheit des Ausgangsmaterials (Art und Ort der Synthese), Beschaffenheit und Reinheit der Reaktorausrüstung (Heizer, Abschirmung, Tiegelmateriale, Nachheizer), Evakuierung des Reaktors [5] und die Realisierung schwingungsarmer Antriebe [6] unter den Bedingungen einer ergonomischen Beschickung (Tiegelfüllung, Kristall-

entnahme) und der Einhaltung ökologischer Forderungen (Einhaltung der Schadstoffverordnung, Entsorgung der Spülgassysteme und des Reaktors beim Beschickungsvorgang, Entsorgung des Raumes im Havariefall) zu lösen.

Für die Temper- und Züchtungsanlagen (Verfahren nach Gremelmaier und Czochralski mit Heißwandreaktorraum) sind die Entwicklung lösbarer Flanschverbindungen und die eines Hochtemperaturventils sich für die unterschiedlichen Anwendungen wiederholende Baugruppen.

Folgende technische Forderungen sind zu realisieren:

1. Lösbare Flanschverbindungen
 - 1.1 Materialpaarungen: Quarz - Quarz
Quarz - Metall
Metall - Metall
 - 1.2 Gas-Atmosphäre: Arsen
Temperatur: 600 ... 700 °C
Druck: 1 bar Überdruck
 - 1.3 Flanschdurchmesser: $d = 100 \dots 400 \text{ mm}$
 - 1.4 Dichtigkeit d. Flansches für As: $< 1,3 \cdot 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{l} / \text{s}$
2. Hochtemperaturventil
 - 2.1 Volumen d. zu evakuierenden Reaktorraums: $V = 50 \dots 300 \text{ l}$
 - 2.2 Gas Atmosphäre: Arsen
Temperatur: 600 ... 700 °C
Druck: 1 bar Überdruck

Die Erarbeitung der technischen Lösungsvorschläge (3.4) basiert auf im folgenden Abschnitt vorgestellten Grundsatzuntersuchungen zum Werkstoffeinsatz (Temperatur, Arsenatmosphäre) und zur Dichtungsgestaltung.

Grundlage für diese Veröffentlichung bildet ein für das Forschungszentrum Jülich (Zentralabteilung Brennelemente und Bestrahlungstechnologie) bearbeitetes Projekt:

*"Eine technische Herausforderung - Baugruppen für die Volumenkristallzüchtung von Galliumarsenid";
Auftragsnummer 4141 5506; 10/90*

Literaturverzeichnis

- [1] Rüfer, H.: Kristallzucht des Galliumarsenids. Vortrag auf dem 21. IFF - Ferienkurs "Festkörperforschung für die Informationstechnik" im März 1990 in Jülich
- [2] Thomas, R.W. u.a.: Melt growth of large diameter semiconductors. Solid state technology . Sonderheft, März 1990
- [3] Gerandel, I.P. u.a.: Vertical gradient freeze growth and characterization of high quality GaSb single crystals .
Journal of Crystal Growth (1988) Nr.96, S. 888-898
- [4] Clemans, I.E. u.a.: Bulk III - V Compound Semiconductor Crystal growth. AT & T Technical Journal (1989), Januar/Februar
- [5] Karagiannakos, K.: Entwicklung eines Hochtemperaturventils für eine GaAs-Kristallziehapparatur. Diplomarbeit am Institut Brennstoffchemie und Phys.- Chem.- Verfahrenstechnik, Technische Hochschule Aachen 1988.
- [6] Boden, K.: Anwendung der Magnetlagertechnik zur Züchtung von Halbleiterkristallen. Jahresbericht "Angewandte Forschung - Grundlagenforschung" am FZ-KFA-ZBB Jülich, 1990

1. The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities. It emphasizes that this is crucial for ensuring transparency and accountability in the organization's operations.

2. The second part of the document outlines the various methods and tools used to collect and analyze data. It highlights the need for consistent data collection procedures and the use of advanced analytical techniques to derive meaningful insights from the data.

3. The third part of the document focuses on the role of technology in data management and analysis. It discusses how modern software solutions can streamline data collection, storage, and processing, thereby improving efficiency and accuracy.

4. The fourth part of the document addresses the challenges associated with data management, such as data quality, security, and privacy. It provides strategies to mitigate these risks and ensure that the data remains reliable and secure throughout its lifecycle.

5. The fifth part of the document concludes by summarizing the key findings and recommendations. It stresses the importance of a data-driven approach in decision-making and the need for continuous monitoring and improvement of data management practices.

2.0 Dichtigkeitsuntersuchungen und Korrosionstests für eine Heißwand Kristallzuchtanlage

Beim Czochralski-Verfahren wird GaAs mit der gewünschten stöchiometrischen Zusammensetzung in einem Tiegel aus Bornitrid bei 1240°C erschmolzen. Wie aus der Abbildung 1 zu ersehen ist, sind bei dieser Temperatur die Dampfdrücke von Arsen und Gallium stark unterschiedlich, sodaß mehr Arsen als Gallium verdampft und sich somit das eingestellte stöchiometrische Verhältnis von Arsen zu Gallium zugunsten des Gallium verschieben würde. Um das zu verhindern, wird die Schmelze mit flüssigem Boroxid überschichtet und mit einem Argon-Gasdruck von mehr als 1 atm beaufschlagt. Auf diese Weise wird verhindert, daß Arsendampfblasen durch die Boroxidflüssigkeit hindurch treten können. Das Lösen von Arsen und Gallium im Boroxid und nachträgliches Verdampfen läßt sich natürlich nicht verhindern.

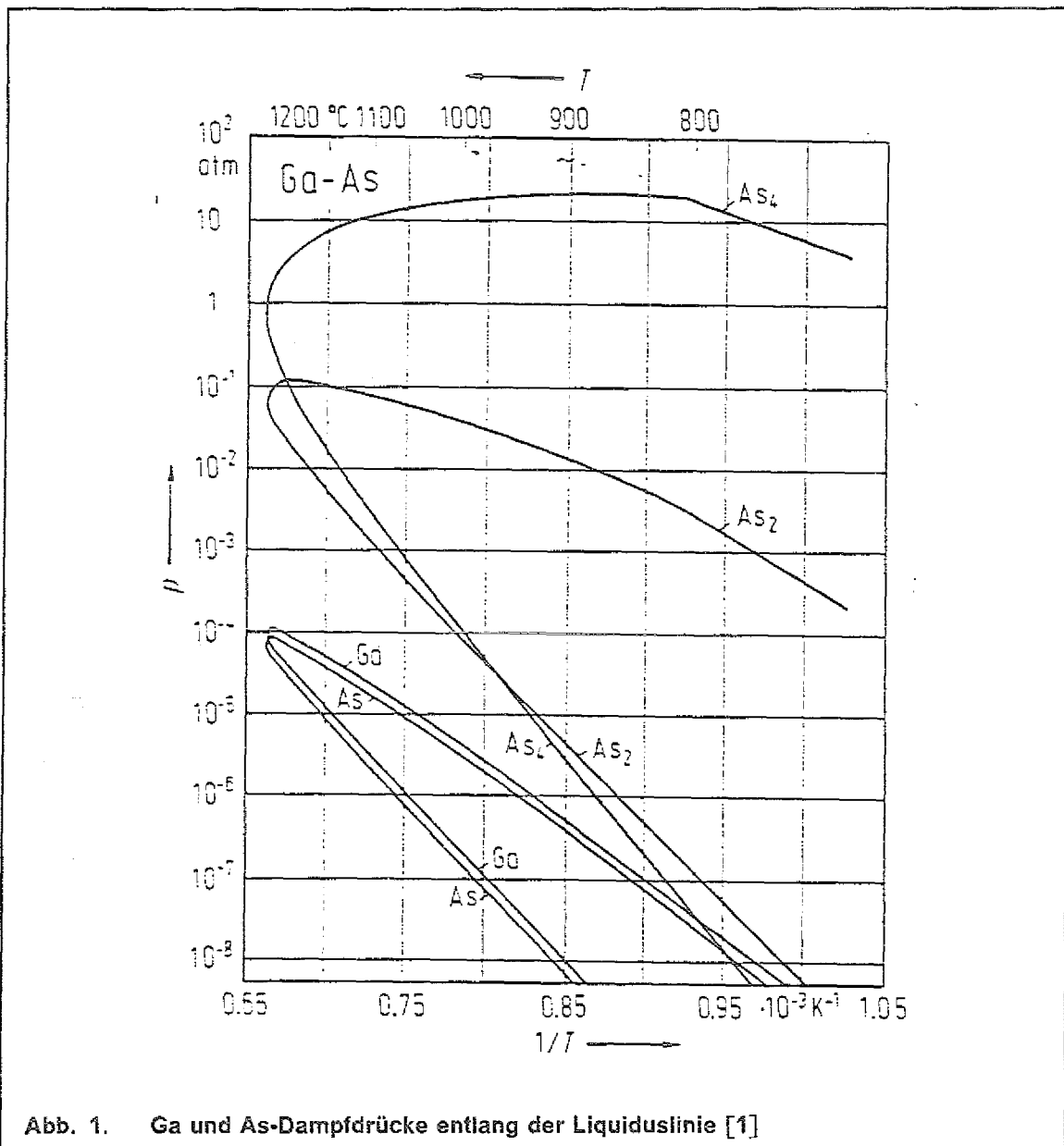


Abb. 1. Ga und As-Dampfdrücke entlang der Liquiduslinie [1]

GREMELMAIER [2] auf die Boroxidabdeckung und sorgte durch ein allseitig geheiztes Gefäß und einen regelbaren Ofen mit einem Arsenvorrat dafür, daß jederzeit ein Dampfdruck entsprechend dem Arsendampfdruck auf der Liquiduskurve herrscht. Auf diese Weise läßt sich die Stöchiometrie noch während des Ziehprozesses beeinflussen. GREMELMAIER verwendete für seine Versuche ein abgeschmolzenes Quarzgefäß: Die Heizung des Graphitsuszeptors und damit der Schmelze erfolgte von außen durch Hochfrequenz; eine magnetische Hub-Drehvorrichtung ermöglichte das Drehen und Heben des Kristalls. Eine geregelte Widerstandsheizung sorgte für die richtige Gefäßtemperatur. Abbildung 2 zeigt nebeneinander die Dampfdruckkurven von As_4 über metallischem Arsen und As_2 , As_4 über GaAs. Bei einer Temperatur von $617^\circ C$ ist der Dampfdruck von Arsen gleich dem Druck über GaAs bei $1238^\circ C$.

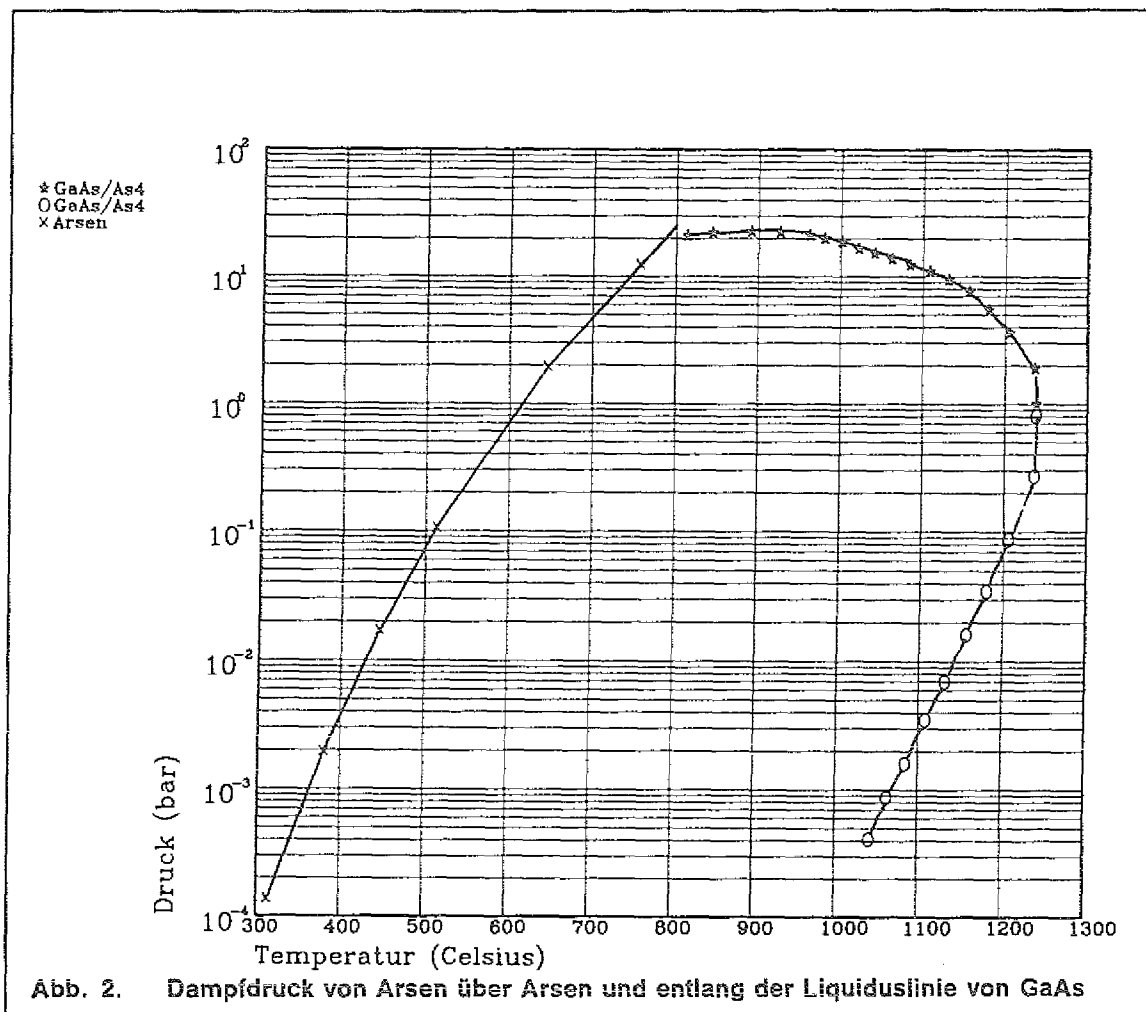


Abb. 2. Dampfdruck von Arsen über Arsen und entlang der Liquiduslinie von GaAs

Als Experimentieranlage mag ein allseitig geschlossenes und abgeschmolzenes Quarzgefäß noch tragbar sein, für eine flexible Experimentier- oder Produktionsanlage möchte man aber

- ein Gefäß haben, das mit Flanschen verschlossen wird

- und möglichst aus Metall ist.

Vor dem Bau einer solchen demontierbaren Anlage sind zunächst folgende Fragen zu klären

- mit welchen Dichtungen kann man zuverlässig mit tolerierbaren Leckraten das Gefäß bei 650° - 700°C abdichten
- aus welchen Metallen kann das Gefäß hergestellt werden, sodaß zum einen die Korrosion durch Arsendampf toleriert werden kann, zum anderen das Metall nicht zu Verunreinigungen der Kristallschmelze führt.

Beiden Fragen wurde in getrennten Untersuchungen nachgegangen.

2.1 Dichtigkeitsuntersuchungen

Das Kristallzuchtgefäß ist also bei einer Temperatur oberhalb von 617°C nach außen abzudichten. Die Dichtung hat zwei Aufgaben

- Verunreinigungen wie Sauerstoff und Wasserdampf aus der Umgebungsatmosphäre von der Kristallschmelze fern zu halten
- Arsen, das sich an Luft sofort mit Sauerstoff zum toxischen Arsenoxid verbindet, zurückzuhalten.

Es bieten sich zunächst folgende Möglichkeiten an, das Gefäß abzudichten

1. Hochtemperaturfeste Metallprofilabdichtungen. Vom Prinzip her wäre es möglich, Metall-O-Ringe, Metall-C-Ringe oder geometrische Abwandlungen davon zu verwenden (massive Aluminiumringe, die in der Vakuumtechnik ansonsten verwendet werden, scheiden wegen des Temperaturbereiches aus). Allerdings sind alle gängigen Dichtungsringe aus Materialien wie Nickel, Eisen oder Kupfer gefertigt, die dem korrosiven Angriff von Arsen nicht standhalten.
2. Zur Abdichtung ließe sich eine Flüssigkeit verwenden, die chemisch sowohl mit dem Arsendampf als auch mit dem Gefäßmaterial verträglich ist. Geschmolzenes Boroxid wäre eine solche Flüssigkeit, die zumindest mit Metallen verträglich ist (Quarz wird in Boroxid gelöst). Boroxid verhält sich wie ein Glas; sein Erweichungspunkt liegt bei etwa 500°C und bei 600° - 700°C ist es eine hochviskose Flüssigkeit. Andere, auch mit Quarz verträgliche Flüssigkeiten wären Chlor- und Fluorsalze, über deren Verträglichkeit mit GaAs aber keine Erfahrungen vorliegen. Der Nachteil von Flüssigdichtungen ist in jedem Fall, daß eine Dichtwirkung erst bei hoher Temperatur eintritt und das Gefäß auch bei dieser Temperatur montiert und demontiert werden muß. Außerdem ist bis zu dieser Temperatur das GaAs und der Arsenvorrat durch eine Inertgasatmosphäre zu schützen. Arsen besitzt bei 500°C bereits einen Dampfdruck von 80 mbar (siehe Abbildung 2).

3. Graphit ist ein Material, das sowohl resistend gegen Arsendampf ist als auch für Metall- oder Quarzgefäße verwendet werden kann. Hier wäre eher der Korrosionseinfluß des Luftsauerstoffes zu befürchten, was aber bei Einmaldichtungen, die nur eine Standzeit für einen Kristallzuchtvorgang haben müssen, noch keine Rolle spielt.

2.1.1 Eigenschaften von Graphitdichtungen

Der Ausgangswerkstoff von Graphitdichtungen ist eine flexible Form des Graphits; er stellt eine flächenhafte Anordnung von Graphitkristallen dar, die durch Druck- und Scherkräfte gebildet werden und fest miteinander verzahnt sind. Das Ausgangsmaterial ist Naturgraphit, der durch chemisch mechanische Reinigungsverfahren von den Verunreinigungen befreit wird. Die schuppenförmigen Graphitteilchen werden in einem Verdichtungsprozeß verfilzt, sodaß eine innige Verzahnung erfolgt.

Graphitdichtungen werden dort eingesetzt,

- wo hohe Temperaturen vorliegen; Graphit ist an Luft beständig bis 550°C, in Inertgasatmosphäre bis über 2000°C
- als Ersatz für Metaldichtungen
- zum Abschluß von chemisch aggressiven Dämpfen und Gasen
- wo häufige Temperaturwechsel auftreten
- wo eine gute Temperaturleitfähigkeit erwünscht ist.

Wegen seiner guten Verarbeitbarkeit läßt sich die Dichtungsform in weiten Grenzen den speziellen Anforderungen anpassen, z.B.:

Profiltringe

Flachdichtungen

geflochtene Dichtungen

etc.

Der im Betrieb erforderliche Anpressdruck liegt zwischen 2,5 und 100 N/mm².

In allen Versuchen wurden Graphitdichtungen als Doppeldichtung eingesetzt. Das hat den Vorteil, daß der Ringspalt mit Inertgas gespült werden kann, sodaß

- bei Leckagen nur Inertgas in das Gefäß eindringen kann.
- Arsendampf, der durch die Leckage aus dem Gefäß in den Ringspalt eintritt, durch das Spülgas mitgerissen und mechanisch in Filtern oder chemisch aus dem Gas entfernt werden kann.

Mit den Dichtungsversuchen gegenüber As-Dampf sollten Fragen untersucht werden:

- läßt sich Arsendampf, von dem angenommen wird, daß er als As_4 -Moleküle vorliegt, an einer Platte, deren Temperatur weit unter der Sublimationstemperatur liegt, niederschlagen oder verteilt sich das Arsen im gesamten Kreislauf
- welche Dichtwirkung läßt sich mit Graphitdichtungen bei hohen Temperaturen (etwa $650^{\circ}C$) erreichen und wie groß ist dann der Verlust an Arsen.
- wie könnte eine technisch realisierbare Lösung für eine GaAs-Kristallziehapparatur aussehen.

2.1.2 Versuchsaufbau mit Graphitdichtungen

Die Abbildungen 3 und 4 zeigen den Versuchsaufbau.

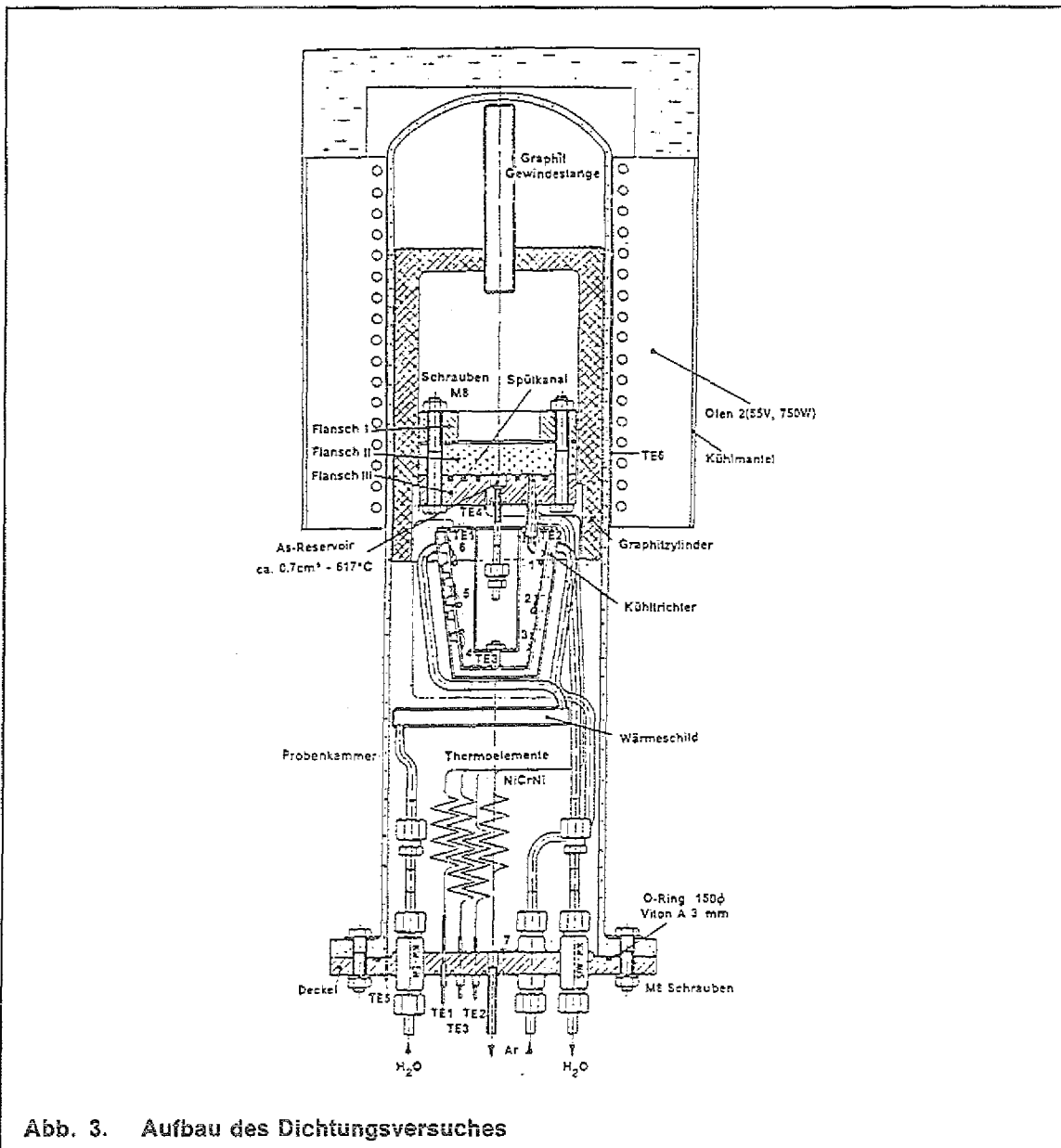
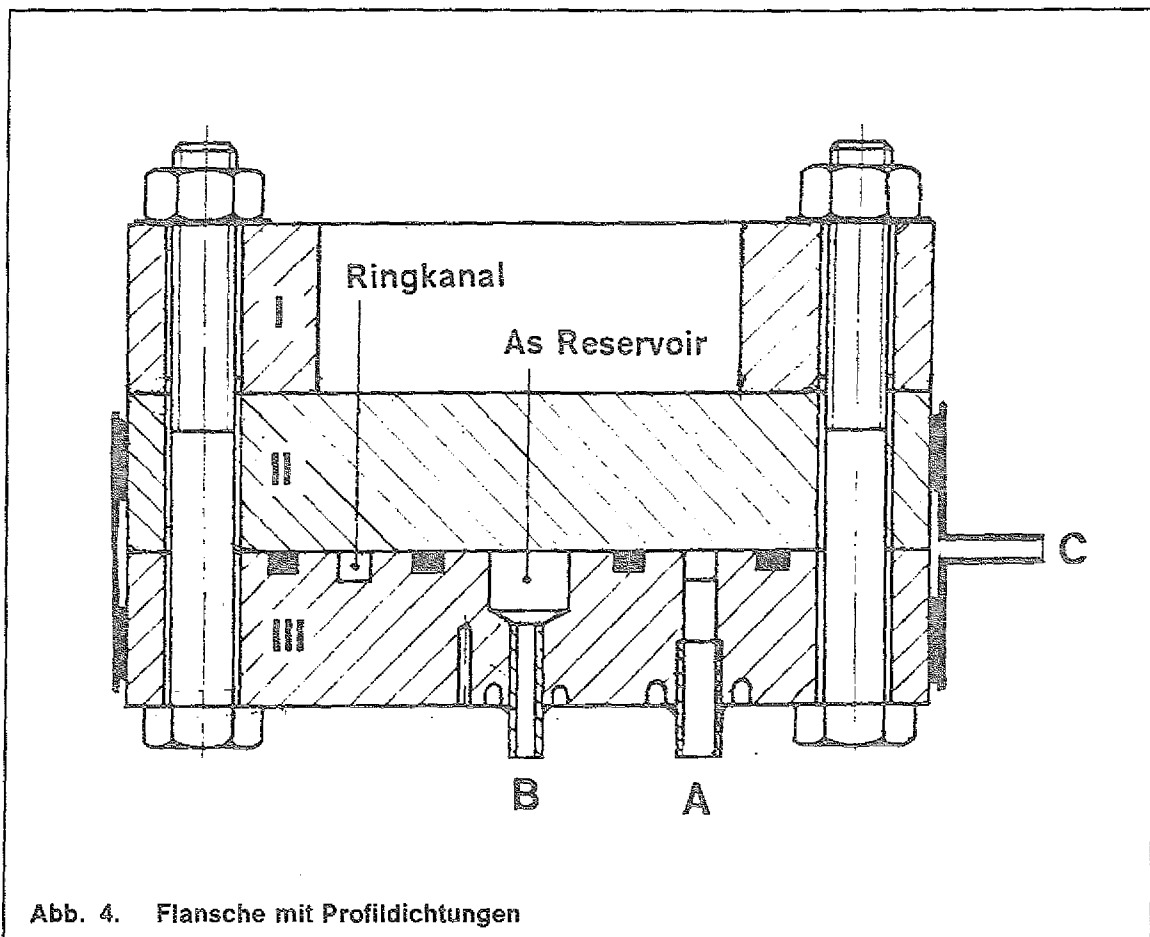


Abb. 3. Aufbau des Dichtungsversuchs

Die Probenkammer aus Quarzglas befindet sich in einem Ofen, der bis auf etwa 800°C aufgeheizt werden kann. Ein Graphitzylinder im Quarzrohr sorgt für eine konstante Temperatur im Bereich der Testflansche (Details der Testflansche sind in Abbildung 4 gezeigt). Das aus dem Ringkanal ausströmende Gas wurde entweder in einen wassergekühlten Trichter geleitet, damit sich das im Gasstrom mitgeführte Arsen auf den kalten Flächen abscheidet, oder es wurde direkt aus der Kammer in den außen befindlichen Kreislauf mit den Filtern und der Umwälzpumpe abgezogen. Auf der Innenwand des Trichters waren Metallplättchen angebracht. Die darauf abgeschiedene Arsenmenge wurde durch Neutronenaktivierung bestimmt.



Die Strömungsrate des Gases wurde zwischen 2 und 15 l/min variiert; bei 15 l/min ist die Strömung im Ringkanal turbulent mit einer Reynoldszahl von 3000.

Es wurden Graphitprofileringe und -flachdichtungen verwendet; als Flansche wurden die Kombinationen Stahl-Stahl (Werkstoff 1.4541) oder Stahl-Quarz untersucht.

2.1.3 Ergebnisse

- Arsen scheidet sich nicht vollständig auf der ersten Fläche ab, deren Temperatur weit unter der Sublimationstemperatur liegt. Arsen wurde im gesamten Kreislauf wiedergefunden, auch hinter Filtern der Klasse S. Man wird also naß-chemische Verfahren anwenden müssen, um das Arsen sicher und quantitativ aus dem Spülgas zu entfernen.
- Es konnte kein Unterschied zwischen den Flanschpaarungen Stahl-Stahl und Stahl-Quarz festgestellt werden. Einen negativen Einfluß hatte die anfängliche Rauigkeit der Stahlflansche: die Dichtungen klebten am Flansch. Graphit scheint aber die Unebenheiten auszugleichen, denn beim zweiten und den folgenden Versuchen spielte der Anfangszustand der Oberflächen keine Rolle mehr.

- Die Leckrate von Arsen vom Reservoir in den Spülkanal betrug
 - bei Profilringen $3,3 \cdot 10^{-3}$ mbar l/sec (Breite der Dichtung 4 mm, Dichtungslänge 82 mm)
 - bei Flachdichtungen $4,5 \cdot 10^{-4}$ mbar l/sec (Breite der Dichtung 11 mm, Dichtungslänge 88 mm), also etwa 7 mal geringer.
- Bei längeren Versuchsdauern verringert sich die Leckrate geringfügig.
- Beim Aufheizen und Abkühlen zeigen die Dichtungen ein Hystereseverhalten: im kalten Zustand ist die Leckrate kleiner als nach einmaligem Aufheizen.
- Die Heliumleckrate, gemessen vom Arsenreservoir über die innere Dichtung, den Spülkanal und die äußere Dichtung lag, abhängig von der Strömungsrate im Spülkanal, zwischen $4 \cdot 10^{-6}$ und 10^{-6} mbar l/sec

Sowohl die Arsenleckrate, d.h. der Arsenverlust während des Kristallziehprozesses, als auch die Heliumleckrate (interpretiert als Arsenleckage) in die Umgebung können vom Arsenverlust und vom Sicherheitsrisiko her toleriert werden.

2.2 Korrosionsuntersuchungen

Als Werkstoffe für das Kristallzuchtgefäß kommen hochtemperaturfeste Materialien in Frage, die resistent sind gegen Arsen oder Schutzschichten auf Materialien, die zwar korrosionsempfindlich sind, aber die notwendige Festigkeit besitzen. Aus diesem Grunde wurden folgende Materialien untersucht:

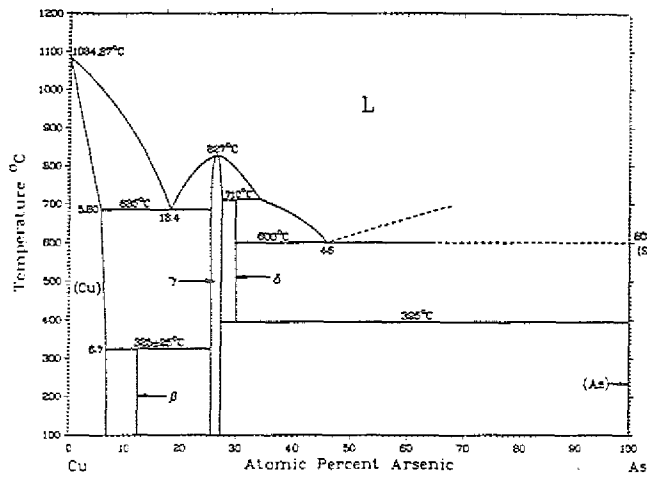
- hochtemperaturfeste Stähle
- allgemein als korrosionsfest angesehene Stähle
- hochtemperaturfeste Metalle, wie z.B. Molybden, Wolfram, Chrom o.ä .
- Schutzschichten aus Materialien, wie z.B. TiN
- Keramiken, die als Isolationsmaterialien in Frage kommen

2.2.1 Chemische Eigenschaften und Vorkommen von Arsen

Arsen gehört zur 5.Hauptgruppe des periodischen Systems zusammen mit anderen Halbmetallen wie Phosphor und Antimon. In Verbindungen tritt es in 3-, 4- und 5-wertiger Form auf. Es kommt wie andere Elemente der 5.Hauptgruppe in verschiedenen allotropen Modifikationen vor; stabil ist nur die metallische Form. Reines metallisches Arsen überzieht sich an Luft mit einer braun-grauen Oxidschicht As_2O_3 ; die Verbindung ist hochgiftig während metallisches Arsen ungiftig ist. In der Natur kommt Arsen selten in reiner Form vor; meistens tritt es in Verbindungen mit Schwefel (As_2S_2 , As_2S_3), Eisen ($FeSAs$), Kobalt ($(Co,Fe,Ni)As_2$) oder Nickel ($NiAs$, $NiAs_2$) auf.

Das natürliche Vorkommen der Metall-Arsenverbindungen, die thermodynamischen Daten der Bindungsenergien der Verbindungen, oder die Phasendiagramme (siehe Abbildung 5) sagen wenig darüber aus, wie Arsendampf bei $700^\circ C$ mit Metallen reagiert und welche Eigenschaften die unter diesen Bedingungen gebildeten Verbindungen haben. Lediglich bei Kupfer ist aus dem Phasendiagramm zu entnehmen, daß sich bei $685^\circ C$ ein Eutektikum bildet und Kupfer somit sehr korrosionsanfällig sein wird. Auch Nickel und Eisen bilden verschiedene eutektische Verbindungen, aber erst bei Temperaturen über $800^\circ C$.

Cu-As Phase Diagram



Fe-As Phase Diagram

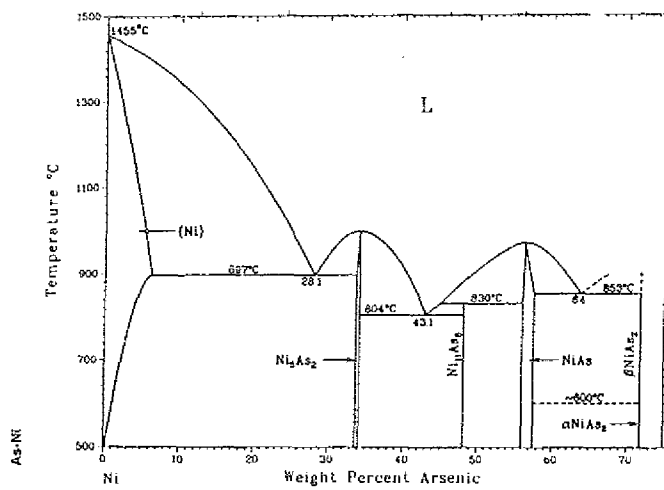
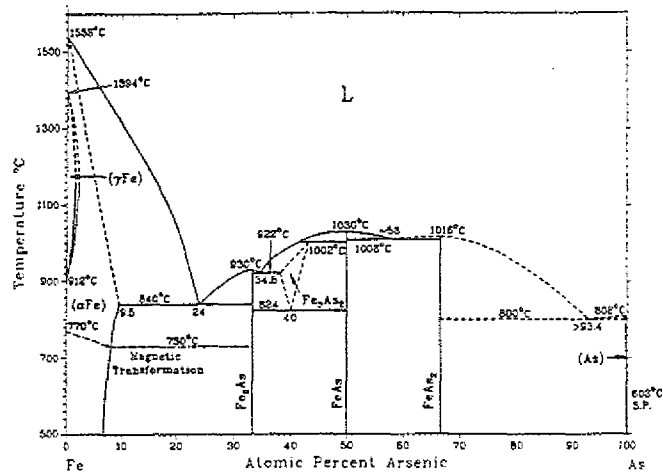


Abb. 5. Phasendiagramme von Arsenverbindungen [3]

2.2.2 Versuchsaufbau für Korrosionsuntersuchungen und Auswertung

Zur Klärung der Arsenverträglichkeit von hochtemperaturfesten oder korrosionsresistenten Werkstoffen wurden daher ausgedehnte Untersuchungen durchgeführt. Der Versuchsaufbau sah folgendermaßen aus (siehe Abbildung 6): Die Korrosionstests werden in einem abgeschlossenen Quarzrohr durchgeführt. Die Proben (10x10x4 mm) werden zusammen mit einem Arsenvorrat in das Rohr eingesetzt; Proben und Arsen sind durch ein Distanzrohr voneinander getrennt. Die Arsenmenge wird so gewählt, daß unter Berücksichtigung des Arsenverbrauches durch Korrosionsbildung immer ein Dampfdruck von 1 bar aufrechterhalten wird. Das Quarzrohr wird mehrere Stunden auf 200°C aufgeheizt und dabei auf 10⁻⁶mbar evakuiert. Danach wird das Rohr abgeschmolzen, in ein Graphitrohr eingesetzt und dieses wiederum in einen evakuierbaren Autoklaven eingebracht, der dann in einen 3-Zonenofen eingesetzt wird.

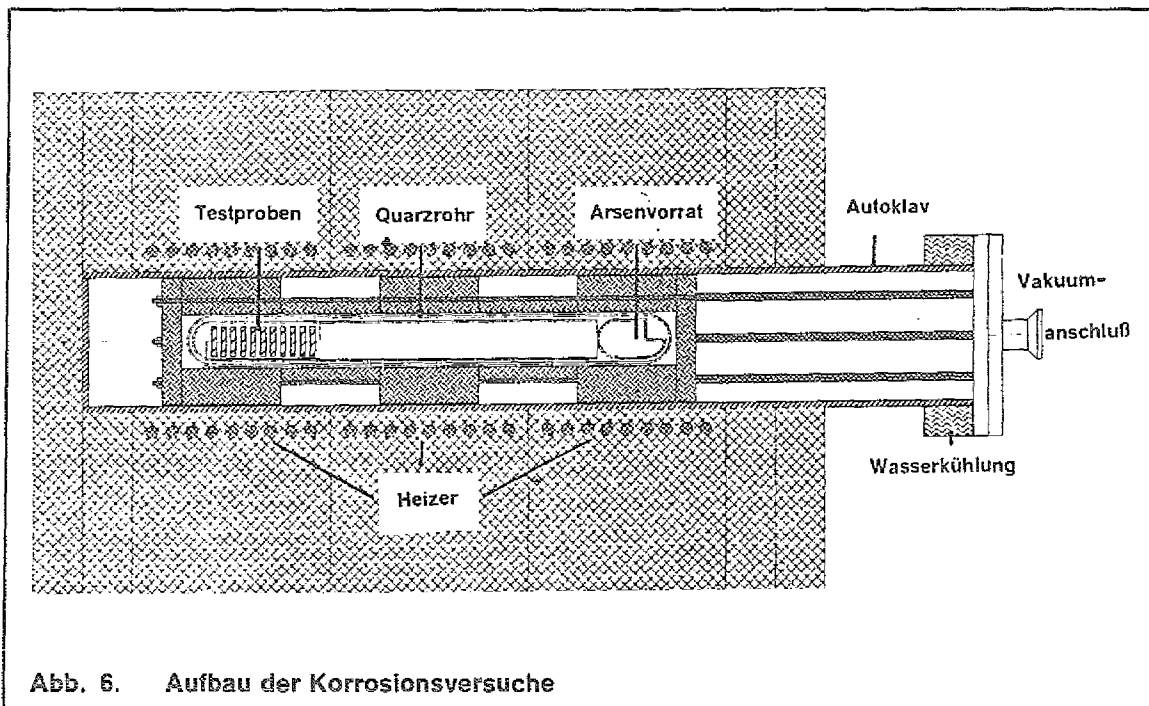


Abb. 6. Aufbau der Korrosionsversuche

Die Temperaturen der 3 Zonen werden so eingestellt, daß die Temperatur im Bereich der Proben 700°C und im Bereich des Arsenvorrates 617°C beträgt. Dadurch ist sichergestellt, daß der Arsendampf im gesamten Rohr 1 bar beträgt (unter Zugrundelegung der Dampfdruckkurve von Abbildung 2) und das Arsen bei 700°C mit den Proben reagieren kann. Eine Versuchsperiode dauert 10 Tage; danach wird der Versuch unterbrochen. Beim Abfahren des Ofens wird zunächst der Bereich des Arsenvorrates abgekühlt, um die Kondensation des Arsendampfes auf den Proben zu verhindern. In einer Handschuhbox wird danach das Quarzrohr zerstört und die Proben sowie der Arsenrest entnommen. Alle Proben werden vor und nach dem 10-Tage-Test gewogen. Locker sitzende Korrosionsschichten werden durch leichtes Bürsten mit einem Pinsel entfernt. Ein Teil der Proben wurde ein zweites oder drittes mal eingesetzt, die anderen wurden in Kunststoff eingebettet und Metallschliffe

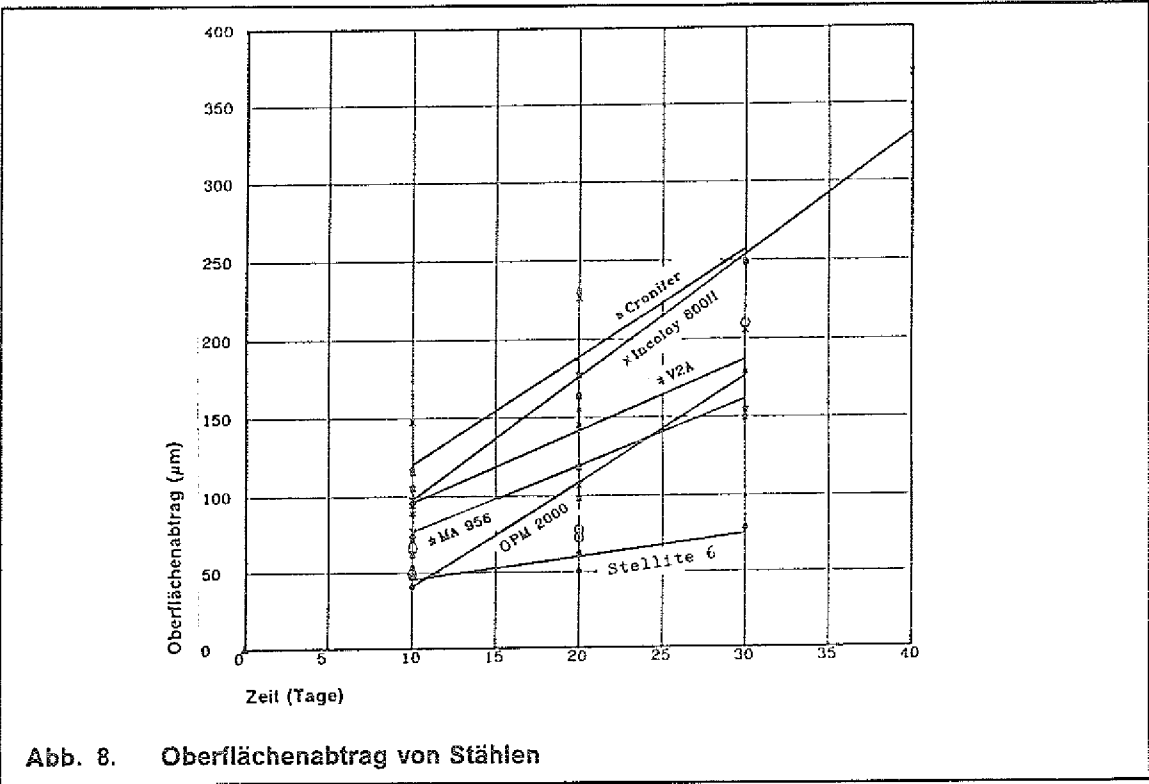
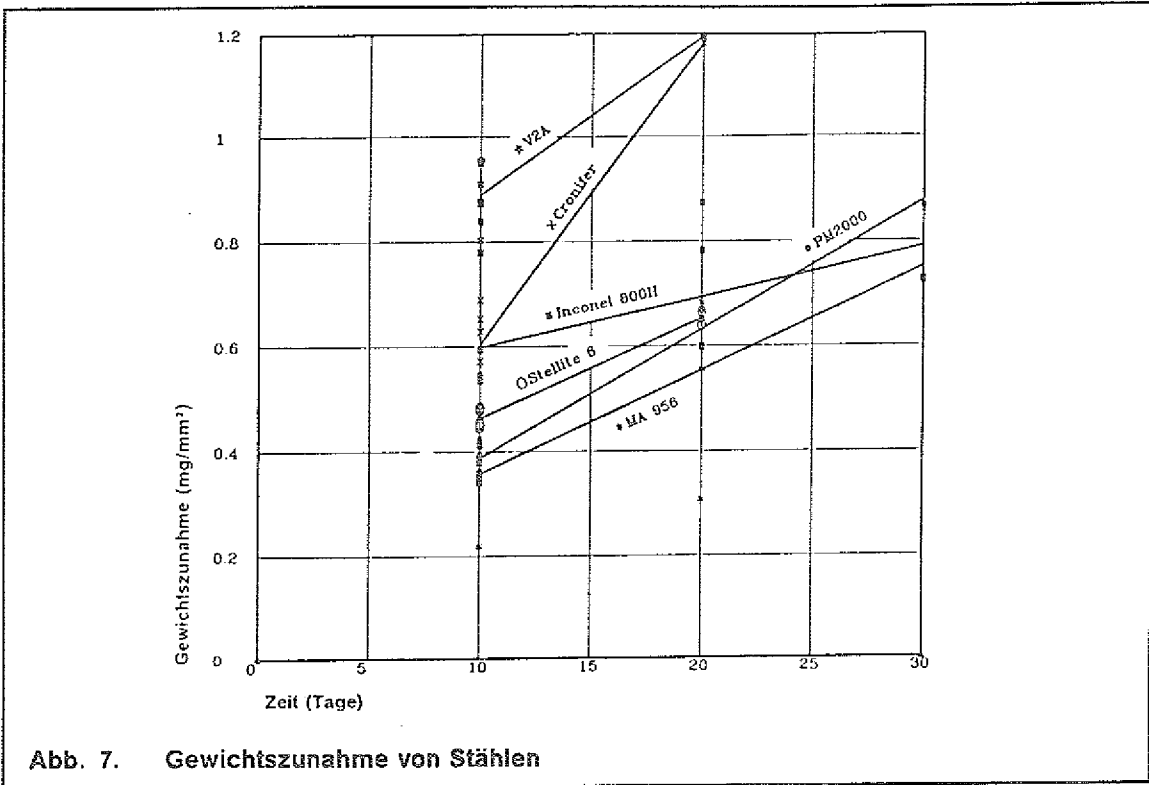
angefertigt. An diesen Proben wurde die Dicke der Korrosionsschicht und die Dicke der Proben selbst gemessen. Bei Keramikproben wurden zusätzlich mit einem Elektronenrastermikroskop mit EDX-Zusatz Arsendichtprofile gemessen.

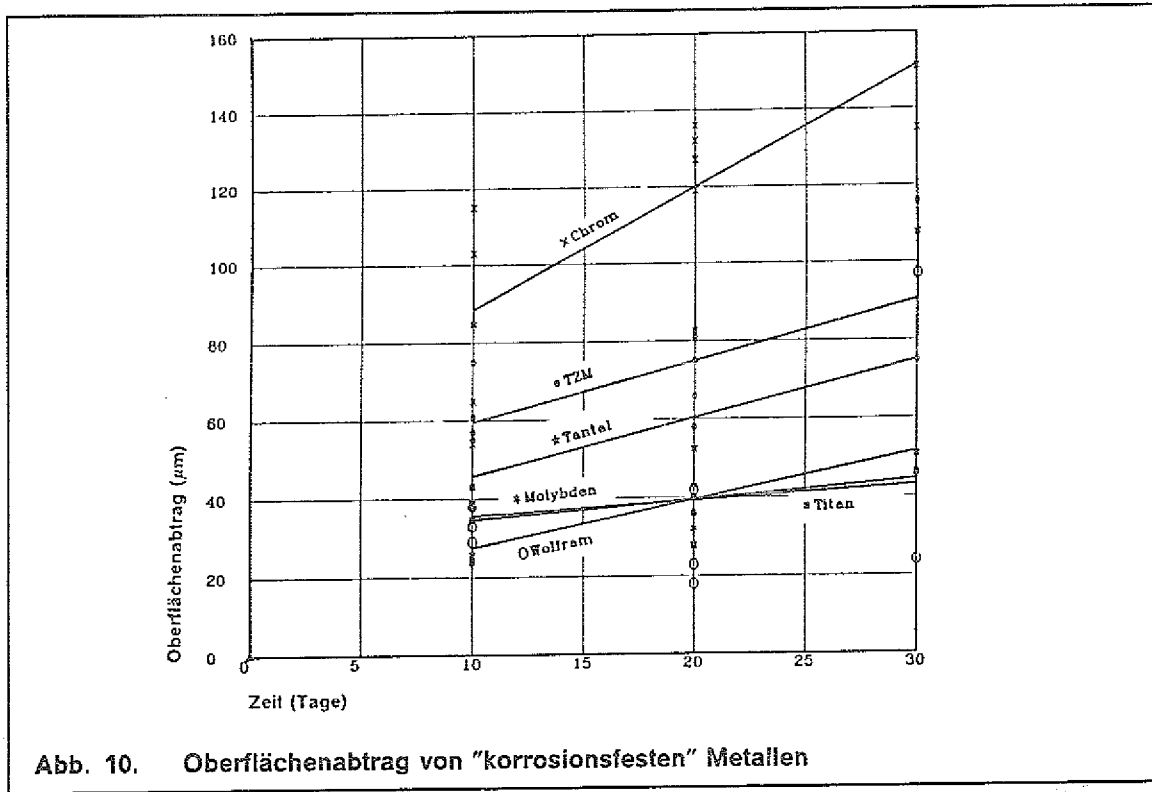
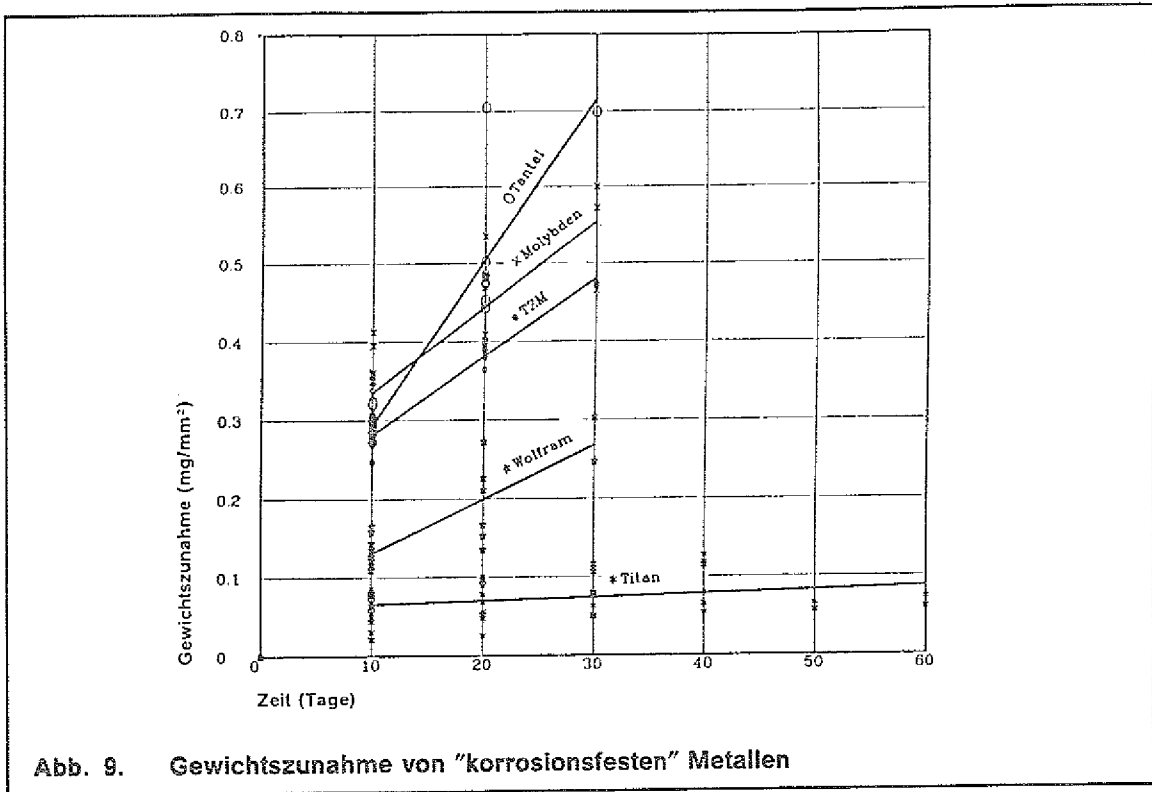
2.2.3 Ergebnisse

- Alle Metalle werden mehr oder weniger stark von Arsen angegriffen
- Alle Korrosionsschichten haften schlecht auf der Unterlage (mit Ausnahme von Titan)
- Innerhalb der Meßgenauigkeit ist das Wachstum der Korrosionsschicht bzw. der Oberflächenabtrag linear mit der Zeit, d.h. es tritt keine Sättigung ein. Die Geraden gehen aber nicht durch den Nullpunkt sondern schneiden die y-Achse oberhalb des Nullpunktes, d.h. es tritt schnell eine anfängliche Oberflächenbedeckung ein, danach verlangsamt sich das Wachstum.
- Oberflächenabtrag, Gewichtszunahme und Dicke der Korrosionsschicht sind nicht eindeutig miteinander korreliert, d.h. aus einer großen Gewichtszunahme kann nicht auf großen Oberflächenabtrag geschlossen werden (siehe STELLITE Abbildung 7 und Abbildung 8).
- Nickelhaltige Stähle werden am stärksten von Arsen angegriffen.
- Alle Stähle sind korrosionsempfindlicher als die reinen Metalle Wolfram, Tantal, Titan und Molybden (auch TZM).
- Die geringste Korrosionsanfälligkeit von allen Metallen zeigte Titan (siehe Abbildung 9 und Abbildung 10). Nach Bildung einer anfänglichen Passivierungsschicht wird nur noch wenig Arsen zusätzlich aufgenommen. Ebenso nimmt der Oberflächenabtrag nur langsam mit der Zeit zu.
- Titanitrid, Chrom, Titan und Boroxid wurden als Schutzschichten auf nickelhaltigen Stählen untersucht
 - Titanitrid bildet keinen Schutz vor Arsen (siehe Abbildung 11). Die Titanitridschicht wird zwar nicht zerstört; die Schicht ist aber unter den Versuchsbedingungen nicht dicht gegen Arsen, so daß unterhalb des TiN Korrosion auftritt. Die TiN-Schicht platzt mit der Zeit zusammen mit der Korrosionsschicht ab.
 - Chrom ist kein Schutz, da massives Chrom selbst stark von Arsen angegriffen wird (siehe Abbildung 9).
 - Boroxid war während der Versuchsdauer von 30 Tagen ein absoluter Schutz gegen Arsen. Boroxid ist bei 700°C eine zähe Flüssigkeit (kinematische Viskosität 0,5 m²/sec, Wasser bei Raumtemperatur 10⁻⁶m²/sec)
 - Titan wurde mit dem Plasmasprayverfahren mit Schichtdicken von 500 - 1000 µm aufgebracht. Die Schichten sind unter den Versuchsbedin-

gungen nicht vollständig dicht gegenüber Arsen. Durch die Poren dringt Arsen ein und greift das Titan an. Während der Versuchsdauer von 30 Tagen war aber die 500 μm -Schicht dick genug, um das Grundmaterial (Incoloy 800H) vor dem Arsenangriff zu schützen.

- Titan-Plasmasprayschichten wurden nachträglich mit einem Laser aufgeschmolzen. Die so erhaltenen Schichten haben die gleichen guten Eigenschaften wie massives Titan.
- Es wurden folgende Keramiken untersucht: **BN**, **TiB₂**, **AlN**, **Makor** (eine Glaskeramik) und **SiC** sowie Mischungen von ihnen und unterschiedlich dichte Modifikationen.
 - Bei keiner Keramik konnte eine Gewichtsänderung festgestellt werden, die signifikant über dem Meßfehler lag.
 - Bei keiner Keramik konnte eine Änderung der Probendicke gemessen werden.
 - Lediglich bei TiB₂ und Mischungen mit anderen Nitriden/Karbidern konnte mit dem Elektronenrastermikroskop mit EDX die Anlagerung von Arsen an Titan nachgewiesen werden. Die Menge an Arsen war aber so gering, daß sie mit anderen Meßmethoden nicht nachgewiesen werden konnte.





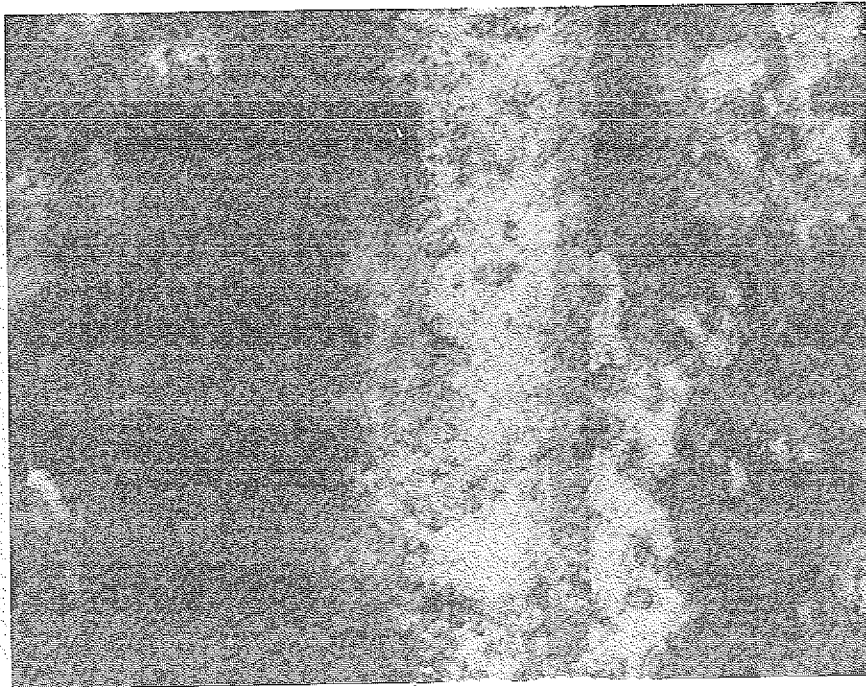


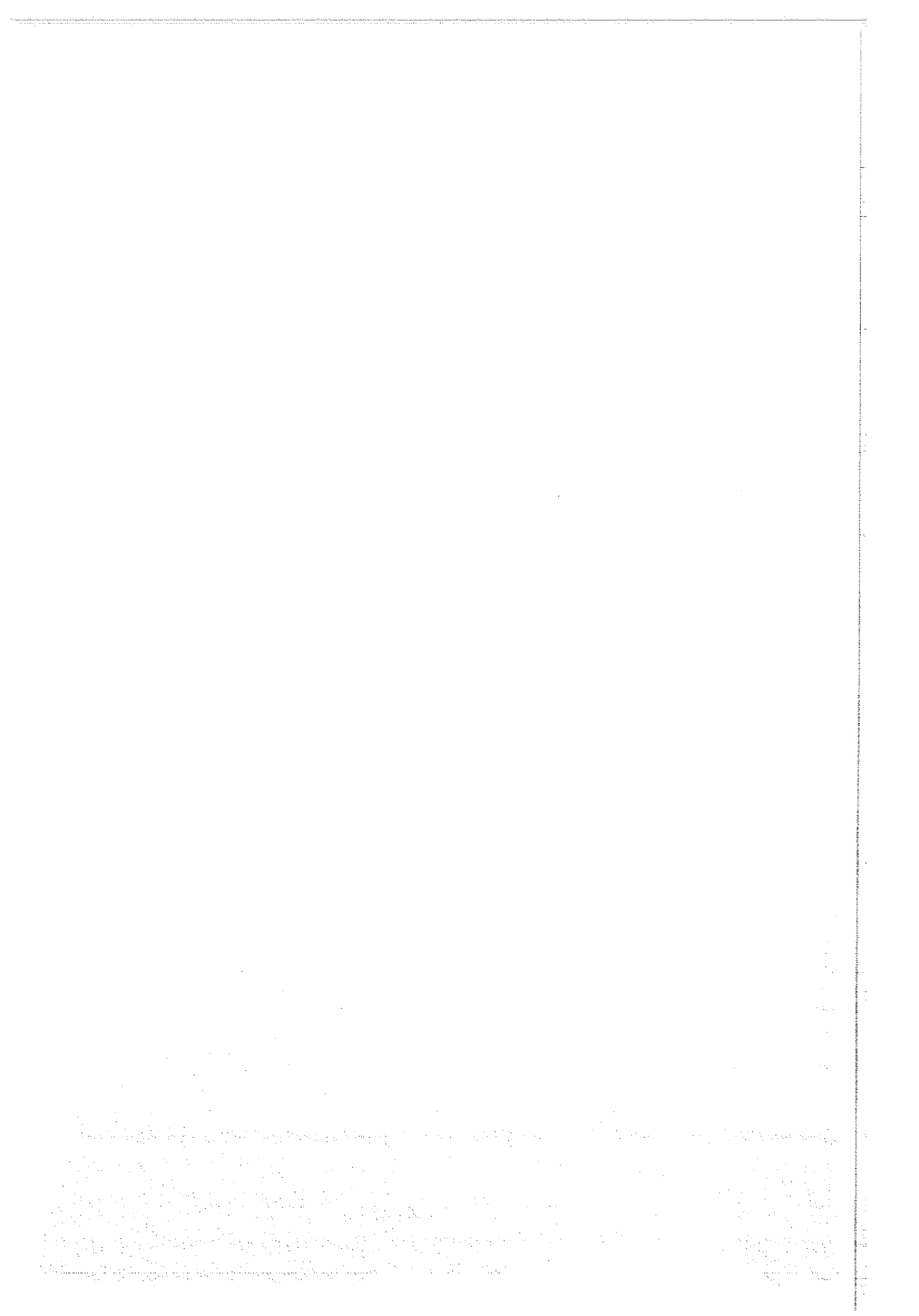
Figure 1. Schliffbild einer mit TiN beschichteten V2A-Probe mit Arsenkorrosion

Zusammensetzung der Legierungen

Legierung	C	Mn	Si	Cr	Ni	Co	Ti	Al	Fe	W
V2A 1.4541	0.08			18	10		0.5		Ba- sis	
Cronifer 1.4845	0.056	1.72	0.22	24.3	19.1				Ba- sis	
CONTIMET (Titan) 3.7035	0.08						Ba- sis		0.25	
Stellite 6	1			26		Ba- sis				5
Incoloy 800H	0.08	0.75	0.5	21	32.5		0.4	0.4	Ba- sis	
MA956 PM2000				20			0.5	4.5	Ba- sis	

2.3 Literaturverzeichnis

- [1] LANDOLT-BÖRNSTEIN Vol.17 (1984) 320
- [2] GREMMELMAIER Z.Naturforschung 11a(1956) 211
- [3] Bulletin of Alloy Phase Diagrams 1984-1986



3.0 Flanschverbindungen für die GaAs - Züchtungs- und Tempergefäße

Der Einsatz von Grafitdichtungen in vorangegangenen Helium-Dichtheitstests - durchgeführt von der Zentralabteilung ZBB - hat gezeigt, daß sehr gute Werte massenspektrometrisch ermittelt wurden.

In der Spannebene zweier Flanschteller dichteten 2 Grafitringe einen Testgas-Ringkanal bei konzentrischer As - Dampfzuführung. Für die weiterführende Arbeit, hin zu einer industriellen Anwendung, wurde das Prinzip eines Spül- und Leckgaskanals zugrundegelegt wegen der so möglichen

- Entsorgung (Umwelt-Aspekt) und
- Überwachung der Dichtheit.

Das wiederkehrende Problem für die einsetzbaren Werkstoffe aller Gerätevarianten ist die hohe Temperatur von 700 °C und die sich hieraus ergebenden konstruktiven Probleme wie die

- Beherrschung der Wärmedehnungsverschiebungen;
- Begrenzung der Bauteil - Temperaturgradienten;
- Unterdrückung von Reaktionen mit der jeweils umgebenden Atmosphäre.

Einheitliche Konstruktionsprinzipien für Flansche in sehr unterschiedlichen Gerätekomplexen sind problematisch aber wegen der gleichartigen Belastung sinnvoll. Zum Hauptanliegen, unterschiedliche Werkstoffe mit zunächst klassischen Formen zu flanschen, kommt aus Kosten-, wie aus Montage-, bzw. Fügegründen die Rohrform hinzu. Die Lösungsansätze zielten auf die Haupttypen

- Gremmelmaier - Quarz/Quarz ; di = 130 mm ϕ
- Hotwall-Verfahren - Metall/Metall; di = 400 mm ϕ
 - Metall/Quarz; di = 130 mm ϕ
- Temper-Verfahren - Quarz/Metall ; di = 100-130mm ϕ

3.1 Technische Anforderungen

Die Quarzresistenz gegen As - Dampf und danach die des Titan und SiSiC stellen die wichtigsten Ausgangsbedingungen für alle Lösungsansätze dar.

Nach den verfahrensspezifischen Forderungen (Pkt.1) und den Forderungen des Gesetzgebers (AD - Regelwerk) müssen sich die Lösungen auf ein industriegerechtes, einfaches Handling richten.

Im Bereich dieser Rahmenforderungen müssen Werkstoffe zum Einsatz kommen mit

- gewährleisteter hoher Zeitstandfestigkeit
- geringem Kriechverhalten
- möglichst niedrigem thermischen Ausdehnungskoeffizienten
- vertretbaren Kosten
- angepaßten Werten von E-Modul und Poissonzahl

Die meisten Stähle bringen hier bei 700 °C sehr divergierende Eigenschaften mit. Unter Beachtung dieses Sachverhalts und der Gerät-Flansch-Komplexität treten drei Lösungsbereiche mit unterschiedlicher Temperaturbelastung hervor :

- a) das Dichtelement mit seiner Werkstoffpaarung
- b) der Kontaktbereich der angreifenden Spannmittel
- c) die Spanntechnik.

Quarzflansche erfordern teure Technologien, auch bedingt durch die Bauteilsicherheit. Sie wird mit $S = 5$ bis 15 angegeben [1]¹ und möglichst hoch empfohlen. Wegen der Elastizität der Dichtung ist auf einen möglichst steifen (homogenen) Lastangriff zu achten.

In der Werkstoffauswahl Tabelle 1 ist Titan wegen seiner geringen Festigkeit bei 700 °C nicht enthalten.

3.2 Prinzipien - und Lösungen

Der gegebene maximale Betriebsdruck $P_B = 2$ bar bedeutet, daß sich das Lösungsfeld im unterkritischen Bereich befindet [2], also dem Bereich, in dem der Verformungs-Preßdruck wesentlich größer als P_B ist. Dieser Preßdruck bzw. die Verformungskraft F_{DV} bestimmen die Dichtheit und damit die Lösungsaktivitäten - besonders in Hinblick auf die Quarzflansche.

¹ Hier wie auch nachfolgend wird durch den Hinweis [1] auf die im Originalbericht zitierten Firmenschriften hingewiesen.

Tabelle 1

Direkt bzw. gegebenenfalls mit Arsen in Berührung kommenden Werkstoffe und Sonderstähle

Kennwert	Einheit	Werkstoff			
		Quarz	Si Si C	TZM	Incoloy alloy 909
bei [°C]					
E-Modul	20 [N/mm ²] 700 [N/mm ²]	7,25 · 10 ⁴ 7,95 · 10 ⁴	3,8 · 10 ⁵ 3,2 · 10 ⁵	3,2 · 10 ⁵ 2,4 · 10 ⁵ (**)	
ν	[-]	0,17	0,17	0,378 (***)	
σ _{Zug}	20 [N/mm ²] 700 [N/mm ²]	50 -	180	1200 850	
σ _{Druck}	20 [N/mm ²]	1150	1150		
σ _b	20 [N/mm ²]	67	340		
Kriechdehnung	[%]		39 · 10 ⁻⁶ (1350°C)	bei 1100°C und 310 N/mm ² in ~ 350 Std. ca. 0,16 % (*)	
R _{p0,2}	20 [N/mm ²] 700 [N/mm ²]			870 -	- 800
R _m	20 [N/mm ²] 700 [N/mm ²]			980 850	- 900
α	20/250 [K ⁻¹] 20/700 [K ⁻¹] 20/1000 [K ⁻¹]	6 · 10 ⁻⁷ 5,2 · 10 ⁻⁷ -	- 4,35 · 10 ⁻⁶ (**) 4,8 · 10 ⁻⁶	- 5,3 · 10 ⁻⁶ -	10,43 · 10 ⁻⁶
λ	700 [W/mK]	1,78 (**)	930 (**)	107	
Lit.:		Q-A1 / 112.2 Heraeus Quarzschnmelze S.7	Hoechst Ceram Tec Datenblatt Selb 9/89 - S.9	Plansee Molybdän- Produktheft (69 Seiten, S. 19	Inco Alloys Intern., Inc. „Superlegie- rungen f. die Luft- u. Raum- fahrt“ Prosp. S. 11+16

Anmerkungen

*) Die beginnende Rekristallisation liegt nach 10⁴ Minuten bei 1400 [K]. Daher ist bei 700°C und z.B. σ < 250 [N/mm²] eine Zeitstandkriechgrenze von einigen 1000 Stunden zu erwarten.

***) interpoliert

$$***) \nu = \frac{E - 26}{26} = 0,378 [2]$$

3.2.1. Dichtungen für die Flansch - und Rohrform

Der erreichte Entwicklungsstand enthält noch die Nachteile, daß

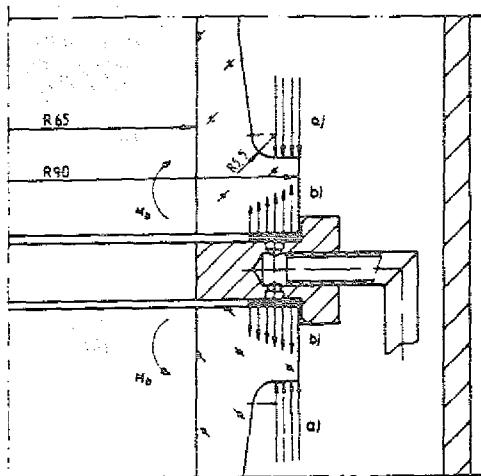
- 2 Dichtungen je Arbeitszyklus erforderlich sind
- die äußere Dichtung verbrennt und
- das Einbrennen von Radialdichtungen Demontagen erschwert.

Maximen des Lösungsweges sind daher

- Einsatz eines Grafitringes je Kristallzüchtungszyklus
(bei Erhaltung bzw. Verbesserung der Dichtheit)
- symmetrischer Lastangriff u. homogene Flächenlast
(Minimierung der Quarz- Biege- und Zugbelastung)
- Minimierung der erforderlichen Dichtungskraft
(Erhöhung der Sicherheit)
- Sekundärdichtung unverbrennbar zur Abdichtung eines Spülgas - Kanals
- Kostenminimierung
(Dichtungsbilliglösung) .

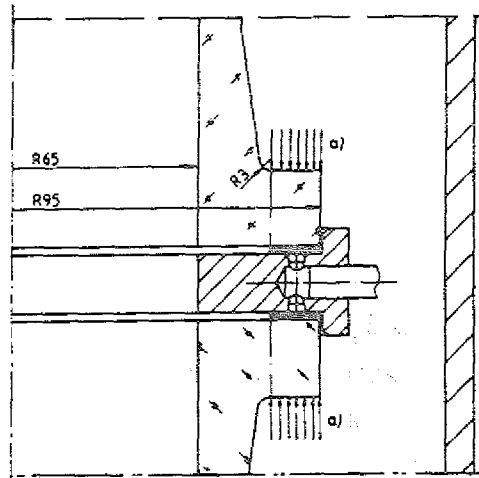
Flachdichtung

Im Zusammenspiel mit der Geometrie eines Quarzflansches hat dessen niedrige Quarz - Zug- und - Biegefestigkeit einen bestimmenden Einfluß auf Gestaltung, Lastangriff und Verformung.



a) Flächenpressung Losflansch/Quarzflansch
b) Flächenpressung des Dichtringes

Fig. 3.1 Stirnflansch mit Biegebelastung H_b



a) Flächenpressung Losflansch/Quarzflansch

Fig. 3.2 Stirnflansch mit $H_b \Rightarrow 0$

In Fig. 3.1 u. 3.2 wird eine Lösung angedeutet mit zwei Grafitringen - außen mit Edelstahlfassung - die gegen einen gemeinsamen SiC-Ring (geringere Wärmedehnungsverschiebungen) dichten und der die Leckgasführung übernimmt. Fig. 3.1 zeigt, daß die zu erwartenden Flächenpressungsverhältnisse eine größere Biegebelastung des Quarzflansches bewirken. In Fig. 3.2 geht die zylindrische Axialprojektion mit größerem Außendurchmesser zu Lasten des Preises, wobei mit kleinerem Radius $R = 3 \text{ mm}$ hier größere Spannungsspitzen zu erwarten sind.

Beide Lösungen haben weitere Nachteile gemeinsam:

- es treten höhere Flächenpressungen bei $R = 90$ auf sowie Biegebelastungen wegen der Stahlrahmung der Dichtung (vgl. Fig. 3.1) sowie eine Entlastung ihrer Primärseite;
- die Unkenntnis der effektiven Dichtungsbreite muß bei kleineren Breiten (hier ca 4 mm) Bedenken erregen.

Die Ermittlung der Pressungen und Kräfte zeigt, daß die reduzierten Vorverformungskräfte - für sehr niedrige Drücke - nur um den Faktor $f_P = 1,6$ niedriger liegen als im Normalfall. Aber auch reduziert liegt die Vorverformungskraft bei $F_{DV} = 15694 \text{ N}$.

		Fall	a	b
zu Fig. 3.1	Minimale Vorverformungskraft		F_{DVU}	F_{DV}
	Betriebsdichtungskraft		F_{DBU}	F_{DB}
	u. Mindestschraubenkraft i. Betr.-Zust.		F_{SBU}	F_{SB}

[1]

$$\sigma_{VU} = 6 \text{ [N/mm}^2\text{]}$$

$$b_D = b_{Di} + b_{Da} = 8 \text{ mm}$$

$$\sigma_{BU} = 2,5 \text{ [N/mm}^2\text{]}$$

$$d_D = \frac{d_{Di} + d_{Da}}{2} = 168 \text{ mm}$$

$$S_D = 1,3$$

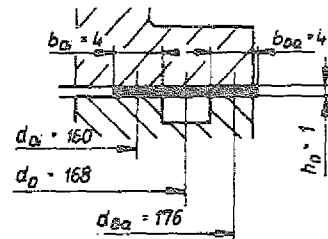


Fig. 3.3

a) Normal - Geltungsbereich

[1] Analog gilt für die Vorverformungskraft F_{DVU}

$$F_{DVU} = [(d_{Di} \cdot b_{Di}) + (d_{Da} \cdot b_{Da})] \cdot \pi \cdot \sigma_{VU} = A' \cdot \sigma_{VU}$$

$$F_{DVU} = [(160 \cdot 4) + (176 \cdot 4)] \cdot \pi \cdot 6 = \underline{\underline{25334 \text{ [N]}}}$$

b) Reduzierte Werte F_{DV}' und F_{DB} für sehr niedrige Drücke : $p = 2 \text{ [bar]} = 0,2 \text{ [N/mm}^2\text{]}$

$$K_o \cdot K_D = 6 \cdot b_D = 6 \cdot 8 = 48 \text{ [N/mm]}$$

$$K_B = 20 \cdot b_D = 16 \text{ mm}$$

$$S = 1,2 \text{ bis } 1,5 \text{ gewählt} : = 1,5 \text{ (Weichstoff)}$$

$$F_{DB} = d_D \cdot \pi \cdot K_B \cdot S_D \cdot p = 168 \cdot \pi \cdot 16 \cdot 1,5 \cdot 0,2 = 2533 \text{ [N]}$$

$$\text{Betriebskraft} \quad F_B = \frac{d_D^2 \cdot \pi}{4} \cdot p = \frac{168^2 \cdot \pi}{4} \cdot 0,2 = 4433 \text{ [N]}$$

$$\text{Schraubenkraft (min., Betrieb)} \quad F_{SB} = F_{DB} + F_B = 2533 + 4433 = 6966 \text{ [N]}$$

$$\text{Vorverform. Dichtkraft} \quad F_{DV} = d_D \cdot \pi \cdot K_o \cdot K_D = 168 \cdot \pi \cdot 48 = 25334 \text{ [N]}$$

$$\begin{aligned} \text{Reduzierte Dichtkraft} \quad F_{DV}' &= 0,2 \cdot F_{DV} + 0,8 \sqrt{F_{DV} \cdot F_{SB}} \\ &= 0,2 \cdot 25334 + 0,8 \sqrt{25334 \cdot 6966} = \underline{\underline{15694 \text{ [N]}}} \end{aligned}$$

$$\text{Faktor} \quad f_F = \frac{F_{DVU}}{F_{DV}'} = \frac{25334}{15694} = 1,61$$

Nun ist bekannt [1], daß der größte Dichteffekt bei einer Dichte des Reingrafits von $\rho = 1,4 \text{ bis } 1,8 \text{ g/cm}^3$ nach Montage im Hauptschluß eintritt.

Firmenschriften der Sigri-GmbH [1], S.12, ist zu entnehmen, daß mit 20-30 N/mm² Druckspannung eine Rückfederung bzw. (Rest-)Kompressibilität erreicht wird, die einer Rohdichte von $\rho = 1,6 \text{ g/cm}^3$ entspricht. Mit diesem Wert müßten die Quarzflansche während der Vorverformung $F_{DV} = 105\ 558 \text{ N}$ aushalten !

Vorverformungskraft bei

$$\sigma_V = 25 \text{ [N/mm}^2\text{]} \text{ für eine opt. Dichtwirkung}$$

$$\rho = 1,6 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

$$F_{DV} = A \cdot \sigma_V = 105\ 558 \text{ [N]}$$

Im Hinblick auf den Betriebszustand der immer nur punktuell auf dem Umfang verteilten Spannkkräfte und auf die Federelastizität des Grafits ist das nicht wahrscheinlich.

Um die Tragfähigkeits- und Sicherheitsfrage fundiert und zufriedenstellend beantworten zu können, wurde ein FEM - Modell entwickelt [9] und in Kommunikation mit den Entwicklungsschritten optimiert, Fig. 3.5 - 3.8.

Die Maße in Fig. 3.5 stehen im Einklang mit einer maximalen Dichtungskraft von 40 000 [N], dem Innendruck von 2 bar, der Betriebstemperatur $t_B = 700 \text{ }^\circ\text{C}$ und den Werten aus Tabelle 1, wofür sich ein Sicherheitsfaktor $S = 10,6$ ergibt. Bezogen auf die reduzierte Dichtkraft $F_{DV}' = 15\ 694 \text{ [N]}$ ist $S > 15$.

Die Belastung veranschaulicht Fig. 3.6.

Das Spannungsmaximum tritt deutlich im Radiusbereich Fig. 3.7 auf. Die $5 \times 45^\circ$ - Schräge bewirkt, daß ein ähnliches Maximum (ohne Schräge) minimiert wurde. Die Isolinien in Fig. 3.8 zeigen den punktuellen Charakter des Maximums. Als Grundlage der Auswertung diente die Hauptspannungshypothese.

Die in Fig. 3.10 (Hauptentwurf) dargestellte Lösung enthält folgende Merkmale:

- Gestaltung mit einer Dichtung im Hauptschluß unter Vermeidung von Biegemomenten im Meridianschnitt Fig. 3.9;
- Einsatz von vorgepreßten Dichtungsscheiben, die nach Verdichtung auf $\rho = 1,6 \text{ g/cm}^3$ nur um 10% zurückfedern;
- die Dichte bleibt entsprechend erhalten ;
- die Ringdicke wird auf 1 mm festgelegt zwecks Minimierung der Rückwirkung auf den Quarzflansch;

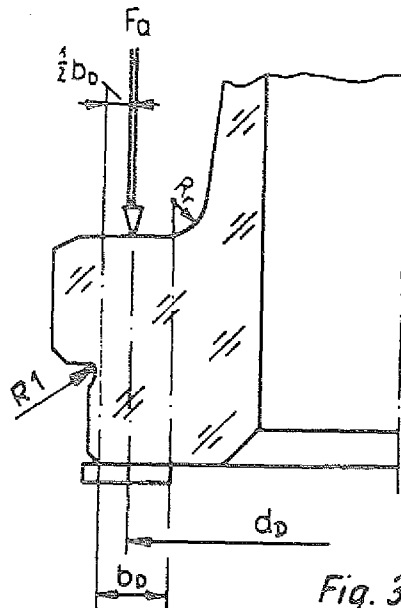


Fig. 3.9

- der Grafitring kommt ohne Fassung als Billigteil zum Einsatz;
- er wird - wie auch die Flansche - außen zentriert.

Profildichtungen

Auch hier ist das erforderliche Finish der Quarzdichtfläche wie bei der Flachdichtung durch Schleifbearbeitung gut beherrschbar. Probleme bereiten die weiten Toleranzen üblicher Quarzrohre, die im Hinblick auf konstante Dichtringmaße zur Folge hätten, daß der ggf. stark verkleinerte Querschnitt durch Dichtungskräfte noch höher belastet und die übrige Gefäßwand überdimensioniert wäre, wobei wegen des schlechten Quarz-Wärmeleitwertes unnötige Heizverluste und Regelungsprobleme entstehen würden.

Die Nachrechnung der erforderlichen Mindestwanddicke einschließlich $S = 15$ ergibt $s_{erf} = 4,08 \text{ mm}$. Der Rohr-Toleranz - Aspekt geht in die gleiche Richtung:

Rohre mit eingegengten Toleranzen sind unnötig teuer.

Erforderliche Wanddicke s_{erf}

[4-B1]

$$p = 2 \text{ [bar]}$$

$$K = 50 \text{ [N/mm}^2\text{]} \text{ [Tafel 1]}$$

$$S = 15 ; v = 1$$

$$s_{erf} = \frac{D_a \cdot p}{20 \frac{K}{S} \cdot v + p} = \frac{140 \cdot 2}{20 \cdot \frac{50}{15} + 2} = 4,08 \text{ mm}$$

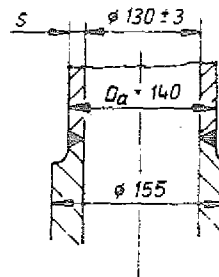


Fig. 3.11

Zur Quarzgestaltung:

Es ist günstiger, die gesamte Apparatur der Mindestwanddicke anzunähern und im Dichtungsbereich einen dickwandigen Teil anzuschweißen (Fig. 3.11). Vorteilhaft sind hier die geringen Herstellungskosten (Energie), die einfache Anpassung an das weit tolerierte Rotasilrohr und die freiauslaufende Schleifbearbeitung (gute Rundlaufqualität).

Zum Dichtprinzip:

Die radialen Wärmedehnungsdifferenzen bilden das Hauptproblem. Die Ringelastizität des Grafit legt nahe, abgeschrägte Profilringe zu verwenden.

Auch für die Brettschneider - Dichtung gilt für den besten Dichteffekt $\rho = 1,6 \text{ g/cm}^3$ [1].

Die stark abweichenden Ergebnisse der verschiedenen Kennwerte und Berechnungsverfahren ergeben allgemein für die insgesamt unterkritische Situation viel zu große Spannkkräfte und Druckbelastungen auch für das Quarzrohr.

Mit den Bezeichnungen für F_{DV}' (vergl. S.5 u. 6) und den Werten $K_O \cdot K_D = 40 \cdot b_D = 40 \cdot 7,5 = 300 \text{ [N/mm]}$ ist die reduzierte Vorverformungskraft $F_{DV}' = 53\,903 \text{ N}$ zwar niedrig, aber das bedeutet - wegen $\rho = 1,6 \text{ g/m}^3$ (SiC-Quarz) vorgepreßte Ringe einzusetzen.

Zu prüfen ist, ob solche Ringe die Wärmedehnungsdifferenz noch im Dauerbetrieb - also für viele Lastzyklen - aufnehmen können? Sie beträgt

SiC-Quarz-Wärmedehnungs-Durchmesser-Differenz

$$\Delta d = (d_2 \cdot \alpha_2 - d_1 \cdot \alpha_1) \cdot \Delta t \quad (\alpha - \text{siehe Tab 1, Anl. 2})$$

$$\Delta d = (170 \cdot 4,35 - 155 \cdot 0,52) \cdot 10^{-6} \cdot (700 - 20) = 0,448 \text{ mm}$$

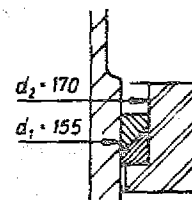


Fig. 3.12

Nach Erfahrungen des Herstellers würde ein Rotathermring V901/5x5 genügen; die Wärmedehnungsdifferenzen werden von vorgepreßten Ringen durch elastische Verformung verkraftet, die axial 10% beträgt und in Querrichtung nur ca 5% erfordert.

Nach eigenen Erfahrungen mit Dachmanschettenringen sollten Grafitringe gemäß Fig. 3.12 bei Mitwirkung radialer Wärmedehnungsdifferenzen "atmen" können, wozu axial elastisch wirkende Spannkraft erforderlich werden.

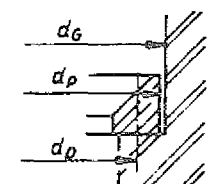
Das Spannprinzip wirkt allerdings weniger über weichplastisches - oder poissonähnliches Verhalten, sondern eher über die mechanischen Komponenten der Spannkraft.

Falls der zulässige Spalt (Extrusionsspalt) gewährleistet bleibt, sorgt ein zwischengelegter metallischer Ring für eine entsprechende Gleitbewegung.

Eine radiale Aufweitung von Profilingen ist konstruktiv auszuschließen, sie führt zur Zerstörung des Dichtringes.

Nun sind die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Werkstoffpaarungen - speziell bei 700 °C - kaum identisch. Im vorliegenden Fall läßt sich ein Auswahlkriterium aufstellen, das den zulässigen Bereich einer Aufdehnung für den äußeren Schrägprofilring in seinem Gehäuse (Fig 3.13) angibt.

Profildichtung		Gehäuse
$\Delta d_{elast} + \Delta d_{\Delta t}$	>	$\Delta d_{\Delta t}$
$\frac{d_p \cdot \sigma_z}{E} + d_p \cdot \alpha_t \cdot \Delta t$	>	$d_g \cdot \alpha_t \cdot \Delta t$
für $d_p \Rightarrow d_g$		
$\frac{\sigma_z}{E} + \alpha_t \cdot \Delta t$	>	$\alpha_t \cdot \Delta t$



?

Fig. 3.13

σ_z = Zugfestigkeit; σ_D = Druckfestigkeit;
 E = E - Modul; α_t = Wärmedehnungskoeffizient;
 $t = (t_B - t_{20^\circ})$; t_B = Berechnungstemperatur;

Werden die Durchmesser von Dichtring und Gehäuse gleichgesetzt ($d_D = d_G$), so wird in dieser Hinsicht die Konstruktion vom Durchmesser unabhängig. Da jedoch die σ_z -Werte vom Dichtungshersteller nicht angegeben werden, wird ein Analogieschluß, bezogen auf Elektrografit, herangezogen:

hier ist das Verhältnis $\sigma_z : \sigma_D = 4$ [1]. Für isostatisch gepreßten Reinstgrafit EK 95 gilt $\sigma_D = 85$ [N/mm²] und ein E-Modul $E = 9000$ [N/mm²]. Der isostatisch gepreßte Dichtring kann also mit $\sigma_z = 20$ [N/mm²] angenommen werden.

Da alle Werte mit t [°C] zunehmen, liegt der angenommene Wert von σ_z auf der sicheren Seite.

Beispiel 1: EK 95 - Grafit/SiC - Gehäuse (mit Tabelle 1)

$$\frac{20}{9000} + 4,46 \cdot 10^{-6} \cdot (700-20) > 4,35 \cdot 10^{-6} \cdot (700-20)$$

d.h. :

$$\underline{5,25 \cdot 10^{-3} > 2,96 \cdot 10^{-3}}$$

Der Profilring arbeitet elastisch, die Lösung geht.

Beispiel 2: a) EK 95 - Grafit/St - Gehäuse aus Incoloy alloy 909 (Tabelle 1 u.2)

$$5,25 \cdot 10^{-3} < 10,428 \cdot 10^{-6} \cdot (700-20) = 7,09 \cdot 10^{-3}$$

Diese Lösung geht nicht!

b) Reingrafit - foliengepreßt/St - Gehäuse aus Incoloy alloy 909 (Tabelle 1 u.2)

$$\frac{20}{9000} + 12 \cdot 10^{-6} \cdot (700-20) > 10,428 \cdot 10^{-6} \cdot (700-20)$$

$$\underline{1,03 \cdot 10^{-2} > 7,09 \cdot 10^{-3}}$$

Der Profilring arbeitet elastisch, die Lösung geht.

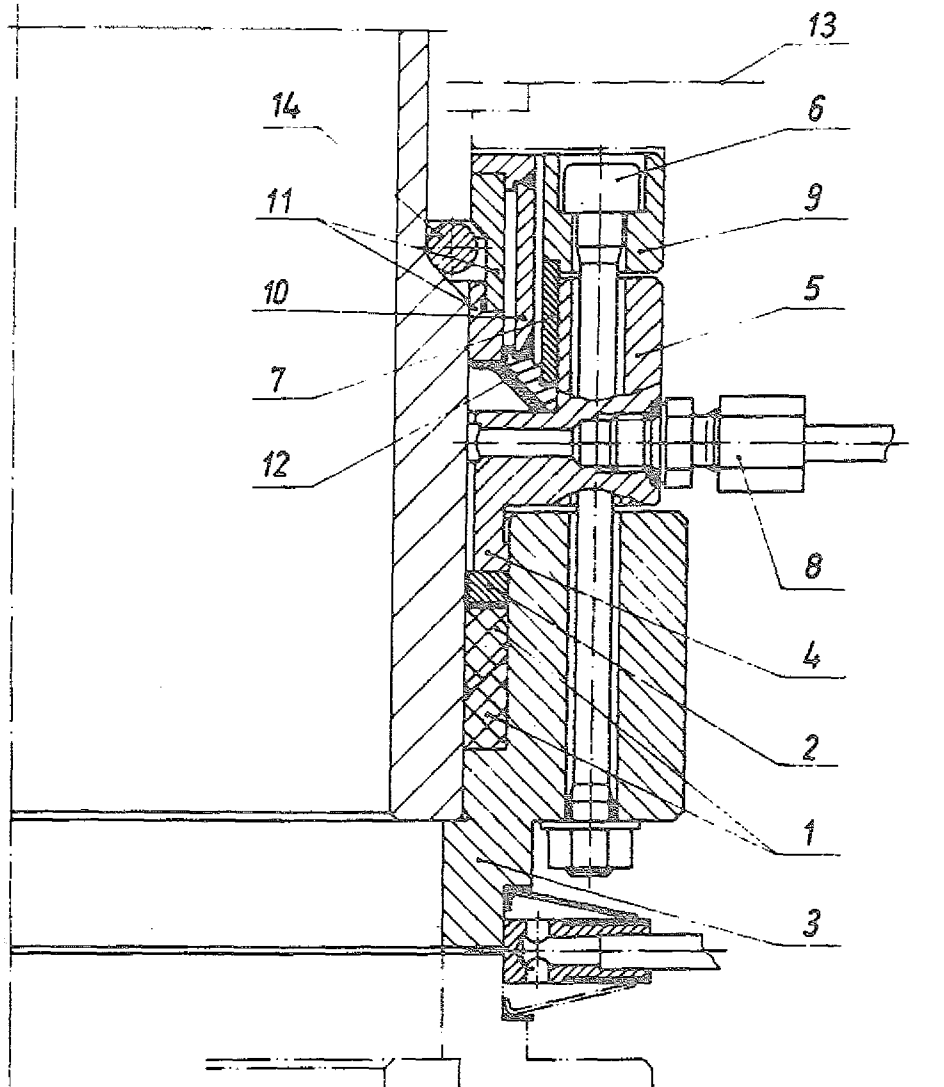
Das Ergebnis und die in Fig. 3.14, 3.15 dargestellte Lösung läßt sich wie folgt zusammenfassen:

- Mit Beispiel 1 ist das Dichtprinzip für eine dauerhaltbare Primärdichtung gelöst.
- Zum Einsatz kommen zwei gegenläufige, vorgepreßte Schräg-Profilringe Typ V901/I,A; 155 x 170 x 1,5
- Das Dichtungsgehäuse besteht aus SiSiC. Es muß ein elastisch wirkendes Spannprinzip vorgesehen werden (Hauptschlußprinzip).
- Das Quarzgefäß wird mit $s_{\text{erf}} = 5 \text{ mm}$ ($S = 15$) ausgeführt mit angeschweißtem, dickwandigem Flanschrohrstück, dessen Schleif - Maß - Finish vorher erfolgt; daher ist ein etwa 20 mm langer Übergang zur Dünnwand erforderlich (vgl. Fig. 3.11).

Die Alternative einer Lösung mit nur einem Profilring V901/5x5 ist im Hinblick auf die Zahl der Lastzyklen z.Zt. nicht abschätzbar; das billigere Dichtelement steht im Kontrast zu dem relativ teuren SiC - Gehäuse.

zum Quarz - Metall - Problem

Mit dem Ergebnis von Beispiel 2b ist die dargestellte Lösung auch für die Quarz - Metall - Kombination anwendbar. Vorteilhaft ist die wesentlich billigere Bearbeitung des Alloy 909 und der sehr hohe R_m - Wert bei 700°C, der bei entsprechender Dimensionierung des Bauteils trotz der nicht bekannten $R_p/10^x$ - Werte eine ausreichende Lebensdauer erwarten läßt.



- | | | | |
|-----|----------------------------|----|--------------------------------------|
| 1 | Grafitprofilringe | 9 | Deckel |
| 2 | Schließring (TZM) | 10 | Wärme-Dehnring mit kl. α_t |
| 3 | Gehäuse | 11 | Wärme-Dehnring(e) mit gr. α_t |
| 4/5 | Stirnbund mit Gehäuse | 12 | radiales Verschlusselement |
| 6 | Spann- u. Justierschrauben | 13 | Spannplatte |
| 7 | Spannhülse | 14 | Segentring |
| 8 | Leckgasanschlüsse | | |

Fig. 3.14 Rohrformdichtung mit schrägen Profildichtungen und Spülgasverschluß

3.2.2 Spülgasverschlüsse zur Schutz- und Sicherheitstechnik

Vorausgesetzt wird eine Peripherie, die den Spülgaskanal eingangsseitig versorgt durch Druckflasche, Druckminderer und Dosierventil mit Manometer und ausgangsseitig entsorgt durch Filter und Vakuumerzeuger, z.B. Membranpumpe.

Im Spülgaskanal herrscht ein Gasdruck von z.B. ca 50 mbar Unterdruck.

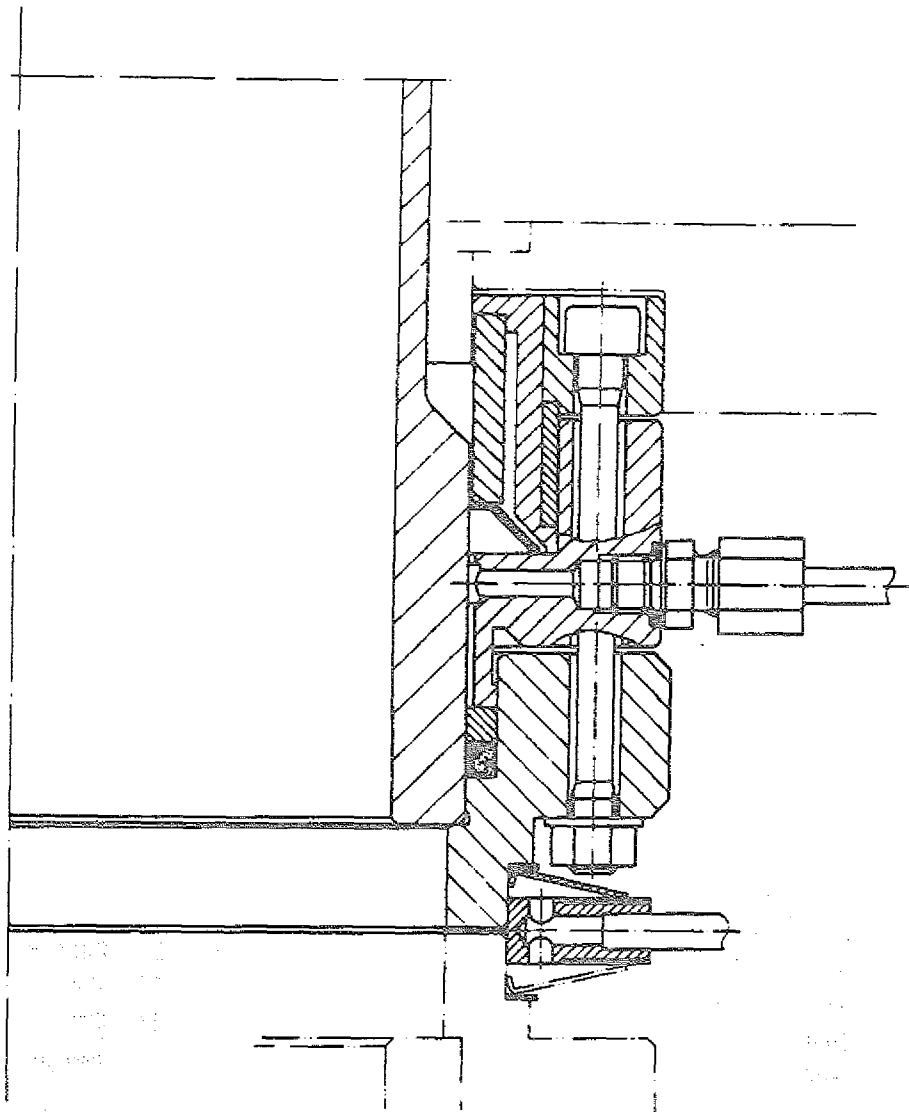


Fig. 3.15 Rohrformdichtung mit quadratischem Profildichtring und Spülgasverschluß

Als definierte Einschränkung soll wegen der zunächst zu erwartenden größeren Leckrate in diesem Absatz der Begriff "Dichtung" im Sinne eines Verschlusses mit sehr kleinen Spalten gebraucht werden.

Für das Schließen eines Leckgaskanals im Haupt- oder Nebenschluß sind resistente Werkstoffe erforderlich, wie sie bereits durch die Rahmenbedingungen unter 3.1 charakterisiert wurden. Die Schwierigkeit, daß die Eigenschaften für alle zusammenwirkenden Werkstoffe bekannt sein müssen, führt zu einer sehr eingegengten Auswahl.

Axialverschlüsse für die Flanschverbindungen sind jedoch durch den Einsatz von axial elastisch wirkenden, metallischen Membranen oder Tellerfedern insbesondere aus Molybdän und seinen Modifikationen möglich. Spülgaskammern unter Verwendung handelsüblicher Membranen erscheinen preisgünstig und haben nach konstruktiver Untersuchung [1] weniger Dichtspaltlänge.

Die hohe Temperaturzeitstandfestigkeit bedingt aber erhebliche Nickel - Legierungsanteile und somit Arsen - Korrosionsanfälligkeit während andererseits die Titanbeschichtung des Kammerinneren Probleme macht. Den Vorrang hat darum die in Fig. 3.10 dargestellte Lösung mit Tellerfedern.

Es bedeuten :

1 SiSiC - Ring	14 Gelenk	30 As-Dampfdruckofen
2 Quarzflansch	15 Zugbolzen	31 Vakuumflansch
3 Spannz Zwischenring	16 Feder	32 Zentrierplatte
4 Spannplatte	17 Führungsebene	33 Wärmeisolator
5/6 Dichtungsringe	18 Züchtungsgefäß	34 Drahtklammer
7 Nullagenzentrierung		35 Spannring
8 Ausgleichselement	21 Führungssäule	37 Losflansch
9 Ringsegment	22 Gestellaußenring	38 zyl. Ofenteil
10 Spannbügel		39 Bohrungen
12 Zugstange		40 Spiralfeder
13 Schwinge		

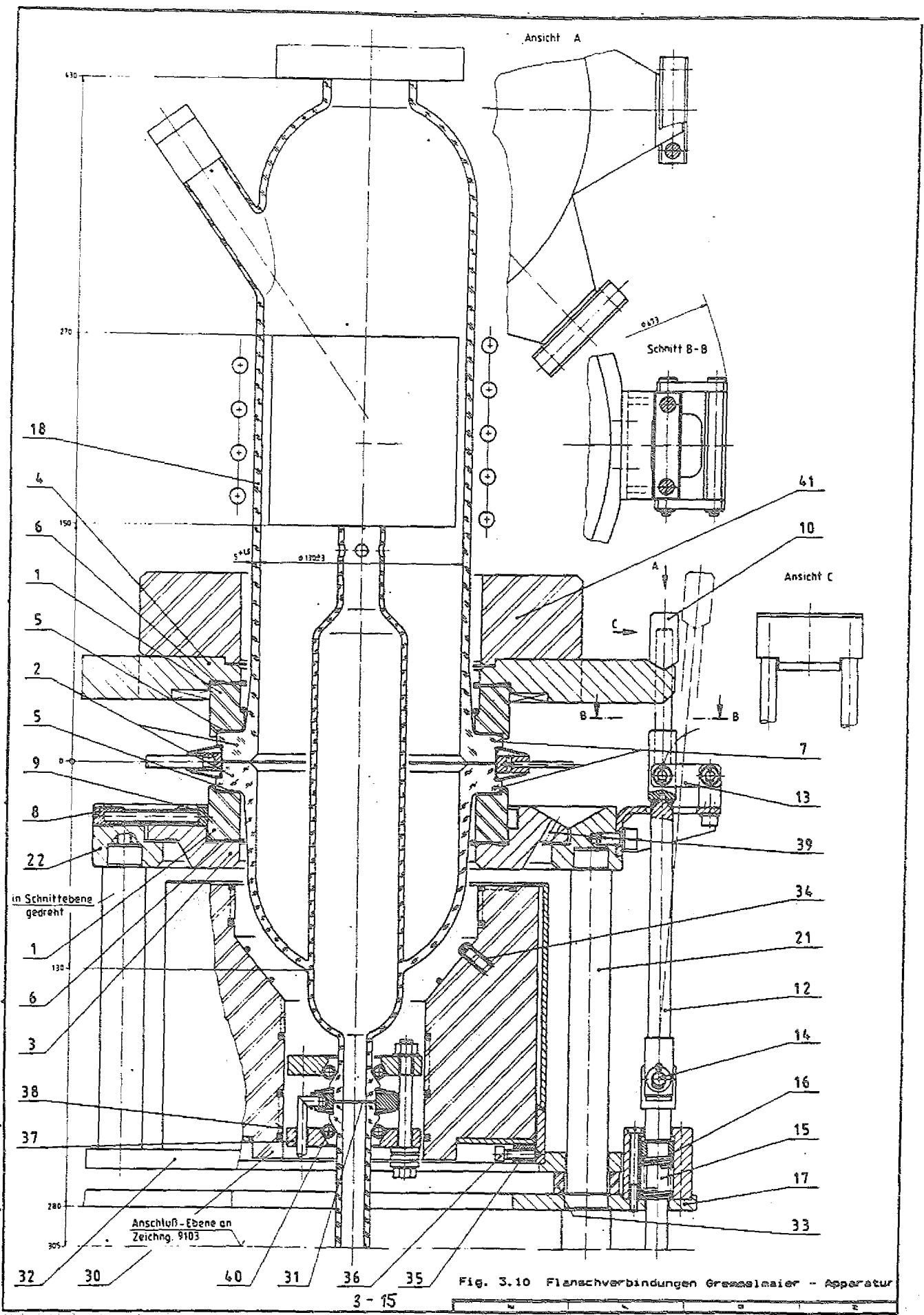


Fig. 3.10 Flanschverbindungen Gressalmaier - Apparatur

Zum Grundprinzip:

Die Federeigenschaften des nach DIN 2093 bekannten Bauelementes sowie die Tellerform werden in Form und Werkstoff modifiziert und im parallelen Hauptschluß eingesetzt. Den Spülgasanschluß, sowie die Zentrierung der Grafitdichtung und der Flansche übernimmt ein zwischengelegter Ring aus einem Werkstoff mit niedrigerer Wärmedehnung z.B. SiSiC oder Incoloy alloy 909.

Neue Möglichkeiten zur verbesserten Abdichtung ergeben sich dadurch, daß Werkstoffeigenschaften von Dichtungsringen aus Naturglimmer "Statotherm HT" so eingestellt werden können, daß das zur Dichtheit führende "Aufquellen" des Materials bereits bei 600 °C beginnt [1] (bisher bei 700 °C).

Die offene Bauteilanordnung läßt einen größeren Entscheidungsfreiraum. Titanbeschichtungen sind problemlos möglich, so daß Nickelbasislegierungen durch Arsen nicht korrodiert werden.

Die Werkstoffauswahl in Tabelle 2 erfolgte nach den Maximen größter Zeitstandfestigkeit bei geringstem thermischem Ausdehnungskoeffizienten.

Tabella 2
Werkstoffauswahl für Tellerfeder

Stahlmarke Werte bei 700 °C	Nr.	$R_{p1,0} / 10^4$ $R_{p1,0} / 10^5$ [N/mm ²]	E	ν	$\epsilon_L \cdot 10^{-6}$ [K ⁻¹]	Bemerkung
Microfer 7520 Ti alloy 80A	2.4952 Lit.	170 120 [1-5.70]	$1,57 \cdot 10^5$ [2]	0,3	14,5 [2]	NiCr 20 TiAl
NIMONIC alloy PK 50 PK 33	2.4654 - Lit.	$R_{10^3} = 1000$ Std. Zeitstandfestigkeit $R_m / 10^3 = 490$ $R_m / 10^3 = 450$ [3-5.13]	*)		14,66 [3-5.11]	ähnliche Zusammensetzung größte Abweichung bei Mo: 2,75 % [3-5.5]
Inco. alloy 909	- Lit.	$R_{10^3} = 115$ (kurvenextrapoliert) [4-5.26]			10,43 [3-5.11]	verbesserte Kerbzeitstandfestigkeit
Molybdän entspannungsgelüht	Lit.	$R_m = 500$ [5-5.19]	$2,4 \cdot 10^5$		5,3 [5-5.15]	Uniform - Übergangstemperatur t _ü = 300 °C
Lit.: [1] VDM - Druckschrift N 5091 87-04 [2] Hochwärmfeste Stähle nach SEW 670-69 Pkt. 7.3 [3] „Supertlegierungen für die Luft- und Raumfahrt“ Inco Alloys Int., Inc. Druckschrift Nr. IAI-42 G [4] Inco Alloys Int., Inc. „Produkt-Handbuch“ Nr. IAI-38 G [5] „Molybdän“-Produktbeschreibung PLANSEE (Öster.)						

*) Der E-Modul liegt im Bereich der hochwärmfesten Stähle [2],
Annahme: $E = 19 \cdot 10^5$ [N/mm²] bei 700 °C

Die sehr günstigen R_m -Werte des TZM, Tab.1, und seine stark verringerte Kriechneigung legen seine Anwendung nahe. Bei 700 °C beträgt $R_{p0.2} = 85-90\%$ von R_m [1]; daher sind $\times 10^4$ Stunden Lebensdauer zu erwarten.

Die Übergangstemperatur in den duktilen Bereich bei der Umformung von TZM liegt allerdings bei 500 °C. Die Fertigung des oben genannten Elementes ist durch Fließdrücken möglich (Blech 1 mm, kreuzgewalzt).

Die Bauform - Modifizierung erfolgte so, daß der Teller mit einer kurzen Innenlippe ausgeführt wurde damit sich bei einem eventuellen Langzeitkriechen der Werkstoff nicht in der Quarz - Spannungs - Entlastungsrille R1 in Fig. 3.9 verklammert.

Durch eine Rechneroptimierung mit einer speziell erarbeiteten Software [5] wurde die beste Anpassung ermittelt.

Modifizierte Tellerfeder: Rechnervorgaben und Ergebnisse
(Extrakt)

Vorgaben aus Tabelle 2: R_{p10}, R_m, E, γ

- Außendurchmesser $d_a = 216$ mm
- Quarzbunddurchmesser $d_{krit} = 176$ mm
- Blechdicke $s = 1$ mm (gute Umformbarkeit)
- $\alpha = 12^\circ$ nach Iteration und Platzsituation

variabel:

- $s = d_i - d_{krit}$ Gesamtspalt
- $f =$ Federweg
- $F_a =$ zugehörige Axialkraft
- $G_v =$ Spannungszustand

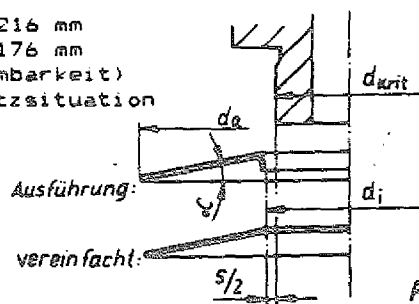


Fig. 3.16

Hier wurde das Spiel zwischen Quarzbundaußen- und Tellerfederinnendurchmesser als Radialkomponente des Federweges variiert. Der Außendurchmesser war durch den Beschickungsraum des Testofens vorgegeben.

Die Ergebnisse faßt Tabelle 3 zusammen.

Es ist jeweils der Gesamtfederweg $f_{ges} = 2 \cdot f_{max}$ und er wird von der zulässigen Spannung begrenzt.

Die werkstoffalternative 2.4952 bedeutet aufwendige und auf der Bauteilseite kaum realisierbare Toleranzeinengungen.

Nimonic PK33 ergibt mit dem in Tabelle 2 angenommenen E - Modul einen recht akzeptablen Wert.

Tabelle 3: Maximaler Federweg abhängig von Werkstoff und
Gesamtspalt s

Werkstoff	2.4952	NIMONIC alloy PK 33 mit $E=1,9 \cdot 10^5 \text{ [N/mm}^2\text{]}$	Molybdän / TZM	
Variable	0,2	$s \text{ [mm]}$		-
		0,4	0,5	-
$f_{\max} \text{ [mm]}$	0,446	0,966	1,042	-
$F_a \text{ [N]}$	196	1178	1858	-
$\sigma_v \text{ [N/mm}^2\text{]}$	117	322,35	469,38	-

Mit dem relativ leicht umzuformenden Molybdän (Tiefzieheigenschaften) werden eher bessere Werte erzielt, was auch im Hinblick auf die TZM - Alternative sehr attraktiv ist.

Ein Radialverschluß für Rohrverbindungen ist vergleichsweise schwieriger realisierbar.

Das Grundprinzip kann aber beibehalten werden

- 1 - durch das Zusammenspiel von parallelem Haupt-u.Nebenschluß eines TZM-Ringes gegen das SiSiC-Gehäuse und
- 2 - durch eine Weiterentwicklung der Tellerfeder, die im Nebenschluß gegen das Quarzrohr dichtet.

Die Lösung ist in Fig. 3.14 und 3.15 dargestellt:

- Ein auf dem Grafitprofilring (1) aufliegender Schließring 2) aus TZM schließt seinen Montagespalt gegen das SiC - Gehäuse (3) ab 500 bis 700 °C elastisch, jedoch unter der axial wirkenden Vorspannkraft, so daß die Primärdichtung auch im Partialdruckbereich wirksam ist.
- Durch den Axialdruck eines Stirnbundes (4)des axial anschließenden Gehäuses (5) , das gegen das SiSiC - Gehäuse (3) durch Schrauben(6) wie auch durch eine außen angreifende Spanntechnik (13) spannbar ist, wird außer der Vorverformung der Dichtung auch eine genaue Paralleleinstellung der Gehäuseteile bezweckt. Am Gehäuse (5) befinden sich auch die Leckgasanschlüsse (8).

- Durch den Deckel (9) miteingespannt sind die Ringe (7), (10) und (11) mit einem niedrigen (10) bzw. großen (11) Wärmedehnungskoeffizienten, wie auch das Verschlusselement (12) (modifizierte Tellerfeder) aus Mo oder TZM.
- Das Verschlusselement hat gegen den Ring (11) einen ebenen Ringformabschluß, dessen Innendurchmesser so bemessen ist, daß die wirkende Temperatur über die Teile 10,11 und 12 den Spalt schließt und ab 500 °C eine Überkompensation des Spaltes bewirkt, die von diesem und dem Element (12) elastisch aufgenommen wird.
- Pos (14) in Fig. 3.14 stellt Ringsegmente (weich, z.B. aus Cu) dar, die beim Auseinanderfahren des Züchtungsgefäßes ein Herunterfallen der Dichtungsgruppe verhindern. Sie sind nur erforderlich, wenn die Schrauben (6), nach der ersten Verformung gelockert, nur noch die Funktion der Gehäuseparallelstellung haben und die Spannkraft im Betriebszustand durch von außen angreifende Spannmittel übernommen wird. Die axial geteilte Ausführung des Dehnrings (11) ist auch nur in diesem Fall erforderlich. Die Schrauben (6) werden nach Kaltmontage durch die Spanntechnik (13) entlastet.

Im Berechnungsgang werden zum Grundprinzip (1) die auftretenden Tangentialspannungen und zugehörigen Radienverschiebungen während des Nebenschlusses ermittelt, um sicherzustellen, daß die temperaturbedingte Presspassung im elastischen Bereich von Schließring (2) und Gehäuse (3) - vergl. Fig. 3.14 -aufgefangen wird.

Vorangestellt wird die Bauteildimensionierung.

Hierzu wird vereinfachend der quadratische Profilring (Fig. 3.15) zugrundegelegt, für den die nachfolgenden Annahmen gemacht werden.

Annahmen:

- 1) Die entstehende radiale Flächenpressung ab 500-700 [°C] im Bereich I soll nicht größer als die durch die Vorverformungskraft F_{DVU} im Bereich II bedingte sein.
- 2) Profilring V901/.. in isostat. Spannungszustand: Mit den Beziehungen S.5/6 ergibt sich für das Profil 5x5

$$F_{DVU \min} = F_{DV'} = 37908 \text{ [N]}$$

Auf das SiC-Ringelement $d_{0a} \times h$ wirkt der Druck

$$P_{(F)} = \frac{F_{DV'} \cdot 4}{(d_{0a}^2 - d_a^2) \cdot \pi} = 15,08 \text{ [N/mm}^2\text{]} \text{ bzw. } 150,8 \text{ [bar]}$$

- 3) Das SiC-Ringelement trägt den Druck allein; (Bereich II) daher $S=2,5$ angenommen (üblich $S=5$); [1] [4-S.B1]

$$s_{\text{erf}} = \frac{d_a \cdot p}{20 \frac{K}{S} \cdot v + p} = 21,42 \text{ mm}$$

$$\text{wobei } s_{\text{stats}} = \frac{d_a - d_{i1}}{2} - d_L = 21,5 \text{ mm}$$

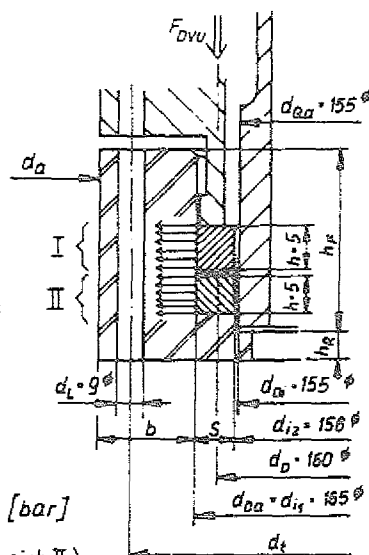


Fig. 3.17

$$P = P_{(F)}$$

$$K = 180 \text{ [N/mm}^2\text{]}$$

$$d_a = 226 \text{ [mm]} \text{ nach Iteration}$$

$$v = 1$$

$$d_L = 9 \text{ [mm]}$$

- Dehnschrauben: für einheitliche Schrauben Fig.3.14 und 3.15 und der Vorpreßkraft $F_{DV'} = 53\,903 \text{ [N]}$ (vgl.S.9) Werkstoff 2.4952 DIN 17240: $R_{p0,2} = 600 \text{ [N/mm}^2\text{]}$ 20° und [4-B7, S.2/3] $\gamma = 0,75$, $z = 1,37$ [Einbauzustand!]

$$d_s = z \sqrt{\frac{F_{DV'}}{K \cdot n}} = 5,3 \text{ mm}^\phi$$

gewählt 6x M8

• SiC - Gehäuse :
[4-B8, S.6]

$$\text{zu } h_F: \quad b = d_a - d_{i1} - 2d_L = 43 \text{ mm}$$

$$a = \frac{d_t - d_{i1}}{2} = 17,5 \text{ mm}$$

$$W = \frac{F_{SB} \cdot S \cdot a}{K} = 2620,3 \text{ mm}^3$$

$$h_F = \sqrt{1,27 \frac{W}{b}} = 27,8 \text{ mm}$$

$$\text{zu } h_R: \quad a = a_2 = \frac{1}{2} \cdot (d_{0a} - d_{i2}) = 4,5 \text{ mm}$$

$$W = \frac{F_{SB} \cdot S \cdot a_2}{K} = 3639 \text{ mm}^3$$

$$h_R = \sqrt{1,91 \frac{W}{b}} = 6,49 \text{ mm}$$

$$d_t = 200$$

$$S = 5$$

$$F_{SB} = F_{DV'} = 53\,903 \text{ [N]}$$

(Schrauben wirken nur im Einbauzustand)

Schließring: Werkstoff TZM (Tabelle 1)

angestrebte Idealfunktion:

Der Passungsspalt bei $d_{0a} = 165 \phi$ schließt - auch mit max. Spieltoleranz - bei 500°C und die Werkstoffelastizität nimmt die Wärmedehnungsdifferenz auf bei $P_{ist} < P(F)_{max}$

Als Festigkeitskriterium gilt für die Tangentialspannung $G_T \leq G_{zul}$ bzw.

für die Verschiebung $V_{rges} > V_{reff} = f(\Delta d; \dot{U}_{min}^{max})$

$$P_{ist} = p_i = p_a \text{ in } V_r = f(p_i, a)$$

$$V_{rges} = V_{rmögl.}$$

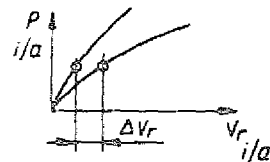
- 1) Wärmedehnungsdifferenz: (TZM gegen SiC zw. $500-700^\circ\text{C}$)

$$\Delta d = d_i \cdot (\alpha_{H0} - \alpha_{SiC}) \cdot 10^{-6} \cdot \Delta t = \underline{0,031 \text{ [mm]}}$$

- 2) Bestimmung der anteilmäßigen Radienverschiebungen bzw. ΔV_r für die maximale gemeinsame Flächenpressung $p_{(F)} = 15,08 \text{ [N/mm}^2\text{]}$ im 3-achsigen Spannungszustand [6-S.343]

$$V_r = \frac{r}{E(b^2 - a^2)} \left[(1 - 2\nu) (p_i \cdot a^2 - p_a \cdot b^2) + (1 + \nu) (p_i - p_a) \right] \frac{a^2 \cdot b^2}{r^2}$$

Fig. 3.18



Tangentialspannung

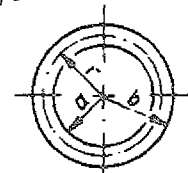
$$G_T = \frac{p_i \cdot a^2}{b^2 - a^2} \left(1 + \frac{b^2}{r^2} \right) - \frac{p_a \cdot b^2}{b^2 - a^2} \left(1 + \frac{a^2}{r^2} \right)$$

- I) SiC - Gehäuse (vgl. Fig. 3.17)

$$V_{rI} = f(p_i) \quad ; \quad p_a = 0$$

$$V_{rI} = \frac{p_i \cdot a}{E(b^2 - a^2)} \left[(1 - 2\nu) \cdot a^2 + (1 + \nu) b^2 \right] = \underline{0,0147 \text{ mm}}$$

$$G_{rI} = \frac{p_i \cdot a^2}{b^2 - a^2} \left[1 + \frac{b^2}{a^2} \right] = 52 \text{ [N/mm}^2\text{]} < G_{zul} = \frac{K}{S} = 72 \text{ [N/mm}^2\text{]}$$



$$r = a \hat{=} \frac{d_{i1}}{2} = 82,5 \text{ mm}$$

$$b \hat{=} \frac{d_a}{2} = 113 \text{ mm}$$

Fig. 3.19

Toleranzen (SiC - Gehäuse und Schließring)

Festlegung: SiC - Gehäuse $\phi 165 \text{ H7} \Rightarrow T_G \hat{=} \begin{matrix} +40 \mu\text{m} \\ 0 \end{matrix} \quad (20^\circ)$

Schließring $\phi \text{ xxx g6} \Rightarrow T_S \hat{=} \begin{matrix} -14 \mu\text{m} \\ -39 \mu\text{m} \end{matrix} \quad (20^\circ)$

Annahme: min. Preßmaß: $\dot{U}_{min} = 10 \mu\text{m} \quad |T_S| = 25 \mu\text{m} \quad (700^\circ)$

Folge: max. Preßmaß: $\dot{U}_{max} = \dot{U}_{min} + |40| + |39| = 89 \mu\text{m} \quad (700^\circ)$

erforderlicher Außendurchmesser des Schließrings: (20°)

bei $\Delta t = 680^\circ\text{C}$ und mit $d_s \hat{=} d_{i1}$

$$\Delta d_s = d_s \cdot (\alpha_{H0} - \alpha_{SiC}) \cdot 10^{-6} \cdot \Delta t = 0,106 \text{ mm } \phi$$

$$d_{smin} = d_0 + T_{G0} + \dot{U}_{min} - \Delta d_s = 164,944 \text{ mm } \phi$$

$$d_{smax} = d_{smin} + T_S = 164,969 \text{ mm } \phi$$

$$\text{Zeichnungsmaß: } d_s = 164,97 \phi \begin{matrix} 0 \\ -0,025 \end{matrix}$$

$$\text{Mindest-Einbauspiel: } S_{min} = d_{emin} - d_{smax}$$

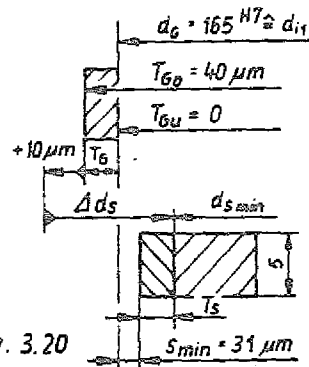


Fig. 3.20

II) Schließring

$$V_{r_{II}} = f(p_a) \quad ; \quad p_i \Rightarrow 0$$

$$r = b \hat{=} \frac{d_{0a}}{2} = 82,5 \text{ mm}$$

$$V_{r_{II}} = \frac{p_a \cdot b}{E(b^2 - a^2)} [(1 - 2\nu) \cdot (-b^2) + (1 + \nu)a^2] = \underline{\underline{0,053 \text{ mm}}}$$

$$a \hat{=} d_{i2} = 77,5 \text{ mm}$$

$$\sigma_{r_{II}} = -\frac{p_a \cdot b^2}{b^2 - a^2} \left[1 + \frac{a^2}{b^2}\right] = \underline{\underline{214 \text{ [N/mm}^2\text{]}}}$$

Diskussion:

1) $V_{r_{II}} + V_{r_{I}} = 0,0677 < V_{\text{erf}} = \dot{U}_{\text{max}} = 0,089 \text{ mm}$

2) $G_{\text{zulI}} / G_{r_{II}} = 1,38 [-]$

3) mit $p_i' = p_i \cdot 1,38$ wird $V_{r_{II}}' = 0,020 \text{ mm}$

mit $p_a' = p_a \cdot 1,38$ wird $V_{r_{II}}' = 0,073 \text{ mm}$

4) mit $G_{r_{II}} = G_{\text{zulI}}$ wird $V_{r_{\text{ges}}} = V_{r_{II}}' + V_{r_{I}}' = \underline{\underline{0,093 > V_{\text{erf}}}}$

$V_{r_{\text{ges}}}$ ist die maximal mögliche und

V_{erf} ist die mindestens erforderliche Radienverschiebung

Der Wert $V_{r_{\text{ges}}} > V_{\text{erf}}$ wird somit erst bei Ausnutzung der zulässigen

Festigkeit G_{zul} des Gehäuses (I) erreicht.

Zum Grundprinzip (2) erfolgt eine Optimierung der form-modifizierten Tellerfeder (Radialverschluß)

Werkstoff: Mo oder TZM

Maximalspalt: $s_{max} = \frac{\Delta d_{therm} + \Delta d_{tol}}{2}$ (20-700°C)

- thermisch: $\Delta d_{th} = d \cdot \Delta t (\alpha_{Mo} - \alpha_{Al}) = 155 \cdot 680 \cdot (5,3 - 0,52) \cdot 10^{-6} = 0,5 \text{ [mm]}$

- Toleranzen: Festlegung $\phi 155 \begin{matrix} H7 \\ h6 \end{matrix}$ } Spiel, max. 40+25-65 μm
 Spiel, min. 0

$2 \cdot s_{max} = 0,565 \text{ mm}$

Optimierungsmaximen:

- 1) Dehngliedaufbau: axiale Länge ($l_2' \Rightarrow \text{min}$) vgl. Fig. 3.23
- 2) praktikable axiale Kompensationsdehnung $0,2 < f < 0,5$
- 3) Außendurchmesser des Verschlußelementes $d_a \leq 180 \phi$
- 4) $G_{vorh} \Rightarrow \text{min}$ zugunsten der Lebensdauer

Rechnervorgaben

Vorgaben aus Tabelle 1: R_m (für Bl 1mm), E, ν bei 700°C
 mit $R_{p0,2} = 0,85 \cdot R_m$ ist $R_{p0,2} = 722 \text{ [N/mm}^2\text{]}$

- Außendurchmesser $d_a = 180 \text{ mm}$
 (konstruktiv bedingt - kleines Flanschelement)
- Quarzrohrdurchmesser $d_{qs} = 155 \text{ mm}$
- Blechdicke $s = 1 \text{ mm}$ (gute Umformbarkeit)
- $2 \cdot s = d_i - d_{qs} = 0,565 \text{ mm}$

variabel:

- G_{zul} = gegenüber $R_{p0,1}$ herabgesetzte Grenzvorgabe
- α = halber Kegelwinkel des Elements
- f_a = axialer Federweg
- F = zugehörige Kraft
- G_v = Spannungszustand
- t_b = Bezugstemperatur

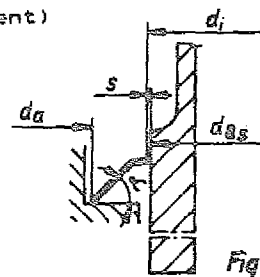


Fig. 3.21

Tabelle 4: Optimierungsergebnisse im Schließzustand und für t_b

$2 \times s \text{ [mm]}$	$t \text{ [}^\circ\text{C]}$	$f_a \text{ [mm]}$	$F_{SB} \text{ [N]}$	$G_v \text{ [N/mm}^2\text{]}$
0,355	500	0,175	707	339,94
0,565	700	0,233	1770	536,15

) Der Spalt s soll geschlossen sein ab 500°C, dh. nach $2s_{500}^) = 0,355 \text{ [mm]}$
 Im Bereich $> 500^\circ\text{C}$ wird dem Spannungszustand $G_{v_s} > 339,94 \text{ [N/mm}^2\text{]}$
 eine radial wirksame Zug- und Biegespannung überlagert.

Es ist jedoch zu prüfen, ob die Wärmewegdifferenz $2 \cdot S_{\Delta t}$ nach dem Schließen des Verschlusselementes bei d_{05} ab 500°C mit $\Delta t = 500$ bis 700°C im Bereich des zulässigen Weges liegt, der den zulässigen Spannungen entspricht.
 $2 \cdot S_{\Delta t} = 0,565 - 0,355 = 0,2 \text{ mm}$ [7-S.592]

$\Delta d_{\text{mögl}}$ = die im Δt -Bereich mögliche ϕ -Differenz:

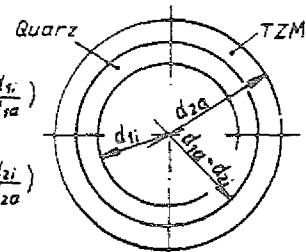
$$\Delta d_{\text{mögl}} = d_{1a} \left(\frac{G_1 \cdot c_1}{E_1} + \frac{G_{2\Delta t} \cdot c_2}{E_2} \right)$$

nach dem Schließen ist

$$G_{2\Delta t} = G_{Pa1} - G_{Vs} = 722 - 339,94 = 382 \text{ [N/mm}^2\text{]}$$

$$\Delta d_{\text{mögl}} = 155 \left(\frac{1150 \cdot 0,0}{7,95 \cdot 10^4} + \frac{382 \cdot 1}{2,4 \cdot 10^5} \right) \text{ (mit Tab. 1)}$$

somit $\Delta d_{\text{mögl}} = 2,04 \gg 2 \cdot S_{\Delta t} = 0,2$ dh, das Kriterium steht positiv zur Lösung

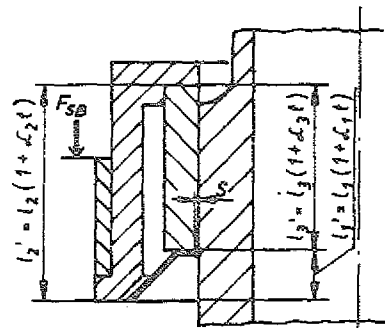


$d_{1i} = 130 \phi$ Fig. 3.22
 $d_{1a} = d_{2i} = 155 \phi$
 $d_{2a} = 180 \phi$

zum \mathcal{L} - σ -Axial-Dehnglied

geeignete Werkstoffe $\mathcal{L} \cdot 10^{-6} \text{ [K}^{-1}\text{]}$ bei 700°C

Ws.-Nr.	\mathcal{L}_{min}	Typen
1	5.3	TZM
2	10.43	Incoloy alloy 909
3	12.4	X17CrMoVNb 121
	\mathcal{L}_{max}	
4	$18.7 \cdot 10^{-6}$	X8CrNiNb 1613



$l_1 = 8,5$
 $l_2 = 40$ Fig. 3.23
 $l_3 = 31,5$

Kompensationsweg $-\Delta l = \Delta t (l_2 \cdot \mathcal{L}_2 - l_1 \cdot \mathcal{L}_1 - l_3 \cdot \mathcal{L}_3)$

- Δl mit verschiedenen Kombinationen

Tabelle 11

Teil-Nr.	Ws.-Nr.		
1	1	1	1
2	1	2	3
3	4	4	4
$-\Delta l \text{ [mm]}$	- 0.627	- 0.21	- 0.132

Unter den im Text dargelegten technologischen Bedingungen ist auszuführen:

Verschlusselement $\underline{d_i} = [d_{05} + S]^{H6 \phi} = 155 + 0,355 = 155,355^{+0,040} \text{ mm } \phi$

Technologisch ist problematisch, daß die temperaturabhängigen Axialwegdifferenzen des Verschlusselementes und des Dehngliedaufbaues innerhalb üblicher Fertigungstoleranzen liegen.

Die Fertigbearbeitung des Dehngliedaufbaus Fig. 3.23 muß darum - so wie in Fig. 3.24 gezeigt - gemeinsam mit dem Verschlusselement in einer Aufspannung schleifbearbeitet (gestirnt) werden.

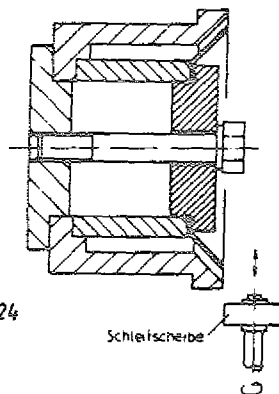


Fig. 3 24

Schleifscherbe

Zusammenfassende Berechnungsergebnisse zum Radialverschluß

- 1) Während des Hochfahrens bis 500°C haben sich sowohl der Schließring (2) Fig. 3.14 als auch das Verschlusselement (12) an den Durchmesser des jeweiligen Gegenstückes angelegt und bauen bis 700°C einen Preßzustand auf, der dauerelastisch ertragen wird.
- 2) Die Spannungszustände - im Zusammenhang mit den erforderlichen Dichtungskräften liegen im Bereich der zulässigen Festigkeit. Die optimale Bauform des Verschlusselementes wird bis zur Herstelltoleranz des kritischen Durchmessers geführt.
- 3) Die Höhe l_2 des Dehngliedaufbaues wurde so gewählt, daß die Paßfähigkeit der Lösung Fig. 3.14 innerhalb des Hauptentwurfs Fig. 3.10 gewährleistet ist. Die Anpassung des erforderlichen Axialweges " f_a " (Tab. 4) an den möglichen " Δl " (Tab.6) würde l_2 je nach Werkstoffentscheidung (Kostenfrage) verlängern oder verkürzen.
- 4) Das Grundprinzip der vorgestellten Lösung wurde somit durch die Berechnung bestätigt.

3.2.3 Die Kontaktzone zwischen Flansch und Spannmittel

Im Übergang zu den aktiven Spannelementen ist die Kontaktzone, ihre Koaxialität, Planparallelität und Flächenlasthomogenität für die Quarzflanschsicherheit von entscheidender Bedeutung. Das Hauptproblem der Einengung zwischen d_D (Fig. 3.3, 3.2 und 3.5) und dem beginnenden Radiusübergang in das Halsstück bei Gewährleistung einer in Axialprojektion durchlaufenden Spann - Flächenlast wurde durch FEM - Optimierung gelöst.

Die Wärmedehnungsbedingten radialen Verschiebungen der Kontaktfläche relativ zueinander und die dadurch bewirkten Reibkräfte bilden ein weiteres Problem.

Eine Lösung, dieses Problems zeigt Fig. 3.25.

Das Grundprinzip wird charakterisiert durch

- abrollende, radial geführte Quarzkugeln, die asymmetrische Reibungen und damit Biegespannung im Quarzflansch vermeiden,
- eine koaxial geführte Abrollbewegung und
- die geringe Wärmeleitfähigkeit der Quarzkugeln, die den denkbar steilsten Temperaturgradienten ergibt und hohe Walzenpressungen erträgt.

Lösungsmerkmale:

- Hauptbauteile sind ein als "Federring" gestalteter Führungsring (1) mit radial verlaufenden, eingefrästen Führungsrillen (3) mit den lasttragenden Quarzkugeln (2) (Ansicht B);
- Der Führungsring ist elastisch auf einem $d = \text{konst.}$ Teil des Quarzflansches aufgezogen, wozu am Ende der Fertigungsfolge mäanderförmige Einschnitte(4) die Elastizität ermöglichen. Mit ihr wird die Wärmedehnung überkompensiert.
- Der jeweilige Gegenring (5) besteht aus einem weichen Material (Cu), in das sich die Kugeln infolge der Walzenpressung "einbetten".
- die Schrauben (6) mit Losflansch (7) sind nur so leicht angezogen, daß der Ring (5) nicht aus den eingepreßten Bahnen "entgleisen" kann. Weiterhin kann der Flansch dadurch als geschlossene Baugruppe gehandhabt werden.

Diese Lösung ist jedoch sehr aufwendig.

Die Vorzugslösung ist im (Haupt-)Entwurf Fig. 3.10 dargestellt.

Im Prinzip gewährleisten hier Losflanschartige Zwischenringe mit angenäherten Wärmedehnkoeffizienten, daß nur kleine radiale Verschiebungen auftreten können ($\Delta d = 0,43 \text{ mm}$), wobei Zwischenscheiben mit guten Gleiteigenschaften ohne Neigung zum Einbrennen eine isoperiphere Reibkraft in Aussicht stellen.

Diese Lösung wird charakterisiert durch

- überdimensionierte Zwischenringe (1) aus SiSiC, die jeweils zwischen dem Quarzflansch (2) und einer metallenen Spannplatte (4) bzw. einem Spannzwischenring

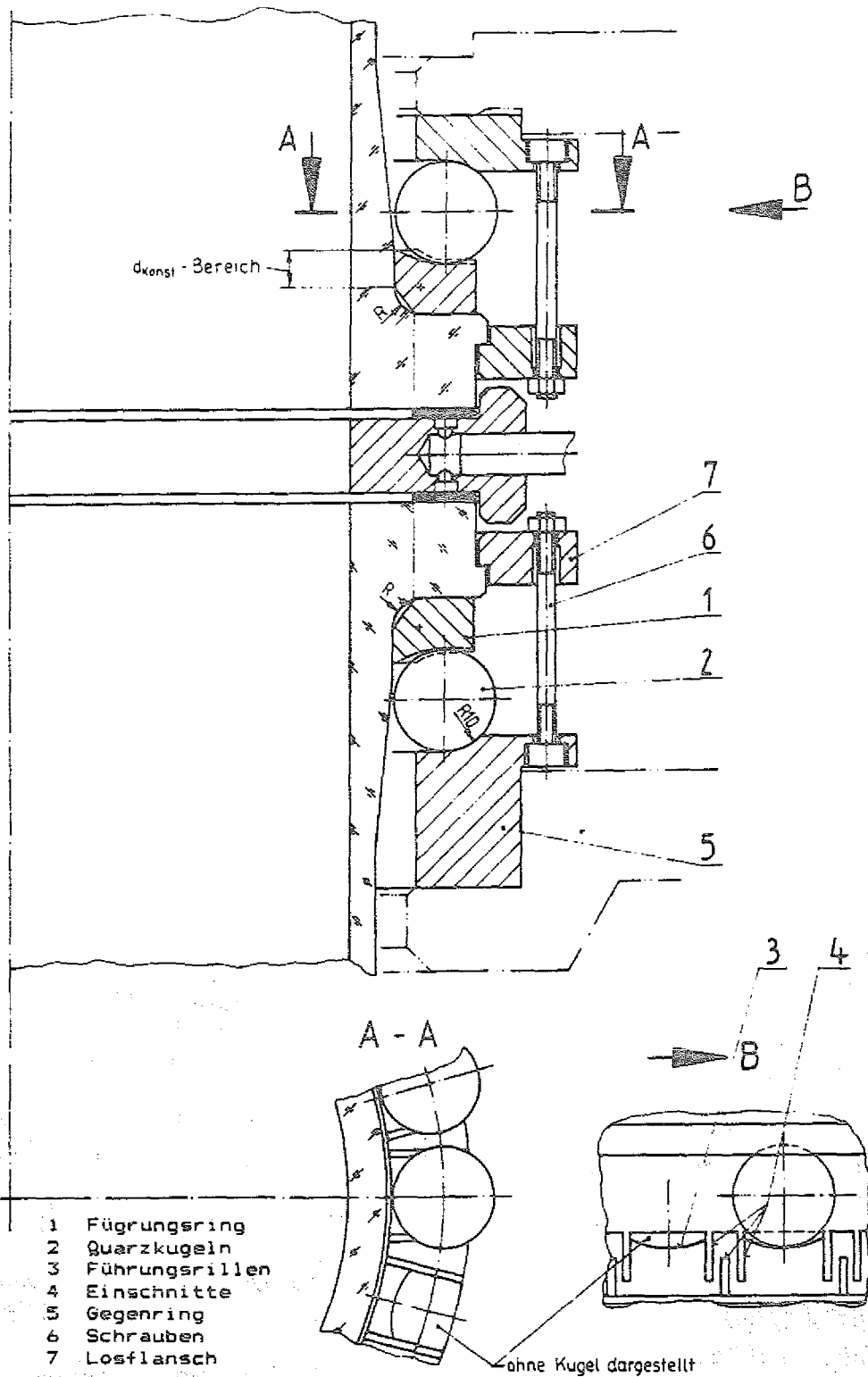


Fig. 3.25 Losflansch-Kontaktzone mit Quarzkugeln

- (3) angeordnet sind und deren hohe zulässige Biegespannung die nicht rotationssymmetrische Krafteinleitung ausgleicht.
- Dichtungsringe aus "Statotherm HT" (5,6) (Naturglimmer) und
 - "Nullagen - Zentrierung" (7) des Quarzflansches außen durch den SiSiC - Ring.
 - Weiterhin können zur Aufrechterhaltung der Koaxialität zwischen Ringen mit verschiedenen thermischen Dehnungskoeffizienten ausgleichende Zentrierelemente angeordnet werden.

In Fig. 3.10 wirkt dieses Element als Ausgleichselement (8) auf den SiSiC - Ring (1) über eingelegte Ringsegmente (9) zur Vermeidung von Punktlast. Sie bestehen jeweils aus einer mit Gewindeeinsatz versehenen hochwarmfesten Hülse und einem Dehnstift mit ausgleichendem thermischen Dehnungskoeffizienten. Eine Koaxialität zwischen SiSiC-Ring und Umgebung im 0.1 mm - Bereich ist auf diese Weise einstellbar.

3.2.4 Spann- und Verriegelungs-Vorrichtungen

Der Entwurf Fig. 3.26 ist so konzipiert, daß er direkt an den (Haupt-) Entwurf Fig.3.10 (Gremmelmaier) anschließt und auch hierfür ausgelegt ist (vgl. S.15 u. 29). Die Konzeption ist im Prinzip auch für das Heißwand- und Tempergefäß geeignet.

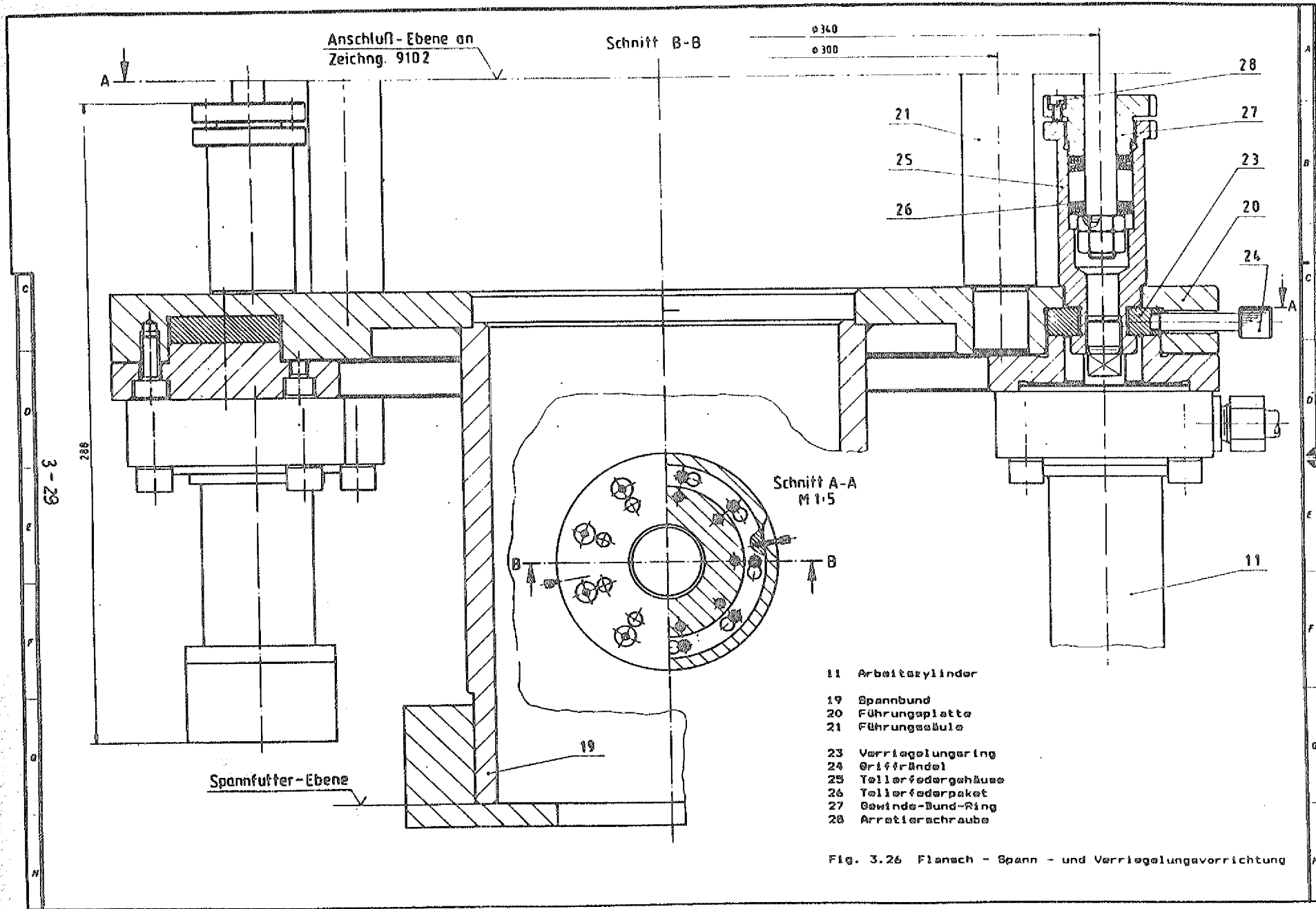
Der Maxime einer schnellen, sicheren und einfachen Handhabungstechnik - besonders im industriellen Bereich - wird in der Anwendung auf Züchtungsgefäße, die etwa im Tageszyklus zugänglich sein müssen, am besten mit einem Zentralverschluß entsprochen.

Das kritische Bauteil ist hier die obere "Spannplatte" (4). Es wurde eine einfache Bauteilform gewählt, weil eine Schweißkonstruktion aufwendig, sperrig und wärmeverzugsgefährdet wäre.

Die Sternform Fig. 3.29 hat den Vorteil, daß durch den radialen Temperaturgradienten keine zu großen inneren Spannungen entstehen, Gewicht reduziert wird und mit den Kerbfräsungen außen ein einfacher und definierter Übergang zum Spannbügel (10) gegeben ist.

Interessant für die Ausheizung der Flanschregion ist auch, daß die Berechnung einen Freiraum für einen Heizer (Fig. 3.30) zuläßt.

Die an der Spannplatte angreifenden Bügel (10) wirken mit gleicher Kraft infolge einer zentralen Versorgung von Arbeitszylindern (11) durch eine hydraulische Handpumpe mit



- 11 Arbeitszylinder
- 19 Spannbund
- 20 Führungsplatte
- 21 Führungssäule
- 23 Verriegelungerring
- 24 Griffbüchel
- 25 Tellerfedergehäuse
- 26 Tellerfederpaket
- 27 Gewinde-Bund-Ring
- 28 Arretierschraube

Fig. 3.26 Flansch - Spann - und Verriegelungsvorrichtung

Ausgangsbedingung :

- 1) Größte Axialspannkraft
 $F_{a\max} = F_{Dv'} = 53\,903 \text{ [N]}$ (vergl.)
- 2) elastische Spannung
- 3) Aktive Spanntechnik unter Normaltemperatur
- 4) Im Ringraum A ist ein Heizer untergebracht mit $t=700^\circ\text{C}$

Annahmen :

- 1) $z = 9$ Spannstellen
- 2) Zyl-Nenngröße 40

• Kraft / Zyl :

$$F_{SB} = \frac{F_{Dv'}}{z} = \frac{53\,903}{9} = 5990 \text{ [N]}$$

$$\frac{F_{SB}}{A_{eff}} = 59,9 \text{ [bar]}$$

	d_{Kolben}	d_{St}	A_{eff}
d [mm]	40	18	
A_{eff} [cm ²]	12,56	2,55	10,0

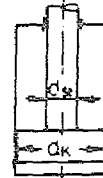


Fig. 3.28

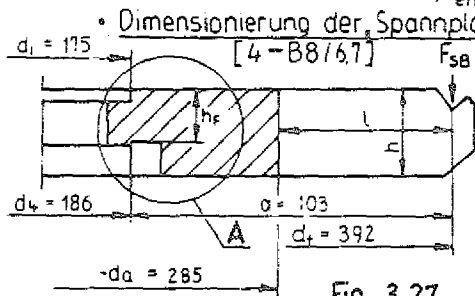


Fig. 3.27

• Dimensionierung der „Spannplatte“ (vergl. Ansicht „A“ im Entwurf Fig. 3.10)

Sicherheit $S = 1,5$ [4-B0/7]
 Festigkeit : K ist für 100 000 Std festzulegen, da hier $G \rightarrow \min$ [4-B0/6.2]

Werkstoff :
 kritisch : großes Biegemoment M_b ; daher
 vorgesehen : **Nicrofer 6022 hMo-alloy 625H(2,4856)**
 $K = R_{P_{1,0}}/10^5 = 90 \text{ [N/mm}^2\text{]} \text{ (für } 750^\circ\text{C)}$

$$W = \frac{F_{SB} \cdot S}{k} \cdot a = 10\,283 \text{ [mm}^3\text{]}$$

$$b = d_a - d_i - 2d_2 = 110 \text{ mm}$$

$$a = a_D = \frac{d_t - d_4}{2} = 103 \text{ mm}$$

$$h_f = \sqrt{1,27 \frac{W}{b}} = 11 \text{ mm}$$

„Offener“ Hebel $l = \frac{d_t - d_a}{2} = 53,5 \text{ mm}$

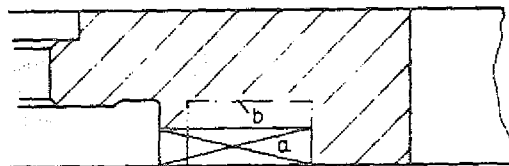
$$M_b = F_{SB} \cdot l = 320\,465 \text{ [Nmm]}$$

$$W_{I-I} = \frac{b \cdot h^2}{12} ; W_{I-I} = \frac{M_b}{R_{P_{1,0}}/10^5}$$

$$h_{erf} = \sqrt{\frac{M_b \cdot 12}{R_{P_{1,0}}/10^5 \cdot b}} = 25,8 \text{ mm}$$

Gestaltungsmöglichkeiten für Heizer

Einzelheit A
 M 1 : 1



- a) - ausgeführt
- b) - zusätzliche Möglichkeit

Fig. 3.30

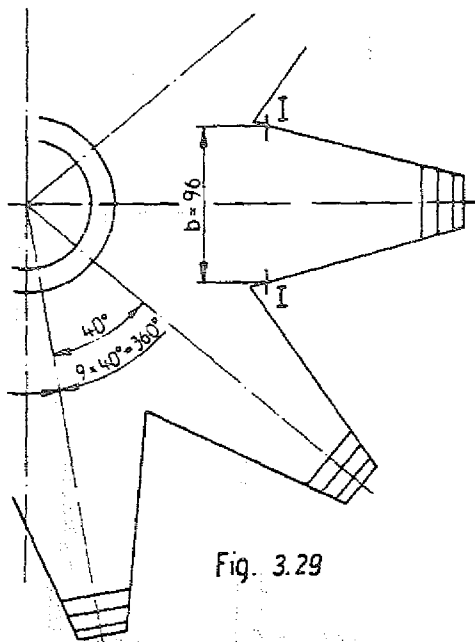


Fig. 3.29

2 Laststufen (Sprung- und Spannweg) über eine Ringleitung. Nach dem hydraulischen Spannen erfolgt eine mechanische Verriegelung und die hydraulische Druckentlastung.

Die axiale Freigabe der Spannplatte erfolgt selbsttätig.

Hierzu sind die Zugstangen (12) der Spannbügel (10) als Koppelglied in einem Schubkurbel- bzw. Schubschwingmechanismus gestaltet, worin die Schwinge (13) so angeordnet ist, daß der Spannbügel im Spannmoment eine Vertikalbewegung macht, aber beim Öffnen seitlich wegschwenkt.

Die Zugstangen (12) sind durch das Gelenk (14) mit einem radial geführten Zugbolzen (15) verbunden, wobei vorgespannte Federn (16) in der oberen Führungsebene (17) kurz vor dem Spannmoment angefahren werden und für eine niveaugleiche Startposition der Spannbügel (10) im Spannmoment sorgen, weil ggf. unterschiedliche innere Reibkräfte in den Arbeitszylindern (11) auftreten können.

Der Grundaufbau ist gleichzeitig das Untergestell des Züchtungsgefäßes (18) und ist am unteren Spannbund (19) in bekannter Weise einspannbar.

Die untere Führungsplatte (20) ist durch Preßpassung mit Führungssäulen (21) verbunden, die ihrerseits durch Treibstift mit der oberen Führungsplatte (17) bzw. am oberen Zapfen mit dem Gestell - Außenring (22) verbunden sind; letzterer kann durch links oben angedeutete Gewinde und entsprechende Abdrückschrauben demontiert werden.

In der unteren Führungsplatte (20) ist ein Verriegelungsring (23) gelagert, der nach dem Spannen durch Stellbewegung von Hand über die Griffrendel (24) eine Fixierung der Tellerfedergehäuse (25) im unteren Totpunkt bewirkt. Letztere werden an der Führungsplatte (20) hart angefahren.

Die Tellerfederpakete (26) wirken mit relativ flacher Kennlinie, so daß axiale Wärmedehnungs - Maßdifferenzen zwischen den Führungssäulen (21) und den Zugstangen (12) nur Spannkraftdifferenzen oberhalb der erforderlichen Betriebsdichtungskraft zur Folge haben.

Die Justage der Vorspannung ist durch den Gewinde - Bundring (27) mit Arretierschraube (28) möglich. Die temperaturbelasteten Teile Spannbügel (10), Zugstange (12) und Gestell - Außenring (22) sind aus hochwarmfesten Legierungen. Es sind 9 Arbeitszylinder der Nenngröße 40 (Gremmelmaier) vorgesehen mit einem maximalen Arbeitsdruck $P_{max} = 60$ bar, wobei ein Druckventil mit Manometer die Einhaltung des Arbeitspunktes gewährleistet.

Eine Alternative zur Vorzugslösung Fig. 3.26 ist der Schnellspannflansch Fig. 3.31.

Das Prinzip ist bis auf die aktiven Spannelemente mit dem vorher genannten relativ identisch.

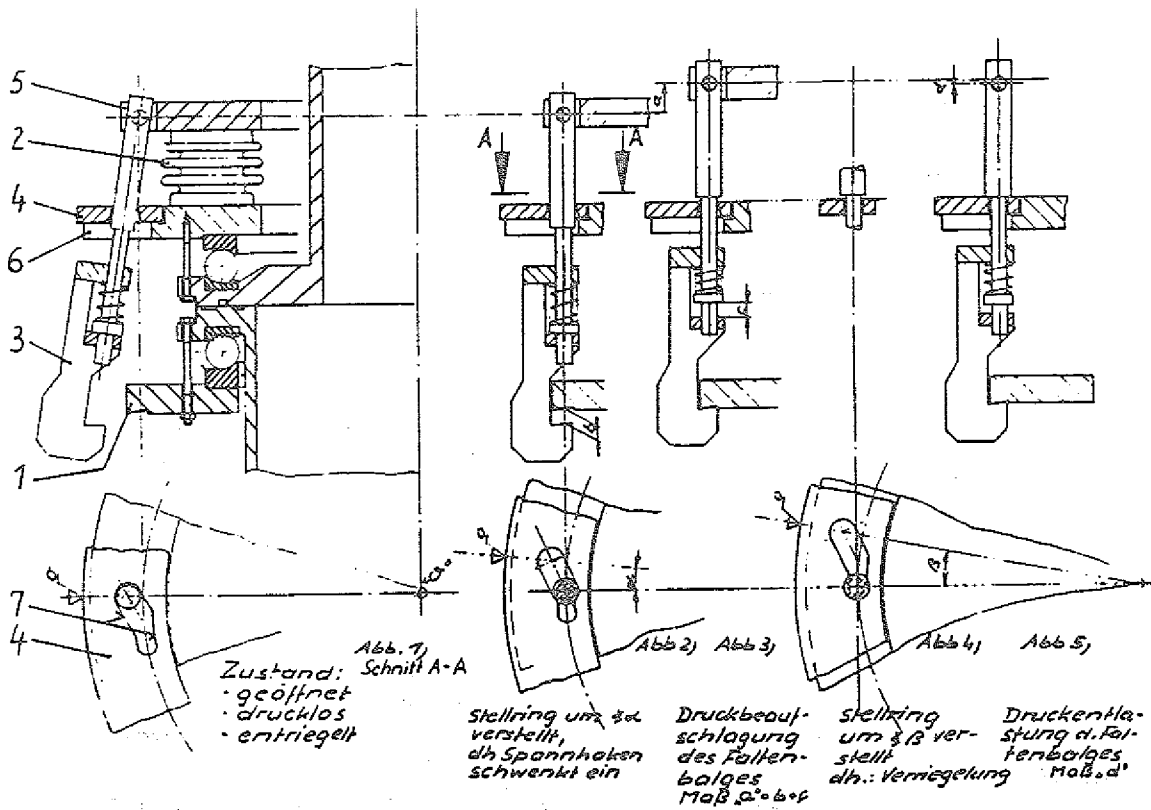


Abb. 1) Schnitt A-A
 Zustand:
 • geöffnet
 • drucklos
 • entriegelt

Abb. 2) Stellung um α verstell, dh. Spannhaken schwenkt ein

Abb. 3) Druckbeaufschlagung des Faltenbalges
 Maß a+b+c

Abb. 4) Stellung um β verstell, dh.: Verriegelung

Abb. 5) Druckentlastung d. Faltenbalges
 Maß d'

- | | |
|-----------------------|------------------|
| 1 Spannring | 5 Gelenk |
| 2 Metallbalg, gewellt | 6 Führungsplatte |
| 3 Spannhaken | 7 Steuerkante |
| 4 Arretierring | |

Fig. 3.31 Schnellspannflansch - Funktionsfolgen

Die Lösung unterscheidet sich vor allem darin, daß alle Bauteile im radialen Bereich des Züchtungsgefäßes liegen und daher nur denkbar sind, wenn eine sehr gute Wärmeisolation der Behälterwand, möglichst mit gekühltem Außenmantel gegeben ist.

Auch die erforderlichen lokalen Platzverhältnisse bedingen, daß diese Lösung eher für die Hotwall - Variante infrage kommt.

Der Spannring (1) hat hier eine relativ kleine Ringbreite weil die aktiven Spannelemente (2) - Faltenbalge für Drücke bis 18 bar - die Durchmesserendifferenz des Züchtungsgefäßes beim Hotwall - Verfahren für sich nutzen können.

Eine weitere Unterscheidung ist, daß die Spannhaken (3) durch eine spezielle Stellbewegung des Arretierendes (4) radial gegen den Spannring (1) geschwenkt werden. Die Drehpunkte dieser Bewegung liegen in der aktiven Spannplatte (5). Zwischen ihr und der Führungsplatte (6) sind in konstanter Teilung die Faltenbalge eingelötet.

Die Spannfunktion erläutert Fig. 3.31, vgl. auch [1].

3.3 Lösungsanmerkungen

3.3.1 Metall - Metall - "Hotwall"

Gegenüber den anderen Varianten treten hier die Wärmedehnungsprobleme in den Hintergrund. Die gefundenen Lösungen lassen sich daher für die Dichtungsvarianten unmittelbar verwenden und mit eher kleinerem Werkstoffaufwand auf die Leckgasverschlüsse bzw. -dichtungen übertragen.

Die Spann- und Verriegelungsvorrichtung nach Fig. 3.31 läßt sich vorteilhaft und mit der Flanschlösung Fig. 3.25 einsetzen, denn sie paßt sich harmonisch der Gefäßform an, wobei der Führungsring (1) Fig. 3.25 wesentlich einfacher zu fertigen ist, weil die "künstliche Ringelastizität" entfällt.

Wegen der guten Wärmeisolation und hoher Druckfestigkeit können alternativ für die Quarzkugeln (2) auch Kugeln aus Zirkonoxid gewählt werden.

Das Hauptproblem der Metallvariante, daß nur

- Titan genügend As - Resistenz, aber bei 700 °C keine ausreichende Festigkeit besitzt und
- Hochtemperatur - Legierungen die erforderliche $R_{p0.2} / 10^5$ - Festigkeit mitbringen - ohne As - Resistenz,

wird gelöst durch den aktuellen Stand der VPS - (Vakuum - Plasma - Spritztechnik) im Krupp - Forschungsinstitut [8], wo das Aufspritzen von Titan im " Millimeterbereich möglich" ist und die ungleich höhere Haftfestigkeit der aufgespritzten Schichten im Unterschied zu früheren Verfahren betont wird.

3.3.2 Quarz - Quarz- "Gremmelmaier"

Die Vorzugslösung, dargestellt in Fig. 3.10 im Zusammenhang mit Fig. 3.26 zeigt, daß nur eine komplexe Erfassung der Rahmenbedingungen und deren Harmonisierung ein überschaubares Konzept ermöglichen.

Der kleine Vakuumflansch (31) sowie der As - Dampfdruckofen (30) ergänzen die zuvor beschriebenen Lösungsdetails.

Letzterer ist als geschlossener Ringheizer ausgeführt und steht auf der Zentrierplatte (32) , den Wärmeisolatoren (33) und somit auf der oberen Führungsplatte (17). Er ist nach oben herauszuheben.

Die innere Ofengestaltung lehnt sich an den z.Zt. benutzten zweiteiligen Ofen an. Im kegeligen Teil werden die Heizleiter mit eingekitteten Drahtklammern (34) gehalten. Die Montage erfolgt über den Spannring (35) mit Stirnkegelschraube (36). Zur Gewährleistung der Konvektion dient der Ringspalt zwischen den kleinen Losflanschen (37) und dem zylindrischen Ofenteil (38) , wie auch die am Umfang des Spann - Zwischenringes (3) verteilten Bohrungen (39) ; hier wirkt auch die sternförmige Gestaltung der Spannplatte (4) vorteilhaft.

Für den kleinen Vakuumflansch wurde der Werkstandart der Heraeus - Quarzschmelze [1] gewählt und mit der Schutzgasführung nach 3.2.2 kombiniert, die für einen Dauerdichtungsflansch besonders vorteilhaft ist.

Als Kontaktelement wirkt hier eine Spiralfeder (40).

Die FEM - optimierte Flanschform Fig. 3.5 und Fig. 3.10 wird durch Schleifbearbeitung aus vorgepreßten Quarzringen gewonnen.

Für die obere Flanschkälfte ist die Quarzrohrform günstiger, weil so die HF - Spule u.a. demontierbar ist. Die hierfür entwickelte Dichtungsvariante ist paßfähig gestaltet - kombiniert oder als Rohr - Rohr - Verbindung. Es sind nur längere Zugstangen (12) erforderlich und die Wärmeisolation (41) entfällt; ggf. ist eine zusätzliche Außenheizung anzubringen.

3.3.3 Quarz - Metall - " Temper - und Hotwall - Verfahren "

Das Tempergefäß aus Quarz entspricht in der Flanschausführung dem Unterteil des Züchtungsgefäßes nach 3.3.2 .

Eine deckelartige Flanschplatte aus Stahl oder einer warmfesten Legierung als Gegenstück ergibt eine Lösung unter Einbeziehung der neuen VPS - Technologie [8] zur Beschichtung mit Titan. Es ist aber auch die Quarz - Rohrform möglich Fig. 3.14 und 3.15 in Verbindung mit den Lösungen gemäß Pkt. 3.2.1 für die Grafit - Flach - und Profilinge im Zusammenspiel mit den zugehörigen Spülgasverschlüssen nach Pkt. 3.2.2.

Die Entscheidung für eine der vorgestellten Vorzugslösungen ist abhängig von einer detaillierten Kostenkalkulation unter Einbeziehung der Quarzgefäß - Lebensdauer; als Aspekte wirken mit , daß

- zwar der Graphit - Profiling zusätzlich zum Flachdichtungsring mitwirkt, jedoch mit hoher Lebensdauer infolge Schutzgasspülung,
- zwar die Dichtigkeit hier von 2 Dichtungen bestimmt wird, jedoch der vorgespannte Profiling den Charakter einer Dauerdichtung hat und für den Fall eines Gehäuses aus SiSiC geringere Wärmeverschiebungen in der Flachdichtungsebene auftreten - günstig für die Dichtwirkung.

Die Lösung " Quarz - Rohrform - Metallgehäuse " - anwendbar für das Temper - wie auch für das Hotwall - Gefäß wurde dargelegt durch die Formulierung des Auswahlkriteriums für die Dichtungs- und Gehäusewerkstoffe (S.10), der Ermittlung entsprechender Werkstoffe , Tabelle 1 u.2 sowie dem Berechnungsbeispiel Nr.2 (S. 11).

Diese Lösung ist unabhängig vom Dichtungsdurchmesser.

Die spanntechnischen Lösungen nach 3.2.4 sind für den Tempergefäßverschluß im Prinzip anwendbar; die Anwendung der Lösung nach Fig. 3.26 ist jedoch sinngemäß für einen zentral spannenden Arbeitszylinder zu modifizieren.

3.3.4 Zusammenfassung

Aus der in [1] entwickelten und systematisierten Variantenvielfalt wurden die Vorzugslösungen mit elementarem Charakter ausgewählt und vorgestellt.

Im Bereich des Flanschkontaktes und der Spanntechnik ergibt jeweils eine gerätespezifische Alternative einen vergrößerten Anpassungsspielraum.

Am Beispiel der Gremmelmaier - Apparatur wurde die Komplexität eines Lösungsansatzes demonstriert.

Trotz der sehr hoch ausgereizten Werkstoffe und technologischen Möglichkeiten zeigen die Berechnungen, daß funktionsfähige Lösungen möglich sind.

Literaturverzeichnis

- [1] -: " Eine technische Herausforderung - Baugruppen für die Volumenkristallzüchtung von GaAs" . Bericht der Forschungsstelle für Kristallzüchtung in Berlin für die Zentralabteilung Brennelemente und Bestrahlungstechnologie im Forschungszentrum Jülich ; Auftragsnummer 4114 5506 ; März 1991
- [2] -: Technische mechanische Werkstoffe - Werkstoffprüfung; Hrsg.: Beckert , M. ; Fachbuchverlag Leipzig 1976
- [3] Schmid,E.: Handbuch für Dichtungstechnik. Expert - Verlag, Grafenau (1981)
- [4] -: AD - Merkblatt . Taschenbuch-Ausgabe 1991 . Hrsg.: Verband der Technischen Überwachungsvereine e.V. , Essen 1991
- [5] Fischer,J.:TEFE Bereichsinterenes Rechenprogramm in der Forschungsstelle für Kristallzüchtung, Berlin , Januar 1991
- [6] Göldner, Holzweissig : Leitfaden der technischen Mechanik. Fachbuchverlag Leipzig , 9. Auflage 1986
- [7] Autorenkollektiv : Dubbels Taschenbuch für den Maschinenbau , Hrsg.: Sass , F.und Bouche , CH.: 11. Auflage, Springerverlag , Berlin 1955
- [8] -: ING - Das Ingenieur Magazin . Hrsg.: KDT - Verlag , Ausgabe A, Februar 1991
- [9] Zuarbeit von Germania - Apparate - und Anlagenbau GmbH D - 9010 Chemnitz , Schulstraße 63

4. Technische Realisierung eines Hochtemperatur - Vakuumventils für eine Galliumarsenid - Zuchtungsanlage

Bei der Züchtung von Galliumarsenid nach der Czochralski-Methode versucht man, durch Verzicht auf eine Boroxid-Abdeckschmelze die thermischen Bedingungen günstig zu beeinflussen und dadurch eine bessere Kristallqualität zu erreichen. Das setzt jedoch voraus, daß durch andere geeignete Maßnahmen die Stöchiometrie in der Schmelze aufrechterhalten und ein Kondensieren des Arsens an der Behälterwand bzw. an Einbauteilen verhindert wird.

Diese Forderungen lassen sich erfüllen, wenn man mittels eines Dampfdruckofens einen Arsendampfdruck von etwa 1 bar in dem Zuchtungsgefäß einstellt und die Wandung und alle Einbauten des Gefäßes auf eine Temperatur von $> 620\text{ }^{\circ}\text{C}$ bringt, oberhalb der Arsen bei dem vorhandenen Druck nicht kondensiert.

Rezipienten und Druckbehälter von Kristallzuchtungsanlagen werden üblicherweise nach dem Beschicken mit den Ausgangsmaterialien und vor dem Beginn des eigentlichen Prozesses evakuiert, um für die Kristallzuchtung sehr saubere Umgebungsbedingungen zu schaffen.

Für diesen Prozeß ist ein Vakuumventil erforderlich, das das Zuchtungsgefäß mit einer Vakuumanlage verbindet oder von ihr trennt. Auf Grund der vorher genannten Betriebsbedingungen werden an ein solches Ventil extreme Anforderungen gestellt.

4.1. Anforderungen

Die Teile des Ventils, die mit dem dampfförmigen Arsen in Verbindung kommen, müssen für eine Betriebstemperatur von $650 - 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ geeignet und bei dieser Temperatur gegen das aggressive Arsen hinreichend resistent sein.

Das Ventil muß bei Betriebstemperatur sowohl am Sitz als auch nach außen eine genügende Dichtigkeit besitzen. Angestrebt wird eine Leckrate von $Q \leq 1 \cdot 10^{-6}\text{ mbarls}^{-1}$. Die Nennweite sollte etwa 20 mm betragen, um kurze Evakuierungszeiten zu erreichen. Außerdem sollte das Ventil eine möglichst lange Lebensdauer haben und so gestaltet sein, daß eine Revision in festzulegenden Zeitabständen möglich ist. Die Betätigung sollte einfach und in der weiteren Entwicklung mit einer Fernbedienung ergänzbar sein.

4.2. Prinziplösung

Kommerzielle Vakuumventile sind für den vorgesehenen Einsatzfall ungeeignet.

Sie erfüllen auf Grund der konstruktiven Auslegung und der verwendeten Werkstoffe weder die Forderungen nach einem Betrieb bei Überdruck, noch die bei einer Betriebstemperatur von 650 °C und einem Angriff durch dampfförmiges Arsen.

Auch Spezialventile verschiedener Firmen, die bereits untersucht wurden, korrodierten und wurden undicht.

Für das Hochtemperatur - Vakuumventil müssen also neue Lösungen gefunden werden, sowohl für die Gestaltung des Ventilsitzes als auch für den Korrosionsschutz und die einzusetzenden Werkstoffe.

Aus der Züchtung von Galliumarsenid nach der LEC - Methode (Liquid encapsulation Czochralski method) ist bekannt, daß geschmolzenes Boroxid ein Hindurchdiffundieren von Arsen verhindert, weshalb es einen ausgezeichneten Schutz für alle damit benetzten Teile darstellt und auch als Dichtelement geeignet erscheint.

Das Boroxid (B_2O_3) schmilzt bei 450 °C ; bei einer Temperatur von 650 °C betragen die Dichte $\rho = 1,593 \text{ g/cm}^3$, die dynamische Viskosität $\eta = 124,1 \text{ Ns/m}^2$ und der Dampfdruck weniger als 10^{-15} bar.

Grundsätzliche Untersuchungen zur Auslegung eines Hochtemperaturventils mit Boroxid - Flüssigkeitsdichtung wurden von Herrn Dipl. - Ing. Konstantinos Karagiannakos durchgeführt [1]. Durch die Untersuchungen an 2 Mustern konnte die prinzipielle Funktionstüchtigkeit der gewählten Dichtung nachgewiesen werden.

Aufgabe der vorliegenden Arbeit ist es, das Prinzip weiterzuentwickeln, so daß das Ventil für den Einsatz an einer industriell nutzbaren Anlage geeignet ist.

Das bedeutet, daß das Ventil so zu gestalten ist, daß es vorzugsweise unterhalb des Bodenflansches eines Behälters angebracht werden kann.

Außerdem gehören dazu Lösungen für den Korrosionsschutz der arsenbeanspruchten Oberflächen, für die Verbesserung der Ventilspindelabdichtung, für die Schaffung der Voraussetzungen einer nachträglichen Revision und die damit verbundenen Dichtprobleme am Gehäuse.

Aus den im Punkt 2. dargestellten Untersuchungen von Dr. Meixner und Mitarbeitern zur Arsenresistenz von Werkstoffen ergibt sich, daß insbesondere Nickel stark von Arsendampf angegriffen wird, so daß die nickelhaltigen hochwarmfesten Stähle und Nickelbasislegierungen nur bedingt als Gefäßmaterial einsetzbar sind, nämlich nur dann, wenn

ihre Oberfläche vor dem Zutritt von Arsen geschützt wird. Einen sehr guten Korrosionswiderstand zeigte Titan, das aber bei der Betriebstemperatur keine ausreichenden Festigkeitswerte mehr aufweist.

Um die infolge Betriebsdruck und Eigenlasten bei der Betriebstemperatur auftretenden Beanspruchungen beherrschen zu können, wird als Werkstoff für das Ventilgehäuse und für weitere Bauteile die hochwarmfeste Nickelbasislegierung Nicrofer 3220 H, Werkstoff - Nr. 1.4876, gewählt, die bei 700 °C noch eine 0,2% - Dehngrenze von $R_{p0,2} = 101 \text{ N/mm}^2$ und eine Zeitstandfestigkeit für 10^5 h von $R_m/10^5 \text{ h} = 53 \text{ N/mm}^2$ besitzt.

In dem Bereich, wo das Material dem Arsenangriff ausgesetzt ist, das ist in dem Anschlußrohr des Ventils zwischen der Bodenplatte des Druckgefäßes und dem Boroxidspiegel, der den Ventilsitz abdeckt, muß der Werkstoff durch Titan geschützt werden.

Eine Möglichkeit stellt die Auskleidung mit einem Titanrohr dar, das wegen der unterschiedlichen linearen Ausdehnung von Titan und Nicrofer 3220 H mit einem geringen Übermaß eingeschrumpft werden sollte. Andere Möglichkeiten sind der Einsatz von plattiertem Werkstoff oder von Materialien, die durch Spritzen, Sprayen oder Pulverbeschichtungen mit Titan versehen werden.

Angaben zu den technologischen Möglichkeiten der Herstellung von Verbundwerkstoffen und zu den Eigenschaften und Einsatzbedingungen von Sondermetallen sind in [2-6] enthalten.

Die prinzipielle Lösung eines Vakuumventils für hohe Betriebstemperaturen beinhaltet also folgende Details:

Ventilgehäuse aus einer hochwarmfesten Nickelbasislegierung, Auskleidung der arsenbeaufschlagten Flächen mit Titan, Ventilsitz als Metallflachdichtung kombiniert mit einer Boroxid - Flüssigkeitsdichtung, Heizung der arsenbeaufschlagten Ventiltteile einschließlich des Ventilsitzes auf 700 °C, faltenbalggedichtete Ventilspindel, Antrieb über ein Spindelhubgetriebe, das mit einem Elektromotor ergänzt werden kann.

Varianten einer konstruktiven Auslegung der Prinziplösung ergeben sich hauptsächlich durch unterschiedliche Ausführungen des Ventilgehäuses. Drei verschiedene Varianten wurden näher untersucht und sollen im Folgenden kurz charakterisiert werden.

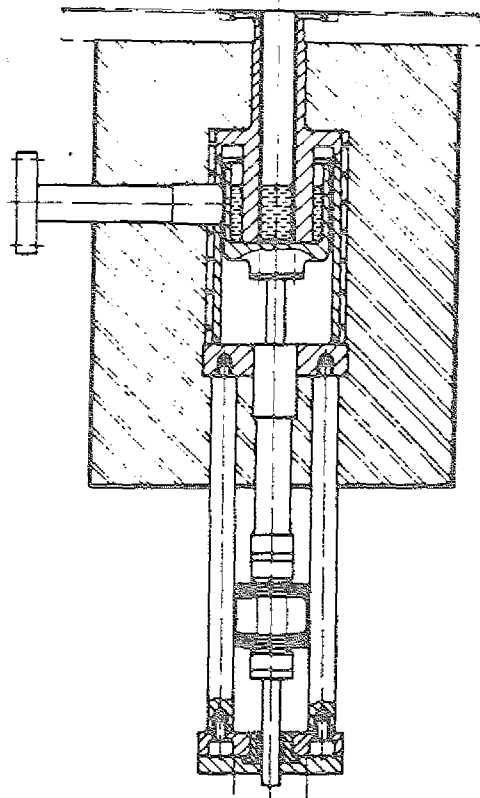


Fig 4.1 Ventil Variante 1

Variante 1 (Fig. 4.1) ist dadurch gekennzeichnet, daß das Ventilgehäuse eine durch Schweißverbindungen hermetisch abgeschlossene Baugruppe ist. Das Gehäuse ist auf der gesamten Länge von einer aus 2 Halbschalen bestehenden elektrischen Heizmanschette umgeben, die das ganze Ventilgehäuse auf die Betriebstemperatur von 700 °C bringt. Zur Vermeidung von Wärmeverlusten sind Ventilgehäuse und Heizmanschetten radial und axial mit einer Wärmeisolierung aus Keramikfasermatten versehen.

Über ein relativ langes und dünnwandiges Rohr, das nach unten durch die Wärmeisolierung geführt wird, ist die membranbalggedichtete Ventilspindel mit dem Gehäuse durch Schweißen verbunden.

Die Verbindung des Ventiles mit der Züchtungskammer ist bei allen 3 Varianten gleich und erfolgt durch das mit Titan ausgekleidete Anschlußrohr.

Der Vorteil der Variante 1, daß das Gehäuse ohne Verwendung einer Dichtung in sich geschlossen ist und infolgedessen selbst bei einer Havarie kaum Dichtprobleme auftreten werden, ist zugleich auch der Nachteil. Die Forderung nach einer Inspektionsmöglichkeit des Ventilsitzes und der anderen Ventillinenteile kann damit nicht erfüllt werden. Außerdem ist die Endmontage schwierig. Günstig bei dieser Variante ist der relativ geringe Wärmeverlust infolge der allseitigen Isolierung.

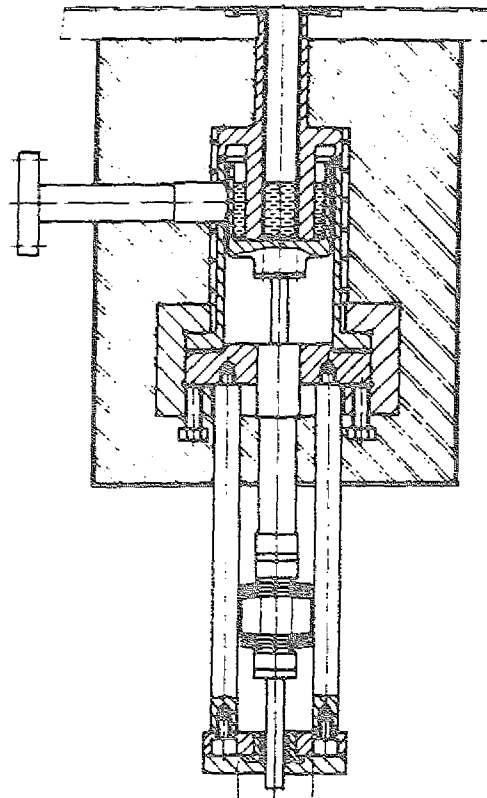


Fig. 4.2 Ventil Variante 2

Variante 2 (Fig. 4.2) geht ebenfalls von einem kurz bauenden Gehäuse aus, das nur so lang ist, daß der notwendige Hub von 30 mm der mit Boroxid gefüllten Dichtkammer möglich ist. Auch hier wird das ganze Gehäuse auf Betriebstemperatur gehalten und nach außen isoliert.

Im Gegensatz zur Variante 1 ist jedoch die Baugruppe Ventilspindel vollständig über einen Flansch mit dem Gehäuse verbunden, so daß eine einfache Montage und Demontage möglich ist. Als Dichtung zwischen den Flanschen wird eine Statotherm - Reingrafit - Dichtung vorgesehen.

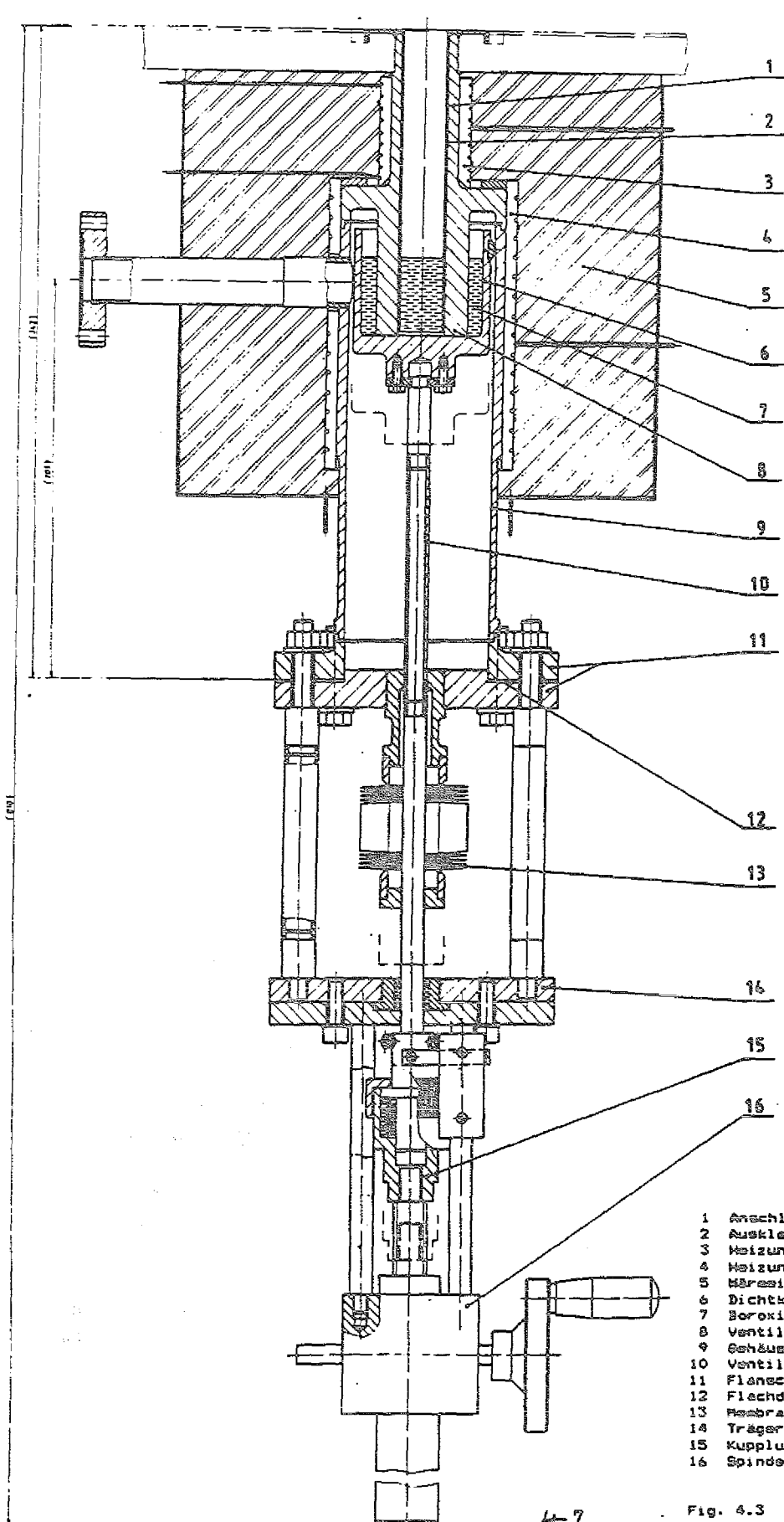
Dieses Material ist nach Herstellerangaben bei Anwesenheit von Luft nur bis 550 °C beständig, bei reduzierender oder inerter Umgebung aber bis 3000 °C.

Um eine ausreichende Lebensdauer der Dichtung zu erreichen, muß also dafür gesorgt werden, daß ein Zutritt von Luft verhindert wird.

Von der Innenseite ist das dadurch gewährleistet, daß das Ventilgehäuse über die Vakuumpumpe evakuiert wird. Von der Außenseite muß durch eine zweite, außenliegende Dichtung ein Ringraum geschaffen werden, der über Rohranschlüsse mit einer Vakuumpumpe bzw. einem Spülgassystem verbunden wird. Als Werkstoff für die außenliegende Dichtung scheint Statotherm - HT geeignet, ein Material auf der Basis von Glimmer, das in sauerstoffhaltigen Medien bis 950 °C einsetzbar ist. Die zu erreichende Dichtheit würde den Anforderungen an eine Spülkammer genügen. Problembehaftet ist die Auslegung der Flanschschrauben und der sonstigen Verbindungselemente, die in der heißen Zone liegen und die die erforderlichen Mindestflächenpressungen für zwei Dichtungen aufbringen müssen. Der Außendurchmesser des Flansches wird durch die beiden Flachdichtungen und den dazwischen liegenden Ringkanal sehr groß und ist dadurch ungünstig.

Insgesamt ist die Variante 2 eine aufwendige und teure Lösung.

Variante 3 (Fig. 4.3) ist dadurch gekennzeichnet, daß sich der Flansch mit der Statotherm - Reingrafit - Dichtung außerhalb der heißen Zone des Ventiles befindet, so daß die Dichtung mit Sicherheit weniger als die zulässigen 550 °C warm wird. Dadurch ist eine zweite Dichtung nicht erforderlich, der Flansch wird im Durchmesser kleiner, auch Festigkeitsprobleme der Verbindungselemente sind von untergeordneter Bedeutung, da die thermische Beanspruchung geringer ist. Vorrangig werden nur die Teile des Ventils auf 700 °C geheizt, die mit dem dampfförmigen Arsen in Verbindung kommen. Der Energieaufwand für die Beheizung ist allerdings höher, da das Ventilgehäuse axial nicht isoliert ist.



- 1 Anschlussrohr
- 2 Auskleidung (Titan)
- 3 Heizung für Anschlussrohr
- 4 Heizung für Gehäuse
- 5 Wärmeisolierung
- 6 Dichtkammer
- 7 Boroxid
- 8 Ventil Sitz
- 9 Gehäuse
- 10 Ventilschindel
- 11 Flansch
- 12 Flachdichtung (Graphit)
- 13 Membranbalg
- 14 Trägerplatte
- 15 Kupplung
- 16 Schindelhubgetriebe

4-7

Fig. 4.3 Ventil Variante 3

4.3 Technische Realisierung

Von den kurz diskutierten Varianten wurde die Variante 3 (Fig. 4.3) als beste Lösung angesehen und konstruktiv weiter ausgeführt.

Sie besteht aus den Hauptgruppen Ventilgehäuse, Ventilspindel vollst., Dichtkammer, Ventilantrieb, Heizungen, Isolierung sowie aus Einzelteilen und ist unterhalb des Bodenflansches eines Druckbehälters angeordnet.

Das Ventilgehäuse ist eine Schweißgruppe. In das eigentliche Gehäuse ($d_a = 88 \text{ mm}$, $d_i = 76 \text{ mm}$) ist seitlich das Vakuumrohr (Rohr 26,7·2,87) eingesetzt, das mit einem Flansch 35 CF zum Anschluß der Vakuumpumpe endet.

Der obere Abschlußdeckel des Ventilgehäuses, der Ventilsitz und das Anschlußrohr bestehen aus einem Stück. Das Anschlußrohr ($d_a = 38 \text{ mm}$, $d_i = 25 \text{ mm}$) ist in den aus einer hochwarmfesten Metallegierung bestehenden Bodenflansch des Druckgefäßes eingeschweißt.

Nach dem Anschweißen wird das Anschlußrohr des Ventilgehäuses mit einem Rohr 25,4·1,25 aus Titan - Grade 2, Werkstoff-Nr. 3.7035, ausgekleidet. Das Titanrohr wird mit einem Übermaß von 0,060 mm in das Anschlußrohr eingeschrumpft. Am oberen Ende des Titanrohres ist ein 2 mm dickes ringförmiges Blech angeschweißt, das die Schweißnaht des Nicrofer - Anschlußrohres abdeckt. Den äußeren Abschluß bildet ein angeschweißter Rand, der nach unten in eine in den Bodenflansch des Druckgefäßes eingedrehte Ringnut ragt. Diese Ringnut wird mit Boroxid gefüllt, das ein Eindringen von Arsendampf zwischen Titanauskleidung und Anschlußrohr verhindern soll.

Das Ventilgehäuse endet unten mit einem Flansch ($d_a = 150 \text{ mm}$), an dem die Baugruppe Ventilspindel, vollst. befestigt wird. Durch die Trennstelle ist es möglich, das Ventil zur Inspektion zu öffnen. Als Dichtung zwischen den beiden mit 8 Schrauben M10 verbundenen Flanschen wird eine Flachdichtung aus 2 mm dickem Statotherm - Reingrafit 9590/P verwendet. Da dieses Material bei Anwesenheit von Luft nur bis 550 °C beständig ist, wurde das Ventilgehäuse so gestaltet, daß sich Flansche und Dichtung außerhalb der Heizung und der Wärmeisolation befinden. Durch eine Verengung des Gehäusequerschnitts wird der Wärmefluß von der Heizzone zum Flansch eingeschränkt. Dadurch und durch die Wärmeableitung infolge Konvektion und Strahlung am herausragenden Gehäuseteil wird erreicht, daß an der Dichtung nur eine Temperatur von ca 150 °C auftritt.

Der Flansch der Baugruppe Ventilspindel, vollst. ist mit der Ventilspindel über einen Membranbalg vakuumdicht verbunden. Der einwandige Membranbalg hat einen Außendurchmessermesser von

57 mm, er besteht aus 20 Membranpaaren und erlaubt eine axiale Bewegung der Ventilspindel von maximal 39 mm. Die Ventilspindel wird in einer Buchse der Trägerplatte geführt. Die Trägerplatte ist mit vier Säulen an den Flanschen des Ventilgehäuses befestigt.

Eine zweite Führung für die Ventilspindel befindet sich im Flansch selbst. Diese ist mit einem sehr großen Spiel ausgeführt, um Verklemmungen infolge unterschiedlicher Wärmedehnungen zu vermeiden. Die Ventilspindel ist eine Schweißgruppe. Um den Wärmefluß von den beheizten zu den kalten Ventiltteilen einzuschränken, besteht sie im mittleren Teil aus einem Rohr.

Am oberen Ende trägt die Ventilspindel die sogenannte Dichtkammer, einen Topf, der das Boroxid beinhaltet und dessen innere Bodenfläche zusammen mit dem Ventilsitz des Gehäuses die Dichtfläche bildet.

Die Dichtkammer besitzt am oberen Umfang drei Gleitstücke, mit denen sie sich am Gehäuse abstützt. Da die Verbindung zwischen Ventilspindel und Dichtkammer in engen Grenzen eine Winkelbewegung zuläßt, kann sich die Dichtkammer nach der Dichtfläche des Ventilsitzes ausrichten. Die Dichtkammer ist mit 70 cm^3 Boroxid gefüllt. Zwischen den Stellungen "Ventil zu" und "Ventil auf" wird ein Hub von 30 mm zurückgelegt.

Die Betätigung erfolgt zunächst von Hand über ein kommerzielles Spindelhubgetriebe, das an die Trägerplatte angeflanscht wird und das über eine Trapezgewindespindel einen Hub von 50 mm ermöglicht. Eine Verdrehsicherung befindet sich in dem Hüllrohr der Gewindespindel. Im Hinblick auf eine später vorgesehene Betätigung des Ventiles mit einem Motor, wurde zwischen Spindelhubgetriebe und Ventilspindel eine Kupplung mit Tellerfedern angeordnet, die beim Schließen des Ventils einen Nachlaufhub von 7 mm zuläßt. Die Ventilstellung wird zur Zeit an einer Skala angezeigt. Bei einem Antrieb mit Motor wäre die Nachrüstung mit elektromechanischen Mikroschaltern oder Näherungsschaltern möglich.

Um die erforderliche Betriebstemperatur von $650 \text{ }^\circ\text{C}$ zu erreichen, ist das Ventil mit zwei Heizungen ausgestattet, dem aus zwei Halbschalen bestehenden Gehäuseheizer mit zusammen $P = 1500 \text{ W}$ möglicher Heizleistung und dem ebenfalls zweigeteilten Heizer für das Anschlußrohr mit zusammen $P = 400 \text{ W}$. Als Heizleiter werden Miniatur - Mantel - Heizleiter mit kalten Enden verwendet. Diese sind in Nuten des Heizleiterträgers eingebettet. Mit einem Mantelthermoelement der Paarung Chromel - Alumel je Heizung wird die Temperatur erfaßt und kann geregelt werden.

Zur Vermeidung von radialen Wärmeverlusten ist das Ventil im Bereich der Heizungen mit einer 75 mm dicken Isolation aus Keramikfasermatten versehen.

Im Folgenden sollen die Überlegungen und Berechnungen zur Auslegung des Ventils bzw. einzelner Elemente dargestellt werden.

4.3.1 Ventilsitz und Dichtkammer

Zur Dimensionierung des Ventilsitzes und der Dichtkammer werden die in [1] angegebenen Formeln herangezogen. Die Berechnungen gehen davon aus, daß zwischen den dichtenden Flächen des Ventils infolge eines umlaufenden Spaltes vorgegebener Höhe eine Undichtigkeit vorhanden ist, durch die infolge des Druckgefälles und der dynamischen Viskosität Boroxid strömt.

Das Ventil ist solange dicht, bis alles Boroxid aus dem inneren druckbeaufschlagten Ventilsitzraum in den äußeren geströmt ist. Das heißt, die Standzeit des Ventils ist abhängig von der mittleren Strömungsgeschwindigkeit und damit von der dynamischen Viskosität des Boroxids, vom Druckgefälle und von der Spaltgeometrie (Fig. 4.4).

Aus den geometrischen und physikalischen Kenngrößen ergibt sich, daß die Boroxidströmung laminar ist, so daß die dafür gültigen Gesetzmäßigkeiten anwendbar sind.

Mittlere Strömungsgeschwindigkeit des Boroxids im Spalt

$$U_m = \frac{1}{3\eta} \cdot a^2 \cdot \frac{dP}{dx}$$

$$a = \frac{h}{2}, \quad h = 0,035 \text{ mm} \quad \text{angenommene max. mögliche Spalthöhe}$$

$$\eta = 124,1 \text{ Ns/m}^2 \quad \text{dynamische Viskosität von B}_2\text{O}_3 \text{ bei } 650^\circ\text{C}$$

$$dP = \Delta P = 1 \text{ bar} \quad \text{Druckdifferenz am Ventilsitz}$$

$$dx = \Delta x = 11,4 \text{ mm} \quad \text{Breite der Dichtfläche}$$

$$U_m = 7,21 \cdot 10^{-6} \text{ m/s} \quad \text{mittlere Strömungsgeschwindigkeit}$$

Querschnittfläche A_{\square} des Spaltes

$$A_{\square} = h \cdot b$$

$$h = 0,035 \text{ mm}$$

angenommene max. mögl. Spalthöhe

$$b = \pi \cdot d_m \approx 115 \text{ mm}$$

mittlerer Umfang des Ventilsitzes

$$A_{\square} = 4,025 \text{ mm}^2$$

Querschnittfläche des Spaltes

Volumenstrom \dot{V} des Boroxids durch den Spalt

$$\dot{V} = U_m \cdot A_{\square} = 7,21 \cdot 10^{-4} \text{ cm/s} \cdot 4,025 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2$$

$$\dot{V} = 29 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{s}$$

Leckstrom des Boroxids

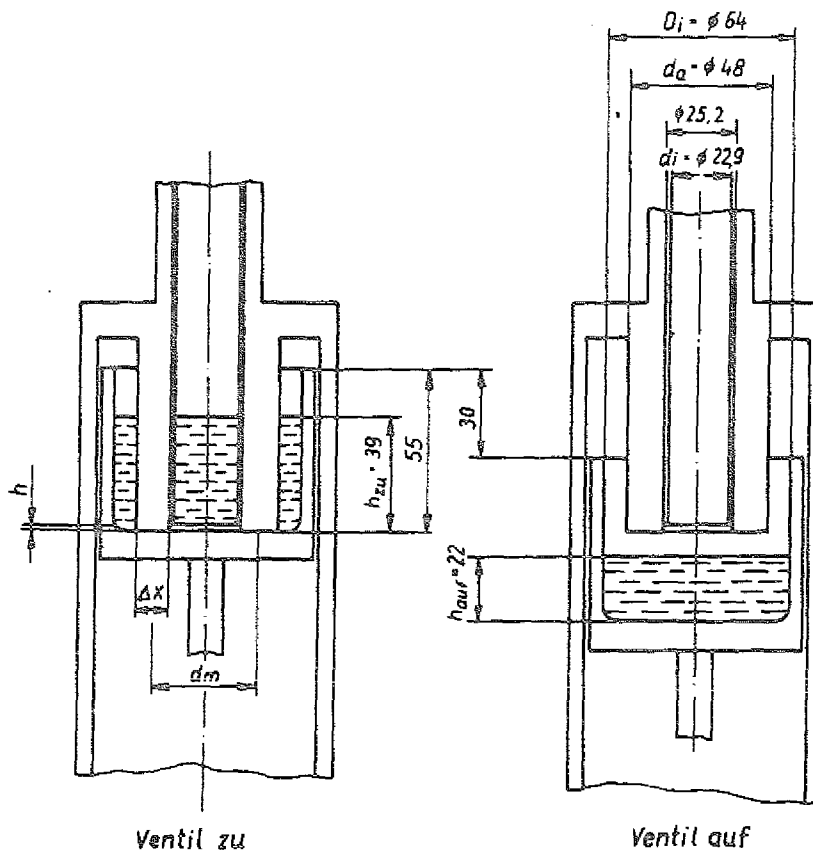


Fig. 4.4 Geometrische Verhältnisse am Ventilsitz

Die Zeit für einen Kristallzuchtungsprozeß wird mit $\Delta t = 100 \text{ h}$ festgelegt, das ist gleichzeitig die minimale Betriebszeit, während der das Ventil dicht sein muß.

Das bedeutet, daß am Beginn des Prozesses mindestens soviel Boroxid im inneren Ventilsitzraum sein muß, wie während dieser Zeit durch den Spalt fließt.

Boroxidvolumen V , das in 100 h durch den Spalt strömt

$$V = \dot{V} \cdot t = 29 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{s} \cdot 100 \text{ h} \cdot 3600 \text{ s/h}$$

$$V = 10,44 \text{ cm}^3$$

Boroxidvorrat in der Dichtkammer

Bei geöffnetem Ventil soll der Boroxidspiegel in der Dichtkammer eine Höhe $h_{\text{auf}} = 22 \text{ mm}$ haben.

$$V_{\text{B}_2\text{O}_3\text{ges}} = \frac{\pi}{4} D_i^2 \cdot h_{\text{auf}} = \frac{\pi}{4} \cdot 6,4^2 \cdot 2,2$$

$$V_{\text{B}_2\text{O}_3\text{ges}} = 70,8 \text{ cm}^3$$

Höhe des Boroxids bei geschlossenem Ventil

$$V_i = \frac{\pi}{4} d_i^2 \cdot h_{\text{zu}} = \frac{\pi}{4} \cdot 2,29^2 \cdot h_{\text{zu}} = 4,12 \cdot h_{\text{zu}}$$

V_i = Boroxidvolumen im Innenraum der Dichtkammer

$$V_a = \frac{\pi}{4} (D_i^2 - d_a^2) \cdot h_{\text{zu}} = \frac{\pi}{4} \cdot (6,4^2 - 4,8^2) \cdot h_{\text{zu}} = 14,07 \cdot h_{\text{zu}}$$

V_a = Boroxidvolumen im Außenraum der Dichtkammer

$$V_{\text{B}_2\text{O}_3\text{ges}} = V_i + V_a = 4,12 \cdot h_{\text{zu}} + 14,07 \cdot h_{\text{zu}} = 18,19 \cdot h_{\text{zu}}$$

$$h_{\text{zu}} = 38,9 \text{ mm}$$

Boroxidvolumen im Innenraum der Dichtkammer

$$V_i = 4,12 \cdot h_{\text{zu}}$$

$$V_i = 16 \text{ cm}^3 > 10,44 \text{ cm}^3$$

Höhe des Boroxids im Außenraum der Dichtkammer bei undicht werdendem Ventil

$$h_{a_{\text{undicht}}} = \frac{V_{\text{B}_2\text{O}_3}}{\frac{\pi}{4} (D_i^2 - d_a^2)}$$

$$h_{a_{\text{undicht}}} = 50,3 \text{ mm}$$

Der Außenraum der Dichtkammer ist so dimensioniert, daß er die gesamte Boroxidmenge aufnehmen kann.

Die Dichtkammer ist bei 650°C mit 70,8 cm³ Bortrioxid gefüllt. Das entspricht einer Masse von ca 115 g bei einer Dichte $\rho_{\text{B}_2\text{O}_3} = 1,593 \text{ gcm}^{-3}$ bei 650°C.

Bei geschlossenem Ventil ist der Boroxidspiegel $\approx 39 \text{ mm}$, bei geöffneten Ventil $\approx 22 \text{ mm}$ hoch, der dabei freigegebene Ringspalt hat eine Höhe von 8 mm.

Bei der angenommenen Undichtigkeit am Ventilsitz hat das Ventil eine Standzeit von ca 150 h.

4.3.2. Ventilgehäuse

4.3.2.1 Temperaturen und Wärmeströme

Die Temperaturverhältnisse am Ventil sind für die konstruktive Auslegung von entscheidender Bedeutung.

Durch die beiden Heizungen am Ventilgehäuse und am Anschlußrohr muß soviel Energie zugeführt werden, daß in dem von den Heizungen und der Isolation umgebenen Teil die Betriebstemperatur von 650°C erreicht und aufrecht erhalten wird. Wärmeverluste treten dabei in radialer Richtung durch Wärmeleitung mit anschließender Konvektion und in axialer Richtung nach unten durch Wärmeleitung und Strahlung auf.

Die dabei in das aus der Isolation ragende Gehäuseteil und in den Flansch gelangte Energie wird durch Konvektion und Strahlung an die Umgebung abgeführt.

Wichtig ist die angenäherte Bestimmung der Temperatur, die sich im Bereich des Gehäuseflansches und der Dichtung einstellt (Fig. 4.5).

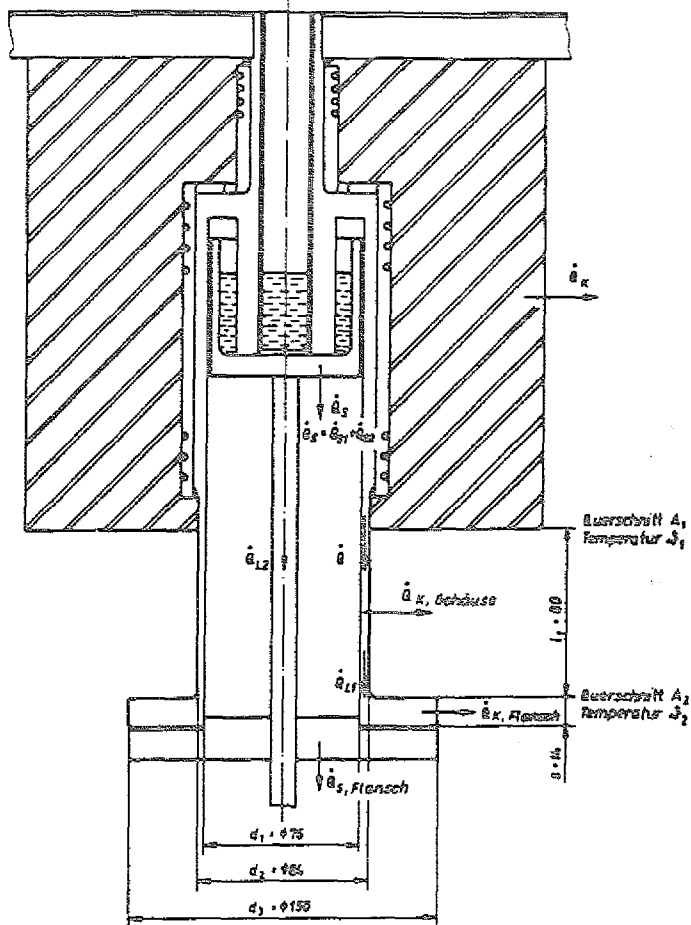


Fig. 4.5 Wärmeströme im Ventilgehäuse

Wärmeleitung im Gehäuse von Querschnitt A₁ nach Querschnitt A₂

Die Temperatur der Ventiltteile oberhalb des Querschnitts A₁ soll 650 °C betragen. Für die Berechnung der Wärmeleitung von A₁ nach A₂ wird für die Temperatur des Querschnitts A₁ $\vartheta_1 = 700^\circ\text{C}$ gesetzt.

$$\dot{Q}_{L1} = \frac{\lambda}{l_1} \cdot A_1 \cdot (\vartheta_1 - \vartheta_2)$$

$$\lambda = 17,3 \text{ W/mK}$$

temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit für Microfer 3220 H, bei der mittleren Wandtemperatur

$$\vartheta_m = \frac{1}{2} (\vartheta_1 + \vartheta_2) = 360 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$l_1 = 0,08 \text{ m}$$

Ausdehnung des Querschnitts in
Richtung des Temperaturgradienten

$$A_1 = \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2) = 0,001 \text{ m}^2$$

Bei sonst annähernd konstanten Faktoren ändert sich der Wärmefluß in Abhängigkeit von der Temperaturdifferenz, das heißt, das Maximum tritt bei der niedrigsten Temperatur v_2 auf.

Zum Beispiel ergibt sich für

$v_2 = 20^\circ\text{C}$	$\dot{Q}_{L1} \approx 147 \text{ W}$
$v_2 = 100^\circ\text{C}$	$\dot{Q}_{L1} \approx 131 \text{ W}$
$v_2 = 150^\circ\text{C}$	$\dot{Q}_{L1} \approx 126 \text{ W}$
$v_2 = 200^\circ\text{C}$	$\dot{Q}_{L1} \approx 117 \text{ W}$

Die durch Wärmeleitung und durch Wärmestrahlung aus dem Gehäuseinnenraum zugeführte Wärme muß durch Konvektion und Strahlung über die Gehäusewand und den Flansch abgeführt werden.

Letztendlich stellt sich im Querschnitt A_2 eine solche Temperatur ein, bei der zwischen zu- und abgeführter Wärme ein Gleichgewicht besteht.

Wärmeaustausch durch Strahlung

Vom Gehäuseinnenraum des Ventils wird an die zylindrische Gehäuseaußenwand und an den unteren Flansch Wärme durch Strahlung übertragen.

Dabei wird als strahlendes Flächenelement der innere Gehäusequerschnitt in der Bodenebene der Dichtkammer angesetzt.

Wärmeübertragung an die Gehäusewand

$$\dot{Q}_{S1} = f_{12} \cdot A_1 \cdot \epsilon_1 \cdot \epsilon_2 \cdot \sigma \cdot (T_1^4 - T_2^4)$$

$$f_{12} \approx 0,2$$

Einstrahlzahl nach VDI - Wärmeatlas

$$A_1 = \frac{\pi}{4} \cdot 0,076^2 \text{ m}^2$$

Strahlende Fläche

$$\epsilon_1 = \epsilon_2 = 0,69$$

Emissionsverhältnis für Nicrofer
3220 H bei 800°C nach VDI -
Wärmeatlas [9]

$$\begin{aligned} \sigma &= 5,76 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}^4 \text{ Stefan - Boltzmann - Konstante} \\ T_1 &= 700+273 = 973 \text{ K Temperatur der strahlenden Fläche} \\ T_2 &= 425+273 = 700 \text{ K mittlere Wandtemperatur d. Gehäuses} \\ &\text{bei } \sqrt[2]{t} = 150^\circ\text{C} \end{aligned}$$

$$\dot{Q}_{S1} = 16 \text{ W}$$

Diese Wärmemenge ist gegenüber der durch Leitung zugeführten relativ gering. Deshalb soll sie für die weitere Berechnung nicht berücksichtigt werden.

Wärmeübertragung an den Flansch

Hierbei handelt es sich um Wärmestrahlung zwischen parallelen Kreisflächen mit gemeinsamer Mittelpunktsenkrechten. Die Einstrahlzahl für diese Anordnung ergibt sich nach VDI-Wärmeatlas zu $f_{12} = 0,1$.

Bei $T_2 = 100+273 = 373 \text{ K}$ wird $\dot{Q}_{S2} \approx 11 \text{ W}$.

Wärmeabgabe des Flansches durch Strahlung

$$\dot{Q}_{S, \text{Flansch}} = \varepsilon \cdot \sigma \cdot A \cdot T^4$$

$$A = \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2) = \frac{\pi}{4} (0,15^2 - 0,03^2) = 0,017 \text{ m}^2$$

$$\dot{Q}_{S, \text{Flansch}} \approx 13 \text{ W}$$

Die dem Flansch durch Strahlung zugeführte Wärmemenge kann durch Strahlung wieder abgeführt werden.

Wärmeabgabe vom Gehäuse und vom Flansch an die Umgebung

Wärmeabgabe des Flansches durch Konvektion

Für die Berechnung wird angenommen, daß die durch Wärmeleitung vom Querschnitt A_1 zum Querschnitt A_2 gelangte Wärmemenge durch Konvektion über den Flansch abgegeben wird. Der Flansch stellt eine kreisförmige Rippe mit konstanter Dicke dar. Nach [7,8] lauten die vereinfachten Gleichungen:

$$\dot{Q} = \lambda \cdot m \cdot A_R \cdot \sqrt{t} \cdot \tanh(m \cdot h) \text{ Wärmestrom der } 1\text{m} \text{ langen geraden Rippe}$$

$$\dot{q} = \dot{Q} \cdot A_R^{-1} \text{ Wärmestromdichte für die } 1\text{m} \text{ lange gerade Rippe}$$

$$\dot{Q}_{K, \text{Flansch}} = \varepsilon \cdot A \cdot \dot{q}$$

konvektiver Wärmestrom der kreisrunden Rippe

$$\lambda = 13,9 \text{ W/mK}$$

für Microfer 3220 H bei 150°C

$$m = \sqrt{\frac{2\alpha}{s}} \approx 9 \text{ m}^{-1}$$

bei Flanschdicke $s = 0,014 \text{ m}$

$$\alpha \approx 7,8 \text{ W/m}^2\text{K}^1$$

Wärmeübergangszahl für freie Strömung von Luft an horizontaler Platte ,

Wärmeübertragung nach oben:

$$\vartheta_{\text{Flanschoberfl.}} \approx 120^\circ\text{C}, \vartheta_{\text{Luft}} \approx 25^\circ\text{C}$$

$$h = \frac{s}{2} + (r_3 - r_2) = 0,04 \text{ m}$$

Rechnerische Höhe der äquivalenten geraden Rippe

$$A_R = s \cdot 1 \text{ m} = 0,014 \text{ m}^2$$

Rechnerische Rippenoberfläche einer 1m langen Rippe

$$A = 0,019 \text{ m}^2$$

Tatsächliche Rippenoberfläche

ϑ ist die Temperatur am Fuß der Rippe, die mit der bei Wärmeleitung für den Querschnitt A_2 angenommenen Temperatur ϑ_2 identisch ist, ϑ_0 ist die Temperatur am Rippenkopf. Für diese Temperaturen ergeben sich folgende Wärmemengen:

$$\begin{array}{lll} \vartheta_2 = 100^\circ\text{C} ; \vartheta_0 = 94^\circ\text{C} ; \dot{Q}_{K, \text{Flansch}} = 76 \text{ W} \\ \vartheta_2 = 150^\circ\text{C} ; \vartheta_0 = 140^\circ\text{C} ; \dot{Q}_{K, \text{Flansch}} = 126 \text{ W} \\ \vartheta_2 = 200^\circ\text{C} ; \vartheta_0 = 187^\circ\text{C} ; \dot{Q}_{K, \text{Flansch}} = 186 \text{ W} \end{array}$$

Aus den Berechnungen ergibt sich, daß bei $\vartheta_2 = 150^\circ\text{C}$ im Querschnitt A_2 durch Wärmeleitung und Konvektion soviel Wärme abgeführt wird, wie durch Wärmeleitung zugeführt wird. Das heißt, das Ventil wird also im Bereich der Grafitdichtung eine Temperatur von 100-200 °C annehmen.

Zur Bestätigung des Ergebnisses erfolgt eine weitere Rechnung nach den Formeln für Temperatur und Wärmemenge des endlich langen Stabes.

Wärmeabgabe des Gehäuses durch Konvektion

Der aus der Isolation herausragende Teil des Gehäuses wird als ein endlich langer Stab aufgefaßt.

Nach [7,8] lauten die allgemeinen Gleichungen für die Wärmeleitung und die Konvektion des Stabes:

$$dQ = \lambda \cdot A \frac{d^2 \vartheta}{dx^2} dx$$

$$dQ = \alpha_1 \cdot U \cdot \vartheta \cdot dx$$

Daraus folgen die Gleichungen für die an die Umgebung abgegebene Wärmemenge des endlich langen Stabes

$$\dot{Q} = \lambda \cdot m \cdot A \cdot \frac{1}{1 + \frac{\alpha_2}{m \cdot \lambda} \cdot \tanh(m \cdot l)}$$

und für die Temperatur ϑ_2 am Ende des Stabes

$$\vartheta_2 = \vartheta_1 \frac{1}{\cosh(m \cdot l) + \frac{\alpha_2}{m \cdot \lambda} \cdot \sinh(m \cdot l)}$$

$\lambda = 18,3 \text{ W/mK}$ für Nicrofer 3220 H bei $425 \text{ }^\circ\text{C}$

$$m = \sqrt{\frac{\alpha_1 \cdot U}{A}} = 13,3 \text{ m}^{-1}$$

$\alpha_1 = 12,2 \text{ W/m}^2\text{K}^1$ Wärmeübergangszahl für freie Strömung von Luft an vertikalen Platten und Zylindern.

$m_{\text{Wand}} \approx 425^\circ\text{C}$, $\text{Luft} \approx 25^\circ\text{C}$
nach [9]

$U = \pi \cdot d = 0,264 \text{ m}$ Umfang des Ventilgehäuses mit $d_2 = 84 \text{ mm}$

$A = \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2) = 0,001 \text{ m}^2$ Querschnittsfläche d. Ventilgehäuses

In den Formeln wird die Wärmeleitung und die radiale Konvektion sowie die Wärmeübertragung an der Stirnseite mit der Wärmeübergangszahl α_2 berücksichtigt.

Diese an der Stirnseite des Stabes vom Querschnitt A_2 abgeführte Wärmemenge \dot{Q}_{K2} entspricht aber der über den Flansch abgeführten Wärmemenge $\dot{Q}_{K, \text{Flansch}}$. Bei $\vartheta_2 = 150 \text{ }^\circ\text{C}$ ist $\dot{Q}_{K, \text{Flansch}} = 126 \text{ W}$.

Andererseits ist $\dot{Q}_{K, \text{Flansch}} = \dot{Q}_{K2} = \alpha_2 \cdot A \cdot \Delta\vartheta$ und daraus

$$\alpha_2 = \frac{\dot{Q}_{K, \text{Flansch}}}{A \cdot \Delta\vartheta} = \frac{126}{0,001 \cdot 125} \approx 1000 \text{ W/m}^2\text{K}$$

Diese Wärmeübergangszahl ist eine rein rechnerische Größe, um die eigentlich durch Wärmeleitung vom Querschnitt A_2 abgeführte Wärmemenge in der Formel als vom Kreisringquerschnitt des Gehäuses durch Konvektion abgeführt erfassen zu können.

$$\psi_2 = 1 \cdot \frac{1}{\cosh K_1 + K_2 \sinh K_1}$$

$$K_1 = m \cdot l = 13,3 \cdot 0,08 = 1,064$$

$$K_2 = \frac{\alpha_2}{m \cdot \lambda} = \frac{10^3}{13,3 \cdot 18,3} = 4,109$$

$$\psi_2 = \frac{700}{1,6215 + 4,109 \cdot 1,2765} = 102^\circ\text{C}$$

Diese Temperatur ist etwas niedriger als die vorher berechnete von ca. 150°C , infolgedessen ist auch der Anteil der an der Stirnseite abgeführten Wärmemenge \dot{Q}_{K2} zu hoch angesetzt. Wenn diese aber sinkt, wird α_2 kleiner und ψ_2 steigt.

Für $\psi_2 = 125^\circ\text{C}$ ist $\dot{Q}_{K, \text{Flansch}} \approx 100 \text{ W}$. Damit wird $\alpha_2 \approx 800 \text{ W/m}^2\text{K}^1$, $K_2 = 3,287$ und daraus wiederum $\psi_2 = 120^\circ\text{C}$.

Mit diesen Werten wird

$$\dot{Q} = 18,3 \cdot 13,3 \cdot 0,001 \cdot 700 \cdot \frac{3,287 + 0,7872}{1 + 3,287 \cdot 0,7872}$$

$$\dot{Q} \approx 194 \text{ W}$$

Die Wärmemenge, die insgesamt über das Gehäuse und den Flansch durch Konvektion abgeführt wird, beträgt ca. 200 W. Dabei stellt sich am Flansch des Ventilgehäuses eine Temperatur $\psi \approx 125^\circ\text{C}$ ein.

Der Anteil, der radial von der Gehäusewand abgeführt wird, ist

$$\begin{aligned} \dot{Q}_{K, \text{Gehäuse}} &= A \cdot \alpha_1 \cdot (\psi_{\text{mWand}} - \psi_{\text{Luft}}) \\ &= 0,084 \cdot \pi \cdot 0,08 \cdot 12,2 \cdot (425 - 25) \end{aligned}$$

$$\dot{Q}_{K, \text{Gehäuse}} \approx 100 \text{ W}$$

Wärmeableitung durch die Ventilspindel

Die Ventilspindel besteht im Mittelteil aus einem Rohr 12×2 mit einem Querschnitt $A \approx 63 \text{ mm}^2$ und einer Länge $l = 100 \text{ mm}$. Bei $\psi_1 = 700^\circ\text{C}$ und $\psi_2 = 100^\circ\text{C}$ werden

$$\dot{Q}_{L2} \approx 7 \text{ W} \text{ abgeführt.}$$

Wärmeableitung durch das Vakuumrohr

Durch das Vakuumrohr entsteht ein Wärmeverlust von $\dot{Q}_{L3} \approx 10 \text{ W}$.

Radiale Wärmeverluste im Bereich der Isolation

Zur Verringerung der radialen Wärmeverluste ist das Ventil im Bereich der Heizer mit einer 75 mm dicken Isolierung aus "Fiberfrax"-Durablanket S 128 versehen.

Die Wärmeleitung durch eine zylindrische Wand nach außen wird beschrieben durch

$$\dot{Q} = \frac{\pi \cdot l \cdot (\vartheta_i - \vartheta_a)}{\frac{1}{2 \cdot \lambda} \cdot \ln \frac{d_a}{d_i}}$$

und der Wärmeübergang an die umgebende Luft mit

$$\dot{Q} = \alpha \cdot A \cdot (\vartheta_a - \vartheta_{\text{Luft}})$$

$$\vartheta_i = 700^\circ\text{C}$$

$$\lambda = 0,08 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$$

Wärmeleitfähigkeit für Fiberfrax-Durablanket S 128

$$\alpha = 7,5 \text{ W/m}^2\text{K}^{-1}$$

Wärmeübergangszahl für freie Strömung von Luft an vertikalen Platten und Zylindern bei $\vartheta_{\text{Wand}} = \vartheta_a \approx 100^\circ\text{C}$ und $\vartheta_{\text{Luft}} \approx 20^\circ\text{C}$ nach [9]

$$d_a = 250 \text{ mm}, \quad d_i = 100 \text{ mm}$$

$$A = d_a \cdot \pi \cdot l = \frac{\pi}{4} \cdot 0,14 = 0,11 \text{ m}^2$$

$$\frac{\pi \cdot l \cdot (\vartheta_i - \vartheta_a)}{\frac{1}{2 \cdot \lambda} \ln \frac{d_a}{d_i}} = \alpha \cdot A \cdot (\vartheta_a - \vartheta_L)$$

$$\vartheta_a = \frac{\pi \cdot l \cdot \vartheta_i + \frac{\alpha}{2 \cdot \lambda} \cdot A \cdot \ln \frac{d_a}{d_i} \cdot \vartheta_L}{\pi \cdot l + \frac{\alpha}{2 \cdot \lambda} \cdot A \cdot \ln \frac{d_a}{d_i}}$$

$$\vartheta_a \approx 80^\circ\text{C}$$

Die im Bereich des Heizers für das Ventilgehäuse abgeführte Wärmemenge beträgt $\dot{Q} \approx 50$ W. Im Bereich des Heizers für das Anschlußrohr werden $\dot{Q} \approx 12$ W abgeführt.

Summe der Wärmeverluste

Der Gesamtwärmeverlust ergibt sich aus der Summe der Einzelverluste

$$\dot{Q}_{\text{Gesamt}} = \sum \dot{Q}_i = 300 \text{ W}$$

Er ist bei der Berechnung der Heizleistung zu berücksichtigen.

4.3.2.2 Festigkeitsberechnung

Ventilsitz

Der Tragfähigkeitsnachweis für das Anschlußrohr des Ventilsitzes erfolgt zunächst nach AD-Merkblatt B1 "Zylinder- und Kugelschalen unter innerem Überdruck" [10].

$$s = \frac{D_a \cdot p}{20 \frac{K}{S} \cdot V + p} + c_1 + c_2$$

$D_a = 38$ mm Außendurchmesser des Anschlußrohres
 $p = 1$ bar = $0,1$ N/mm² Berechnungsdruck
 $K = 53$ N/mm² Festigkeitskennwert $R_m/10^5$ h bei
Berechnungstemperatur $\sqrt{\sigma} = 700^\circ\text{C}$ für
Microfer 3220 H

$s = 1,5$ Sicherheitsbeiwert

$V = 1,0$ Ausnutzungsbeiwert der zulässigen
Spannungen

$c_1 = 0$ Waddickenzuschlag

$c_2 = 0$ Abnutzungszuschlag

$s = 0,054$ mm

Nach AD-Merkblatt B1 ist die kleinste Wanddicke nahtloser, geschweißter oder hartgelöteter Zylinder- und Kugelschalen $s_{\min} = 2 \text{ mm}$.

$$s_{\text{vorh.}} = 6,4 \text{ mm} > s_{\min} = 2 \text{ mm}$$

Berechnung der Vergleichsspannung σ_v

Außer durch den Betriebsdruck p wird das Anschlußrohr durch das Eigengewicht des Ventiles belastet. Diese Belastung verursacht im Querschnitt des Anschlußrohres Zugspannungen

$$\sigma_z = \frac{F_{\text{Ventil}}}{A}$$

$$F_{\text{Ventil}} = 200 \text{ N}$$

Belastung durch das Ventil
($m=20 \text{ kg}$)

$$A = 635 \text{ mm}^2$$

Querschnitt des Anschlußrohres
($d_a = 38 \text{ mm}$, $d_i = 25,2 \text{ mm}$)

$$\sigma_z = 0,315 \text{ N/mm}^2$$

Die radialen Normalspannungen infolge des Innendruckes betragen nach [11]

$$\sigma_r = \frac{d_i \cdot p}{2s} = 0,197 \text{ N/mm}^2$$

Die maximale Vergleichsspannung ergibt sich aus der Normalspannungshypothese [11]

$$\sigma_v = 0,5 \cdot (\sigma_r + \sigma_z) + 0,5 \cdot (\sigma_r - \sigma_z)^2 + 4\tau^2$$

$$\sigma_v = 0,315 \text{ N/mm}^2$$

Die Sicherheit gegen die Zeitdehngrenze für 100 000 h bei $\dot{\nu} = 700^\circ\text{C}$ beträgt

$$s = \frac{K}{\sigma_v} = \frac{53}{0,315} = 168$$

Dichtkammer

Die Wanddicke s des Dichtkammerbodens wird nach AD-Merkblatt B5 [10] berechnet.

Für unverankerte runde Böden und Platten ohne zusätzliches Randmoment ist

$$s = C \cdot D_1 \frac{p \cdot S}{10K}$$

C = 0,35	Berechnungsbeiwert nach AD-Merkblatt
D ₁ = 36 mm	Berechnungsdurchmesser
P = 2 bar	Berechnungsdruck; wegen Vakuum auf der Gegenseite muß p = 2 bar gesetzt werden.
S = 1,5	Sicherheitswert
K = 53 N/mm ²	Fertigkeitskennwert R _m /10 ⁵ h bei Berechnungstemperatur $\overset{\circ}{\neq}$ = 700°C für Nicrofer 3220 H
s _e = 0,95 mm	
s _{vorh.} = 10 mm > s _e = 0,95 mm	

Ventilgehäuse

Das Ventilgehäuse wird evakuiert und ist deshalb durch einen äußeren Überdruck belastet. Die Berechnung erfolgt nach AD-Merkblatt B6 "Zylinderschalen unter äußerem Überdruck" [10].

Berechnung gegen elastisches Einbeulen

Die erforderliche Wanddicke s_e kann aus Bild 6 AD-Merkblatt B6 entnommen werden.

$$\text{Für } \frac{p \cdot s_k \cdot 10^5}{E} = \frac{1 \cdot 3}{1,51000} = 1,99$$

p = 1 bar	Außendruck
s _k = 3,0	Sicherheitswert gegen Einbeulen
E = 151000 N/mm ²	Elastizitätsmodul bei $\overset{\circ}{\neq}$ = 700°C für Nicrofer 3220 H

$$\frac{D_a}{l} = \frac{84}{240} = 0,35$$

Da = 84 mm	Außendurchmesser des Ventilgehäuses
l = 240 mm	Zylinderlänge zwischen wirksamen Versteifungen

$$\text{ergibt sich: } \frac{D_a}{100 \cdot (s_e - c_1 - c_2)} = 1,85$$

$$s_e = \frac{84}{100 \cdot 1,85} = 0,454 \text{ mm}$$

$$s_{\text{vorh.}} = 4 \text{ mm} > s_e = 0,454 \text{ mm}$$

Berechnung gegen plastisches Verformen

Die erforderliche Wanddicke s_e wird aus Bild 7 ermittelt.

$$\text{Für } 10 \cdot \frac{p \cdot S}{K} = 10 \cdot \frac{1 \cdot 1,6}{53} = 0,3$$

$$s = 1,6$$

Sicherheitsbeiwert gegen die
Zeitstandfestigkeit

$$K = 53 \text{ N/mm}^2$$

Festigkeitskennwert $R_m/10^5 \text{h}$ bei
 $\varphi = 700^\circ\text{C}$ für Nicrofer 3220 H

$$\frac{D_a}{l} = 0,35$$

$$\text{ist: } \frac{D_a}{100 \cdot (s_e - c_1 - c_2)} = 1,55$$

$$s_e = \frac{84}{1,55 \cdot 100} = 0,542 \text{ mm}$$

$$s_{\text{vorh.}} = 4 \text{ mm} > s_e = 0,542 \text{ mm}$$

Der zulässige Druck p beträgt

$$p = \frac{20 \cdot K}{S} \cdot \frac{s_e - c_1 - c_2}{D_a} \cdot \frac{1}{1 + \frac{1,5u \cdot (1 - 0,2 \cdot D_a/l) \cdot D_a}{100 (s_e - c_1 - c_2)}}$$

$$p \approx 22 \text{ bar.}$$

Flansch

Berechnung der Flanschdicke aus dem Betriebsdruck

Die Berechnung erfolgt nach AD-Merkblatt B5 "Ebene Böden und Platten nebst Verankerungen" [10].

Bei dem Flansch handelt es sich um den Fall einer unverankerten runden Platte mit zusätzlichem gegensinnigen Randmoment.

Die erforderliche Wanddicke ist

$$s = c_1 \cdot d_D \cdot \frac{p \cdot S}{10 \cdot K}$$

$$c_1 = c_1^* \cdot c_{A1}$$

$$= 0,35 \cdot 1,3 = 0,455$$

Berechnungsbeiwert

$$d_D = 87 \text{ mm}$$

Mittlerer Dichtungsdurchmesser

$$p = 1 \text{ bar}$$

Berechnungsdruck

$$s = 1,5$$

Sicherheitswert

$$K = 150 \text{ N/mm}^2$$

Festigkeitskennwert $R_{p0,2}$ bei
 $\varphi = 200^\circ\text{C}$ für Nicrofer 3220 H

$$s = 0,455 \cdot 87 \cdot \frac{1 \cdot 1,5}{10 \cdot 150} = 1,25 \text{ mm}$$

$$s_{\text{vorh.}} = 20 \text{ mm} > s_e = 1,25 \text{ mm}$$

Auslegung der Dichtung

Für die Flachdichtung wird Statotherm-Reingrafit 9590/P mit einer Dicke $s_o = 2 \text{ mm}$ verwendet.

$$\text{Die Dichtfläche ist } A_D = \frac{\pi}{4} (d_2^2 - d_1^2) = \frac{\pi}{4} (97^2 - 77^2)$$

$$A_d = 2733 \text{ mm}^2.$$

Die erforderliche Mindestflächenpressung beträgt $\sigma_{vu} = 6 \text{ N/mm}^2$. Gewählt wird eine Flächenpressung im Betriebszustand $\sigma_B = 15 \text{ N/mm}^2$. Damit wird die Betriebsdichtungskraft

$$F_{DB} = A_D \cdot \sigma_B = 2733 \cdot 15 \approx 41000 \text{ N}$$

Die für die Dichtung maximal zulässige Flächenpressung bei Betriebstemperatur ist $\sigma_{BO} = 100 \text{ N/mm}^2$ und damit die maximal zulässige Betriebsdichtungskraft

$$F_{DBO} = 273300 \text{ N}$$

$$F_{DB} < F_{DBO} \text{ zul.}$$

Die Betriebskraft F_I infolge des wirkenden Betriebsdruckes p_B ist

$$F_I = \frac{\pi}{4} d_D^2 \cdot p_B = 600 \text{ N}$$

Da das Ventil evakuiert wird, wirkt die Betriebskraft F_I dichtkraftherhöhend und wird bei der Berechnung der Schraubenkraft nicht berücksichtigt.

Die erforderliche Schraubenkraft beträgt:

$$F_{SB} = F_{DB} = 41000 \text{ N}$$

Gewählt werden Vollschaftschrauben M10 aus 21CrMoV57, Werkstoff-Nr. 1.7709, mit $R_{p0,2} = 550 \text{ N/mm}^2$ und einer maximal möglichen Vorspannkraft $F_{s1} = 22,3 \text{ KN/Schraube}$ bei einem Auszugsdrehmoment $M_A = 38 \text{ Nm}$.

Die obere Grenze der Betriebstemperatur liegt bei 540°C. Für die Berechnung der vorhandenen Schraubenkraft werden nur 4 Schrauben berücksichtigt, da in den anderen Flanschbohrungen 4 Stehbolzen befestigt sind, die für den Nachweis nicht herausgezogen werden.

$$F_{\text{Svorh.}} = 4 \cdot 22300 = 89200 \text{ N} > F_{\text{SB}} = 41000 \text{ N}$$

Berechnung der Dicke des Flanschblattes aus der erforderlichen Dichtungskraft

Die Berechnung erfolgt nach AD-Merkblatt B8 "Flansche" [10], mit den Formeln für die Anordnung in Bild 6 und 7. Die erforderliche Höhe des Flanschblattes ist

$$h_f = \frac{1,42 \cdot W - Z}{b}$$

$$W = F_{\text{SB}} \cdot a \cdot \frac{S}{K}$$

$F_{\text{SB}} = 50000 \text{ N}$ Schraubenkraft im Betriebszustand, gewählt

$S = 1,5$ Sicherheitsbeiwert

$K = 150 \text{ N/mm}^2$ Festigkeitskennwert $R_{p0,2}$ bei $\sqrt{\sigma} = 200^\circ\text{C}$

$a = \frac{1}{2}(d_z - d_i - s_1) = 19 \text{ mm}$ Hebelarm der Schraubenkraft

$$W = \frac{50\,000 \cdot 1,5}{150} \cdot 19 = 9500 \text{ mm}^3$$

$$Z = (d_i + s_1) \cdot s_1^2 = 2952 \text{ mm}^3$$

$$b = d_a - d_i - 2d_L' = 54,2 \text{ mm}$$

$$h_f = \frac{1,42 \cdot 9500 - 2952}{54,2} = 13,9 \text{ mm}$$

$$h_{\text{Fvorh.}} = 14 \text{ mm} > h_f = 13,9 \text{ mm}$$

Die Dicke des Flanschblattes ist gerade ausreichend. Die Sicherheit kann erhöht werden, wenn man den Flansch dicker macht oder wenn man die Breite der Grafit-Flachdichtung von jetzt 10 mm auf z.B. 8 mm verringert. Dann wäre die erforderliche Schraubenkraft 32000 N statt 41000 N. Das genaue Anzugsdrehmoment für die Schrauben muß noch aus der erforderlichen Schraubenkraft bestimmt werden. Es ist gewissenhaft einzuhalten, um eine Überlastung des Flansches zu vermeiden.

4.3.3 Heizer

Die erforderliche Wärmemenge zum Aufheizen des Ventils auf eine Temperatur von $\vartheta = 700^\circ\text{C}$ ergibt sich aus

$$Q = m \cdot c \cdot \Delta\vartheta$$

$$m \approx 7 \text{ kg}$$

Masse des Ventils, die auf $\vartheta = 700^\circ\text{C}$ aufgeheizt werden soll

$$c = 500 \text{ J/ kgK}$$

Spez. Wärme von Nicrofer 3220 H

$$\Delta\vartheta = 680 \text{ K}$$

Temperaturdifferenz

$$Q = 2380 \text{ kJ}$$

Bei einer gewählten Aufheizzeit von $t \approx 1 \text{ h}$ entspricht das einer Heizleistung

$$\dot{Q} = \frac{2380 \text{ KJ}}{3600 \text{ s}} = 600 \text{ W}$$

Zum Aufheizen der Isolation werden $\dot{Q} = 140 \text{ W}$ benötigt. Die Wärmeverluste betragen ca. 300 W, so daß insgesamt eine Heizleistung von $\dot{Q} = 1100 \text{ W}$ erforderlich ist.

Der Heizer für das Ventilgehäuse besteht aus 2 Halbschalen. In jede Halbschale ist ein "Thermocoax"-Standard Mantel-Heizleiter mit kalten Enden SEI 20/200 mit 2000 mm Länge des Heizteiles und $R = 6,2 \Omega$ eingebettet.

Er gibt $P = 750 \text{ W}$ bei $U = 68 \text{ V}$ und $I = 11 \text{ A}$ ab, so daß insgesamt 1500 W zur Verfügung stehen.

Ein weiterer kleinerer Heizer ist um das Anschlußrohr des Ventilsitzes angeordnet. Zum Aufheizen des Anschlußrohres sind $\dot{Q} = 50 \text{ W}$ erforderlich.

Der Heizer besteht ebenfalls aus 2 Hälften, die mit je einem "Thermocoax"-Standard Mantel-Heizleiter SEI 10/50 mit 500 mm Heizerlänge und $R = 6,2 \Omega$ versehen sind. Jeder Heizer gibt $P = 100 \text{ W}$ bei $U = 24 \text{ V}$ und $I = 4 \text{ A}$ ab.

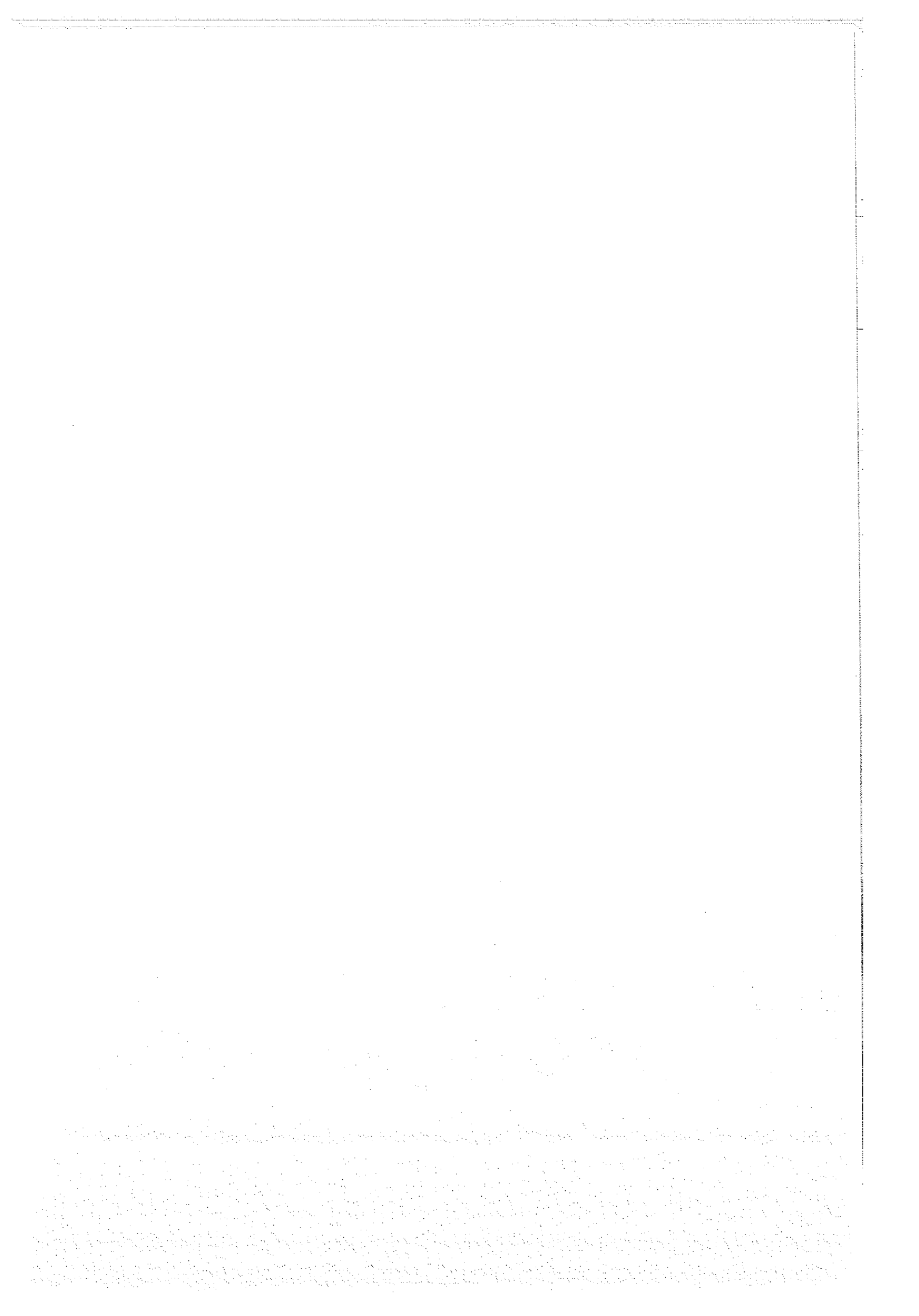
Insgesamt stehen also $P = 1700 \text{ W}$ zum Aufheizen zur Verfügung, die im stationären Zustand auf die Verlustleistung von 300 - 400 W zurückgeregelt werden.

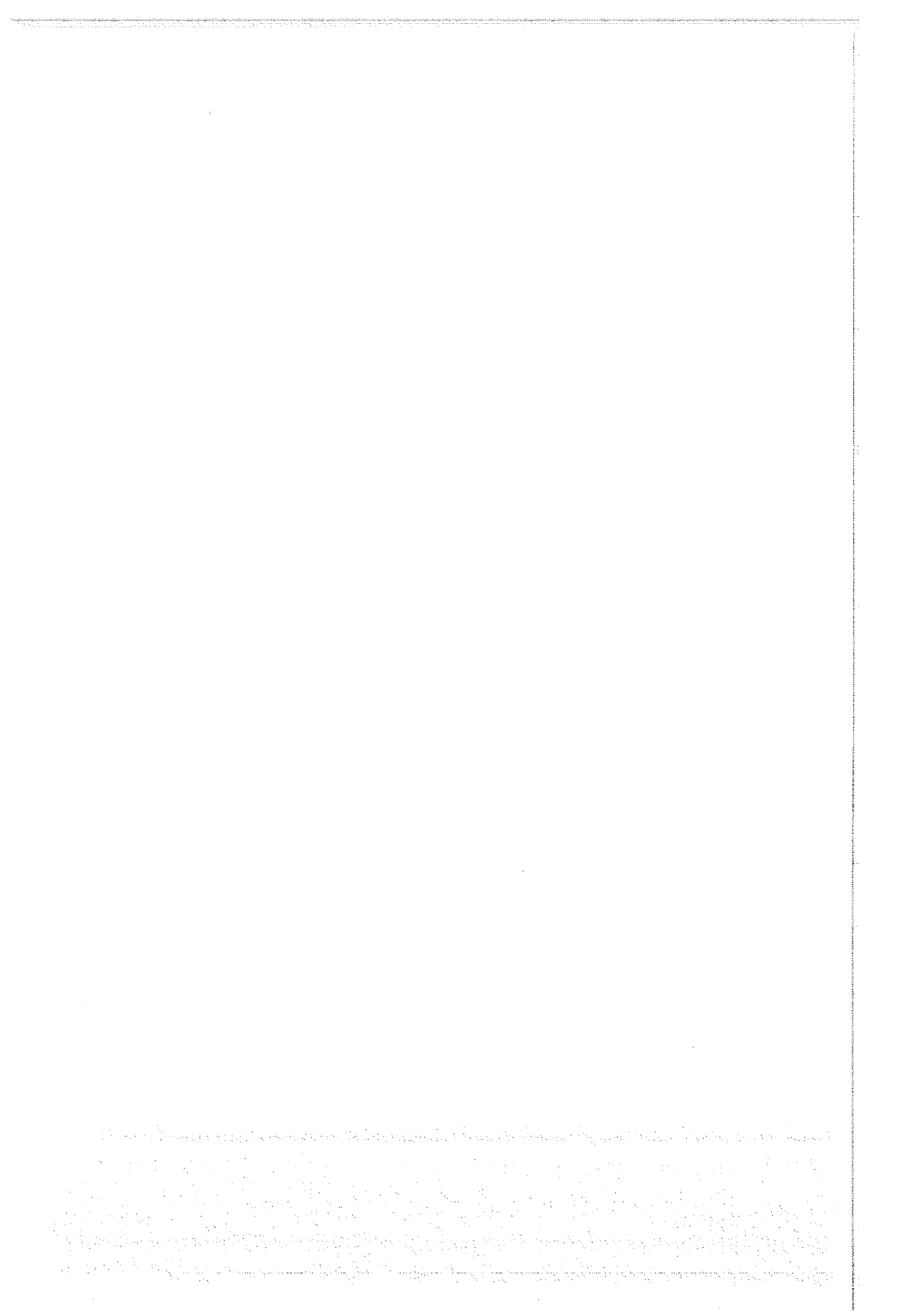
Zusammenfassung

Es wurde die konstruktive Auslegung eines Hochtemperatur - Vakuumventils vorgestellt, das bei maximalen Betriebstemperaturen von 650 - 700 °C und einem Betriebsdruck von 1 bar Überdruck einsetzbar und damit für Heißwandanlagen zur Züchtung und Temperung von GaAs - Kristallen geeignet ist.

Literaturverzeichnis

- [1] Karagiannakos, K.: Entwicklung eines Hochtemperaturventils für eine GaAs-Kristallziehapparatur. Diplomarbeit am Institut Brennstoffchemie und Phys.- Chem.- Verfahrenstechnik, Technische Hochschule Aachen 1988.
- [2] Donat, H.: Möglichkeiten, Grenzen und Besonderheiten bei der Verarbeitung von hochlegierten Stählen, Ni-Legierungen und Sonderwerkstoffen, in Dechema Monographien Bd.103; VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1986, S.115-127
- [3] Pircher, H. und Sussek, G.: Stand der Technik des Plattierens insbesondere von hochlegierten Stählen und Sonderwerkstoffen, in Dechema Monographien Bd.103 , VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1986, S.129-147
- [4] Protogerakis, E. und Kreisel, K.: Thermisches Spritzen im Chemie- Apparate- u. Maschinenbau, in Dechema Monographien Bd.103, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1986, S.191-205
- [5] Hörmann, M.; Lupton, D.; Heinke, H.; Horn, E.-M.: Sondermetalle und ihre Anwendung im Chemieapparatebau, in Dechema Monographien Bd.103 , VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1986 , S.219-267
- [6] Breme, J. und Zwicker, U.: Festigkeit und Verformung von Titanlegierungen im Temperaturbereich von 500 - 950°C, in Festigkeit und Verformung bei hoher Temperatur, Hrsg.: B. Ilchner, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V., S. 123-138
- [7] Stelzer, F. Wärmeübertragung und Strömung. Verlag Karl Thieme KG, München (1971)
- [8] Michejew, M.A.: Grundlagen der Wärmeübertragung. Verlag Technik, Berlin (1964)
- [9] -: VDI - Wärmeatlas
VDI - Verlag GmbH, Düsseldorf (1984)
- [10] -: AD - Merkblätter - Taschenbuch 1991.
Beuth - Verlag GmbH, Berlin (1991)
- [11] Winkler, J. und Aurich, H.: Technische Mechanik.
Fachbuchverlag, Leipzig (1987)





Handwritten text at the top of the page, possibly a header or title, which is mostly illegible due to blurring and low contrast.

Handwritten text at the bottom of the page, possibly a footer or concluding remarks, which is mostly illegible due to blurring and low contrast.

JUL-2511
August 1991
ISSN 0366-0885