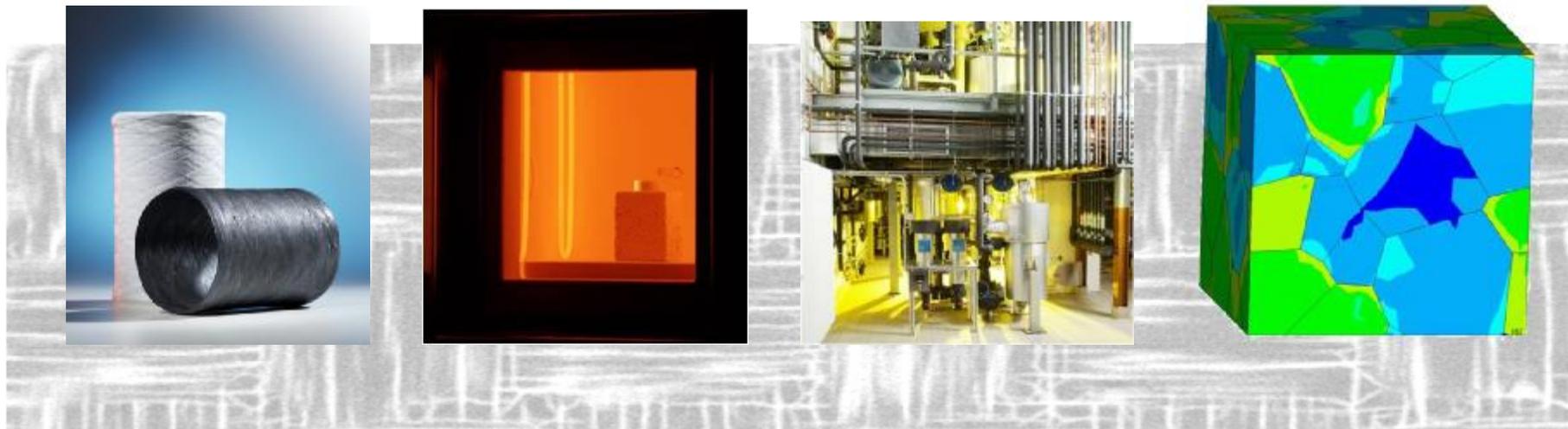


Freiberg 25.04.2018

Hochtemperaturprüfung von Feuerfestwerkstoffen mit neuartigen ThermoOptischen Messverfahren

Friedrich Raether, Jens Baber, Holger Friedrich
Fraunhofer-Zentrum für Hochtemperatur-Leichtbau HTL



Hohe Temperaturen - Effiziente Lösungen

Fraunhofer-Zentrum für Hochtemperatur-Leichtbau HTL



- n Gründung: 01.2012
- n Mutterinstitut: Fraunhofer ISC Würzburg
- n Mitarbeiter: 102 (52 PJ)
- n Laborfläche: 2000 m²
- n Haushalt 2017: 6,6 Mio. €

www.htl-fraunhofer.de

Nachhaltige Wärmebehandlungsprozesse in der Industrie – Projekt EnerTHERM



Mitwirkung:

- H. Goumnerov
- H. Zorzytzki
- J.M. Hausherr

Förderung: 9,5 Mio € durch StMWiVT , Laufzeit: 9.2012 – 1.2018

www.htl-enertherm.eu



 **Fraunhofer**

ISC / Zentrum HTL

© Fraunhofer

A photograph of a modern building facade with a complex, geometric, metallic-looking panel design. A tree is visible on the right side, and a wooden structure is in the foreground. The sky is blue with some clouds. A semi-transparent blue box is overlaid on the center of the image, containing text.

Hochtemperaturprüfung von Feuerfestwerkstoffen mit neuartigen ThermoOptischen Messverfahren

- n Herausforderungen
- n ThermoOptische Messverfahren TOM
- n TOM_wave und Thermoschockprüfungen
- n Anwendungen

Treibhausgasemissionen und Thermoprozesse

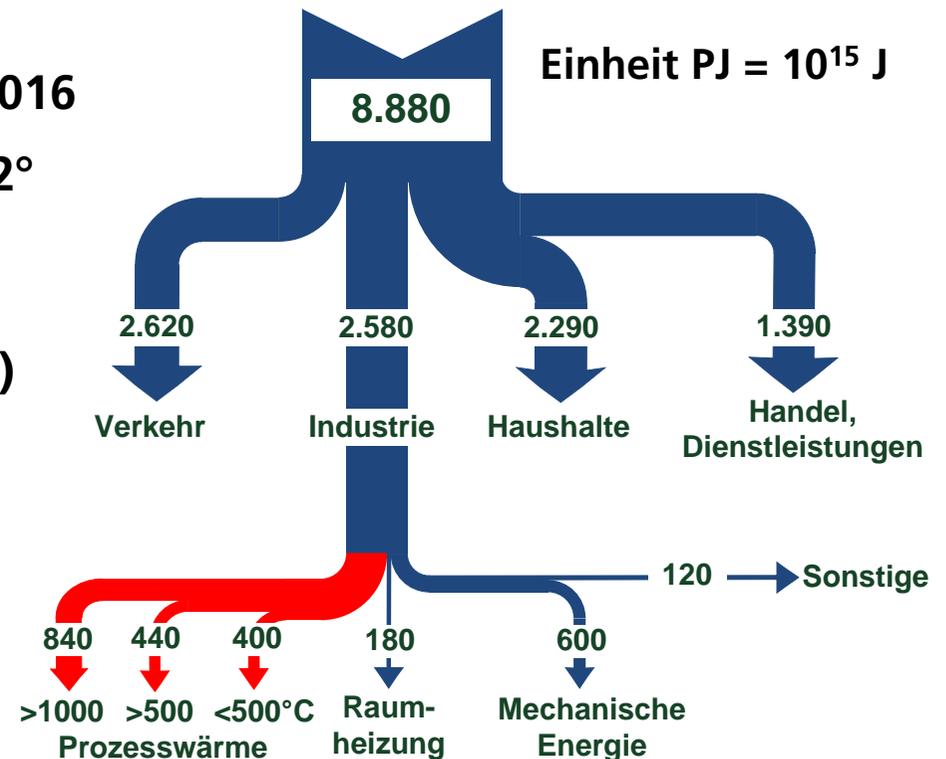
Politische Ziele

- n Parisabkommen in Kraft seit Nov. 2016
- n Begrenzung globale Erwärmung $< 2^\circ$
- n Absenkung in Bezug auf 1990
 - n 40% bis 2030 (EU)
 - n 80 – 95% bis 2050 (Deutschland)

Industrielle Anforderungen

- n Hohe Produktqualität
- n Geringe Prozessstreuung
- n Flexible Auslastung
- n Minimale Prozesskosten

à **Entwicklungsbedarf**



Quelle: *Arbeitsgemeinschaft Energiebilanzen 2016*

Herausforderungen für Feuerfestindustrie

- n Absenkung der Energieverluste durch die Ofenisolierung
- n Absenkung der Wärmekapazität der Brennhilfsmittel
- n Absenkung des CO₂-Fußabdrucks von Feuerfestmaterialien
 - § Energieeffizientere Herstellung
 - § Längere Lebensdauer
- n Anpassung von Feuerfestprodukten an neue Thermoprozesse und -anlagen



Anforderungen an Hochtemperatureigenschaften von Feuerfestmaterialien

Wärmeverluste durch Isolierungen

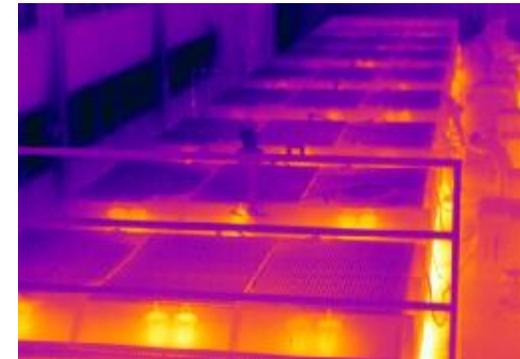
- n Niedrige Wärmeleitfähigkeit
- n Dimensionsstabilität

Wärmekapazität der Brennhilfsmittel

- n Niedrige spezifische Wärme
- n Niedriges Gewicht

Lange Lebensdauer

- n Thermozyklrierbeständigkeit
- n Kriechfestigkeit
- n Korrosionsbeständigkeit



Messmethoden für Hochtemperatur-Eigenschaften von Feuerfestmaterialien

Bedarf an hoher Genauigkeit und Reproduzierbarkeit

- n Benchmarking unterschiedlicher Produkte
- n Computerdesign von Wärmeprozessen



Nachteile von kommerziellen Methoden

- n Häufig geringes Messvolumen
- n Häufig keine Atmosphärenkontrolle

Nachteile genormter Verfahren

- n Häufig kein Transfer zu Finite-Elemente- Simulation



à Entwicklung von ThermoOptischen Methoden am HTL

The background of the slide is a photograph of a modern building with a facade made of grey, geometric panels. A large window is visible on the left side. In the foreground, there is a young tree with green leaves supported by wooden stakes. The sky is blue with some white clouds.

Hochtemperaturprüfung von Feuerfestwerkstoffen mit neuartigen ThermoOptischen Messverfahren

- n Herausforderungen
- n **ThermoOptische Messverfahren TOM**
- n TOM_wave und Thermoschockprüfungen
- n Anwendungen

Entwicklung ThermoOptische Messanlagen

Messgrößen

- n Dimensionsänderungen, Verformung
- n Kriechen, Anbacken, Benetzung
- n Gewichtsänderung, Schallemission
- n Thermoschock, Wärmeleitfähigkeit...

Atmosphären

- n Oxidisch, Inert, Wasserstoff, Überdruck, Vakuum, Gasverbrennung



TOM_ac
Kontrollierte
Atmosphäre
bis 2200°C



TOM_air
Messung an Luft bis 1750°C



TOM_wave
Luft und Inertgas
bis 1800°C

 **Fraunhofer**

ISC / Zentrum HTL

© Fraunhofer

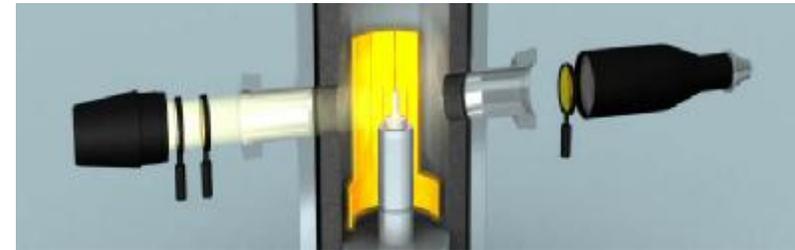
Historie der TOM-Anlagen

Anlage	Jahr	Auflö- sung μm	Laser- Flash	TG	Last	andere	Atmo- sphäre
TOM 1	1993	20	ü	-	-	-	var.
TOM 2	1998	1	ü	ü	ü	-	var.
TOMMI	2002	0.3	-	ü	ü	-	Luft
TOM_ac	2006	0.3	-	ü	ü	-	var.
TOM_imp	2010	-	-	-	-	1)	Luft
TOM_ir	2012	-	-	-	-	2)	Luft
TOM_air	2016	0.2	-	ü	ü	3)	Luft
TOM_metal	2016	0.3	-	-	-	-	var.
TOM_chem	2017	-	-	ü	-	4)	var.
TOM_wave	2017	0.3	ü	-	-	2)	var.
TOM_pyr	2017	-	-	ü	-	3)	var.

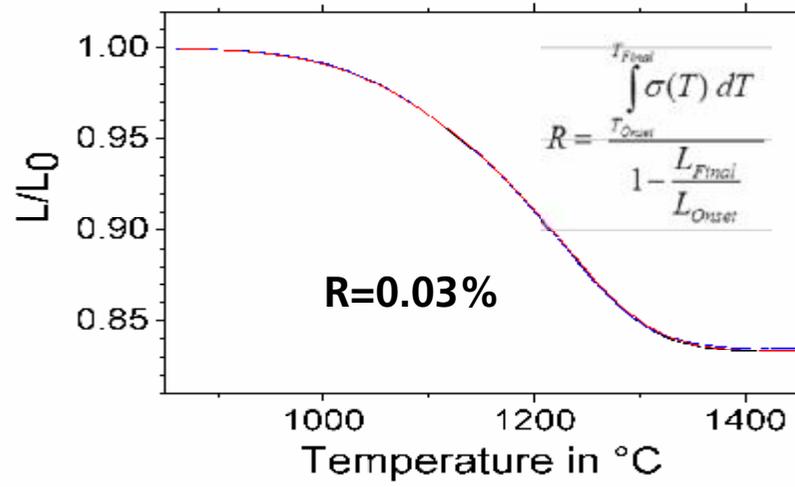
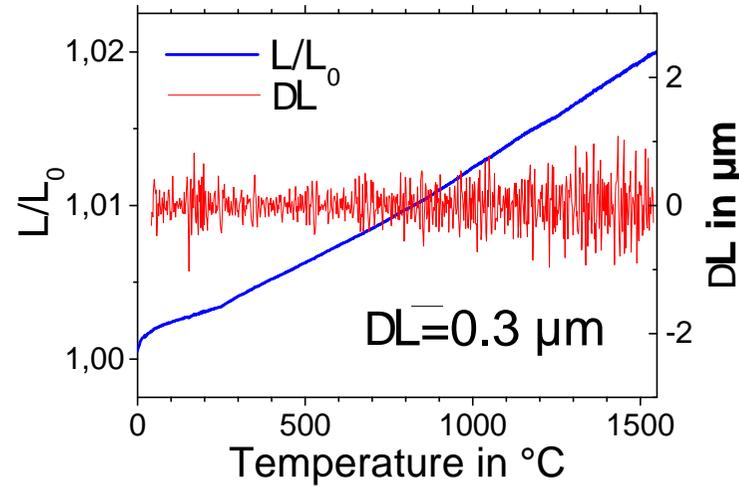
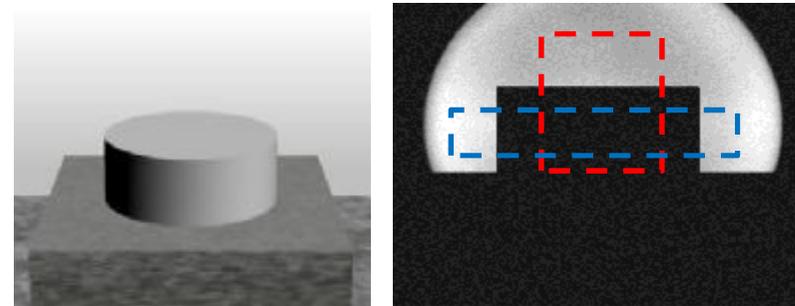
Größere Proben

1) Elektrische Impedanz, 2) Thermoschock, 3) Akustische Emission, 4) Korrosion

Optisches Messprinzip



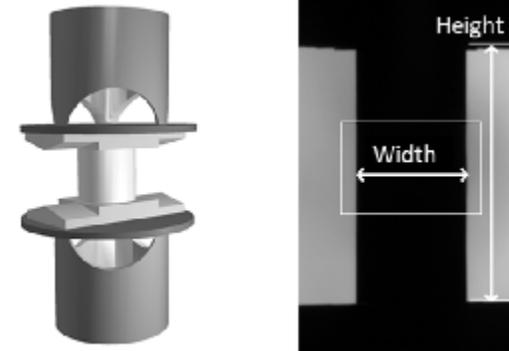
- n Schattenwurfverfahren
- n Ulbrichtkugel, telezentrische Optik
- n Korrektur von Verschiebungen
- n Variable Messfenster



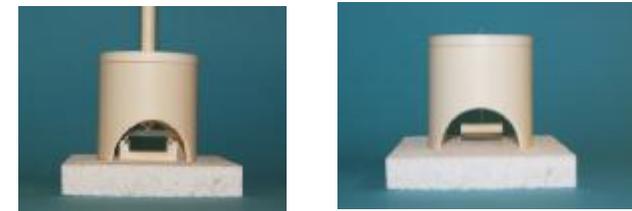
Raether, F., Springer, R., Beyer, St.; Mat. Res. Innov., 4 (2001)

Messung der uniaxialen Viskosität mittels TOM

- Lastdilatometrie $\rightarrow h, n (h \gg 10^{13} \text{ Pa}\cdot\text{s})$

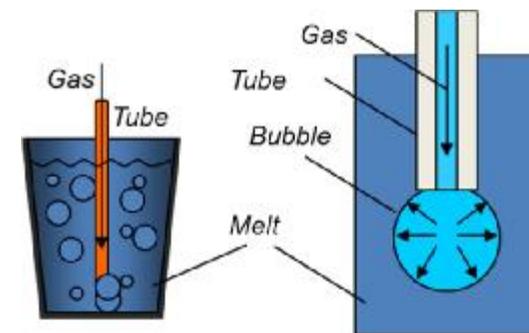


- Balkenbiegung ($10^8 \text{ Pa}\cdot\text{s} < h < 10^{14} \text{ Pa}\cdot\text{s}$)



- Fadenverlängerung ($h \gg 10^6 \text{ Pa}\cdot\text{s}$)

- Blasenfrequenz ($h < 10^2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$)



Wechselwirkung Feststoff-Schmelze

Benetzung

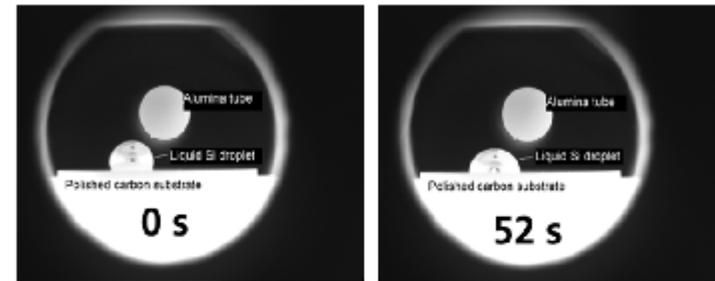
- n Liegender Tropfen...
- n Zeit- und Temperaturabhängigkeit

Infiltration

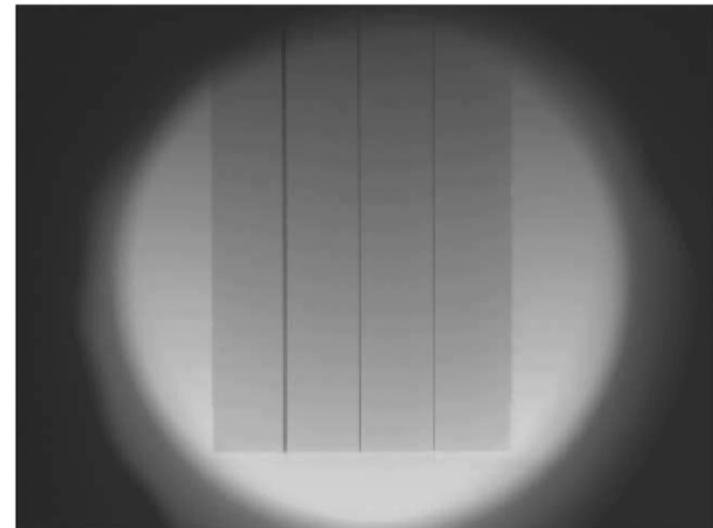
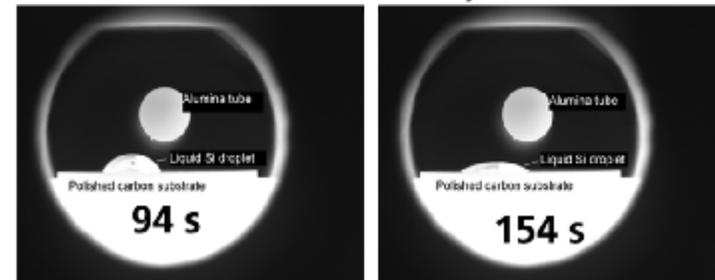
- n Korngrenzen
- n Porenkanäle
- n Spaltkapillaren

Reaktionen

- n Schlackenbildung
- n Exotherme Reaktionen
- n Verformung, Ausschwitzen
- n Blasenbildung



Si on Carbon, 1485°C



TOM_chem: Wechselwirkung Feststoff - Gas

Ofen /Prüfgase:

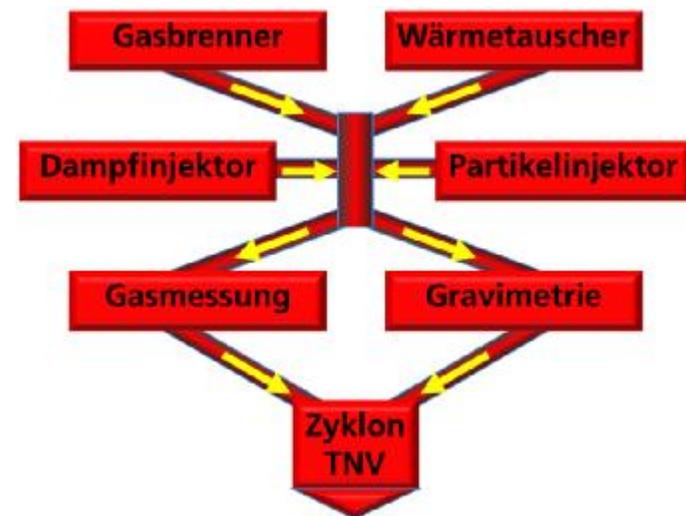
- n Gasverbrennung /Wärmetauscher
- n Maximaltemperatur 1500°C
- n Gasgeschwindigkeit regelbar bis 40 m/s
- n Staubbeladung (0,5 bis 100 µm) bis 10 g/Nm³
- n Dampferzeuger

Messgrößen:

- n Probenmasse
- n Gasgeschwindigkeit, -temperatur
- n Partikelstrom
- n Oberflächenstruktur
- n Tiefenprofile



RF



 **Fraunhofer**

ISC / Zentrum HTL

© Fraunhofer

RF13

Gasfluss in TOM_chem
Gasbrenner und Wärmetauscher sind Alternativ einsetzbar
Raether, Friedrich; 09.03.2018

A photograph of a modern building facade with a complex, geometric pattern of grey panels. A large window is visible in the center. To the right, a young tree with green leaves is supported by wooden stakes. The sky is blue with white clouds. A semi-transparent blue box is overlaid on the image, containing text.

Hochtemperaturprüfung von Feuerfestwerkstoffen mit neuartigen ThermoOptischen Messverfahren

- n Herausforderungen
- n ThermoOptische Messverfahren TOM
- n **TOM_wave und Thermoschockprüfungen**
- n Anwendungen

Thermoschock-Testverfahren

Herkömmliche Verfahren¹

- n Z.B. nach DIN EN 993 - 11 B
- n Probengröße: 230 x 64 x 54 mm³
- n 5 thermische Schocks
 - § Haltezeit bei 1000°C: 40 Minuten
 - § Druckluft: 0.1 MPa, 5 Minuten
- n Biegebruchfestigkeit
- Ø **Keine Übertragung auf FE-Simulation**

Heißer Thermoschock

- n Schnelle Heizung scheibenförmiger Proben
 - § Infrarotlampen²
 - § Laser³
- Ø Input für FE-Simulationen⁴



1 Hasselmann 1969 2 Petzow 1991, 3 Awaji 1997, 4 Putz 2014

TOM_wave

Laser (600 W) für:

- n Thermoschockuntersuchungen
- n Laser-Flash-Messungen
- n Eigenschwingungsanalysen

Ofen für:

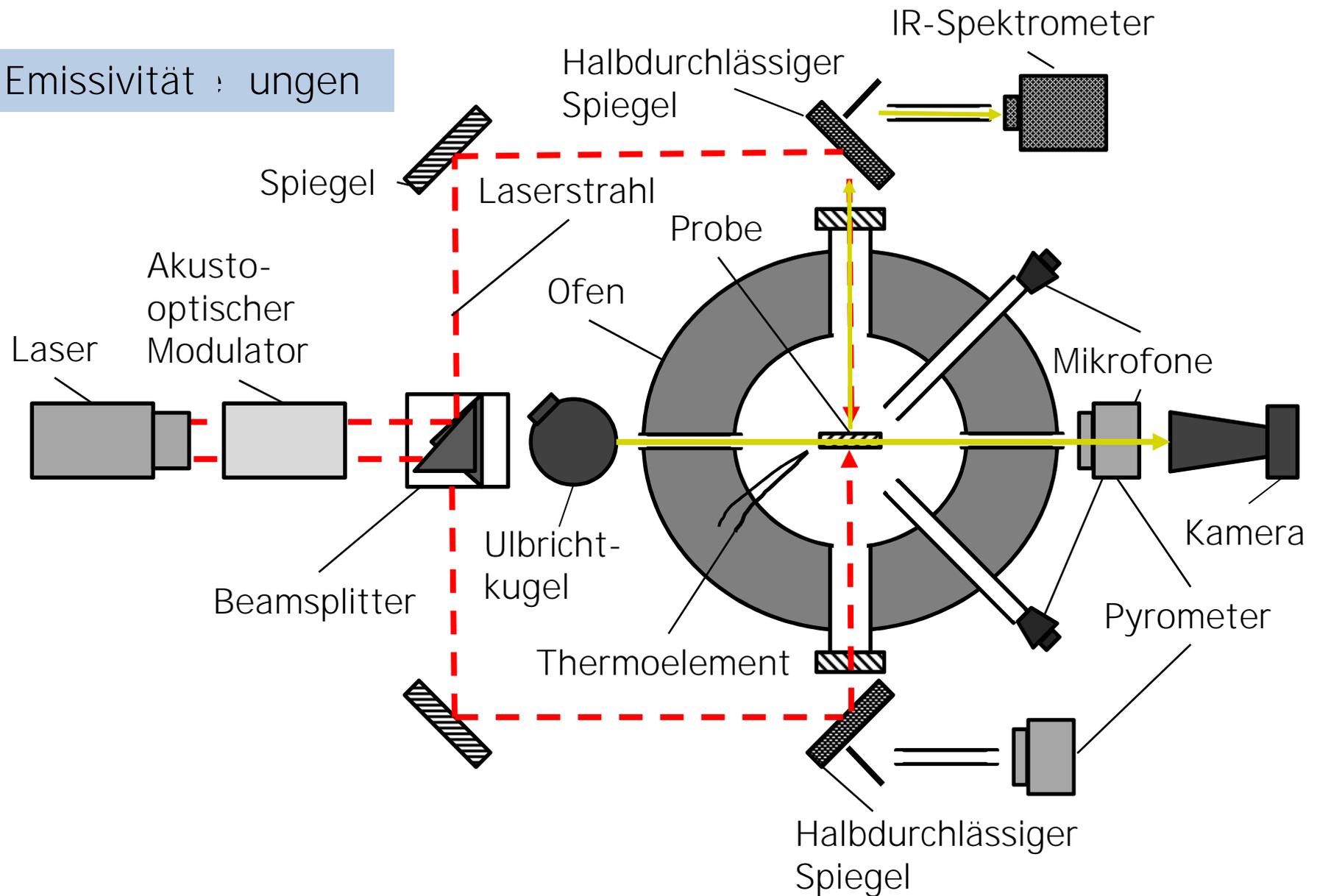
- n Luft und Inertgase
- n Maximaltemperatur 1800°C

Messgrößen:

- n Thermoschock-, -zyklrierbeständigkeit
- n Temperaturleitfähigkeit
- n Wärmekapazität, Wärmedehnung
- n Spektrale Emissivität
- n E-Modul, Rissuferreibung

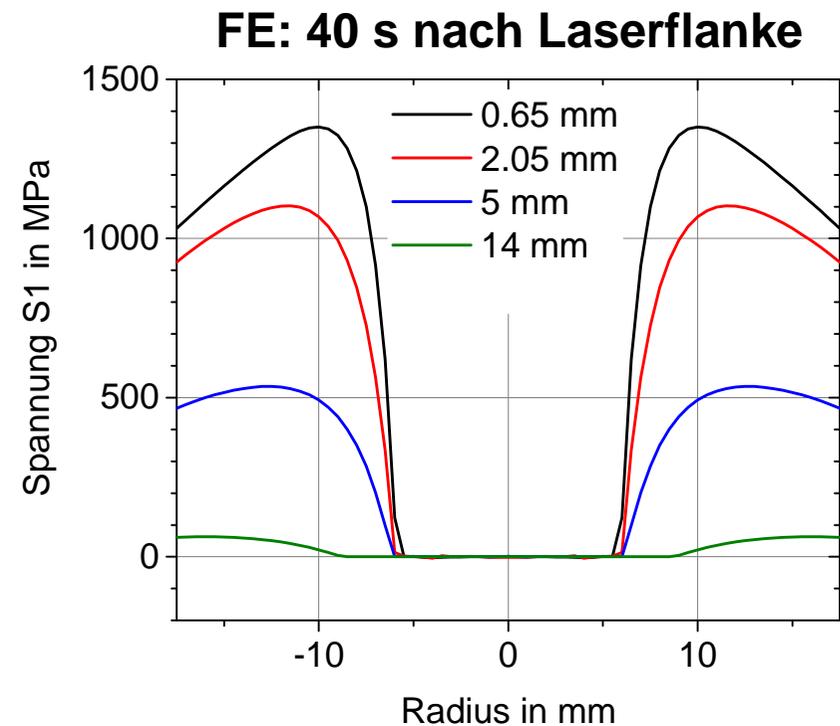
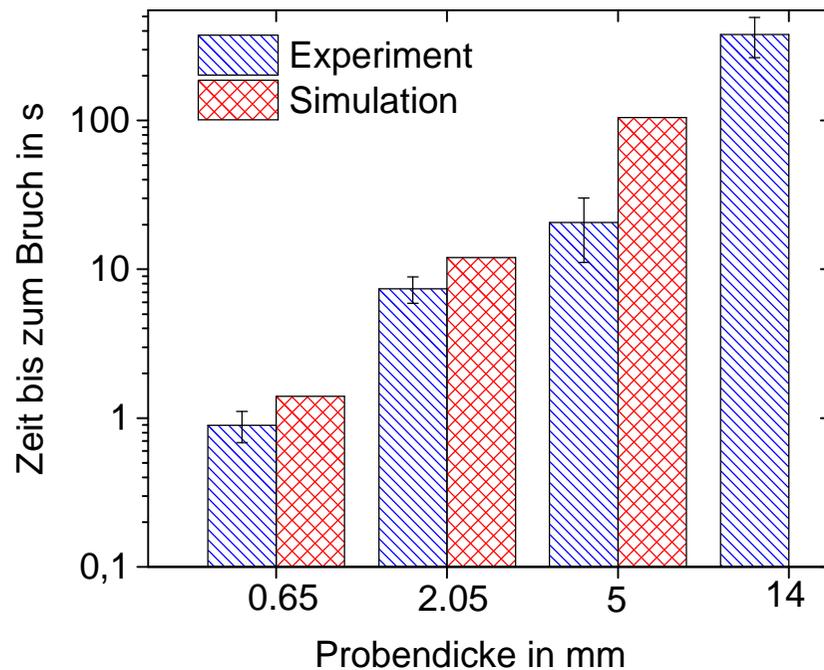


Emissivität : ungen



Einfluss der Probendicke auf Thermoschockverhalten

CO₂-Laser: 300 W, Top-hat, Probe: Al₂O₃, Durchmesser 35 mm,



Ø Gute Übereinstimmung mit FE-Simulation

Seifert, G., Raether, F. Baber, J., *Refractories*, 10 (2018) 77 - 80

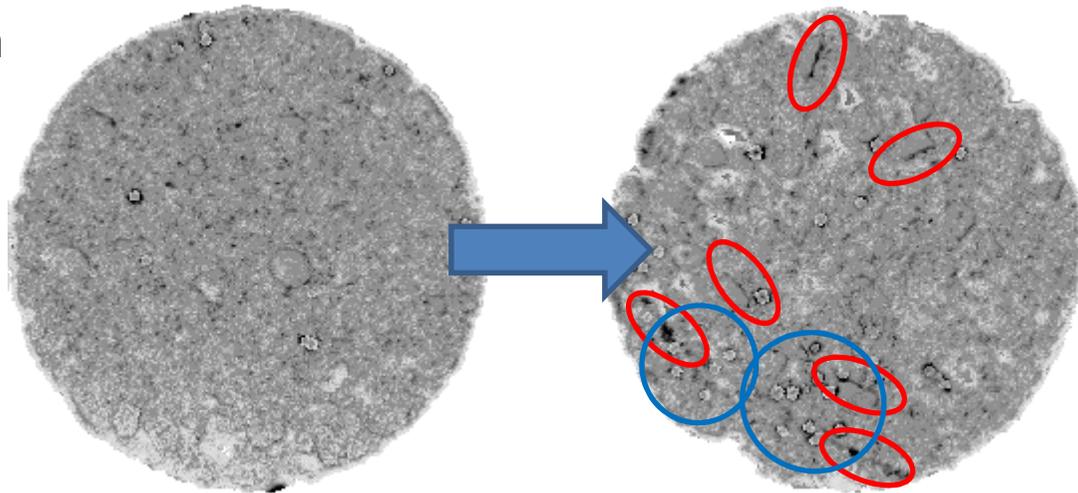
Thermoschockuntersuchungen an Feuerleichtstein

Proben

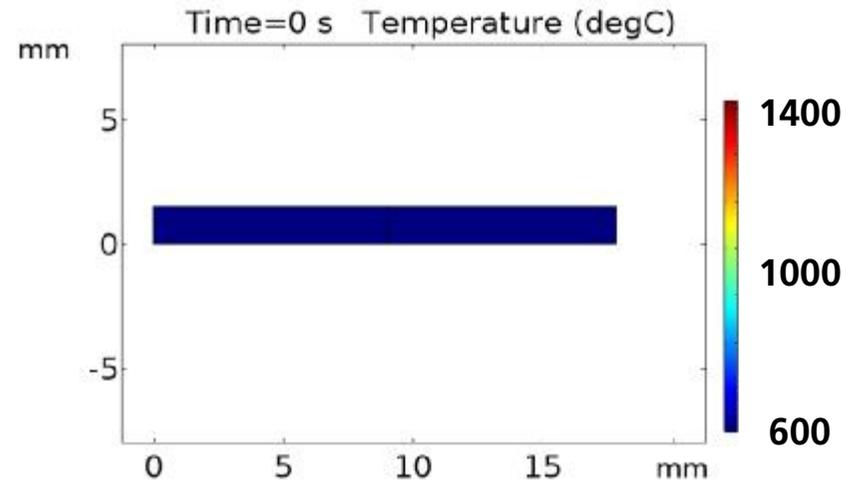
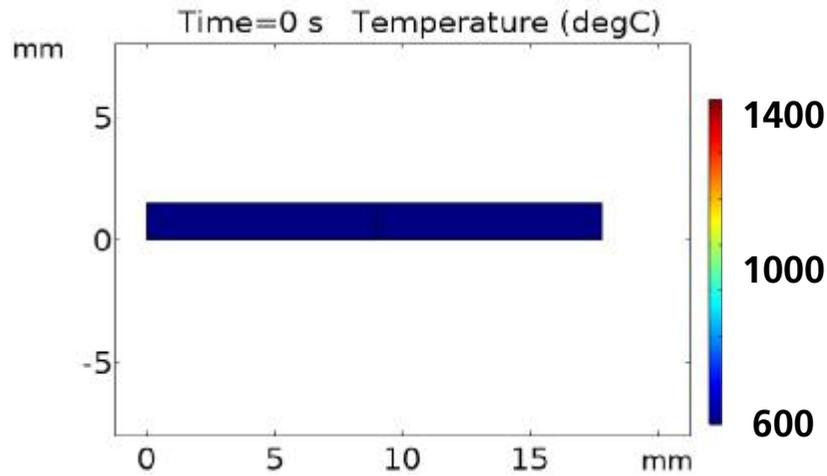
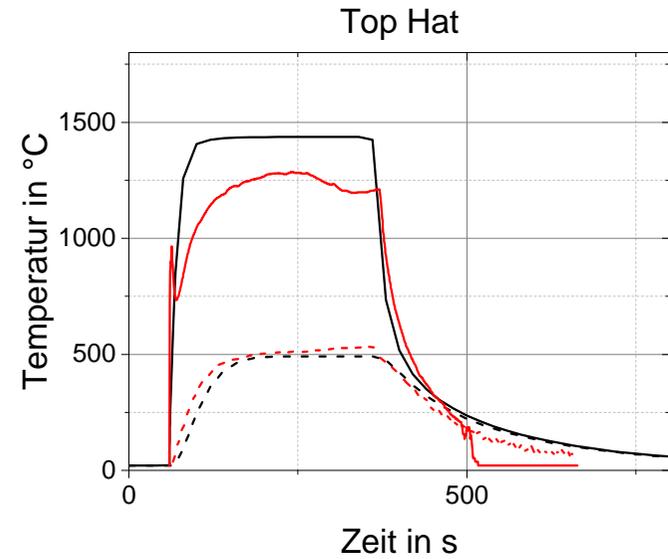
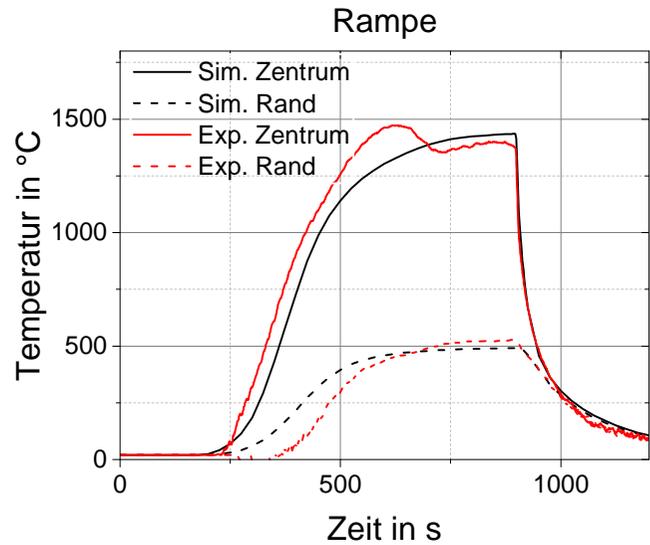
- n Scheibenförmig B80
- n Durchmesser 35,6 mm
- n Dicken 3 mm und 5 mm

Laser

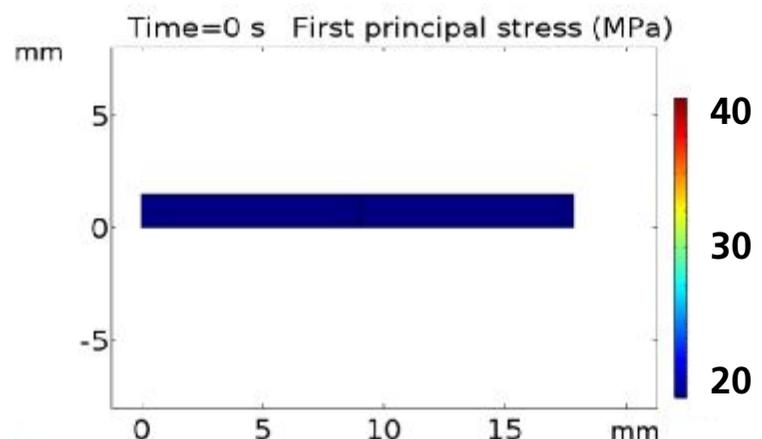
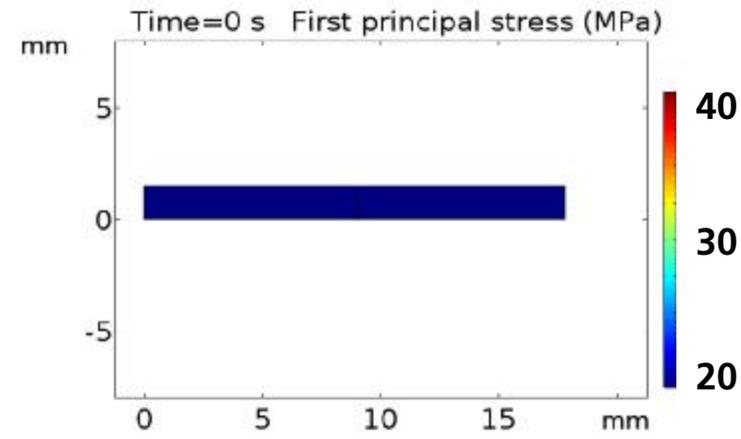
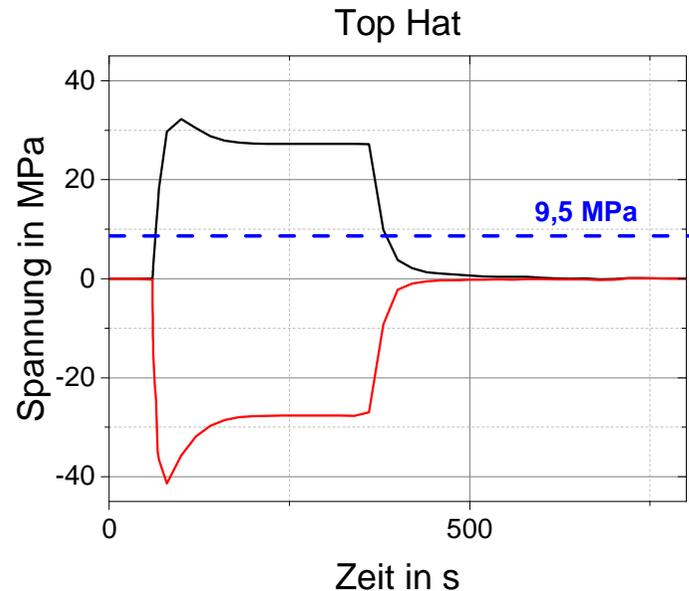
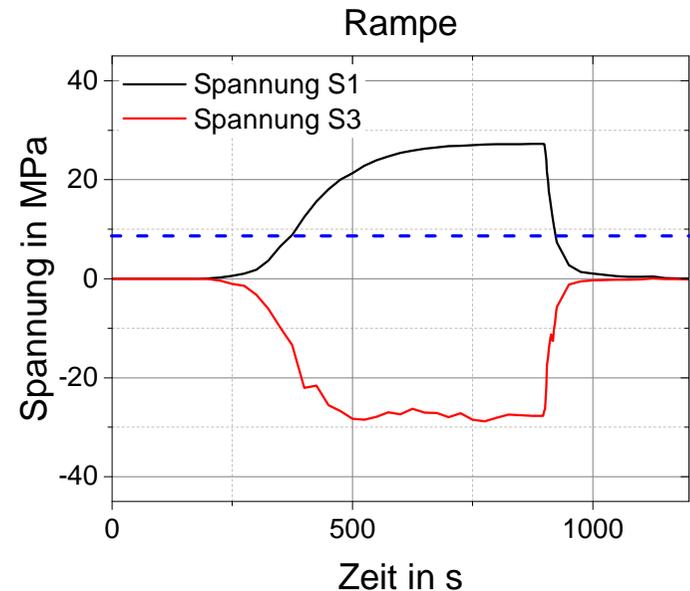
- n Strahldurchmesser 8 mm
- n Leistung 2 x 200 W
- n Top Hat-Profil
- n bzw. Rampe 900 s



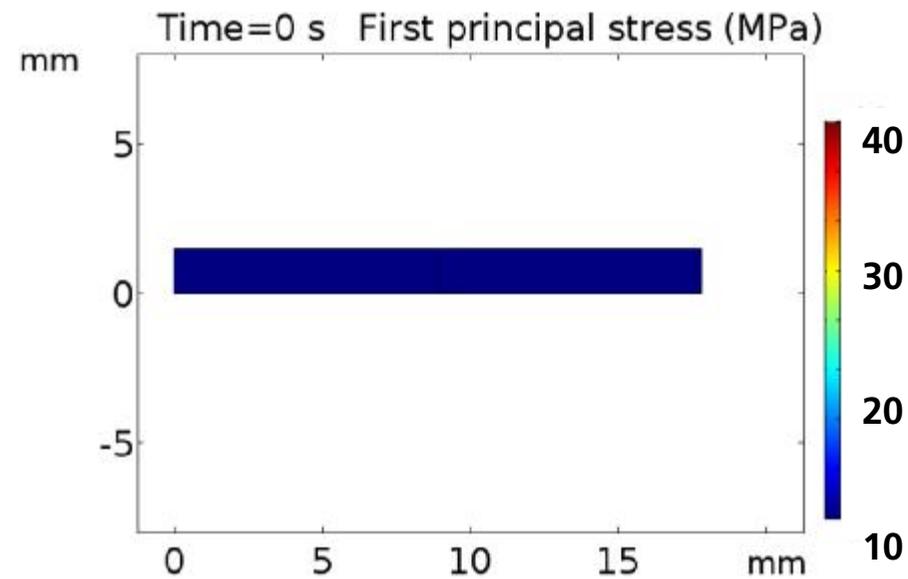
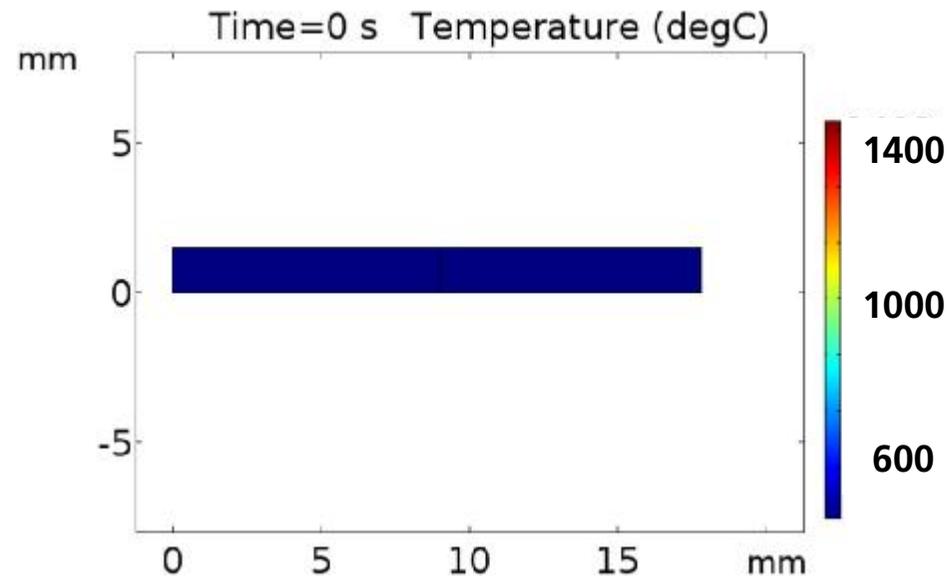
Temperaturverteilung beim Thermoschock



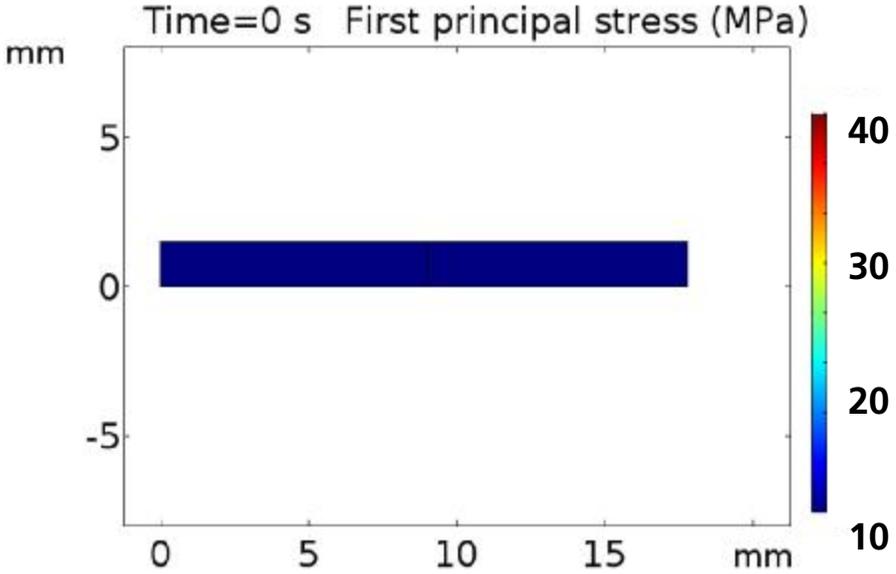
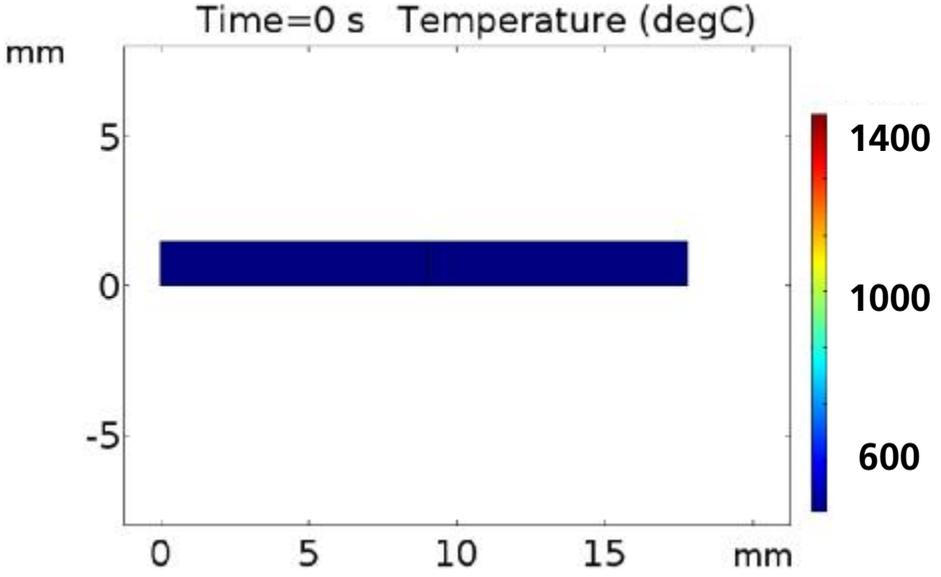
Spannungsverteilung beim Thermoschock



Rampe

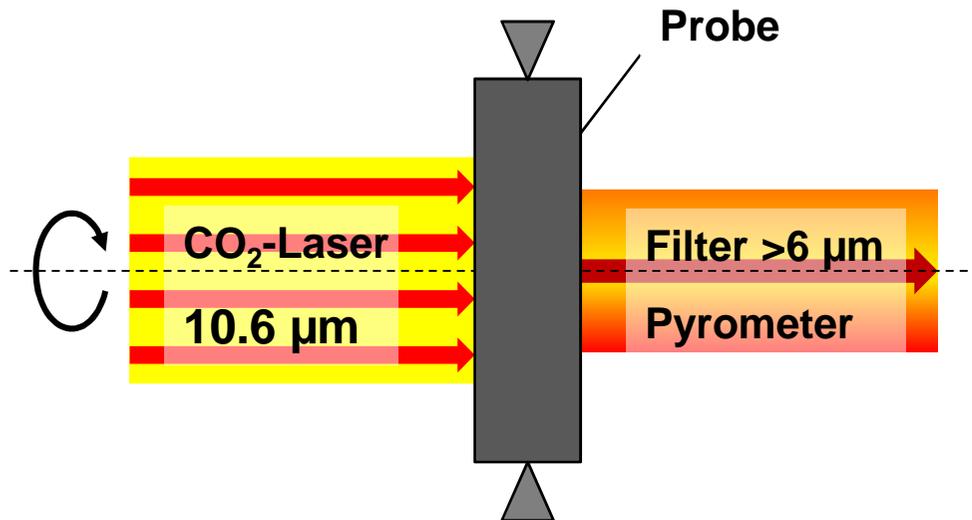


Top Hat

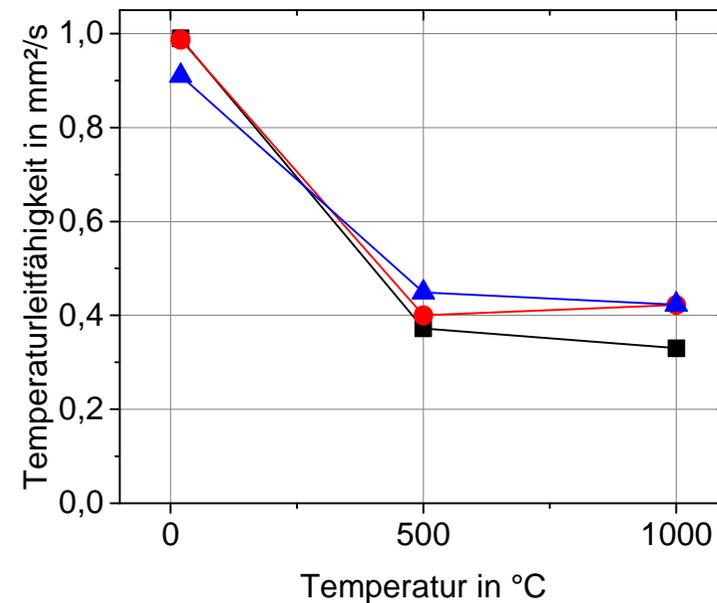


Messung der Temperaturleitfähigkeit

Modifizierte Laser-Flash-Methode



B80



- Wellenlänge > 6 μm ermöglicht Messung ohne Beschichtung
- Inverse Modellierung der Wärmeausbreitung ermöglicht große Proben

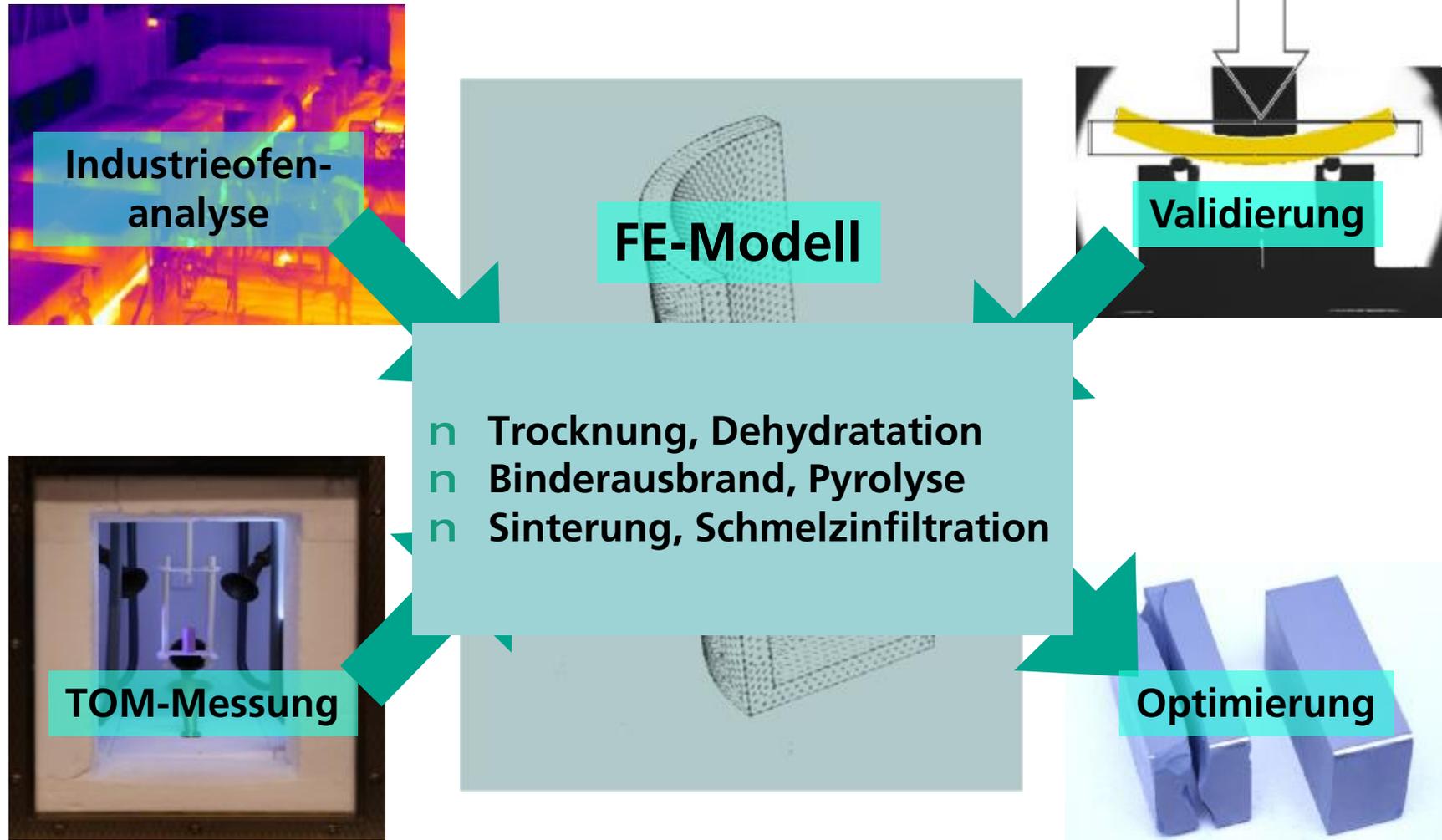
Baber, J., Klimera, A., Raether, F.: J. Eur. Cer. Soc., 27 (2007)

The background of the slide is a photograph of a modern building with a complex, geometric facade made of light-colored panels. A large window is visible on the left side. In the foreground, there is a young tree with green leaves supported by wooden stakes. The sky is blue with some white clouds.

Hochtemperaturprüfung von Feuerfestwerkstoffen mit neuartigen ThermoOptischen Messverfahren

- n Herausforderungen
- n ThermoOptische Messverfahren TOM
- n TOM_wave und Thermoschockprüfungen
- n **Anwendungen**

Optimierung von Wärmeprozessen



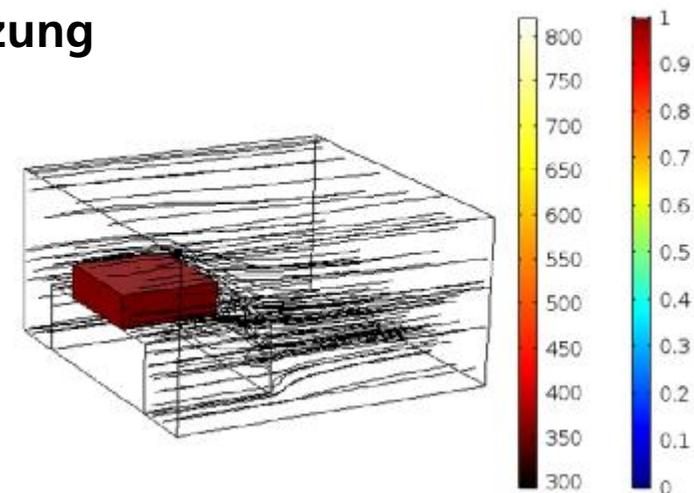
Optimierung Binderausbrand

Ziel:

- n Schnellstes noch sicheres Temperaturprofil ermitteln

Methodik:

- n Messung TG-Kurven mit unterschiedlichen Aufheizraten → Kinetic Field
- n Elementaranalyse zur Binderzusammensetzung
- n Messung Gaspermeation, Temperaturleitfähigkeit, E-Modul
- n Gekoppelte FE-Simulation: thermisch, kinetisch, mechanisch
- n Berechnung $T(t)$ für minimale Spannungen
- n Verifikation mittels Schallemission

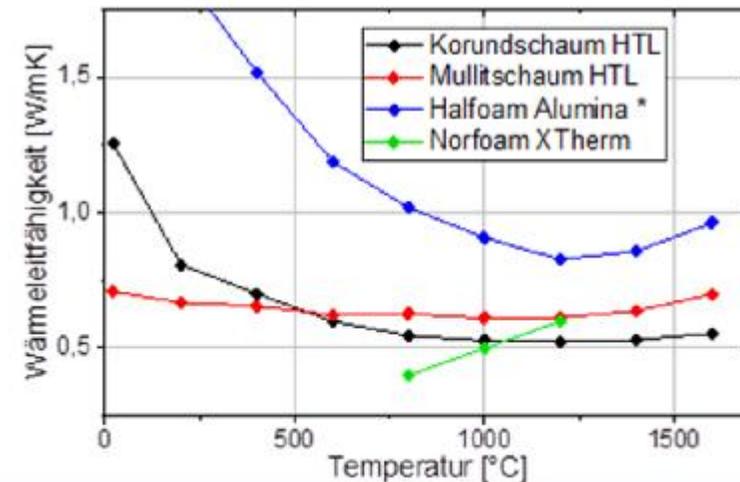
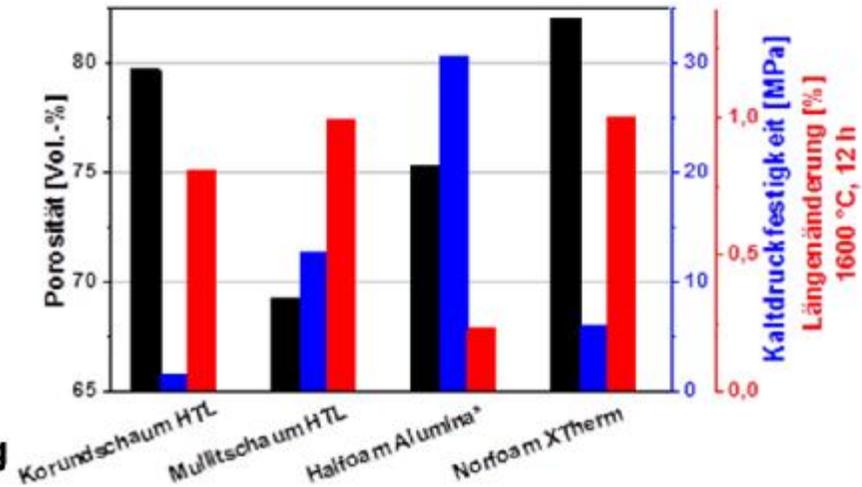
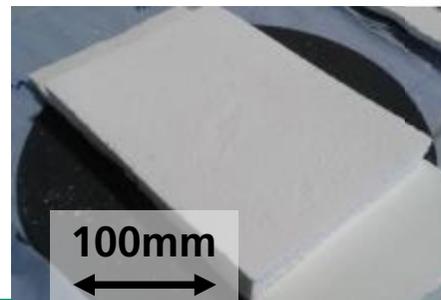
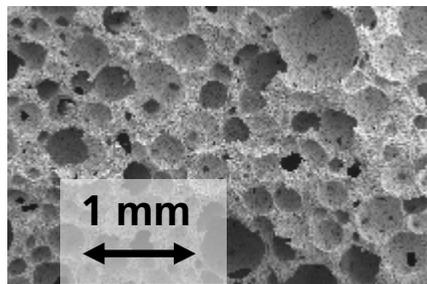


Ziebold, H., Raether, F., Seifert, G.: *cfi*, 95 (2018) E37-E40

Wärmeisolation

Beispiel: Direktschäumung

- n Einfaches mechanisches Schäumen
- n Kostengünstige Rohstoffe
- n Unterschiedliche Keramikpulver
- n Stabile Grünkörper → Grünbearbeitung
- n Endformnahes Gießen der Schäume
- n Hochtemperaturprüfung



Leichte Brennhilfsmittel

Anforderungen

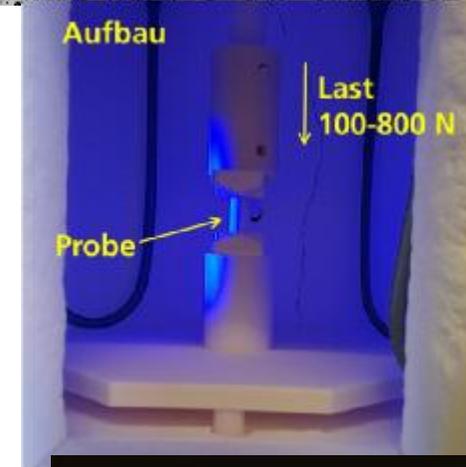
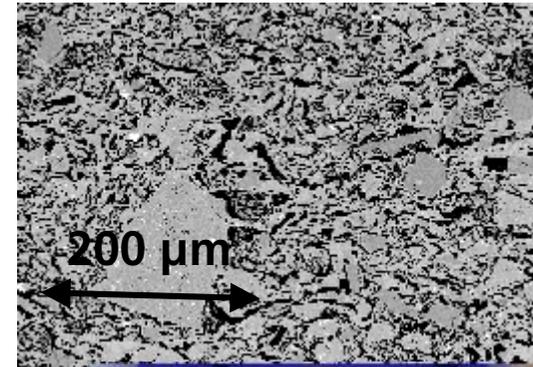
- n Geringe Wärmekapazität
- n Hohe Kriechfestigkeit
- à **Zielkonflikt!**
- n Hohe Thermoschockbeständigkeit

Lösungsweg

- n Rohstoffe aus Cordierit, Mullit oder Al_2O_3
- n Trimodale Partikelgrößenverteilungen
- n Hohe Restporosität
- n Systematische Optimierung mittels Materialindex

$$I = \frac{1}{\sqrt[3]{\eta}} \rho c_p$$

η : Viskosität, ρ : Dichte, c_p : spez. Wärmekapazität



RF15



RF16

Folie 31

- RF14 **FE-Simulation der Kriechverformung einer Brennplatte unter Last**
Raether, Friedrich; 09.03.2018
- RF15 **REM-Aufnahme des Gefüges einer porösen Brennplatte aus Al₂O₃**
Raether, Friedrich; 09.03.2018
- RF16 **BHM der Firma Rauschert aus Al₂O₃ und Mullit**
Raether, Friedrich; 09.03.2018

Flammsperre für Porenbrenner

Vorteile Porenbrenner

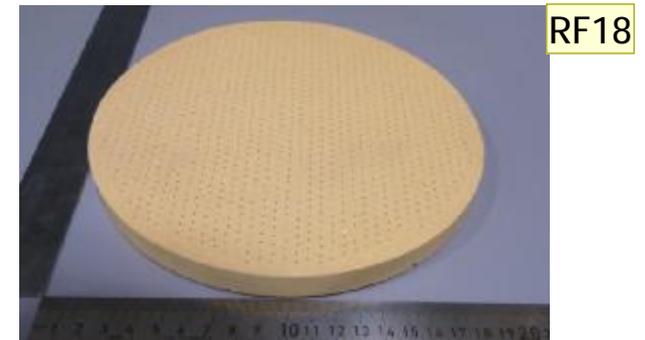
- n Hohe Strahlungswärmeabgabe
- n Homogene Flächenheizung
- n Niedrige NO_x-Emissionen

Anforderungen Flammsperre

- n Enge Kanäle zur Gasdurchführung
- n Geringe Wärmeleitfähigkeit
- n Hohe Thermoschockbeständigkeit

Lösung

- n Schlickerguß von ZrO₂-Keramiken
- n Heißer Thermoschock
- n Betriebstemperatur 1300°C



- RF17 **Wirkungsweise einer Flamm Sperre im Poren brenner**
Raether, Friedrich; 09.03.2018
- RF18 **Flamm Sperre aus ZrO₂, wie sie am HTL entwickelt wurde**
Raether, Friedrich; 09.03.2018
- RF19 **Poren brenner im Einsatz**
Raether, Friedrich; 09.03.2018

Schlussfolgerungen

- n **Verschiedenartige TOM-Anlagen sind für Hochtemperaturmessungen mit Probenvolumina > 10 cm³ verfügbar.**
- n **TOM-Öfen liefern oxidische, inerte, reduzierende Atmosphären oder Vakuum bis zu Temperaturen von ca. 2200°C.**
- n **Messgrößen sind Probendimensionen, Fest-Flüssig-Wechselwirkungen, viskose Eigenschaften, Gewicht und Temperaturleitfähigkeit**
- n **Zusätzliche Messgrößen werden durch neue TOM-Anlagengeneration zugänglich: Thermoschock, Thermozyklrierbarkeit, Korrosionsfestigkeit...**



 **Fraunhofer**

ISC / Zentrum HTL

© Fraunhofer



www.htl.fraunhofer.de

friedrich.raether@isc.fraunhofer.de