

Referenzmessungen in der Aufkohlungsatmosphäre – Teil 1

Reference measurements in a carburizing atmosphere: part 1

Von Džo Mikulović, Dragan Živanović, Florian Ehmeier

Die wichtigsten Parameter für die Regelung des Aufkohlungsprozesses sind die Temperatur und der Kohlenstoffpotential (C-Potential) der Atmosphäre. Die Temperatur wird üblicherweise mit Hilfe von Thermoelementen gemessen. Für die Regelung des C-Potentials hat sich die Messung des Sauerstoffpartialdruckes der Ofenatmosphäre mittels In-Situ-Sauerstoffsonden und Lambda-Sonden (L-Sonden) durchgesetzt. Sowohl die Thermoelemente als auch die Sonden für Restsauerstoffmessungen verlieren an Genauigkeit mit der Zeit. Für eine genaue Regelung sind somit Referenzmessungen zwecks der Korrektur der Temperatur und des C-Potentials unerlässlich. In diesem Artikel werden die Ursachen für die Fehlmessungen mit Thermoelementen und Sauerstoffsonden bzw. L-Sonden beschrieben. Die möglichen Referenzmessungen zur Korrektur dieser Fehler werden ebenfalls vorgestellt. Darüber hinaus wird darauf eingegangen, was bei diesen Referenzmessungen beachtet werden muss und welche Aufschlüsse diese, insbesondere die Gasanalyse mit einem Gasanalysator, über die Ofenatmosphäre geben. In Teil 1 des Beitrags wird nur auf die Gasanalyse als Referenzmessung für das C-Potential eingegangen. In Teil 2, der später folgen wird, werden Referenzmessungen mit einer zweiten O₂-Sonde oder L-Sonde, Taupunktmessung und Referenzmessungen mittels Weicheisenfolie erläutert.

The most important parameters for control of carburizing process are the temperature and the C-potential of atmosphere. Temperature normally is measured by means of thermocouples. For control of C-potential measurement of oxygen partial pressure of furnace atmosphere by in-situ O₂-probes and Lambda probes became accepted. The thermocouples as well as the probes for measurement of residual oxygen gradually lose in accuracy. Therefore reference measurements for adjustment of temperature and C-potential are essential for an exact control. Within this article the reasons for incorrect measurements with thermocouples and O₂-probes, respectively L-probes will be explained. The appropriate reference measurements for correction of these faults are also described. Furthermore it is explained what has to be observed with these reference measurements and which information is given thereby about furnace atmosphere, especially with the gas analysis by means of a gas analyzer.

Die wichtigsten Parameter für die Regelung des Aufkohlungsprozesses sind die Temperatur und das Kohlenstoffpotential (C-Potential) der Atmosphäre. Um genaue und reproduzierbare Ergebnisse zu erreichen, müssen daher diese Parameter so genau wie nur möglich gemessen werden. Aufgrund der Alterung und anderer möglicher Fehlerquellen liefern die Sonden und Sensoren, die hierfür verwendet werden, im Laufe der Zeit ungenaue bzw. falsche

Messwerte. Daher sind Referenzmessungen unerlässlich, um die Messergebnisse entsprechend korrigieren zu können. Anderenfalls ist es nicht gesichert, dass man durch die Regelung die erwünschten Ergebnisse erzielen wird. Die Temperatur wird üblicherweise mit Hilfe von Thermoelementen gemessen. Für die Regelung des C-Potentials hat sich die Messung des Sauerstoffpartialdruckes der Ofenatmosphäre mittels In-Situ-Sauerstoffsonden (O₂-Sonden) und

Lambda-Sonden (L-Sonden) durchgesetzt. Der folgende Fachbeitrag wird einige Gründe für die Fehlmessungen mit diesen Sensoren nennen und auf die möglichen Referenzmessungen eingehen. Teil 2 dieses Artikels erscheint in Heft 7/2010 der GWI.

Fehlerursachen bei der Messung der Temperatur mit Thermoelementen

Die Temperaturmessung mit Thermoelementen gehört zum weit verbreiteten Stand der Technik. Zu betonen ist nochmals, dass Thermoelemente nur Temperaturdifferenzen messen. Als Referenz dient immer die Klemmentemperatur. Variiert diese Klemmentemperatur, weil die Verbindungsstelle einer wechselnden Umgebungstemperatur ausgesetzt ist, würde dies zu Fehlmessungen führen. Es gibt verschiedene Möglichkeiten, diesen Fehler zu vermeiden. Die zwei gängigsten Maßnahmen sind die Erfassung der Vergleichsstellentemperatur – auch Vergleichstellenkompensation genannt – oder der Einsatz eines Vergleichsstellenthermostats, mit dem die Temperatur der Vergleichsstelle konstant gehalten wird.

Für die Temperaturbeständigkeit und Langzeitstabilität eines Thermoelements ist die Alterung der Materialien von großer Bedeutung. Durch die Alterung verändern sich die thermoelektrischen Eigenschaften der Thermoelemente und damit auch die Thermospannung/K. Man spricht in diesem Zusammenhang auch von der Drift der Thermoelemente. Die Drift der Thermoelemente hängt im Wesentlichen von Folgendem ab:

- Die Drift ist temperaturabhängig. Mit zunehmender Annäherung an den Schmelzpunkt nimmt die Diffusionsgeschwindigkeit der Atome in einem Metall zu. Daher wandern dann sehr

leicht Fremdatome in das Thermoelement ein. Da dabei die beiden Thermoschenkel mit den gleichen Fremdatomen legiert werden, nähern sich ihre thermoelektrischen Eigenschaften und die Thermospannung nimmt ab.

- Die Drift ist abhängig vom Durchmesser der verwendeten Thermodrähte. Je kleiner das Verhältnis der Diffusionslänge der eindiffundierten Atome zum Gesamtdurchmesser des Drahtes ist, desto geringer ist die Drift.
- Die Drift ist stark abhängig von der vorhandenen Atmosphäre. Stark reduzierende atmosphärische Bedingungen bzw. stark oxidierende Atmosphären können die Drift wesentlich verstärken.

Außer der Alterung der Thermoelemente gibt es auch unzählige andere thermische, mechanische, atmosphärische und elektrische Einflüsse, welche die genaue Temperaturmessung erschweren.

Für die Temperaturregelung wird meistens das Thermoelement vom Typ K verwendet. Bei diesem Thermoelement treten in der Aufkohlungsatmosphäre am häufigsten folgende Fehler auf:

- Chromverarmung und Grünfäule:

Besonders in reduzierenden CO- und CO₂-haltigen Atmosphären mit entsprechendem Feuchtanteil und Temperaturen zwischen 800 °C und 1000 °C beobachtet man eine selektive Oxidation des Chroms im NiCr-Schenkel. Durch diesen Chromentzug nimmt die Thermospannung/K stetig ab und eine geringere Temperatur als die tatsächliche wird angezeigt. Die stetige Chromverarmung führt letztendlich zu einem Bruch meist an der Schweißstelle des NiCr-Drahtes, wenn das Thermoelement nicht rechtzeitig ausgetauscht wird. Die Bruchstelle schimmert hellgrün, daher der Name Grünfäule.

- K-Zustand:

Es ist der geordnete oder ungeordnete Zustand der Gitterbausteine in Metalllegierungen bei unterschiedlichen Temperaturen. Ist das NiCr-Ni-Thermoelement oberhalb von 600 °C, herrscht immer ein ungeordneter Zustand der einzelnen Gitterbausteine im NiCr-Schenkel. Bei einer langsamen Abkühlung der Thermoelemente tritt der K-Zustand ein, die Gitterbausteine sind geordnet, es treten dann zusätzliche Fehler der Thermospannung von ca. 3 °C auf.

Regelmäßige Überprüfung der Thermoelemente

Das Qualitätsmanagement nach DIN EN ISO 9000 [1] [2] fordert für alle Messmittel, also auch für die in einer Anlage eingebauten Temperaturfühler, eine Rückführbarkeit. Der Begriff Rückführbarkeit bedeutet, dass der Messwert mit einem nationalen Normal verglichen wird. Diese Rückführbarkeit kann über ein kalibriertes Thermoelement mit gültigem Kalibrierschein hergestellt werden. Auch neue Qualitätsstandards [3] legen besonderes Augenmerk auf regelmäßige Überprüfung der Thermoelemente.

Es gibt nun die Möglichkeit, die Temperaturfühler in einem Temperaturbad oder im Rohrofen in einem Metallblock gegen ein Normalthermometer zu prüfen. Dabei sollten mindestens drei Prüfpunkte im Anwendungsbereich untersucht werden.

In der Praxis haben sich aber die In-Situ-Überprüfungen der Thermoelemente, also in der Anlage vor Ort, durchgesetzt. Prozessprüfbare Thermoelemente besitzen einen Prüfkanal, der von außen durch ein Loch im Anschlusssockel hindurchführt. Mit einem PtRh-Pt-Man-

telthermoelement mit gültigem Kalibrierzertifikat wird die Temperaturüberprüfung direkt während des Prozesses durchgeführt. Der zu überprüfende Temperaturfühler wird nicht vom Messkreis getrennt. Die Überprüfung erfolgt dabei für die gesamte Messschleife.

Liegt die gemessene Differenz außerhalb der Toleranz, kann durch einen Offset am Temperaturregler die auf die Kalibrierung bezogene Drift abgeglichen werden. Auf diese Weise ist sichergestellt, dass alle erdenklichen Fehler, wie Linearisierung, Ausgleichsleitung, Vergleichsstellentemperatur und Drift des Thermoelements und des Reglers, berücksichtigt werden.

Bestimmung des C-Potenzials

Die Ermittlung des C-Potenzials kann grundsätzlich direkt oder indirekt erfolgen [4]. Die direkten Messverfahren sind für die kontinuierliche Messung und eine darauf aufbauende Regelung ungeeignet. Sie werden jedoch verwendet, um die eingesetzten indirekten Messverfahren zu kontrollieren und ggf. zu korrigieren. **Bild 1** zeigt die verschiedenen Möglichkeiten, den Kohlenstoffpegel in der Aufkohlungsatmosphäre zu bestimmen.

Für die Regelung ist eine kontinuierliche Messung erforderlich. Die auf dem Markt erhältlichen Taupunktsensoren, mit welchen man den Partialdruck von H₂O kontinuierlich ermitteln kann, sind für die Aufkohlungsatmosphäre nicht robust genug und haben sich nicht durchgesetzt. Die Messung von CO₂ erfolgt kontinuierlich mittels Infrarotsensoren und wird oft als Vergleichsmessung benutzt. Die CO₂-Messung ist im Vergleich zu der O₂-Messung langsamer. Zudem erfordert der CO₂-Sensor einen höheren Wartungsaufwand, verglichen mit den Sensoren für die O₂-Messung. Aus eben erwähnten Gründen hat sich für die Regelung des C-Potenzials die Messung des Sauerstoffpartialdrucks der Ofenatmosphäre mittels Sauerstoffsonden (O₂-Sonden und L-Sonden) durchgesetzt, wobei die anderen Methoden, ähnlich wie die direkten Methoden, als Vergleichs- und Referenzmessungen herangezogen werden.

Messunsicherheiten beim Einsatz der O₂-Sonde

In [5] wurden die unterschiedlichen Konstruktionen der O₂-Sonden (**Bild 2**) und die daraus resultierenden Vor- und Nach-

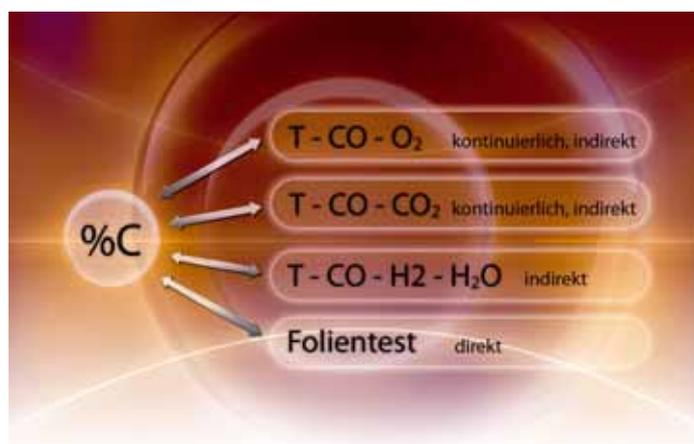
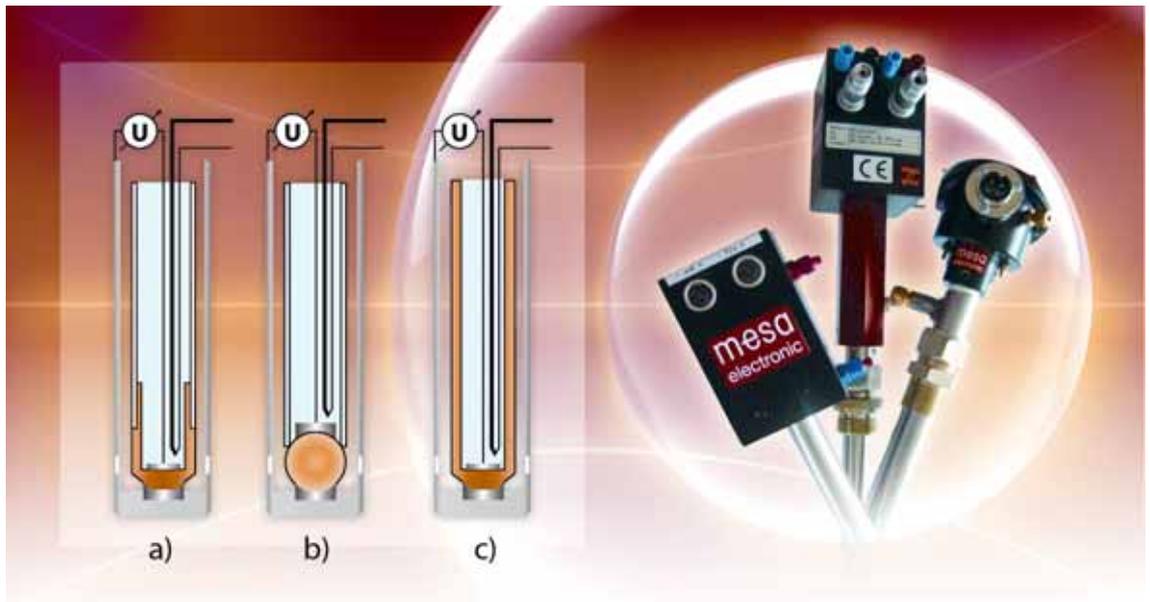


Bild 1: Bestimmung des C-Pegels in der Aufkohlungsatmosphäre

Fig. 1: Determination of carbon potential in carburizing atmosphere

Bild 2:
Unterschiedliche Typen von O₂-Sonden:
a) mit Einsatz,
b) mit Kugel,
c) mit durchgehendem Rohr aus Zirkonium-Dioxid

Fig. 2:
Different types of O₂-probes:
a) with zirconia element,
b) with zirconia ball,
c) with continuous zirconia pipe



teile erläutert. Für die Messunsicherheiten der O₂-Sonden sind meistens folgende Ursachen verantwortlich:

- Undichtigkeiten einer Sonde nehmen im Laufe ihrer Lebensdauer zu. Größere werdende poröse Stellen und Haarrisse in der Keramik führen zu einem wachsenden Bedarf an Referenzluft. Außer der bereits beschriebenen Verfälschung der Sondenspannung kommt es auch zu einer Temperaturverfälschung des Thermoelements der O₂-Sonde.
- Eingeschleppte Waschmittelrückstände und Isolierpasten auf Material und Gestellen, die im Ofen ausdampfen, können sich auf der äußeren Platin-Elektrode niederschlagen. Dies führt zu Verfälschungen der Messung und die Lebensdauer der Sonde wird verringert. Ein längeres Spülen der Sonde zu Beginn des Prozesses ist notwendig, um die Waschmittel- und Pastenrückstände vom Sonderelement fernzuhalten. Eines der bekanntesten Probleme ist das Verrußen der äußeren Elektrode, vor allem, wenn man nahe an der Rußgrenze regelt, was zu Fehlmessungen führt.
- Bei Verwendung eines Stahlschutzrohres aus Chrom-Nickel-Stählen kann man unter dem Mikroskop erkennen, wie nach einiger Zeit im Ofen Chromanteile aus dem Material in der Nähe der Zirkonoxidspitze herausgelöst werden. In der porösen Oberfläche setzen sich Rußpartikel und Sauerstoff fest. Ruß an der Sonde führt zu Fehlmessungen, Sauerstoff zu immer längeren

Reaktionszeiten und nach dem Spülen zu langen Erholzeiten.

Aus diesen Gründen ist eine regelmäßige Überprüfung der O₂-Sonden mit Hilfe von Vergleichs- bzw. Referenzmessungen unerlässlich für die Qualitätssicherung des Prozesses.

Messunsicherheiten beim Einsatz der L-Sonde

Die wichtigsten Punkte für die praktische Messung der Atmosphäre eines Ofens mit der L-Sonde sind der richtige Aufbau und die richtige Montage der Gasentnahmematur (**Bild 3**) sowie die Berücksichtigung der Korrekturfaktoren bei der C-Potenzial-Berechnung [5]. Durch die Konstruktion der Gasentnahmematur kommt die L-Sonde nicht mit der hohen Temperatur im Ofen in Berührung. Darüber hinaus unterliegt die Keramik

der L-Sonde keinen Temperaturschwankungen. Die O₂-Sonde dagegen unterliegt ständig den Temperaturänderungen der Ofenatmosphäre. Dies ist ein wesentlicher Grund für die hohe Lebensdauer der L-Sonde im Vergleich zur O₂-Sonde.

Für die genaue Berechnung ist auch eine Regelung der Sondentemperatur sehr wichtig. Damit werden Störeinflüsse, wie Änderung des Durchflusses, der Umgebungstemperatur und der Gaszusammensetzung, eliminiert. Das Netzteil NTV44P (**Bild 4**) der Firma MESA Electronic GmbH wurde für die Regelung der Temperatur der L-Sondenkeramik auf einen konstanten Wert konzipiert. Darüber hinaus dient das Netzteil auch als Messumformer z. B. für die direkte Wandlung des L-Sondensignals in ein O₂-Sondensignal. Wird die L-Sonde nur mit einer konstanten Spannung beheizt,

Bild 3:
Aufbau der Gasentnahmematur für die Messung mit der L-Sonde

Fig. 3:
Construction of the gas sampling fitting for measurement with L-probe

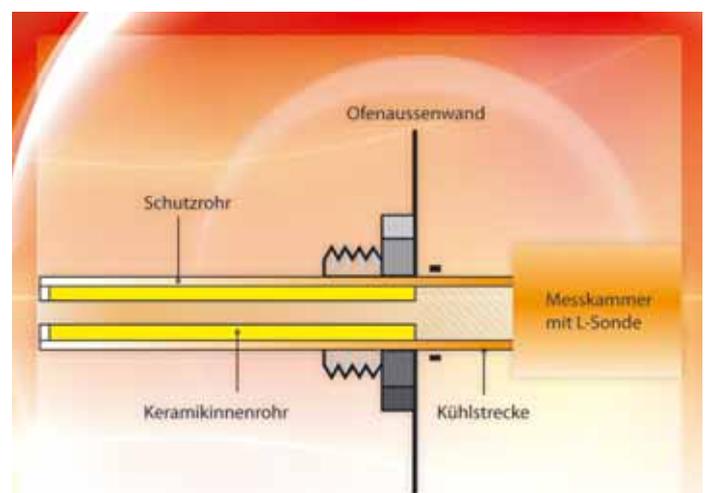




Bild 4: Netzteil NTV44P

Fig. 4: Power supply NTV44P

verursachen die erwähnten Störeinflüsse Ungenauigkeiten bei der Messung und dadurch auch Fehler in der C-Potenzial-Berechnung.

Obwohl die L-Sonde eine höhere Lebensdauer hat als die O₂-Sonde, nehmen auch bei ihr die Undichtigkeiten im Laufe ihrer Lebenszeit zu. Die eingeschleppten Waschmittelrückstände und Isolierpasten auf Material und Gestellen, die im Ofen ausdampfen, führen ebenso wie bei den O₂-Sonden zur Verfälschung der Messung und die Lebensdauer der Sonde wird verringert. Daher ist auch beim Ein-

satz der L-Sonde zur Regelung des C-Potenzials eine Überprüfung mit Vergleichs- bzw. Referenzmessungen sehr wichtig.

Referenzmessungen über CO und CO₂-Messung

Zum Messen des CO- und CO₂-Gehaltes in der Aufkohlungsatmosphäre hat sich ausschließlich die Infrarot-Absorptionsmessung bewährt. Die Energie der elektromagnetischen Strahlung ist proportional zu ihrer Frequenz bzw. indirekt proportional zu der Wellenlänge ($E \sim \lambda^{-1}$).

Trifft die elektromagnetische Strahlung auf ein Molekül, so können je nach Energie der Strahlung entweder einzelne Atome abgespalten werden oder das Molekül zum Schwingen oder Rotieren angeregt werden (**Bild 5**). Dabei wird die Energie der Strahlung sozusagen vom Molekül verschluckt.

Die Moleküle werden zum Schwingen angeregt, wenn sie von einer elektromagnetischen Strahlung mit der Wellenlänge im Infrarotbereich getroffen werden. Es liegt in der Natur der Moleküle, dass sie nur mit bestimmten Frequenzen schwingen können. So besitzt jedes Molekül ein charakteristisches Schwingungsspektrum. Mit anderen Worten, ein Molekül kann nur mit bestimmten Energien schwingen. Trifft nun auf ein Molekül (z. B. CO₂) elektromagnetische Strahlung einer Wellenlänge, welche genau der Energie eines der Schwingungszustände dieses Moleküls entspricht, dann wird die Strahlung vom Molekül absorbiert und das Molekül fängt an, mit der entsprechenden Energie zu schwingen. Man spricht in diesem Zusammenhang auch vom Absorptionsspektrum des Moleküls. Diese Eigenschaft der Moleküle bildet die Grundlage für die Infrarot-Absorptionsmessung.

Nichtdispersive Infrarot-Spektroskopie (NDIR)

In **Bild 6** ist der schematische Aufbau eines NDIR-Sensors nach Zweistrahlverfahren aufgezeigt. NDIR steht für nichtdispersive Infrarot-Spektroskopie. Das Gas

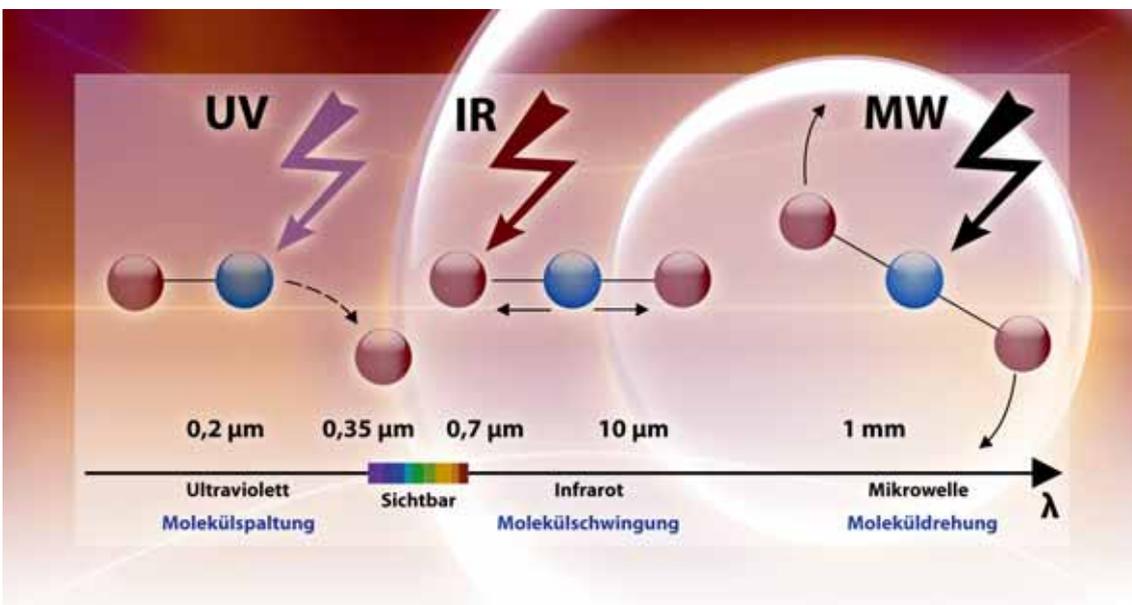
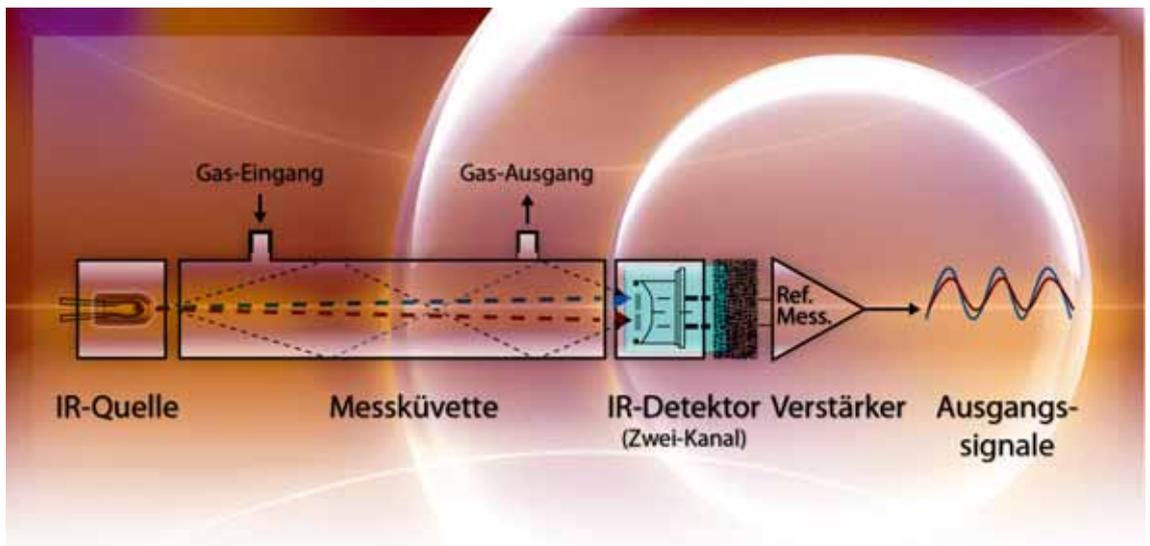


Bild 5: Wirkung der elektromagnetischen Strahlung auf Gasmoleküle
Fig. 5: Influence of electromagnetic radiation on molecules

Bild 6:
Schematischer Aufbau
eines NDIR-Zweistrahlsensors

Fig. 6:
Schematic construction
of an NDIR-dual
wavelength sensor



wird durch eine Messküvette geleitet. Eine IR-Quelle sendet IR-Licht mit einem breitem Spektrum, d.h. mit möglichst breitem Wellenlängenbereich aus dem Infrarotspektrum durch das Gas. Nicht-dispersiv bedeutet, dass die Detektoren nur Strahlung mit einer bestimmten Wellenlänge erfassen können.

Der Messdetektor erfasst nur den Spektralbereich, in dem die Messkomponente absorbiert. Ist die Komponente in dem zu analysierenden Gas vorhanden, wird weniger Strahlung im Detektor absorbiert als bei Nichtvorhandensein der Komponente. Wird die Strahlung im Analysegas durch andere Gase in anderen Spektralbereichen geschwächt, so führt dies nicht zu einem Fehler, da diese Strahlung vom Messdetektor nicht de-

tektiert werden kann. Der Referenzdetektor erfasst nur die Strahlung mit einer bestimmten Wellenlänge, welche von keiner Komponente des Messgases absorbiert wird. Mit anderen Worten, es misst die Grundintensität der IR-Quelle. Aus der Differenz der Messsignale der zwei Detektoren wird die Konzentration des entsprechenden Gases ermittelt. Der wesentliche Vorteil des Zweistrahilverfahrens ist, dass die Alterung der IR-Quelle sowie Verschmutzung der optischen Elemente kompensiert werden. Dies steigert erheblich die Genauigkeit und die Langzeitstabilität der Sensoren, verglichen mit günstigeren Sensoren, welche nach dem Einstrahlverfahren arbeiten.

Da es sich bei der Infrarot-Absorptionsmessung um Konzentrationsmessungen

handelt, gehen Veränderungen der Zustandsgrößen Druck und Temperatur in die Messung ein. Eine Änderung des Luftdrucks um z.B. 10 mbar entspricht dabei einer scheinbaren Konzentrationsänderung von 1% des Messwerts, eine Temperaturänderung von 1°C in der Messküvette einer solchen von 0,3%. Daher sollten nur Sensoren mit einer Druck- und Temperaturkompensation verwendet werden.

Referenzmessungen des C-Potenzials mit MGas 5.x

Das Gerät MGas 5.x (**Bild 7**) kann als portables oder auch als 19"-Einbaugerät benutzt werden. Es dient zum Messen der Gase CO, CO₂, CH₄ und H₂. Je nach Hardwarekonfiguration (installierten Gas-



Bild 7:
Gasanalysator MGas 5.x

Fig. 7:
Gas analyser MGas 5.x

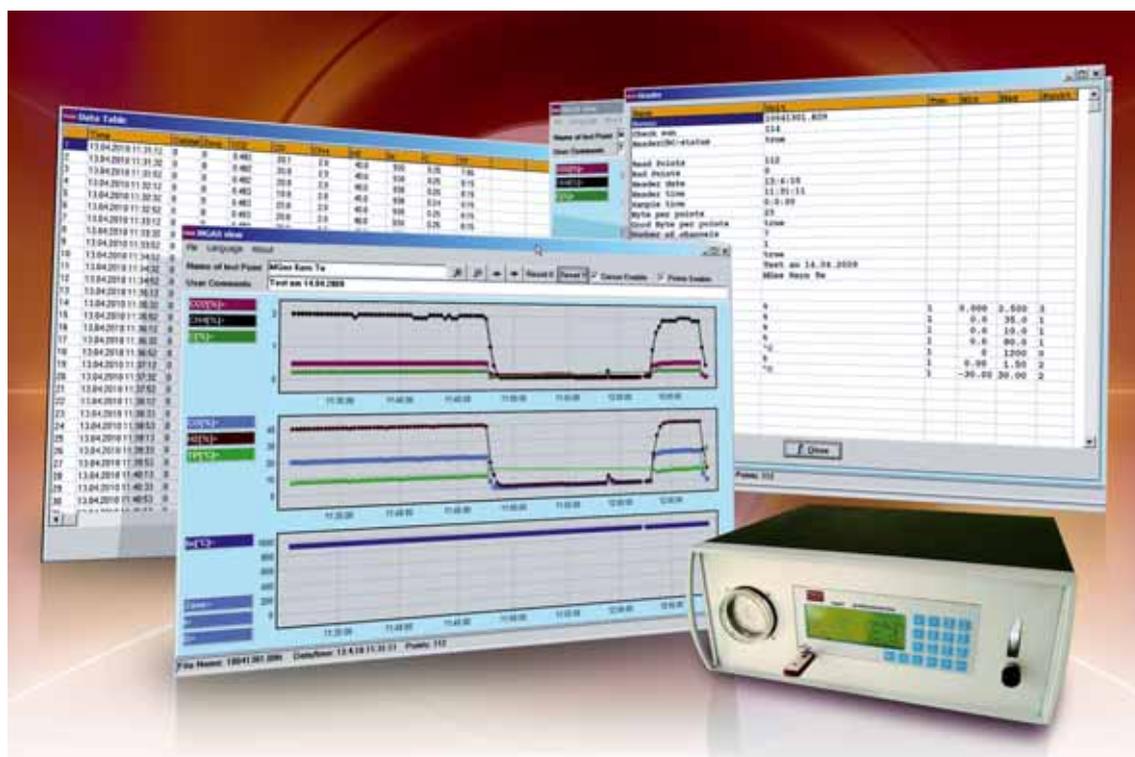


Bild 8: PC-Software für Datenarchivierung und Datenvisualisierung

Fig. 8: PC software for data storage and data visualization

sensoren) sind verschiedene Kombinationen der Gasmessungen möglich. Neben der direkten Messung der oben erwähnten Gase können mit diesem Gerät auch C-Pegel und Taupunkt ermittelt werden.

Es gibt zwei Methoden der Berechnung des C-Potenzials, welche im MGas 5.x implementiert sind. Die erste Methode basiert auf der Messung von CO, CO₂ und der Prozesstemperatur. Die Prozesstemperatur kann mit einem Thermoele-

ment gemessen oder als Festwert eingegeben werden. Die zweite Methode basiert auf der Messung von O₂, CO und der Prozesstemperatur. Dafür muss jedoch eine O₂-Sonde oder L-Sonde an das MGas 5.x angeschlossen werden.

Das Gerät verfügt darüber hinaus über analoge und digitale Ein- und Ausgänge, welche zum Teil frei konfigurierbar sind, einer USB-Schnittstelle mit 16 MB internem Datenspeicher für Datenaufzeich-

nung, PC-Software für Datenarchivierung und Datenvisualisierung (**Bild 8**), einer optionalen MOD-Bus-, Ethernet- oder Profibus-Schnittstelle und der Anschlussmöglichkeit einer O₂-Sonde oder L-Sonde. Darüber hinaus gibt es die Möglichkeit, die Zeit für automatische Kalibrierzyklen einzustellen oder die Kalibrierung manuell zu starten. Eine sehr interessante Option ist die integrierte Software für die Ansteuerung eines Multiplexers MUX (**Bild 9**).

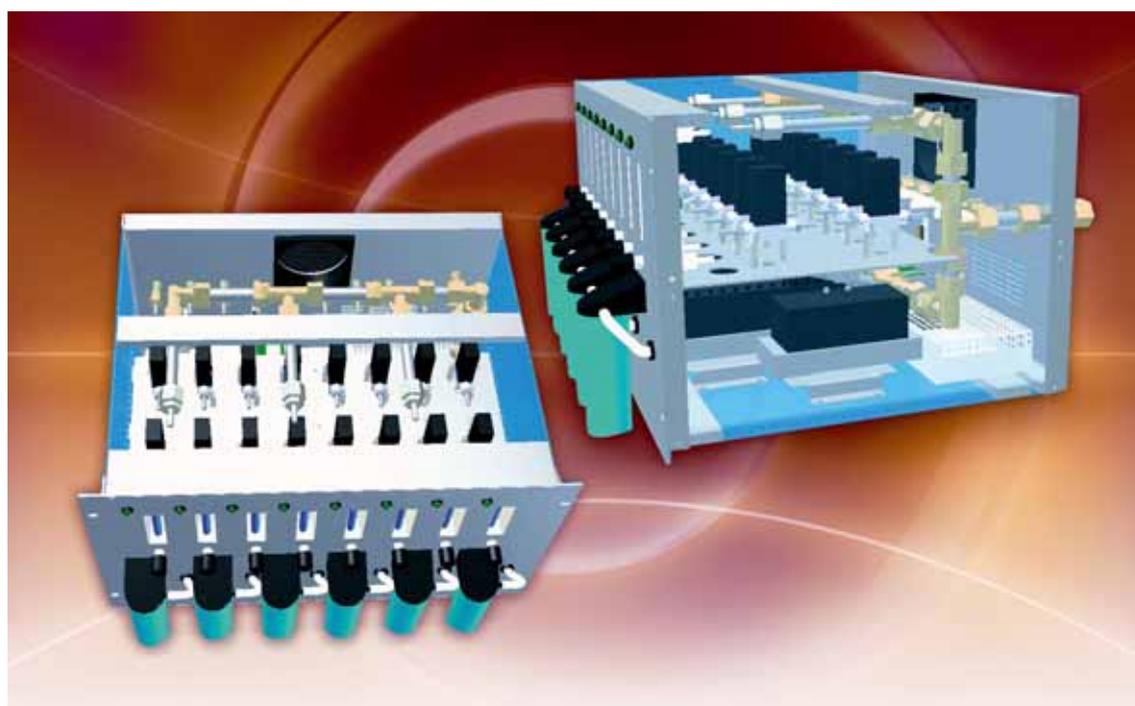
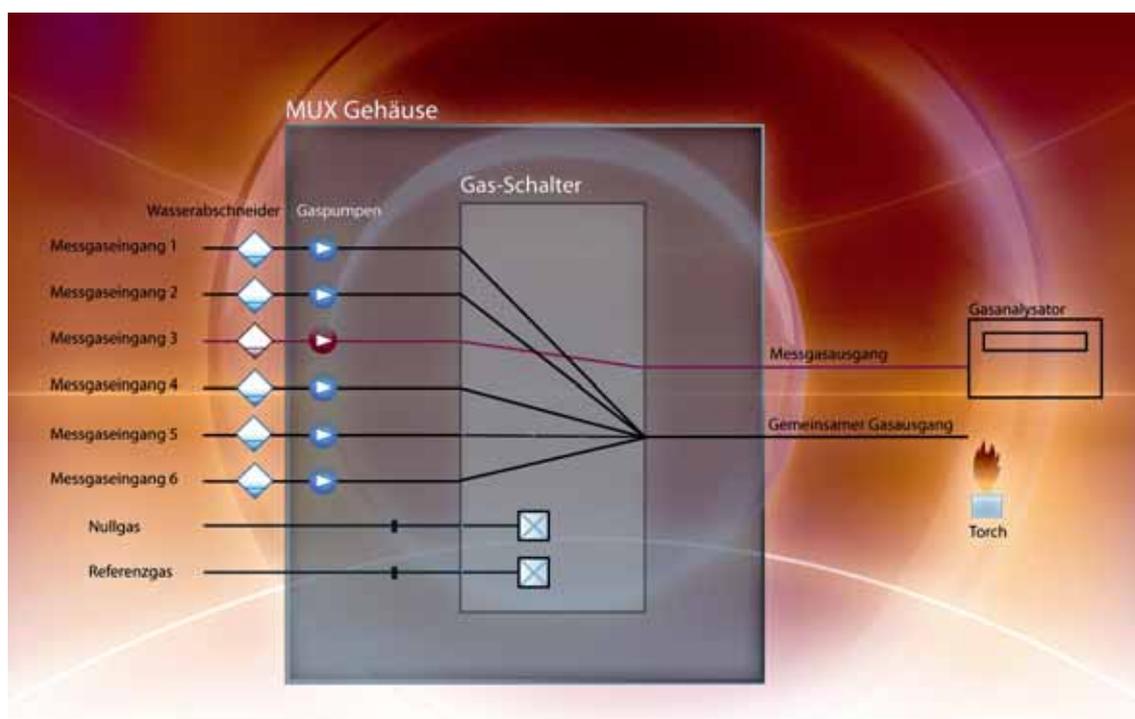


Bild 9: Gas-Multiplexer MUX

Fig. 9: Gas multiplexer MUX

Bild 10:
Schematische Darstellung der Arbeitsweise des Gas-Multiplexers MUX

Fig. 10:
Schematic presentation of the functionality of gas multiplexer MUX



Mit Hilfe des Gas-Multiplexers ist es möglich, mit einem Gasanalysator Gase aus maximal sechs verschiedenen Entnahmestellen online zu analysieren. Das Prinzipschema des Gasdurchflusses ist im **Bild 10** dargestellt. Alle Gaseingänge sind im ständigen Fluss, unabhängig von der zu analysierenden Messstelle. Dadurch werden längere Totzeiten nach Umschalten der Gaseingänge vermieden. Kalibriergase können über gesonderte Kalibriereingänge am MGas unabhängig vom Messzyklus eingebracht werden. Mit der im MGas 5.x integrierten Software zur Ansteuerung des Gas-Multiplexers MUX kann der Bediener alle relevanten Parameter (wie z.B. Umschaltzeit, Dauer der Messung einzelner Kanäle, Zykluszeit für automatische Kalibrierung ...) auf einfache Art und Weise kontrollieren.

Einfluss der Gasentnahme, Kalibrierung und Auswahl des CO₂-Messbereiches

Für eine genaue Messung mit Gasanalyseräten sollen besonders drei Punkte hervorgehoben werden:

1. Richtige Gasentnahme

Einer der wichtigsten Punkte für die praktische Messung der Atmosphäre eines Ofens ist der richtige Aufbau der Gasentnahmematur (**Bild 11**). Die Konstruktion ist so gewählt, dass die Armatur auch für Folientests benutzt

werden kann. Der Aufbau ist ähnlich wie von der Gasentnahmematur im Bild 3. Das Ofengas wird in einem keramischen Rohr bis zur Außenwand des Ofens geführt. Auf dem Stahlschutzrohr der Armatur ist markiert, an welcher Stelle das innere Keramikrohr endet. Das restliche Stück des Stahlschutzrohres dient als Kühlstrecke. Durch diese Konstruktion wird Folgendes erreicht:

- Das Gas kommt in heißem, reaktionsfähigem Zustand nicht mit Stahlteilen

des Entnahmerohrs in Berührung, ein Temperaturabfall und somit ein Verrußen wird vermieden.

- Durch die hinreichende thermische Isolation des Gases bis zum Erreichen der „Kühlstrecke“ wird eine Umreaktion in einen anderen Gleichgewichtszustand verhindert.
- Die Gasfließgeschwindigkeit wird durch die Verringerung des Querschnitts im Keramikrohr erhöht.



Bild 11: Gasentnahmematur

Fig. 11: Gas sampling fitting

- Beim Erreichen der Ofenaußenwand entfällt die thermische Isolation.
- Die Strömungsgeschwindigkeit wird durch den größeren Querschnitt stark reduziert.
- Mit dem Verlassen der Ofenisolation erfolgt eine schnelle Abkühlung des Gases und damit ein „Einfrieren“ der Gaskomponenten. Ein Umreagieren in einen anderen Gleichgewichtszustand wird dadurch vermieden. Ein anderer Gleichgewichtszustand des Gases würde die Messung der Gaskomponenten und dadurch auch die Berechnung des C-Pegels verfälschen.

2. Kalibrierung

Wie schon eingangs erwähnt, liegt es in der Natur jeden Sensors, dass er mit der Zeit driftet. Daher ist eine Kalibrierung der Sensoren von Zeit zu Zeit unerlässlich, um genaue und verlässliche Messergebnisse zu haben. Hierzu wird der Nullpunkt der Sensoren üblicherweise mit Stickstoff kalibriert. Es ist empfehlenswert, bei längeren Online-Messungen den Nullpunkt regelmäßig zu kalibrieren. Die Kalibrierung in einem zweiten Punkt wird mit einem Prüfgas bekannter Zusammensetzung vorgenommen. Empfehlenswert ist es, die Zusammensetzung des Prüfgases ähnlich der Gaszusammensetzung der Ofenatmosphäre zu wählen. Benutzt man als Trägergas z. B. Endogas aus Methan, dann sollte die Zusammensetzung des Prüfgases wie folgt aussehen: 20 % CO, 0,5 % CO₂, 40 % H₂, 2 % CH₄ und Rest N₂. Die Messunsicherheit ergibt sich aus der Güte der Analyse des Prüfgases, die im Allgemeinen bei 1 % der Gaswerte liegt.

3. Auswahl des CO₂-Messbereiches

Die richtige Auswahl des CO₂-Messbereiches beeinflusst wesentlich die Genauigkeit der Berechnung des C-Pegels. Aus dem Zusammenhang zwischen dem C-Pegel, der Temperatur und CO₂ [4] ist es ersichtlich, dass man in den gängigen Aufkohlungsatmosphären mit einem Messbereich von 0 ... 0,5 % CO₂ (Volumenprozent) sehr gut auskommt. Bei einem Messfehler von 1 % vom Messwert erreicht man damit eine Genauigkeit von 0,005 % CO₂. Diese würde in einer Atmosphäre mit 20 % CO bei der Temperatur von 920 °C und dem C-Pegel von 1,10 % C einer C-Pegelgenauigkeit von 0,05 % C entsprechen. Würde man einen CO₂-Sensor mit einem viel höheren Messbereich verwenden, so

wäre die Ungenauigkeit in der Messung und in der C-Pegelberechnung so groß, dass sich diese Methode als Referenzmessung für den C-Pegel nicht mehr eignen würde.

Sollte das Gasanalysegerät auch für Messungen in Atmosphären mit höheren CO₂-Gehalten verwendet werden (z. B. beim Härten), empfiehlt sich die Verwendung eines Gerätes mit zwei CO₂-Sensoren. Das MGas 5.x (Bild 7) verfügt genau über diese Möglichkeit mit einer automatischen Messbereichumschaltung. Das Gerät entscheidet aufgrund des Messwertes, welcher Sensor der richtige ist. Liegt der Wert im Übergangsbereich der zwei Sensoren, so wird die Messung mit beiden Sensoren durchgeführt und die Messergebnisse entsprechend gewichtet. Damit wird die Genauigkeit der Messung in diesem Bereich zusätzlich erhöht.

Weitere Aufschlüsse aus der Gasanalyse

Die Gasanalyse wird in der Praxis nicht nur als Referenzmessung für den C-Pegel benutzt. Sie liefert auch weitreichende Aufschlüsse über den Zustand des Ofens und der Ofenatmosphäre.

So kann man z. B. aus der CH₄-Messung sehen, ob die Atmosphäre im Gleichgewichtszustand ist. Ist der Wert zu hoch, so ist es ein Hinweis für eine schlechte Gasaufspaltung. Das Verhältnis von CO und H₂ gibt Aufschluss über das Eindringen von Wasser im Ofen. Anhand dieser wenigen Beispiele kann man sehen, dass die Gasanalyse sehr wichtig bei der Ermittlung der Ursachen einer schlechten Aufkohlungsatmosphäre ist. Ohne Gasanalyse ist eine schnelle Fehlerbeseitigung fast unmöglich.

Die Gasanalyse ist auch sehr hilfreich bei der Überprüfung von Endogasgeneratoren. So kann man aus den CO- und CH₄-Messungen Informationen über den Zustand der Retorte und des Katalysators gewinnen. Sind die Retorte und der Katalysator in einem guten Zustand, liegt der Wert für CH₄ unter 1 % und der Wert von CO sollte in etwa den theoretisch errechneten Werten entsprechen (bei Endogas aus Methan ca. 20 % und bei Endogas aus Propan ca. 23,8 %). Liegt der Wert für CH₄ über 1 % und der Wert für CO unter den zu erwartenden Werten, so ist es ein Hinweis für die Verunreinigung des Katalysators bzw. für Undichtigkeiten in der Retorte. Auch in die-

sem Falle ist die Gasanalyse ein wichtiges Hilfsmittel bei Problemlösungen.

Fazit

Aus Gründen der Qualitätssicherung sind Referenzmessungen unverzichtbar. Im Prozess der Gasaufkohlung sind Temperatur und C-Potenzial die wichtigsten Parameter, welche regelmäßig überwacht bzw. überprüft werden müssen. Die Referenzmessung der Temperatur wird in der Praxis durch eine In-Situ-Überprüfung der Thermolemente, also in der Anlage vor Ort, durchgeführt. Für das C-Potenzial gibt es mehrere Methoden, die sich als Referenzmessungen eignen. Die in diesem Artikel vorgestellte Methode, nämlich die Gasanalyse mit NDIR-Sensoren, ist zudem ein wichtiges Hilfsmittel bei Problemlösungen.

Literatur

- [1] DIN EN ISO 9000: Qualitätsmanagementsysteme – Grundlagen und Begriffe (ISO 9000:2005), Beuth-Verlag GmbH, Berlin, 2005
- [2] DIN EN ISO 9001: Qualitätsmanagementsysteme – Anforderungen (ISO 9001:2008), Beuth-Verlag, Berlin, 2008
- [3] AIAG: CQI-9 Special Process: Heat Treat System Assessment. AIAG, 2006
- [4] AWT-Fachausschuss 5 Arbeitskreis 4 (Hrsg.): Die Prozessregelung beim Gasaufkohlen und Einsatzhärtten. Expert-Verlag, Renningen, 1997
- [5] C-Pegelregelung mit der O₂-Sonde und der L-Sonde. Vulkan-Verlag, Essen, 2009 ■

Dr. Džo Mikulović

MESA Electronic GmbH,
Geretsried

Tel. 0 81 71/7 69 30
E-Mail: dmikulovic@mesa-international.de



Dr. Dragan Živanović

Fakultät für Elektrotechnik,
Universität Niš, Serbien
MESA Electronic GmbH,
Niš, Serbien

Tel. 0 80 31/9 00 57 67 50
E-Mail: dzivanovic@mesa-international.com



Dipl.-Ing. (FH) Florian Ehmeier

MESA Electronic GmbH,
Geretsried

Tel. 0 81 71/7 69 30
E-Mail: fehmeier@mesa-international.de

