

Widerstandsbeheizte Drehrohröfen zur Wärmebehandlung von seltenen Erden und Quarzsand

Resistant heated rotary furnaces for heat treatment of rare earth minerals and quartz sand

Peter Wübben

Der Drehrohrföfen vereint, in vielen Fällen, die in der heutigen Zeit gestellten Anforderungen einer modernen kontinuierlichen Wärmebehandlungsanlage – hoher Durchsatz, energieeffizient, leichte Automatisierbarkeit und gute Reproduzierbarkeit. Durch den Einsatz moderner Hochleistungswerkstoffe ist heute eine Vielzahl von Anwendungen realisierbar. Die vielseitigen Einsatzmöglichkeiten von Drehrohröfen werden neuerdings erweitert durch den Einsatz bei der Gewinnung von Seltenen Erden und hochreinem Quarzsand.

The rotary tube furnace combines, in most cases, the expectations of today of a modern continuous heat treatment furnace - high throughput, energy efficiency, easy automation and a reliable reproducibility. Today a number of applications can be realized by the use of high performance materials for the rotary tube. The various operational possibilities of rotary tube furnaces were recently extended by applications for the production of rare earth minerals and high purity quartz sand.

Einleitung

Die steigenden Anforderungen an Rohstoffe zur Herstellung von Gläsern, Quarz und Keramiken für den Einsatz im elektronischen oder medizinischen Bereich stellen immer höhere Ansprüche an die Reinheit, Homogenität und Oberflächenbeschaffenheit der Ausgangspulver.

Durch immer strengere Umweltauflagen bzw. Entsorgungskosten wird es immer interessanter Abfallstoffe z. B. aus der Metallverhüttung innerbetrieblich zu recyceln, wobei häufig eine zwischengeschaltete Aufbereitung nötig ist. Durch thermische Behandlung lassen sich störende Verunreinigungen organischer und anorganischer Art zersetzen oder direkt verdampfen.

Für alle Anwendungen gilt: optimale homogene Eigenschaften werden nur er-

reicht, wenn jedes Teilchen des Pulvers oder Granulats die gleiche Behandlung erfährt. Das betrifft sowohl die Temperatur-Zeit-Kurve, als auch die Umgebungsatmosphäre, wie z. B. den Sauerstoffgehalt beim Kalzinieren.

Die einfachste Methode ist, die Ausgangspulver in keramische oder metallische Kästen, bzw. Tiegel zu füllen und im Batch-Ofen zu behandeln. Dieses Verfahren hat jedoch schwerwiegende Nachteile: Das Gewicht bzw. die thermische Masse der Container übersteigt die des Produkts meist um ein vielfaches. Dadurch ist ein hoher Energieverbrauch und lange Zykluszeiten durch das Aufheizen und Abkühlen vorprogrammiert.

Da bei Schüttgütern, manchmal noch durch auftretende Sinterkrusten verstärkt, die Diffusion des Reaktionsgases stark behindert wird, ist die Schütthöhe

auf wenige Zentimeter beschränkt und die Haltezeit sehr lang. Durch den zusätzlichen Aufwand beim Be- und Entladen wird die Produktivität stark vermindert. Zudem kann nicht ausgeschlossen werden, dass die Pulvereigenschaften von der Oberfläche bis zum Boden der Schüttung variieren. Theoretisch ließen sich diese Probleme durch zyklisches Vakuumumpumpen vermindern. Jedoch wird der Aufwand und damit der Preis der Ofenanlage sehr in die Höhe getrieben. Bei empfindlichen Substanzen besteht außerdem die Gefahr, dass Abdampfen oder gar Zersetzung eintritt. Probleme entstehen auch durch eine Kontamination des Produktes durch den Werkstoff des Transportbehälters.

Da trotz der oben genannten Schwierigkeiten ein Großteil des Pulvers zur gleichen Zeit reagiert, müssen nachgeschaltete Entsorgungseinrichtungen, wie Wäscher oder Nachverbrennung für sehr große Durchflüsse dimensioniert werden. Die Lösung all dieser Probleme ist ein Ofen mit kontinuierlichem, behälterlosem Transport, bei dem die Teilchen gleichzeitig durchmisch werden, so dass die Exposition gegenüber der Temperatur und Atmosphäre im Mittel homogen bleibt: Der Drehrohrföfen.

Drehrohröfen lassen sich direkt und indirekt beheizen. Bei der direkten Beheizung wird ein Drehrohr üblicherweise durch Beheizung mit Brennern direkt von innen beheizt. Vorteilhaft ist bei diesem Verfahren, dass der Temperaturbelastung des Rohres bei einer entsprechenden Wärmeisolation kaum Grenzen gesetzt werden. Die Wärmeisolation kann so dimensioniert werden, dass das



Bild 1: Drehrohrofen mit Vibrationsförderer und Nachverbrennung bis 1.500 °C

Fig.1: Rotary furnace with vibrating conveyor and thermal post combustion up to 1,500 °C

Drehrohr außen relativ kühl bleibt und überall frei zugänglich ist. Die Materialauswahl und die Möglichkeiten zu mechanischer Lagerung, Antrieb, etc. sind kaum beschränkt. So werden extrem große Bauformen z.B. für die Zementindustrie möglich. Nachteilig ist bei einer direkten Beheizung eine Vermischung der bei der Verbrennung entstehenden Rauchgase mit den beim Prozess entstehenden Prozessgasen. Im schlechtesten Fall reagieren die Rauchgase mit dem Produkt.

Im Gegensatz zur direkten Beheizung erfolgt bei der indirekten Beheizung die Erwärmung des Drehrohres von außen. Die Wärmeübertragung an das Produkt erfolgt dabei durch die erhitzte Wand des Drehrohres. Die Beheizung kann dabei elektrisch als auch durch Gasbeheizung erfolgen. Im Gegensatz zur elektrischen Beheizung benötigen gasbeheizte Öfen jedoch hohen Infrastrukturaufwand und höhere Investitionskosten. Für den Einsatz im Laborbetrieb oder für den Betrieb von Pilotanlagen mit kleinem Durchsatz gibt es für die Beheizung mit

Gasbrennern jedoch eine untere Grenze, die sich durch die geringe Heizleistung ergibt. Im Gegensatz dazu können elektrisch beheizte Drehrohrofen auch bei geringer Heizleistung sehr genau in der Temperatur gesteuert werden und benötigen bei Einsatz im Dauerbetrieb nur wenige Ersatzteile.

Für Versuchs-, Technikums- und kleinere Produktionsöfen – der Durchsatz (ca. 1 bis 300 dm³/h) wird durch die Haltezeit und den gutspezifischen Füllgrad des Rohres bestimmt – sind elektrisch beheizte Drehrohrofen die geeignetere Wahl. Die Grenzen bei keramischen, plasmagespritzten Rohren liegen etwa bei einem Durchmesser von $D_{max} = 600$ mm und einer Länge von $L_{beheizt} = 5$ m. Bei metallischen Rohren können die maximalen Größen bei Temperaturen < 600 °C auch höher liegen. Nachstehendes **Bild 1** zeigt beispielhaft einen elektrisch beheizten Drehrohrofen für den Laborbetrieb mit einem keramischen Drehrohr, wie er bei der Wärmebehandlung von hochreinem Quarzsand zum Einsatz kommt.

Gutbewegung im Drehrohrofen bei Gütern mit wasserähnlichem Fließverhalten

Entscheidung für den Wärmetransport von der beheizten Drehrohrwand an das Produkt ist die Bewegung des Produktes im Drehrohr. Bei der Bewegung von Schüttgütern mit wasserähnlichem Fließverhalten werden sieben verschiedene Fließformen unterschieden (**Bild 2**).

1. Reines Gleiten: Hierbei ist die Reibung zwischen Rohrwand und Schüttgut so gering, dass das Gut mit zeitlich konstantem Winkel ohne Bewegung und Durchmischung im Ofenrohr steht.
2. Pendeln: Durch die etwas höhere Drehzahl besteht ein fortlaufender

Wechsel zwischen Haft- und Gleitreibung an der Rohrwand. Eine Durchmischung findet ebenfalls nicht statt. Aus diesem Grund haben diese ersten beiden Zustände wenig praktische Bedeutung.

3. Periodisches Stürzen: Beim Übergang von Phase 2 zu 3 ist an der Ober- und Randfläche des Schüttgutes eine Durchmischung zu beobachten. Die Oberfläche des Gutes ist gekennzeichnet durch zwei mit stumpfen Winkel aufeinander stehenden Ebenen.
4. Abrollen: Dieser Winkel vergrößert sich mit zunehmender Drehzahl, sodass sich letztendlich eine einzige Ebene bildet, an deren Oberfläche ein Materialtransport stattfindet, der auch hier an der Unterseite fortgesetzt wird.
5. Überböschern: Die Oberkante des Schüttgutes steigt mit der Drehzahl weiter an und rundet sich durch das Hinabgleiten kontinuierlich ab. Die Durchmischung wird intensiver.
6. Wellenüberschlag: Es findet über die gesamte Querschnittsfläche hinweg ein großer Überschlag statt, der im Stande ist, das Schüttgut zu zerkleinern. Diese Transportart tritt häufig auf, wenn mit Einbauten im Rohr gearbeitet wird
7. Zentrifugieren: Nur bei hinreichend hoher Haftreibung zwischen Ofenwand und Schüttgut ist der typische Zentrifugenprozess zu beobachten, bei dem das gesamte Gut an der Außenseite haftet. Dieser unerwünschte Zustand lässt sich aber häufig durch einen zusätzlich installierten Abstreifer wieder in Zustand 6 überführen. Der Abstreifer (Keramik oder Metallrohr) kann dann gleichzeitig als Schutzrohr für Thermolemente dienen.

Form	Gleiten		Kaskaden			Katarakt	
Unterart	1	2	3	4	5	6	7
Ablauf							
Prozess	Gleiten		Mischen			Zerkleinern	Zentrifugieren
Anwendung	keine		Drehrohrofen und -reaktoren, Trocknen- und Kühltrommeln, Kugelmöhlen			Trommel-mischer	keine

Bild 2: Fließformen im Drehrohr

Fig. 2: Types of flow behavior in rotary furnace

Gestell und mechanischer Aufbau

Beschickung

Die Dosierung und Beschickung eines Drehrohres erfolgt über Vibrationsrinnen, Förderschnecke oder Band. Rüttler erfordern neben einer Frequenzsteuerung meist zusätzliche flexible mechanische Einbauten um Fördermengen exakt einzustellen. Bei Dosierschnecken kann der erhöhte Abrieb zu Problemen führen. Bei Schutzgasbetrieb werden zur kontinuierlichen Befüllung Doppelschleusen eingesetzt.

Transport und Antrieb

Der Drehrohrantrieb erfolgt über einen frequenzgesteuerten Drehstrommotor. Die Durchlaufzeit lässt sich stufenlos über Drehzahl und Anstellwinkel variieren. Die Drehzahl für das Rohr liegt meist im Bereich von 1 bis 10 min⁻¹.

Der Ofen selbst wird auf einen Kipprahmen aufgebaut. Der Kippwinkel lässt sich bei kleineren Öfen manuell über Drehkurbel zwischen 0 und 10° Steigung einstellen, bei großen Drehrohröfen (**Bild 3**) über Hydraulik meist im Bereich 0 bis 5°.

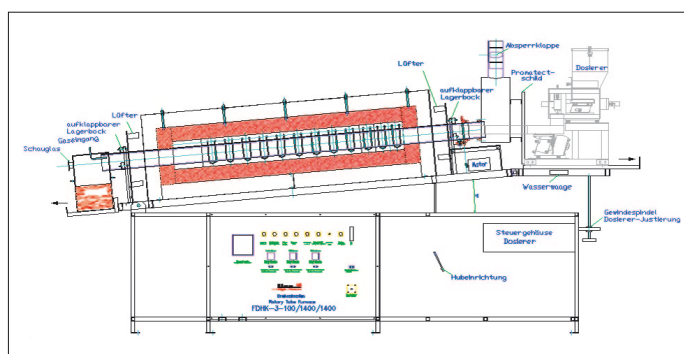
Als Material für das Ofengehäuse ist die Verwendung von Edelstahl meist sinnvoll, da Drehrohröfen häufig in chemisch belasteter Umgebung betrieben werden.

Das Rohr sollte auch bei Betrieb an Luft mit Endkappen versehen sein, da sonst speziell bei hoher Temperatur – selbst bei leichten Kippwinkel – starke Zügeffekte auftreten. Diese machen sich durch einen starken radialen Temperaturgradienten im Rohr bemerkbar. Dadurch kann bei Temperaturregelung mit einem im Rohr platziertem Thermoelement eine Überhitzung der Rohrwand auftreten, was zum Festbacken des Schüttgutes am Rohr führt. Bei Regelung mit außen liegenden Thermoelementen wird dagegen die Arbeitstemperatur im Rohr nicht erreicht. Abhängig von Rohrgeometrie, Kippwinkel und Temperatur kann bei fehlenden Endkappen der radiale Temperaturgradient mehr als 100 °C betragen.

Wichtig ist, dass sich das Drehrohr leicht wechseln lässt, ohne dass die Ofenisolation und die Heizelemente beschädigt werden. Bei kleineren Rohren kann man sich damit behelfen, dass man ein langes, leichtes Kunststoffrohr durch den Ofen schiebt und das Rohr dann über

Bild 3: Schema eines Hochtemperatur-Drehrohröfens

Fig. 3: Layout of high temperature rotary furnace



dieses einschiebt. Bei größeren Rohren muss der Ofen teilbar bzw. mit Deckel versehen sein um das Rohr von oben hereinsetzen zu können.

Kühlzone

Bei kleineren Anlagen ist eine aktive Kühlung im Gutauslass meist nur zum Schutz der Drehlager erforderlich, da mit dem Gut nur kleine Wärmemengen nach außen transportiert werden. Meist ist Ventilatorenkühlung mit Umgebungsluft ausreichend. Höhere Abkühlungsraten können durch wassergekühlte Strecken mit Umluftventilation erreicht werden. Für größere Austragsmengen kann im Bereich der Kühlzone das Drehrohr in Metall ausgeführt und direkt über Düsen mit Wasser gekühlt werden. Die nötige Kühlzonenlänge hängt vom Durchsatz, Korngröße, maximal möglicher Austragstemperatur und dem Material des Auffangbehälters ab.

Auffangbehälter

Das Gut wird oft nach Durchlaufen der Kühlzone batchweise in einem Behälter aufgefangen oder mit einem Förderband kontinuierlich zu nachgeschalteten Anlagen transportiert. Bei Mikrowellen- und Mikrowellenhybrid-Drehrohröfen (**Bild 4**) werden Quarzglasrohre oder Keramikrohre verwendet. Muss ein Metallrohr verwendet werden, kann die Mikrowelleneinspeisung nur durch die Stirnseiten des Rohres realisiert werden. Bei den Mikrowellenhybrid-Drehrohröfen findet zusätzlich eine konventionelle Beheizung statt, wobei in der Regel elektrische Widerstandbeheizung verwendet wird.

Drehrohr

Je nach Temperatur und Brenngut können verschiedene Rohrtypen zum Einsatz kommen. Möglicher Abrieb und Verunreinigung des Brenngutes und Reaktio-

nen (chemisch oder nur „Anbacken“ des Brenngutes am Rohr) sind zu berücksichtigen. Dieses Problem tritt verstärkt bei feinen Pulvern auf, so dass bei kritischen Substanzen eine Vorgranulation nötig werden kann. Bei Pulvern, die zum Kleben neigen, kann es sinnvoll sein, einen Abstreifer oder eine Kette zu montieren.

Metallische Drehrohrwerkstoffe

Gängige Materialien sind je nach Anwendung und chemischer Belastung 1.4841 bis 1.050 °C, 1.4828 bis 950 °C, Inconel bis 1.150 °C und neuerdings APM[®] (Fe-CrAl) bis 1.300 °C. Metallrohre sind mechanisch robust, erlauben hohe Aufheiz- und Abkühlraten, die Einbauten – z. B. Schnecken und Abstreifer – sind relativ einfach realisierbar. Die geringe Härte kann aber durch Abrieb zur Verunreinigung des Brenngutes führen, da metallische Hochtemperaturwerkstoffe relativ viele und zum Teil auch kritische Legierungsbestandteile, z. B. Ni, Cr enthalten.

Spezielle Legierungen kommen bei der Wärmebehandlung von säurehaltigen Produkten, z. B. bei seltenen Erden, zum Einsatz. Hier hat sich der Werkstoff



Bild 4: Gas-/Vakuumdichter Mikrowellen-Drehrohröfen, für CVD Beschichtungen

Fig. 4: Gas and vacuum tight microwave rotary furnace for CVD process

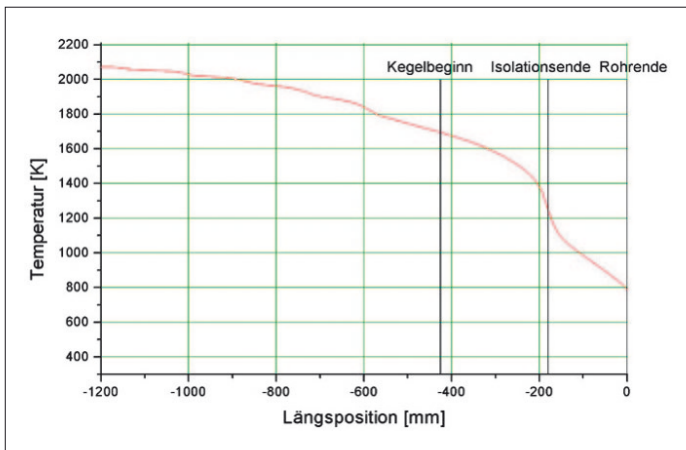


Bild 5: Temperaturverlauf am Drehrohrende

Fig. 5: Temperature curve at the end of rotary tube

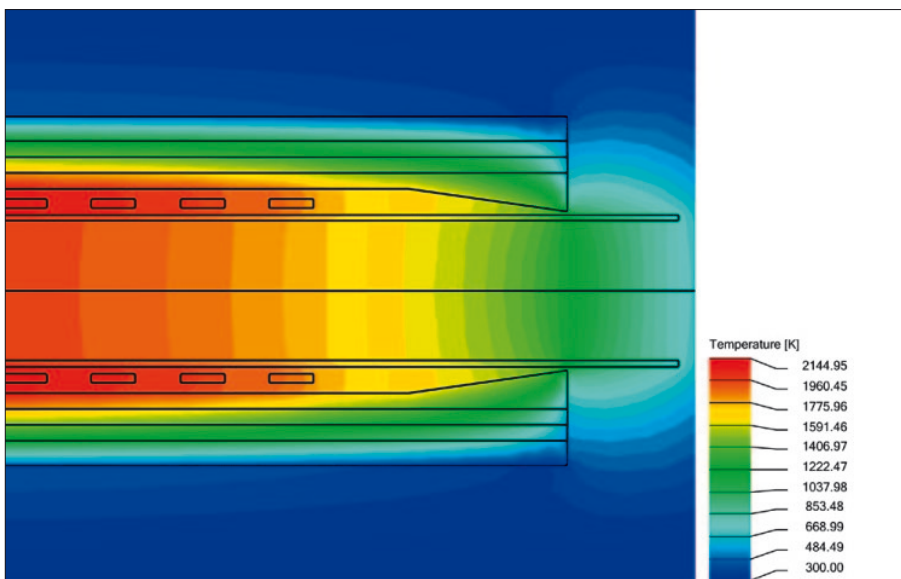


Bild 6: Modellrechnung

Fig. 6: Modell calculation

1.4562 bei Temperaturen bis 700 °C bewährt.

Quarz/Quarzglas Drehrohre

Die maximale Einsatztemperatur bei nicht kontinuierlichem Betrieb für Drehrohre aus Quarz beträgt 1.050 °C. Die Rohre können auch bei höheren Temperaturen bis ca. 1.450 °C eingesetzt werden. Die bei Temperaturen über 1050 °C stattfindende Cristoballit-Bildung führt jedoch beim Abkühlen unter 600 °C zur Zerstörung des Einsatzrohres. Die Zyklenzahl und Lebensdauer eines Quarz-Drehrohres lässt sich nur schwer vorher-sagen, da sie stark von externen Parametern, z. B. der Luftfeuchtigkeit, abhängt. Quarzglas als bevorzugtes Material der Halbleiterindustrie ist in hochreiner Form lieferbar. Eine Kontamination des Brenn-

gutes ist, wenn nicht der Quarz selbst angegriffen wird, ausgeschlossen. Weiterhin hat Quarz ein extrem gutes Thermoschockverhalten.

Keramische Drehrohre

Keramische Rohre haben hohe Abriebsbeständigkeit, die enthaltenen Stoffe sind eher unkritisch und es können hohe Einsatztemperaturen bis 1.700 °C gefahren werden. Bei Schlicker-gegossenen Keramikrohren sind die maximalen Abmessungen aber sehr eingeschränkt. Mit den plasmagespritzten Rohren lassen sich Dimensionen bis zu einem Durchmesser von 600 mm realisieren. Im Vergleich zu metallischen Drehrohren ist der Preis für plasmagespritzte Drehrohre jedoch sehr hoch, so dass häufig mehrere kleinere Öfen mit Drehrohren kleine-

rer Durchmesser zum Einsatz kommen. Eingesetzt werden meist Al_2O_3 -Werkstoffe, je nach Temperatur mit steigenden Al_2O_3 -Gehalten zwischen 60 bis 99,7 %. Für spezielle Anwendungen, z. B. beim Wärmebehandeln von hochreinem Quarzsand, kommen Drehrohre aus hochreinem Al_2O_3 zum Einsatz, wobei es auch hier noch Unterschiede in den herstellungsbedingten enthaltenen Verunreinigungen gibt. In speziellen Fällen macht auch der Einsatz von SiC-Rohren Sinn. Die hohe thermische Leitfähigkeit bewirkt eine gute Wärmeübertragung bei hohen Durchsätzen und lässt höhere Aufheizraten zu. Für Aluminiumoxidrohre liegen die max. Aufheizraten bei dicht gesinterten Qualitäten bei 120 bis 360 K/h bis 1.200 °C, darüber bei 180 bis 360 K/h. Poröse Qualitäten lassen bis zu 400 K/h zu. Die ebenfalls hohe Empfindlichkeit gegenüber räumlichen Temperaturgradienten muss bei der Konstruktion des Ofens und beim Eintrag großer Mengen kalten Brenngutes berücksichtigt werden. Bei größeren Keramikrohren empfiehlt es sich, Maßnahmen zur Verminderung der Temperaturverteilung am Rohrende (**Bild 5**) vorab durch eine Modellrechnung (**Bild 6**) abzusichern.

Beheizung

Da bei den gängigen Bauformen die Heizelemente meist der Umgebungsluft exponiert sind, werden die aus dem normalen Ofenbau bekannten Materialien eingesetzt. FeCrAl (APM[®]) bis 1.400 °C, MoSi₂ bis 1.850 °C Heizleiter-temperatur. Die maximale Temperatur im Rohr ist ca. 50 bis 100 °C niedriger anzusetzen.

Die Heizung ist meist mehrzonig, da im Drehrohr verschiedene Reaktionen ablaufen: Die Aufheizphase mit Trocknung des Pulvers mit relativ hohem Energiebedarf, einer Zone, in der exotherme oder endotherme Reaktionen ablaufen können, und einer Halte- oder Abkühlphase, bei der Wärmeverluste ausgeglichen werden oder sogar gekühlt werden muss. Drei Zonen sind bei kleineren Aggregaten meist ausreichend. Auf diese Weise kann eine hohe Temperaturgleichmäßigkeit erreicht werden. Bei größeren Öfen oder wenn genaue Temperaturprofile durchfahren werden sollen, muss die Heizzonenzahl entsprechend erhöht werden. Aus wirtschaftlichen (Preis) und technischen Gründen können auch verschiedene Heizelementtypen in den einzelnen Zonen einge-

setzt werden, da Hochtemperaturheizelemente aus MoSi₂ im Temperaturbereich zwischen 600 bis 900 °C sehr ungünstige Betriebsbedingungen haben. Bei MoSi₂ muss der spätere Kippwinkel des Ofens berücksichtigt werden, da sie über 1.300 °C nur senkrecht $\pm 7^\circ$ betrieben werden können.

Auslegung

Der übliche Füllgrad für Drehrohröfen liegt bei ca. 10 % des Drehrohrvolumens. Je nach Art und Form des Brenngutes (Pulver, Granulat, Blättchen) kann der Füllgrad aber auch stark davon abweichen. So lässt sich etwa der Füllgrad durch eingebaute Schikanen verbessern. Ausschlaggebend für die benötigte Ofengröße ist die notwendige Haltezeit bei der Arbeitstemperatur. Um diese zu ermitteln sind in der Regel Vorversuche

notwendig, da die Reaktionszeiten meist erheblich unter denen beim Batch-Betrieb liegen. Grund dafür ist die bessere Exposition des Schüttgutes zur Ofenatmosphäre und die durch den guten Wärmeübergang verkürzten Aufheizzeiten im Drehrohr.

Für die Auslegung gibt es verschiedene Formeln, die das Verweilzeitverhalten in einem Drehrohr bei variabler Ofenheizung, Drehrohdrehzahl und Schüttguteigenschaften berücksichtigen. Diese Formeln können jedoch nur sinnvoll bei praktischen Erfahrungen mit verschiedenen Schüttgütern eingesetzt werden. Insbesondere bei Schüttgütern, die bei höheren Temperaturen ihre Fließeigenschaften drastisch ändern, indem sie z. B. pastös werden, lassen sich verlässliche Angaben zur Verweilzeit nur durch Versuche gewinnen.

Fazit

Drehrohröfen lassen sich für viele kontinuierliche Prozesse zur Wärmebehandlung von Schüttgütern einsetzen. Sie finden auch Verwendung bei Entwicklung neuer Prozesse und Werkstoffe. Die Auslegung nur nach wissenschaftlichen Formeln ist nicht möglich und bedarf langjähriger praktischer Erfahrung, die jedoch von Fall zu Fall durch Versuche untermauert werden muss.

Dr.-Ing. Peter Wübben
Linn High Therm GmbH
Eschenfelden

Tel.: 09665 9140-0
E-Mail: wuebben@linn.de

