

# **Untersuchung der Wärmedämmung eines Hochtemperaturofens unter verschiedenen Ofenatmosphären und Drücken**

Anton Wilfart & Roland Waitz, Linn High Therm GmbH

Die Wärmeleitfähigkeit von porösen Feuerfest- und Dämmmaterialien hängt von der Feststoffart, von der Temperatur, von den Poren füllenden Gasen und vom Druck ab. Die Hersteller geben aber die Wärmeleitfähigkeit der Materialien im Allgemeinen nur für Luft bei Normaldruck an. Messwerte für andere Gase und Drücke sind kaum verfügbar. Eine verlässliche Methode zur Umrechnung von Messwerten auf andere Gase und Drücke ist bislang nicht bekannt.

Für den Anlagenbauer bedeutete das, dass Wandverluste von Öfen für spezielle Gase, hohe Drücke und für Vakuum häufig nur mit einer sehr hohen Unsicherheit abgeschätzt werden konnten. Unter- oder überdimensionierte Heizungen oder Isolationen waren daher die Folge.

Zur Lösung dieses Problems dient ein mit elektrischer Widerstandsheizung betriebener Hochtemperaturofen „Rubistar 100“ der Firma Linn High Therm GmbH. Dieser Ofen ist mit einer dreischichtigen Faserisolation für eine Maximaltemperatur von 1800 °C unter Luft- und Schutzgasatmosphäre mit einem Arbeitsdruck von bis zu 100 bar ausgelegt. Für technisch interessante Kombinationen von Temperatur, Druck und Gasatmosphäre wird die erforderliche Heizleistung bestimmt. Anhand dieser Messwerte erfolgt eine Extrapolation auf höhere Temperaturen und Drücke. Die daraus errechneten spezifischen Leistungen erlauben eine ökonomisch sinnvolle Leistungsauslegung anderer Ofenbaugrößen. Abschließend erfolgt die Untersuchung der Temperaturhomogenität in der Ofenkammer, um zu verifizieren, ob derartige Ofentypen dahingehende Kundenanforderungen erfüllen können.

## **Einleitung**

Zur Dimensionierung von hocheffektiven Isolationssystemen und im Sinne einer Kostenoptimierung ist eine möglichst genaue Kenntnis der effektiven Wärmeleitfähigkeit des jeweiligen Isoliermaterials erforderlich. In vielen Fällen decken die verfügbaren, gemessenen Daten den interessanten Einsatzbereich nur unzureichend ab. Dies gilt insbesondere dann, wenn eine Isolation unter Vakuum – die größte Herausforderung – realisiert werden soll, da hierbei neben den Materialeigenschaften und der Temperatur der Gasdruck als zusätzliche Einflussgröße in Erscheinung tritt. Aber auch der Betrieb unter Überdruck stellt in der Praxis eine bedeutende Anwendung dar. Aus der Literatur [1, 2] ist eine Vielzahl von Arbeiten bekannt, in denen Modellgleichungen zur Berechnung der effektiven Wärmeleitfähigkeit von dispersen Feststoffsystemen unter vereinfachender Berücksichtigung der physikalischen Zusammenhänge abgeleitet wird.

Auf Grund der regellosen, heterogenen Struktur der meisten Isoliermaterialien ist jedes Modell auf die Einführung von Konstanten zur Anpassung der experimentell gewonnenen Daten angewiesen. Zur Durchführung von Vergleichs- und Optimierungsrechnungen ist es erforderlich, dass zumindest kleinere Gruppen von Isoliermaterialien durch einen einheitlichen Satz von Anpassungskonstanten beschrieben werden, wobei insbesondere der Einfluss der Rohdichte und der Partikelgröße bzw. der Faserstärke quantitativ richtig zum Ausdruck kommen muss.

Die der gängigen Literatur entnommenen und anhand experimenteller Daten überprüften Modelle erfüllen diese Forderung nur unzureichend. Sie ermöglichen zwar eine hinreichende Wiedergabe der Abhängigkeit der effektiven Wärmeleitfähigkeit vom Druck, Gasart und Temperatur, nicht aber vom Dämmmaterial selbst.

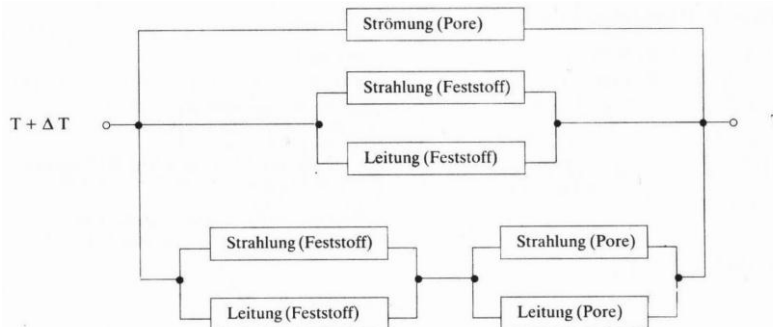
Ziel ist es deshalb, die Kenntnis der Zusammenhänge, d. h. den Einfluss solcher Größen wie Gasdruck und Gaszusammensetzung sowie Temperatur und Materialart zu überprüfen und ihre Widerpiegelung zu verbessern.

## **Wärmetransportmechanismen in porösen Stoffen**

Feuerfeste Werkstoffe sind heterogen poröse Mehrphasenkörper. Zur Modellierung des Wärmetransports in solchen Körpern benutzt man häufig die analogen Gesetzmäßigkeiten elektrischer und thermischer Leitfähigkeit. Das Verhältnis von charakteristischer Länge  $l_k$  zum Produkt aus Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  und durchströmter Querschnittsfläche  $A$  wird als thermischer Widerstand  $R$  definiert, so dass

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R} \quad (1)$$

analog dem Ohmschen Gesetz geschrieben werden kann. Analytische Modelle zur Beschreibung der Wärmeleitfähigkeit in porösen Körpern sind meist aus Parallel- und Reihenschaltungen von thermischen Widerständen aufgebaut. Den einzelnen Gefügebestandteilen werden thermische Widerstände gemäß den Bedingungen für den Wärmetransport zugeordnet. Daraus resultieren je nach Voraussetzung für die Modellierung unterschiedliche Schaltungen und schließlich mehr oder weniger komplizierte mathematische Ausdrücke, die die Wärmeleitfähigkeit als Funktion der Porosität, weiteren Gefügemerkmalen, der Temperatur und der Wärmeleitfähigkeit der festen und gasförmigen Phase enthalten. Bild 1 zeigt eine mögliche Schaltung der Widerstände, die alle bekannten Wärmetransportprozesse beinhaltet:



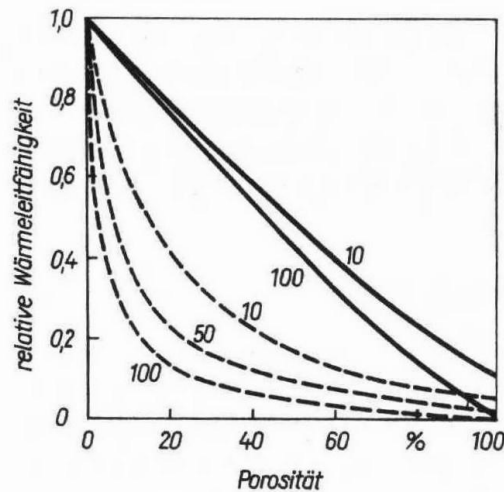
**Bild 1** Modellschema des Wärmetransportes in mehrphasigen, porösen und heterogenen Körpern in Form eines Widerstandsnetzwerkes [1]

Somit kann die Wärme vom Ort  $T + \Delta T$  zum Ort mit der geringeren Temperatur  $T$  über vier Wege gelangen:

- Durch eine Strömung durch die Poren, wobei das strömende Medium Energie transportiert
- Durch Konduktion und/oder Strahlung des porenfreien Feststoffes
- Durch Konduktion und/oder Strahlung des von Poren unterbrochenen Feststoffes
- Durch Konduktion und/oder Strahlung der Poren.

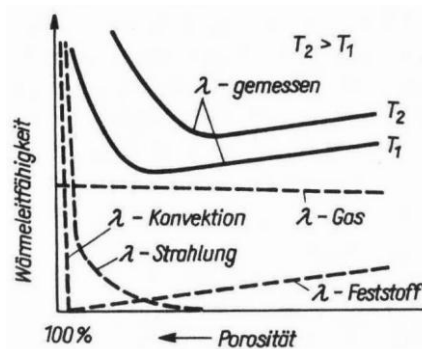
Das in Bild 1 gezeigte allgemeine Modell kann für verschiedene Isoliermaterialien wesentlich vereinfacht werden. So erfolgt der Wärmetransport in den üblichen Isoliermaterialien, wie z. B. in einem Schamottestein praktisch nur durch Wärmeleitung im Feststoff und Strahlung in den Poren. Dieser Spezialfall enthält in Bild 1 im mittleren Strang nur die Widerstände Leitung (Feststoff) und im unteren Strang die Widerstände Leitung (Feststoff) und Strahlung (Pore). Andererseits kann bei Isoliermaterialien, wie z. B. Faserisoliermaterialien, eine beträchtliche Wärmemenge infolge einer Durchströmung der locker gepackten Fasern und einer Strahlung innerhalb der amorphen Fasern transportiert werden, so dass sich die analytische Beschreibung wesentlich schwieriger gestaltet.

Mit den üblichen Messverfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit wird der Wärmetransport (der eigentliche Enthalpietransport) infolge einer Durchströmung der Isoliermaterialien durch Gase explizit nicht erfasst. Beim praktischen Einsatz dieser Werkstoffe tritt dieser Wärmetransportprozess aber auf. Der allgemeine Fall der Wärmeleitfähigkeitsverläufe für Mischungen zweier Phasen mit unterschiedlichem  $\lambda$ , deren Verhältnis als Parameter an den Kurven aufgetragen ist, wird in Bild 2 unter Verwendung des Modells in [2] gezeigt. Man erkennt deutlich, dass die Porosität die Wärmeleitfähigkeit stark reduziert, wenn die Gasphase kontinuierlich vorliegt. Eine diskontinuierlich in den Poren verteilte Phase senkt die Wärmeleitfähigkeit etwa linear mit der Porosität. Diese Aussage wurde experimentell bei Schamotte- und Korundsteinen bis zu Porositäten von rund 60 % und Temperaturen von bis zu 1500 °C bestätigt.



**Bild 2** Relative Wärmeleitfähigkeit für verschiedene Mischungsverhältnisse zweier Phasen mit unterschiedlicher Wärmeleitfähigkeit, wobei deren Verhältnis gegen die Porosität aufgetragen ist [1]

Bei höheren Porositäten gelten die im Bild 3 erläuterten Vorgänge abweichend von den bisher beschriebenen Modellen. Bild 3 zeigt gestrichelt die einzelnen Wärmetransportprozesse. Mit Erhöhung der Porosität steigt die relative Menge des Gases im feuerfesten Werkstoff und somit auch der Wärmestrom innerhalb der Gasphase, äquivalent sinkt die Wärmeleitung bedingt durch die feste Phase. Die Komponenten der Wärmeströme infolge unterschiedlicher Transportmechanismen summieren sich zur effektiven Wärmeleitfähigkeit, die im Bild 3 mit den durchgezogenen Linien dargestellt sind. Die effektive Wärmeleitfähigkeit besitzt immer dann ein Minimum in Abhängigkeit der Porosität, wenn Strahlung bzw. Konvektion am Wärmetransport beteiligt sind. Das Minimum verschiebt sich mit steigender Temperatur hin zu geringeren Porositäten, da der Strahlungswärmetransport gegenüber dem Leitungswärmetransport stärker mit der Temperatur zunimmt. Bei Porositäten unterhalb dem Minimum der Wärmeleitfähigkeit nimmt die effektive Wärmeleitfähigkeit allmählich den aus Bild 2 bekannten Verlauf an. Das Auftreten einer minimalen Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Porosität bedeutet, dass es für Wärmedämmstoffe eine optimale Porosität bzw. Rohdichte gibt, die den größten Wärmedämmeffekt hervorruft.



**Bild 3** Wärmetransportmechanismen (gestrichelt) und effektive Wärmeleitfähigkeit (durchgezogen) bei hohen Porositäten [1]

Die Wärmeleitfähigkeit ist etwa linear von der Porengröße abhängig, wie aus verschiedenen Modellen hervorgeht. Unterschreitet die Porengröße die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle, die unter 100 nm liegt, erfolgt eine deutliche Absenkung der Wärmeleitfähigkeit des Porengases. Damit ist zu erklären, dass so genannte mikroporöse Wärmedämmstoffe eine geringere Wärmeleitfähigkeit als ruhende Luft aufweisen können.

## Begriffserläuterung der effektiven Wärmeleitfähigkeit

Die effektive Wärmeleitfähigkeit eines Isoliermaterials ist das Resultat der elementaren Wärmetransportprozesse. Die Differenzialgleichung

$$d\left(\frac{\partial Q}{\partial t}\right) = -\lambda \cdot \text{grad} T \cdot dA \quad (2)$$

wird nicht nur für homogene Körper, sondern auch für heterogene, mehrphasige und poröse Materialien angewendet, dabei sind: grad T = örtlicher Temperaturgradient, Q = Wärmemenge,  $\lambda$  = Wärmeleitfähigkeit, t = Zeit,  $\frac{d}{dA}\left(\frac{\partial Q}{\partial t}\right)$  = differenzieller Wärmestrom durch das Flächenelement dA.

Die in Experimenten gemessene und tabellarisch angegebene Wärmeleitfähigkeit eines feuerfesten Werkstoffes ist damit nicht mehr ein Maß für den Wärmetransport durch die Leitung, sondern gilt für den Gesamtwärmetransport unabhängig vom Wärmetransportmechanismus innerhalb des feuerfesten Materials. Diese effektive Wärmeleitfähigkeit schließt somit den Gesamtwärmestrom durch Leitung, Strahlung und eventuell Konvektion ein. Die effektive Wärmeleitfähigkeit ist eine Stoffeigenschaft, die angibt, wie groß in einem Temperaturfeld der Wärmestrom ist, der unter der Wirkung der Temperaturdifferenz über eine festgelegte Länge eine definierte Fläche in Richtung der Normalen durchströmt. Die Wärmeleitfähigkeit der Isoliermaterialien steigt mit der Temperatur, wenn sie bei Raumtemperatur unter  $1 \text{ W} / (\text{m} \cdot \text{K})$  liegt, und fällt, wenn sie bei Raumtemperatur wesentlich höher als  $1 \text{ W} / (\text{m} \cdot \text{K})$  ist. Dieses Verhalten erklärt sich aus den unterschiedlichen Anteilen an Poren und Feststoff sowie dem Strahlungswärmetransport in hochporösen, d. h. bei Raumtemperatur wenig leitenden, bei hohen Temperaturen aber wärmedurchlässigen Materialien. Im Gegensatz dazu besitzen niedrigporöse Werkstoffe aufgrund der hohen Wärmeleitfähigkeit der Feststoffphase bei Raumtemperatur eine große Wärmeleitfähigkeit, bei hohen Temperaturen wegen des negativen Temperaturkoeffizienten dieser Feststoffe eine geringere Wärmeleitfähigkeit.

Für poröse mehrphasige Werkstoffe kann als empirische Beziehung nach [1] geschrieben werden:

$$\lambda_{\text{eff}} = a \cdot \frac{1}{T} + b \cdot \sqrt{T} + c \cdot T^3 \quad (3)$$

Der erste Summand in Gleichung (3) beschreibt die reine Wärmeleitung der porenfreien kristallinen Phase. Dabei charakterisiert a die stoffliche Abhängigkeit der Wärmeleitung. Der zweite Summand stellt die reine Wärmeleitung in den Luftporen und in einer nicht kristallinen Substanz dar. Der ebenfalls stoffabhängige Koeffizient b soll zur Gesamtporosität umgekehrt proportional sein. Der dritte Summand gibt die innere Wärmestrahlung wieder, wobei der Koeffizient c ein Maß für die Wärmeübertragung durch Strahlung ist. Aus Gleichung (3) kann man für Isoliermaterialien folgende Aussagen ableiten:

- Der innere Strahlungstransportanteil nimmt mit steigender Temperatur wesentlich schneller zu als der Leitungsanteil. Bei hohen Temperaturen findet der Wärmetransport weitgehend durch innere Wärmestrahlung statt.
- Der Leitungsanteil wird bei konstanter Temperatur mit steigender Gesamtporosität geringer.
- Der Strahlungsanteil wird bei gleicher Temperatur mit kleinerem mittleren Porendurchmesser geringer. Er wird wesentlich durch den Abstand der Strahlungsflächen und somit durch die Porengrößenverteilung beeinflusst.
- Bei Leerraumanteil wird ein Isoliermaterial mit kleinerem mittleren Porendurchmesser einen geringeren Anstieg der effektiven Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur zeigen.
- Bei Anisotropien bzw. Texturen, besonders bei zufälligen Porenvolumenstrukturen, kann die effektive Wärmeleitfähigkeit richtungsabhängig sein.

Fasst man alle dargestellten Aussagen zusammen, kann man die Anforderungen an einen Isoliermaterial mit minimaler Wärmeleitfähigkeit formulieren.

- Die Porosität ist auf die Einsatztemperatur bzw. das zu dämmende Temperaturgefälle abzustimmen. Die Wärmeleitfähigkeit sinkt mit steigender Einsatztemperatur.
- Die Poren sollen möglichst klein sein.
- Risse, Spalten und Grobporen, die einen konvektiven Wärmetransport ermöglichen, sind zu vermeiden. Dies ist insbesondere bei der Schichtung mehrerer Isolationsplatten zu beachten

Ein Isoliermaterial mit maximaler Wärmeleitfähigkeit wäre durch folgende Maßnahmen zu erreichen:

- Der Werkstoff soll weitgehend porenfrei sein.
- Die Feststoffphase soll aus einer dichtgepackten Kristallstruktur aus Atomen mit möglichst geringer relativer Masse aufgebaut sein, aus möglichst großen Kristallen mit einer hohen Ordnung im Gitter, ohne Mikrorisse oder amorphe Anteile bestehen, möglichst einphasig sein und eine hohe Transparenz besitzen.

- Zusätze von Graphit oder SiC erhöhen die Wärmeleitfähigkeit üblicher feuerfester Werkstoffe. Für Sonderfälle sind BeO und AlN die Materialien mit der höchsten Wärmeleitfähigkeit.

## Einfluss des Druckes auf die Wärmeleitfähigkeit

Experimentelle Arbeiten zeigen, dass die Wärmeleitfähigkeit des in einem porösen Medium befindlichen Gases vom reinen Stoffwert abweichen, kann, woraus folgt, dass auch die Dimensionierung des umschließenden Raumes – z. B. Poren in Dämmmaterialien – eine entscheidende Rolle spielt. Dieses Phänomen ist mit Hilfe der kinetischen Gastheorie erklärbar, wobei hierin die Knudsen-Zahl  $Kn$  das Verhältnis zwischen der mittleren freien Weglänge der Gasmoleküle  $l_g$  und des Porendurchmesser  $d_p$  beschreibt.

$$Kn = \frac{l_g}{d_p} \quad (4)$$

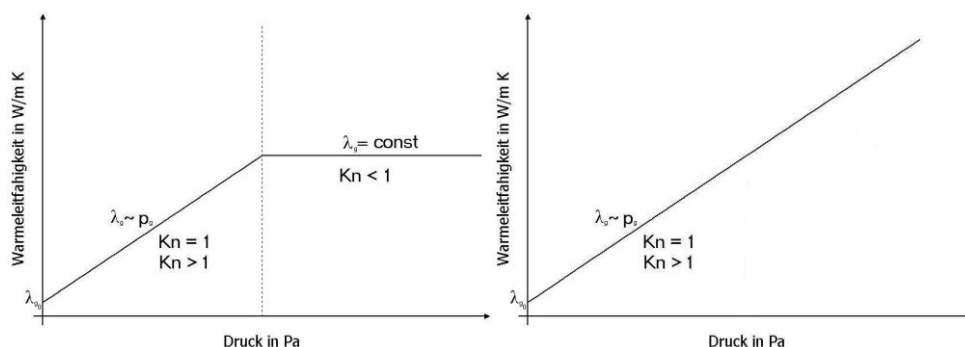
Die Wärmeleitfähigkeit eines idealen freien Gases errechnet sich gemäß der kinetischen Gastheorie wie folgt ( $c_g$ : spezifische Wärmekapazität,  $\rho_g$ : Dichte,  $v_g$ : mittlere Geschwindigkeit der Gasmoleküle,  $l_d$ : mittlere freie Weglänge des Gases):

$$\lambda_{g_0} = \frac{1}{3} \cdot c_g \cdot \rho_g \cdot v_g \cdot l_d \quad (5)$$

Weitere Details können [3] entnommen werden. Zusammengefasst kann man drei Fälle unterscheiden:

- $l_g \ll d_p$ , die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  ist unabhängig vom Druck
- $l_g \gg d_p$ , die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  ist bei gegebener Temperatur proportional zum Gasdruck, bei konstantem Gasdruck ist  $\lambda$  proportional zu  $1/\sqrt{T}$
- $l_g \approx d_p$ , die Wärmeleitfähigkeit ist druckabhängig, eine genauere Aussage ist nicht möglich.

Man spricht vom ersten Fall, wenn der Porendurchmesser bzw. der Abstand der begrenzenden Wände  $d_p$  konstant und wesentlich größer ist als die mittlere freie Weglänge der  $l_g$  der Gasmoleküle. Der zweite Fall tritt dann ein, wenn die Poren zu klein sind und gleiche Durchmesser haben. In der Praxis treten diese Fälle aber nicht auf, da die Poren meist verschiedene Formen bzw. Durchmesser haben. Dies lässt sich wie folgt grafisch darstellen (Bild 4 links): Bei konstanter Porengröße kann der Porendurchmesser mit der mittleren freien Weglänge der Gase verglichen werden. Die Knudsen-Zahl ist bei kleinen Drücken größer oder gleich 1. Die mittlere freie Weglänge sinkt bei Erhöhung des Drucks [3], was eine Verringerung der Knudsen-Zahl zur Folge hat. Somit ist die Wärmeleitfähigkeit unabhängig vom Druck.



**Bild 4** Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit vom Druck bei konstanter (links) und unterschiedlicher (rechts) Porengröße

Bei unterschiedlichem Porendurchmesser (Bild 4 rechts) spielt der Durchmesser der Mikroporen eine entscheidende Rolle, jene Poren, deren Durchmesser wesentlich kleiner ist als die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle, beeinflussen die Wärmeleitfähigkeit des Isoliermaterials.

Bei der Verifizierung dieser Theorie in Experimenten stößt man jedoch auf das Problem, dass sich in gängigen Thermoprozessanlagen die Wärmeleitfähigkeit der Isolationsmaterialien nicht leicht bestimmen lässt. Sie steht aber im unmittelbaren Zusammenhang mit der erforderlichen Heizleistung, die der Ofenbauer zu installieren hat, um Kundenvorgaben hinsichtlich Aufheizrate und Temperaturgleichmä-

ßigkeit zu erfüllen. Leistungen lassen sich dagegen unmittelbar messen, und Tendenzen lassen sich direkt auf die effektive Wärmeleitfähigkeit übertragen, so dass ein Vergleich mit der Theorie möglich ist. Alle durchgeführten Versuche beschränken sich daher auf die Ermittlung der notwendigen Heizleistungen.

## Versuchsaufbau

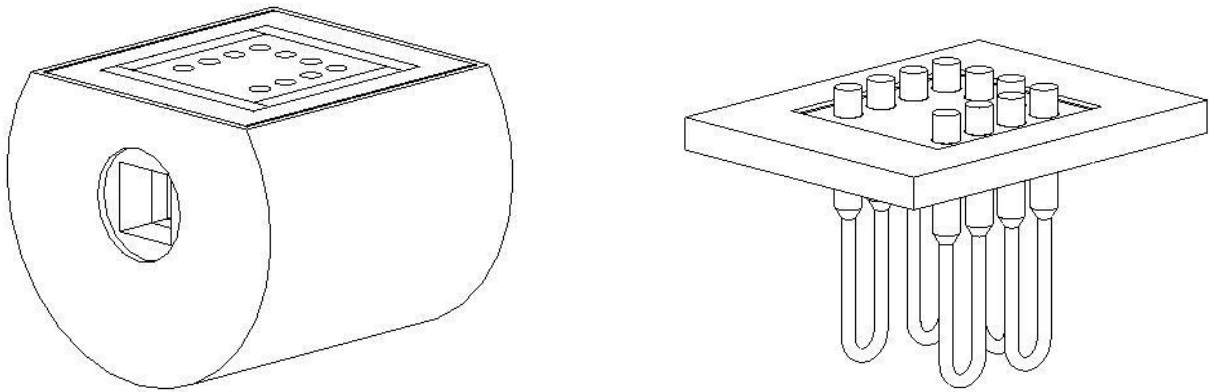
Für die Versuche wird ein Hochdruckofen vom Typ „Rubistar 100“ der Firma Linn High Therm GmbH verwendet (Bild 5). Dieser dient z. B. zur Wärmebehandlung von Corunden (Rubine, Saphire) im Diffusionsverfahren, um deren Farbton zu variieren oder auch zum Sintern von Pulvermetallen für Hartmetall-Schneidewerkzeuge.



**Bild 5** Hochdruck-Kammerofen „Rubistar 100“ der Firma Linn High Therm GmbH, rechts oben mit dem Kammerofen behandelte Corunde wie Rubine und Saphire (Corundum Mine Co. Ltd. Bangkok), unten Hartmetall-Schneidewerkzeuge (Boehlerit)

Der Ofen besitzt einen quaderförmige Nutzraum mit den Maßen 70 mm x 80 mm x 120 mm (B x H x T). Die im Rahmen dieser Versuchsreihe verwendete dreischichtige Isolation (Kombination aus Faser- und Porenmaterial) erlaubt unter oxidierender Atmosphäre eine Kurzzeitemperatur von 1800 °C, im Dauerbetrieb eine Temperatur von 1750 °C. Die aufwändige Isolation verspricht eine Temperaturgenauigkeit von  $\pm 10$  K, der Druckbehälter lässt Arbeitsdrücke bis 100 bar unter Luft, Argon und Stickstoff zu (Wasserstoffanteil maximal 5 %). Vor Prozessbeginn wird mit einer Vakuumpumpe bis  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar evakuiert. Für diese Experimente waren Kanthal-Super-Heizelemente mit einer typischen Leistung von ca. 5 kW installiert.

Die doppelwandige Vakuumkammer besteht aus dem Ofengehäuse und zwei Ofendeckeln. Trotz der aufwändigen Isolation muss der Druckbehälter wassergekühlt werden, um eine Oberflächentemperatur von unter 60 °C zu erzielen. Als Kühlmittel reicht normales Leitungswasser aus. Die Anlage besitzt zwei Anschlüsse für Schutzgas und Luft, letzterer lässt sich auch für eine zweite Schutzgaszufuhr nutzen. Ein weiterer Anschluss ist für den Vakuumpumpenanschluss vorgesehen. Die Vorderseite der Kammer weist eine quadratische Öffnung für die Chargierung auf, an der Oberseite sind Durchführungen für die Heizelemente angebracht (Bild 6 links).



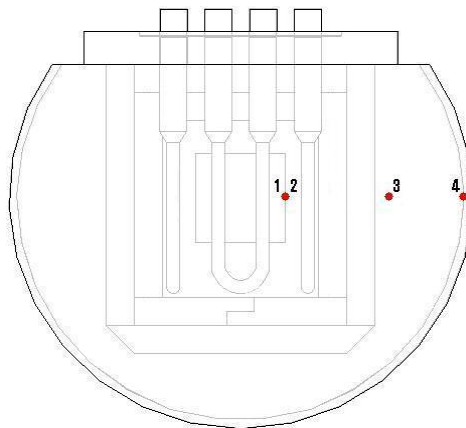
**Bild 6** Isolationseinsatz (links) und Kanthal-Super-1900-Heizelemente (rechts)

Die Beheizung erfolgt mit fünf Kanthal-Heizelementen, die senkrecht angeordnet und mit Hilfe einer Aluminiumschiene an der Hochdruckstromdurchführung angeschlossen sind (Bild 6 rechts).

Diese Heizelemente erlauben bei den im Rahmen dieser Experimente verwendeten Schutzgasen eine Maximaltemperatur von 1800 °C. Lediglich bei Verwendung von Wasserstoff sinkt die Einsatztemperatur bei maximal 5 % Wasserstoffanteil auf 1650 °C. Wie in jedem mit Widerstandsheizern operierenden Ofen liegt die Ofenraumtemperatur um ca. 30 bis 100 K unter der Heizelementtemperatur.

Zur Temperaturerfassung dienen vier Thermoelemente, von denen zwei allein für die Messung der Ofenkammertemperatur verantwortlich sind (Pt40Rh/Pt20Rh). Ersteres ist mit dem Sicherheitsregler verbunden, das zweite arbeitet mit dem Programmregler zusammen.

Das dritte Thermoelement (Typ S Pt-Rh), das sich in der mittleren Isolationsschicht befindet, misst die Temperaturänderung während der Aufheizphase. Das vierte Thermoelement (Typ K NiCrNi) ist im Außenmantel eingesetzt und zeigt praktisch die Änderung der Innenwandtemperatur. Die vollständige Anordnung ist in Bild 7 wiedergegeben.



**Bild 7** Anordnung der Thermoelemente, Blick von vorne in die Ofenkammer

## Versuchsdurchführung

Den Untersuchungen lag folgender Versuchsplan zugrunde:

- Möglichst schnelles Aufheizen aus dem kalten Zustand auf die Endtemperatur von 1000 °C bzw. 1700 °C
- Drei Stunden Haltezeit bei dieser Temperatur
- Abkühlen bei laufender Wasserkühlung auf 300 °C bei gleichzeitigem Druckabfall
- Öffnung des Ofens erst unter 300 °C

Alle Versuche wurden unter folgenden Atmosphären bei folgenden Drücken durchgeführt:

- Vakuum besser als  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar
- Luft: Normaldruck, 10 bar, 25 bar, 50 bar, 75 bar und 100 bar
- Argon: Normaldruck, 10 bar, 25 bar, 50 bar, 75 bar und 100 bar

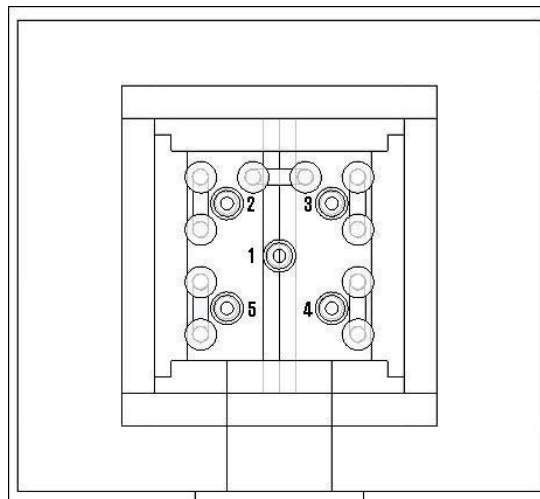
Dabei wurden folgende Temperaturen festgehalten:

- Kammertemperatur (Thermoelement 2)
- Temperatur in der Isolationsmitte (Thermoelement 3)
- Innenwandtemperatur des Druckbehälters (Thermoelement 4)

Weiterhin wurden folgende Messwerte aufgenommen:

- Vakuumdruck (nur bei Versuchen unter Vakuum)
- Heizleistung
- Kühlwasserdurchfluss
- Kühlwassereinlauf- und -auslauftemperatur

Weiterhin wurde die Temperaturhomogenität in der Ofenkammer mit Hilfe von keramischen Messringen (Durchmesser um 25 mm) untersucht. Diese Messringe bestehen aus keramischem Material und sind für verschiedene Messbereiche von knapp 1000 °C bis zu rund 1800 °C erhältlich. Das Messprinzip besteht darin, dass die Ringe in Abhängigkeit der maximal erzielten Temperatur eine Schwindung im Durchmesser aufweisen. Nach Messung des Enddurchmessers kann die zugehörige Temperatur in den Tabellen des Messringherstellers ermittelt werden. Damit die Ringe ungehindert schwinden können, sollten sie auf feines Aluminiumoxidpulver gelegt werden, um die Messung verfälschende Reibungseffekte zu vermeiden. Ferner ist eine derartige Messung erst dann aussagekräftig, wenn die Temperatur ca. drei Stunden konstant gehalten wurde. Bild 8 zeigt die Anordnung der Ringe in der Ofenkammer, wobei alle Ringe auf halber Höhe fixiert wurden. Eine Untersuchung der Temperaturhomogenität fand somit nur in der waagerechten Ebene statt.



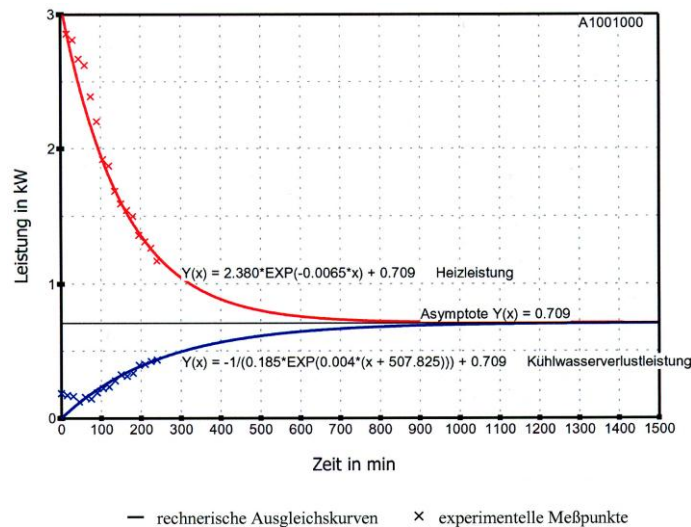
**Bild 8** Anordnung der Messringe in der Ofenkammer (Blick von oben). Links, rechts und an der Rückseite sind die Heizer zu erkennen

## Abhängigkeit der Heizleistung von Druck und Temperatur

Gemäß der Vorgabe wird für jede Kombination von Gasart, Druck und Temperatur die Heizkurve aufgenommen. Da der Ofen aufgrund der Transformatorleistung von rund 5 kW sehr viel Zeit zum Erreichen der Endtemperatur benötigen würde und der Zeitrahmen für die Messungen begrenzt war, wird die theoretisch notwendige Leistung durch Extrapolation ermittelt. Bild 9 zeigt die Heizleistung und die erforderliche Kühlleistung in Abhängigkeit der Zeit am Beispiel der Messung für 1000 °C Endtemperatur unter 100 bar Argonatmosphäre.

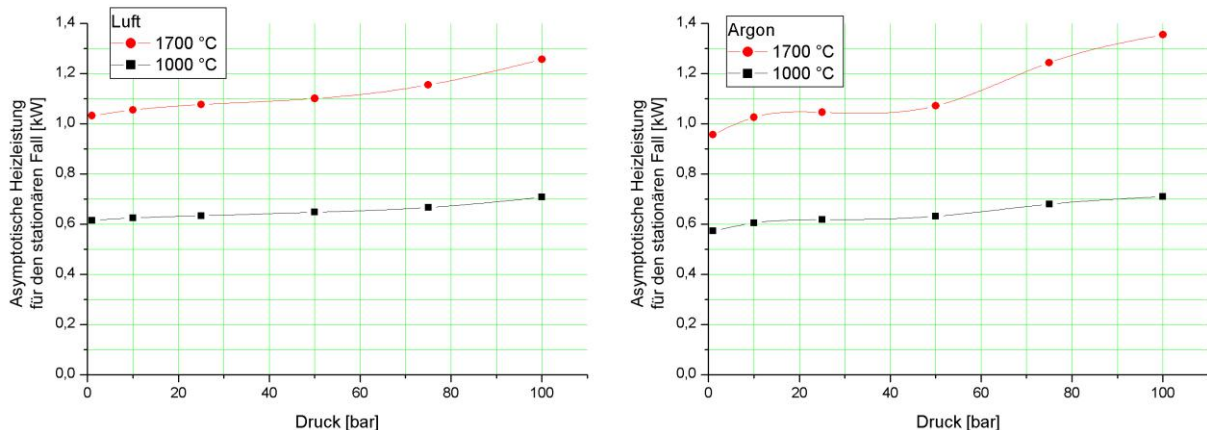
Nach vier Stunden wurde die Messung abgebrochen und die Leistung für den stationären Zustand per Extrapolation ermittelt. Die Kühlwasserverlustleistung kann aus der Temperaturdifferenz zwischen Wasservorlauf und -rücklauf und dem konstanten Wasserfluss berechnet werden.





**Bild 9** Messkurve für 1000 °C Endtemperatur unter 100 bar Argonatmosphäre

Der asymptotische Grenzwert der Heizleistung ist zwar nicht mit der tatsächlichen Leistung gleichzusetzen, die der Ofenbauer in eine Anlage dieser Bauart zu installieren hat, doch erhält man mit dieser Messmethode bereits relative Leistungen in Abhängigkeit von Gasatmosphäre, Druck und Endtemperatur. Die so aus den Einzelmessreihen ermittelten asymptotischen Heizleistungen für den stationären Fall lassen sich gegen den Ofendruck auftragen (Bild 10).



**Bild 10** Die per Extrapolation gewonnenen stationären Leistungen in Abhängigkeit des Druckes für Luft (links) und Argon (rechts)

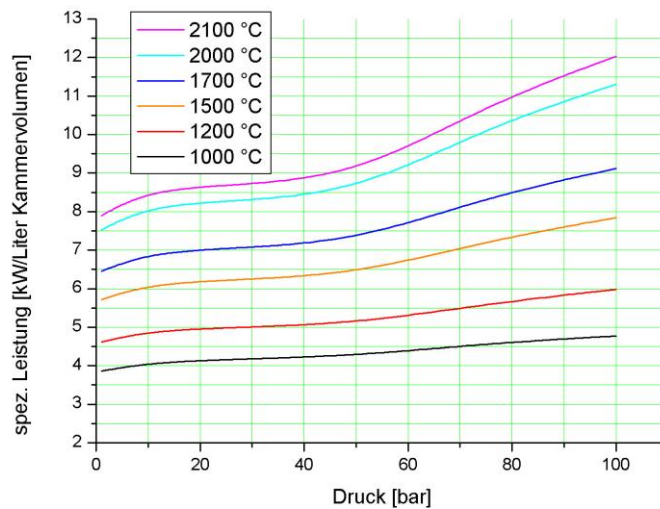
Da sich die Messergebnisse für Luft und Argon nicht wesentlich unterscheiden, erfolgt die weitere Auswertung nur noch mit Argon als Prozessgas; hier liegt die erforderliche Leistung um maximal 10 % über derjenigen bei Luftatmosphäre.

Im Rahmen dieser Versuchsreihe erfolgte die Leistungsberechnung für die häufig benötigten Endtemperaturen von 1000 °C und 1700 °C. Das Produktspektrum von Linn High Therm deckt aber auch Maximaltemperaturen bis 2100 °C ab. Noch höhere Temperaturen sind nur mit anderen Isolationsmaterialien und Heizern realisierbar; da sich erstere aber hinsichtlich der Wärmeleitfähigkeit von der hier verwendeten Kombination von Dämmmaterialien unterscheiden, ist eine Übertragung der Messergebnisse nur näherungsweise möglich.

Geht man von einem konstanten Druck aus, kann man für die Interpolation zwischen 1000 °C und 1700 °C und für die Extrapolation bis 2100 °C näherungsweise eine Leistungszunahme dritten Grades annehmen, d. h. man geht bei jedem Druck von drei Messpunkten aus (0 kW für Raumtemperatur sowie die gemessenen stationären Leistungen für 1000 °C und 1700 °C) und interpoliert mit einem Polynom dritten Grades.

Um die gewonnenen Ergebnisse auf andere Ofengrößen gleicher Bauart übertragen zu können, ist es vorteilhaft, anstelle der absoluten Leistung die spezifische Leistung, also die Leistung pro Liter Nutzvolumen anzugeben. Im letzten Berechnungsschritt erfolgt schließlich die Umrechnung der im Versuch gewonnenen stationären Leistung auf die real zu installierende Heizleistung. Dieser Vorgang ist allerdings nur schwer anhand der Messergebnisse durchführbar, sondern hier kommt die langjährige Er-

fahrung im Ofenbau zum Tragen. Als Referenzwert dient die Tatsache, dass ein Ofen dieser Bauart mit einer Maximaltemperatur von 2100 °C bei einer Aufheizzeit von rund zwei Stunden eine spezifische Leistung von ca. 12 bis 15 kW/Liter aufweisen muss, wenn bei einem Druck von 100 bar gearbeitet werden soll. Bild 11 zeigt die so umgerechnete Kurvenschar.

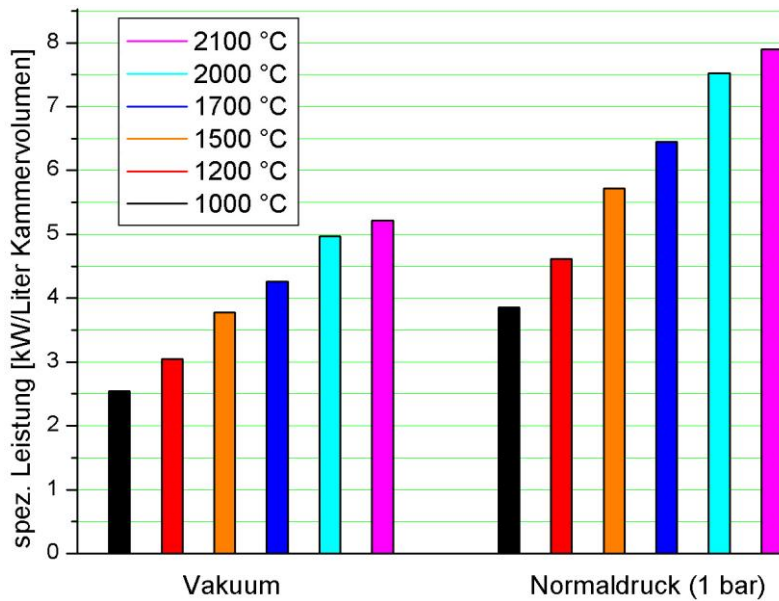


**Bild 11** Richtkurvenschar für die Auslegung von Hochtemperaturöfen bei Arbeitsdrücken bis 100 bar unter Luft- und Argonatmosphäre

Diese Kurven lassen sich ausschließlich auf Hochdrucköfen gleicher Bauart übertragen, d. h. sowohl die Dicke der einzelnen Isolationsschichten als auch deren Material dürfen sich hinsichtlich der Wärmeleitfähigkeiten (auch in Abhängigkeit der Temperatur) nicht wesentlich unterscheiden.

Der Kurvenverlauf lässt sich anhand der Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit vom Druck erklären. Offensichtlich besitzen die verwendeten Isolationsmaterialien eine näherungsweise konstante Porengröße, denn so lässt sich die Kurve in Bild 4 links unmittelbar auf die obige Schar übertragen. Zunächst wächst die Wärmeleitfähigkeit ( $Kn \geq 1$ ), folglich wächst auch der Leistungsbedarf mehr oder weniger stark, das entspricht etwa dem Bereich bis 80 bar. Bei höheren Drücken sinkt die Knudsen-Zahl auf Werte nahe 1, daher ist bis 100 bar ein sehr leichtes Abflachen der Kurvenschar festzustellen.

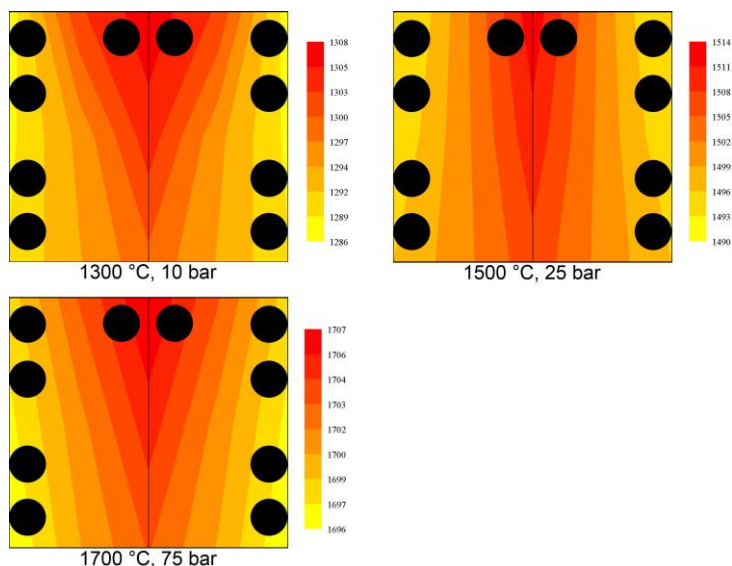
Weitere Messwerte wurden im Vakuumbetrieb aufgenommen, die Umrechnung in die spezifische Leistung sowie die Kalibrierung der Leistungswerte erfolgte analog zum Hochdruckbetrieb. Als Ergebnis ist festzuhalten, dass der Leistungsbedarf unter Vakuum rund zwei Drittel unter dem Wert im Betrieb unter Normaldruck (1 bar) liegt. Bild 12 zeigt den Vergleich der spezifischen Leistung zwischen Vakuumbetrieb und der Arbeit unter Normaldruck für den Temperaturbereich zwischen 1000 °C und 1700 °C. Auch dieses Verhalten lässt sich mit dem linearen Anstieg der Knudsen-Zahl bei geringen Drücken erklären – eine Reduzierung des Drucks auf unter  $10^{-3}$  mbar zieht gemäß Bild 4 eine Reduktion der Wärmeleitfähigkeit nach sich. Auch in der Literatur [6] wird darauf hingewiesen, dass unter Vakuum die Wärmeleitfähigkeit bei ca. 70 % des Wertes unter Normaldruck liegt.



**Bild 12** Richtwerte für die Auslegung von Hochtemperaturöfen unter Vakuum

## Temperaturgleichmäßigkeit

Unter Luftatmosphäre wurde die Temperaturgleichmäßigkeit mit Hilfe der Temperaturmessringe untersucht, um Erkenntnisse über den Einfluss des Druckes auf die Homogenität zu gewinnen. Diese ist von besonderem Interesse, da viele Betreiber solcher Hochdrucköfen eine Genauigkeit von besser als  $\pm 10$  K vom Ofenhersteller fordern, d. h. zwischen dem kältesten und heißesten Punkt innerhalb des Nutzraumes darf maximal eine Differenz von 20 K vorherrschen. Da sich die Montage mehrerer Thermoelemente bei sehr kleinen Öfen auf so engem Raum schwierig gestalten würde, wird auf die Messringe ausgewichen. Bild 13 zeigt die Temperaturverteilung für Temperaturen zwischen 1300 °C und 1700 °C im Druckbereich von 10 bar bis 75 bar.



**Bild 13** Temperaturverteilung in der Ofenkammer mit Blick von oben

Die Querschnitte durch die Heizelemente sind schwarz eingezeichnet. Auffallend ist in allen drei Fällen, dass – wie zu erwarten – an der Rückseite aufgrund des zusätzlichen Heizers die Temperatur am höchsten ausfällt. Eine Erhöhung von Druck und Temperatur wirkt sich positiv auf die Homogenität, da bei 1700 °C und 75 bar die maximale Differenz lediglich 11 K beträgt, während bei nur 1300 °C und 10 bar 22 K Unterschied zu beobachten sind. Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei höherer Temperatur und steigendem Druck mit zunehmender Dichte sich die Wärmeleitung gemäß Bild 4 verbessert. Insgesamt könnte diesem Ofen eine Temperaturgenauigkeit von ca.  $\pm 10$  K bescheinigt werden, vorausgesetzt man arbeitet unter Stickstoff- oder Luftatmosphäre. Messungen hinsichtlich der Tempera-

turhomogenität unter Argonatmosphäre wurden nicht durchgeführt, doch lässt sich aufgrund der schlechteren Wärmeleitfähigkeit von Argon ( $0,017 \text{ W / m} \cdot \text{K}$ ) im Vergleich zu Luft bzw. Stickstoff ( $0,026 \text{ W / m} \cdot \text{K}$ , Werte jeweils bei Raumtemperatur) darauf schließen, dass etwas höhere Temperaturabweichungen zu erwarten sind.

Unabhängig von der Atmosphäre ließe sich die Temperaturgenauigkeit optimieren, wenn an der Frontseite ebenfalls ein Heizer installiert würde, was allerdings die Chargierung erschwert.

## Fazit

Das grundsätzliche Ziel der Versuchsreihe bestand in der Untersuchung der Zusammenhänge zwischen der effektiven Wärmeleitfähigkeit von porösen Isoliermaterialien und verschiedenen einsatzbedingten Einflussfaktoren wie Temperatur, Gasart und Gasdruck. Hierbei wurden anhand eines Druckkammerofens verallgemeinerungsfähige Richtlinien aufgestellt, welche Heizleistung in Abhängigkeit der eben genannten Faktoren zu installieren ist. Dies erleichtert die Auslegung ähnlich konzipierter Öfen erheblich, da bislang keine verlässlichen Ergebnisse vorlagen und die Dimensionierung der Heizleistung oft mit einer gewissen Unsicherheit erfolgte. Außerdem lässt sich festhalten, dass die häufig geforderte Temperaturgenauigkeit von  $\pm 10 \text{ K}$  durchaus realisierbar ist, noch bessere Homogenitäten erfordern jedoch eine gezielte Optimierung hinsichtlich der Heizelementanordnung oder des Ofenkonzeptes, wie z. B. die Ausführung als Top- oder Bodenlader.

Diese Messungen brachten wertvolle Erkenntnisse bei der Auslegung eines 60-bar-Hochdruckofens für Temperaturen bis  $2000 \text{ }^\circ\text{C}$  unter Stickstoff- und Argonatmosphäre (Bild 14). Eine hohe Temperaturhomogenität (besser als  $\pm 10 \text{ K}$ ) gelang dort mit Hilfe der Ausführung als Toplader mit im Zylinderumfang installierten Heizelementen. Um die Aufheizzeit weiter zu verkürzen (ca. 45 Minuten), wurden unter Verwendung einer noch effektiveren Grafitisolation für 5 Liter Nutzraum 60 kW Heizleistung installiert, was einer spezifischen Leistung von  $12 \text{ kW/Liter}$  entspricht, die eingangs beschriebene Theorie liefert Werte um  $9,5 \text{ kW/Liter}$ . Trotz der aufwändigen Grafitisolation ist auch bei diesem Ofentyp eine Wasserkühlleistung von ca.  $17 \text{ kW}$  erforderlich, wie Versuche gezeigt haben.



**Bild 14** Rubistar Spezial in Ausführung als Toplader. Links das Umlaufkühlaggregat

## Literatur

- [1] Schulle W.: Feuerfeste Werkstoffe – 1. Auflage, Leipzig 1990
- [2] Euken A.: Die Wärmeleitfähigkeit keramischer feuerfester Stoffe, Forschung auf dem Gebiet des Ingenieurwesens, Berlin 83 (1932) 3/4, VDI-Bericht 353
- [3] Kittel C.: Einführung in die Festkörperphysik, Oldenburg, München 1973
- [4] Dubbel H.: Taschenbuch für den Maschinenbau, Springer-Verlag, Berlin 1993
- [5] VDI Wärmeatlas, Berechnungsblätter für den Wärmeübergang, 8. Auflage, Springer-Verlag Berlin 1997
- [6] Baems M., Hofmann H., Renken A., Chemische Reaktionstechnik, Band 1, 2. Auflage, Georg-Thieme-Verlag Stuttgart 1992