

# Schlussbericht

---

zu IGF-Vorhaben Nr. 19781 BG

**Thema:**

Kosteneffiziente Verbesserung der Wärmedämmung von Vakuumöfen  
(Vakuumwärmedämmung)

**Berichtszeitraum**

01.01.2018 bis 30.06.2020

**Forschungsvereinigung**

Forschungskuratorium Maschinenbau e.V.

**Forschungseinrichtung(en)**

Technische Universität Bergakademie Freiberg; Institut für Wärmetechnik und Thermodynamik;  
Lehrstuhl für Gas- und Wärmetechnische Anlagen; Gustav-Zeuner-Straße 7, 09599 Freiberg

Projektleiter: Prof. Dr.-Ing. Hartmut Krause

Bearbeiterin: Reinhild Arnold

---

Freiberg, 30.06.2020

---

Name und Unterschrift aller Projektleiterinnen und  
Projektleiter der Forschungseinrichtung(en)

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

## **Abstract**

Im Rahmen eines Forschungsprojektes, finanziert durch die AiF-IGF, wurde untersucht, ob und in welchem Umfang grafitische Wärmedämmungen durch oxidische Materialien ersetzt werden können, um Kosten zu senken. Oxidische Dämmstoffe sind aufgrund geringerer Kosten und ähnlicher oder niedrigerer Wärmeleitfähigkeiten eine mögliche Alternative für grafitische Dämmstoffe in Vakuumöfen. Das Evakuierungsverhalten unter Vakuumbedingungen der meisten oxidischen Dämmstoffe war jedoch weitgehend unbekannt. Es werden hier Ergebnisse von Evakuierungsexperimenten bei 20°C und hohen Temperaturen, bis 1700 °C, für oxidische und grafitische Dämmstoffe aufgezeigt. Es wurde ein Versuchsablauf genutzt, der vergleichende Betrachtungen mit den Temperatur-Druck-Zeitverläufen des leeren Ofens, mit dem identischen Ablauf der Einzeldämmstoffuntersuchung und des Kontaktversuches oxidischer Dämmstoff mit Grafitfilz zulässt. Die technische Eignung oxidischer Wärmedämmstoffe für Vakuumöfen wird u. a. anhand der gemessenen Temperatur-Druck-Zeitzyklen, Restgasanalysen und Masseverlusten bewertet. Es wird die Einsetzbarkeit kombinierter grafitischer und oxidischer Dämmsysteme im Vakuum untersucht. Eine Wirtschaftlichkeitsanalyse unterstützt die Empfehlungen zur Substitution von Grafitfilzen.

**Keywords:** Vakuumofen, Vergleich oxidische und grafitische Wärmedämmstoffe, Evakuierung, Restgasanalyse, Masseverluste

# Inhalt

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG</b> .....	<b>4</b>
1.1	MOTIVATION .....	5
1.2	AUFGABENSTELLUNG .....	6
1.3	UNTERSUCHUNGSSTRATEGIE .....	6
<b>2</b>	<b>AUSWAHL DER DÄMMSTOFFE ZUR UNTERSUCHUNG</b> .....	<b>9</b>
<b>3</b>	<b>VERHALTEN IM VAKUUM BEI RAUMTEMPERATUR</b> .....	<b>11</b>
3.1	VERSUCHSAUFBAU UND -ABLAUF FÜR EVAKUIERUNGEN BEI RT .....	11
3.2	DURCHFÜHRUNG UND ERGEBNISSE DER VERSUCHE BEI RAUMTEMPERATUR.....	14
3.2.1	<i>Einmalige Evakuierung bei Raumtemperatur</i> .....	15
3.2.2	<i>Evakuierungen bei Raumtemperatur (RT) mit unterschiedlichen Pumpen-Förderleistungen</i>	18
3.2.3	<i>Zyklische Evakuierungen bei Raumtemperatur (RT) unter Stickstoffeinfluss</i> .....	20
3.3	ZUSAMMENFASSUNG DER ERGEBNISSE DER EVAKUIERUNGSVERSUCHE BEI RT .....	23
<b>4</b>	<b>VERHALTEN BEI VAKUUM IM HOCHTEMPERATURBEREICH</b> .....	<b>25</b>
4.1	VERSUCHSAUFBAU ZUR EVAKUIERUNG IM HOCHTEMPERATUR-VAKUUMOFEN .....	25
4.2	VERSUCHSPLANUNG FÜR DIE UNTERSUCHUNGEN IM HOCHTEMPERATURVAKUUM.....	26
4.3	DURCHFÜHRUNG UND ERGEBNISSE DES DÄMMSTOFFVERHALTENS IM HOCHTEMPERATURVAKUUM ...	28
4.3.1	<i>Einsatz der Dämmstoffe bis zur Daueranwendungstemperatur</i> .....	28
4.3.2	<i>Vergleich der Stabilität der Dämmstoffe bei vergleichbaren Temperaturen</i> .....	36
4.3.3	<i>Zyklische Evakuierungen</i> .....	38
4.4	ZUSAMMENFASSUNG DER ERGEBNISSE ZUM VERHALTEN DER OXIDISCHEN DÄMMSTOFFE IM HOCHTEMPERATURVAKUUMBETRIEB .....	42
<b>5</b>	<b>ENERGETISCHE UND WIRTSCHAFTLICHE ANALYSE VON DÄMMSTOFFKOMBINATIONEN</b>	<b>43</b>
5.1	GRUNDLAGEN FÜR DEN WÄRMETECHNISCHEN UND WIRTSCHAFTLICHEN VERGLEICH.....	43
5.2	ANALYSE VON ZUSTELLUNGSVARIANTEN FÜR KOMBINIERTE WANDAUFBAUTEN MIT OXIDISCHEN DÄMMSTOFFEN .....	45
5.3	BERECHNUNG ALTERNATIVER ZUSTELLUNGSVARIANTEN .....	48
5.3.1	<i>Verzicht auf eine Zwangskühlung des Vakuumgefäßes</i> .....	48
5.3.2	<i>Vielschichtsysteme rein oxidischer Zustellungsvarianten</i> .....	49
5.3.3	<i>Beispielberechnung für einen Demonstrator</i> .....	50
5.4	BERECHNUNGSTOOL FÜR DIE WIRTSCHAFTLICHE AUSLEGUNG VON DÄMMSTOFFKOMBINATIONEN IM HOCHTEMPERATURVAKUUM .....	52
<b>6</b>	<b>HINWEISE ZUR FEHLERBETRACHTUNG</b> .....	<b>53</b>
<b>7</b>	<b>HANDLUNGSEMPFEHLUNGEN UND AUSBLICK FÜR WEITERE UNTERSUCHUNGEN</b> .....	<b>54</b>
<b>8</b>	<b>WESENTLICHE ERGEBNISSE UND ZUSAMMENFASSUNG</b> .....	<b>56</b>
<b>9</b>	<b>ABKÜRZUNGEN</b> .....	<b>58</b>
<b>10</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS</b> .....	<b>59</b>
<b>11</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS</b> .....	<b>60</b>
<b>12</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS</b> .....	<b>63</b>
<b>13</b>	<b>ANLAGENVERZEICHNIS</b> .....	<b>65</b>

## 1 Einleitung

Vakuumöfen zur Wärmebehandlung sind in vielen Variationen, Größen und Temperaturbereichen im Einsatz. Sie werden überwiegend in der Metallverarbeitung eingesetzt und besitzen im Bereich der thermochemischen Wärmebehandlung metallischer Werkstücke eine ständig wachsende Bedeutung. Einer ihrer Vorzüge ist die Möglichkeit der Hochdruck-Gasabschreckung, verbunden mit dem Verzicht auf flüssige Abschreckmedien. Durch den Einsatz von Inertgasen weisen die Oberflächen der behandelten Teile bei korrekter Prozessführung bessere Qualitäten auf und der Reinigungsprozess des flüssigen Abschreckmediums entfällt. Besonders oxidationsempfindliche Metalle wie Molybdän, Wolfram, Tantal und Titan können im Hochvakuum wärmebehandelt werden, ohne merkliche Mengen Sauerstoff aus dem Restgas aufzunehmen. Haupteinsatzgebiet ist aber Stahl.

Es ist möglich, dass Vakuumöfen nach zwei unterschiedlichen Konzepten realisiert werden. Das wesentliche Unterscheidungsmerkmal ist die Anordnung des vakuumdichten Gefäßes. Bei sogenannten „Heißwandöfen“ wird im Wesentlichen der Nutzraum von einer in der Regel metallischen Wand umschlossen, die eine vakuumdichte Kammer bildet. Die Beheizungseinrichtung und Wärmedämmung befindet sich außerhalb dieser Kammer. Im Unterschied zu den sogenannten „Kaltwandöfen“ bildet das äußere Gehäuse die Vakuumdichte Wand. Die Beheizung und die Wärmedämmung befinden sich innerhalb eines vakuumtauglichen Stahlkessels [Uhl01]. Bei dem hier bearbeiteten Forschungsvorhaben wird hauptsächlich die Wärmedämmung von Kaltwandöfen untersucht, die in die Vakuumkammer eingebaut ist. Um die Vakuumdichtheit sicherzustellen werden typischerweise Kaltwandöfen verwendet, die zudem mit wassergekühlten Wänden ausgerüstet sind. Dies ist der übliche Aufbau für die meisten Vakuumöfen.

Zur Wärmedämmung von Vakuumöfen, insbesondere für Öfen mit Arbeitsdrücken im Hochvakuum, werden in der Regel Strahlschilde aus Refraktärmetallen und Edelstählen, gestuft nach der maximalen Schildtemperatur, verwendet. Seltener kommen Strahlschilde aus Kohlenstoffwerkstoffen, zum Beispiel aus kohlenstofffaserverstärktem Kohlenstoff (CFC), zum Einsatz. Der industrielle Einsatz von Vakuumöfen liegt hauptsächlich im Feinvakuumbereich mit Arbeitsdrücken bis ungefähr  $10^{-3}$  mbar. Die Wärmedämmung dieser Öfen kann mit klassischen Wärmedämmstoffen aufgebaut werden. Dabei wird bei Öfen zur Vakuumwärmebehandlung metallischer Güter üblicherweise Grafitfilz eingesetzt.

Bei der Analyse von Vakuumöfen fallen Unterschiede in der wärmetechnischen Auslegung zwischen Anlagen mit Chargenbetrieb und mit kontinuierlicher Betriebsweise auf. Öfen für Chargenprozesse weisen in der Regel eine kleinere Dämmschichtstärke auf, da für einen wirtschaftlich optimalen Betrieb die Gesamtprozesszeit eine wesentliche Bedeutung besitzt. Die Wärmeverluste werden von Speicherverlusten dominiert. Hier kann durch eine Minimierung der Masse der im Nutzraum verbauten Teile und der Chargierhilfsmittel eine Effizienzsteigerung erzielt werden [Zie10]. Größere Dämmschichtdicken senken zwar die Durchgangsverluste der Anlage, verlängern aber signifikant die Evakuierungs- und Abkühldauer bei Vakuumprozessen. Darüber hinaus erhöhen sie den Anlagenpreis. Anders stellt sich die Situation bei Öfen mit kontinuierlicher oder quasikontinuierlicher Fahrweise (Durchlauföfen) dar. Hier besitzen die Speicherverluste der Ofenbaustoffe nur eine untergeordnete Bedeutung, da nur selten auf- und abgeheizt wird, die Öfen aber lange auf Prozesstemperatur gehalten werden. Die dabei entstehenden Wandverluste sind im Wesentlichen Durchgangsverluste. Bei Durchlaufanlagen kann die Wärmedämmung signifikant stärker ausgelegt werden als bei Öfen für Chargenprozesse.

## 1.1 Motivation

Grafitfilze sind teurer als die meisten Produkte auf oxidkeramischer Basis. Dies ist unter anderem auf teure Rohstoffe, einen höheren Energieaufwand und aufwendigere Anlagen bei der Herstellung zurückzuführen. Wärmedämmstoffe auf Kohlenstoffbasis, zu denen die Grafitfilze zählen, besitzen in der Regel eine faserförmige Struktur. Die Wärmeleitfähigkeit dieser Dämmstoffe mit einer faserförmigen Struktur ist zwar gering, aber äquivalente oxidkeramische Faserdämmstoffe weisen eine noch niedrigere Wärmeleitfähigkeit auf. Neuere Entwicklungen mit extrem niedriger Wärmeleitfähigkeit verwenden mikroporöse Dämmstoffe, die aber auf Kohlenstoffbasis nicht zur Verfügung stehen. Den wärmetechnischen und wirtschaftlichen Vorteilen der Verwendung oxidkeramischer Wärmedämmstoffe steht speziell in Vakuumöfen eine Reihe von Hemmnissen entgegen. Einerseits muss mit Kontaktreaktionen der oxidischen Werkstoffe mit kohlenstoffhaltigen Konstruktionsmaterialien gerechnet werden. Die Grenztemperaturen der Reaktion hängen u.a. von der chemischen und mineralogischen Zusammensetzung der Materialien ab. Andererseits muss besonders bei langlebigen Ofenzustellungen der Einfluss des Totaldrucks und der Restgaszusammensetzung berücksichtigt werden.

Die Zusammensetzung des Restgases in Vakuumöfen wird durch die Betriebsweise des Ofens, die verwendeten Ofenbaustoffe und die behandelten Wärmegüter sowie die eingesetzten Vakuumpumpen und gezielte Gaseinlässe beeinflusst. Der Hauptbestandteil des Restgases in Vakuumöfen ist Wasserdampf, der mit Grafit bei höheren Temperaturen unter Bildung von Kohlenmonoxid und Wasserstoff reagiert. Das Restgas wirkt dann nicht mehr oxidierend auf das Wärmegut. Es können so blanke metallische Bauteiloberflächen gewährleistet werden. Chargenöfen werden regelmäßig zum Einlegen und Entnehmen des Wärmegutes geöffnet. Jeder dieser Chargiervorgänge führt dazu, dass Umgebungsluft in die Kammer gelangt. Die dabei eingebrachte Luftfeuchte und das Adsorptionsverhalten der Oberflächen wirkt sich stark auf die Restgaszusammensetzung aus und verlängert die Evakuierungsdauer. Bei Verwendung oxidischer Dämmstoffe muss eine veränderte Restgaszusammensetzung angenommen werden.

Abgetragene Staubpartikel oxidischer Dämmstoffe wirken in mechanischen Pumpen abrasiv. Grafitstaub als Feststoffschmiermittel hingegen ruft keinen abrasiven Verschleiß von Vakuumpumpen hervor. Mögliche Abhilfe schaffen Staubfilter, die aber nur als Ansaugfilter vor den Vorpumpen eingesetzt werden können. Ansaugfilter vor Hochvakuumpumpen führen zu einer Reduzierung des Saugvermögens. In solchen Fällen können die Hochvakuumpumpen beim Evakuieren von Umgebungsdruck über Bypässe umgangen werden, so dass nur das Restgas im Fein- und Hochvakuum durch die Hochvakuumpumpe gesaugt wird. In diesem Druckbereich sind die Strömungskräfte so gering, dass nicht mit einer signifikanten Staubbeladung zu rechnen ist. Die heute verwendeten Grafitfilze zeichnen sich durch eine offenporige, faserförmige Struktur mit einer relativ großen Permeabilität aus. Offenporige Strukturen lassen sich relativ gut evakuieren, obwohl die Porengrößen signifikant unterhalb der mittleren freien Weglängen der Gasmoleküle liegen. Bereits im Feinvakuumbereich (Totaldrücke von 1 mbar bis  $10^{-3}$  mbar) beträgt die mittlere freie Weglänge zwischen 0,1 bis 100 mm.

Grafitfilze sind aufgrund des komplexen Herstellungsverfahrens kostenintensiv, deshalb könnten oxidische Dämmstoffe eine kostengünstigere Alternative zu grafitischen Materialien darstellen. Dies betrifft sowohl die Investitions- als auch die Betriebskosten. Darüber hinaus kann eine deutlich niedrigere Wärmeleitfähigkeit von oxidischen Wärmedämmstoffen den Verzicht von wassergekühlten Außenwänden nach sich ziehen und somit zu weiteren Kostensenkungen führen.

## 1.2 Aufgabenstellung

Um geeignete oxidische Dämmstoffe zu identifizieren, ist das Evakuierungsverhalten einer Reihe von Materialien bei Umgebungstemperatur bei ca. 20°C und in einem Hochtemperatur-Vakuumofen zu analysieren. Moderne oxidische Dämmstoffe weisen häufig eine geschlossene Porosität auf, was die erforderlichen Evakuierungszeiten verlängern könnte. Auch das Hochtemperaturverhalten oxidischer Materialien in Kontakt mit grafitischen Materialien wird untersucht. Die Verwendung einiger hochfeuerfester Oxidkeramiken in Vakuumöfen wurde bereits analysiert, wobei der Schwerpunkt auf der Materialinteraktion zwischen verschiedenen Keramiken und feuerfesten Metallen lag [Lev01]. Im Zusammenhang mit Ultrahochvakuumanwendungen hat das Evakuierungsverhalten von Oxidkeramiken bei 20°C Aufmerksamkeit erregt [Wes01], [Col01]. Das Evakuierungsverhalten von Grafitfilzen wurde von Uhlig et al. untersucht [Uhl02-05]. Der Autor [Uhl05] präsentierte auch ein vergleichendes Verfahren zur Messung der Ausgasung von Wärmedämmstoffen bei hohen Temperaturen, das sowohl für Grafit- als auch für Oxidmaterialien geeignet ist.

Mit dem Forschungsvorhaben sollten vorhandene Vakuumöfen dahingehend weiterentwickelt werden, dass die Wärmedämmungen bei gleichem Platzbedarf signifikant geringere Durchgangsverluste aufweisen. Außerdem sollte das Wissen über die technische Eignung von Kombinationen grafitischer und oxidkeramischer Wärmedämmstoffe in Vakuumöfen erweitert werden. Weiterhin sollte der Einfluss oxidkeramischer Dämmstoffe auf die Qualität des Vakuums und die Restgaszusammensetzung untersucht werden. Es ist beabsichtigt, über den im Antrag beschriebenen Rahmen, Forschungsergebnisse für die spätere industrielle Nutzung aufzuzeigen.

## 1.3 Untersuchungsstrategie

Der Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels wurde in sieben Arbeitspakete untergliedert und ist Grundlage für den in **Abbildung 1** dargestellten Zeitplan. Zum Verständnis der in diesem Forschungsprojekt vorgenommenen Untersuchungen werden im Folgenden die wesentlichen Schwerpunkte der einzelnen Arbeitspakete zusammengefasst.

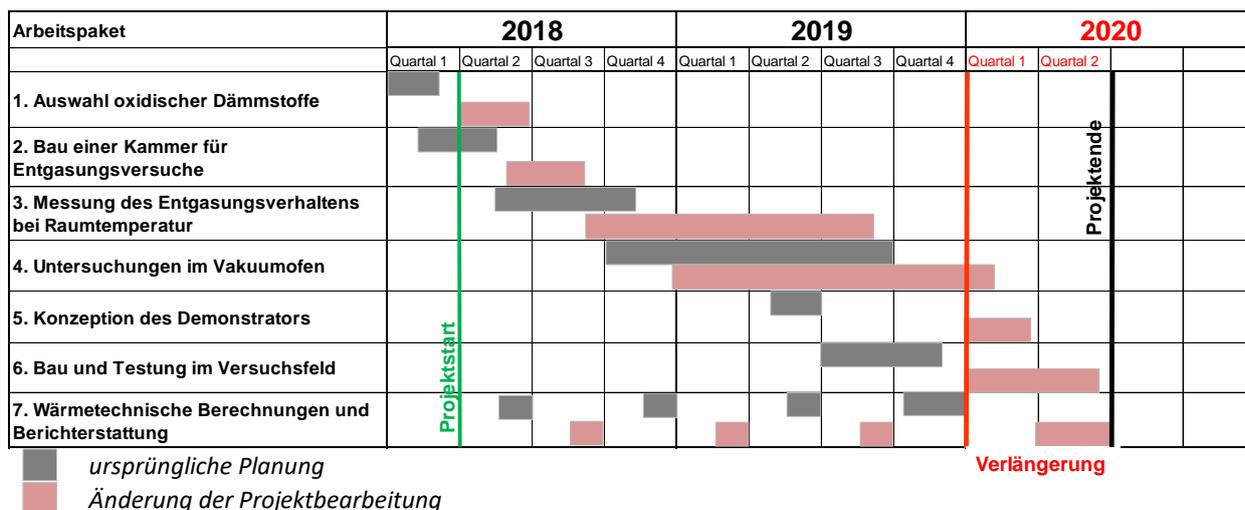


Abbildung 1: Projektzeitplan

#### Arbeitspaket 1: Auswahl der relevanten oxidkeramischen Dämmstoffe

Für eine Substitution von kohlenstoffbasierten Wärmedämmstoffen wie Grafitweich- oder Grafithartfilz kommen verschiedene oxidkeramische Dämmmaterialien in Frage. Ein mehrschichtiger Aufbau der Dämmung bestehend aus Grafitfilz und oxidkeramischem Dämmstoff ist je nach Anwendung denkbar. In Arbeitspaket 1 wurde eine Vorauswahl aus den am Markt verfügbaren Materialien getroffen. Unter den Gesichtspunkten Kostenoptimierung, Minimierung der Wandwärmeverluste, kristallin gebundenes Wasser, Desorption adsorbierter Gase im Vakuum und Reaktionsverhalten wurden Proben ausgewählter Hochtemperaturdämmstoff gegenübergestellt. Die Proben für kalte und heiße Versuche wurden mit unterschiedlichen Abmessungen hergestellt. Berechnungen des thermodynamischen Gleichgewichts der Materialien im Umfeld der Vakuumöfen mit FactSage® lieferten ergänzend Hinweise auf Einsatzgrenzen der oxidkeramischen Dämmstoffe.

#### Arbeitspaket 2: Konzeptionierung und Bau einer Vakuumkammer zur Materialcharakterisierung

Die Evakuierung von Vakuumöfen finden häufig zu Beginn des Wärmebehandlungsprozesses bei Raumtemperatur statt. Speziell für Versuche zur Charakterisierung der Materialien bei Raumtemperatur wurde eine Vakuumkammer gebaut, welche die Untersuchung von Proben mit den ungefähren Abmessungen 250 mm x 120 mm x 80 mm ermöglicht. Die Kammer besitzt angepasste Außenmaße. Sie ist durch die gute Zugänglichkeit sehr leicht und schnell zu reinigen. In der leeren Entgasungskammer wurde Hochvakuum erreicht. Eine geringe Anzahl an Durchführungen und Flanschverbindungen bewirken, dass die Kammer eine hohe Betriebssicherheit auch hinsichtlich reproduzierbarer Enddrücke im Hochvakuum hat. Die Kammer ist so aufgebaut, dass ein Enddruck von  $10^{-5}$  mbar erreicht wird. An der Vakuumkammer kam neben Absolutdrucksensoren zur Messung des Drucks auch ein Massenspektrometer zur Analyse der Restgaszusammensetzung zum Einsatz. Des Weiteren bietet die geplante Vakuumkammer die Möglichkeit, ausgesuchte Proben über längere Zeit bei definiertem Vakuum zu lagern.

#### Arbeitspaket 3: Versuche in der kalten Entgasungskammer

In der kalten Vakuumkammer wurde das Verhalten der Dämmmaterialien unter Vakuum, während der Evakuierungsphase und während des Ofenflutens untersucht. Dabei spielten Entgasungsvorgänge der Materialien während des Evakuierens eine wichtige Rolle. Das Restgas wurde mittels Massenspektrometer analysiert. Die Analysen erlaubten Rückschlüsse auf die chemisch-physikalischen Vorgänge. Das Ausgasen der Materialien bei Raumtemperatur hat Einfluss auf die Evakuierungszeiten der Vakuumkammer und kann damit ein Ausschlusskriterium für die spätere Anwendung einzelner Materialien in Vakuumöfen sein. Die Evakuierungszeiten der leeren Kammer dienten hierbei als Referenz. Dazu wurden der Druck-Zeit-Verlauf und die Zusammensetzung des Restgases aufgenommen. Neben dem Abfall des Totaldrucks spielte auch die Restgaszusammensetzung eine wesentliche Rolle für die Prozesssicherheit. Daher wurde u. a. die Beladung der Dämmmaterialien mit Wasserdampf beim Fluten der Kammer mit Umgebungsluft einbezogen. Das Ausgasen beim anschließenden Evakuierungsvorgang zeigte unter anderem den Grad der Oberflächenbeladung.

#### Arbeitspaket 4: Hochtemperatur-Versuche im Vakuumofen

Für Materialien und Materialpaarungen wurden Versuche im Vakuumofen bei hohen Temperaturen durchgeführt. Bei den Untersuchungen wurde die Temperatur schrittweise bis zu einer Endtemperatur gesteigert. Der Nachweis des Einsetzens bedenklicher Reaktionen erfolgte

durch massenspektrometrische Restgasanalysen. Die Proben wurden vor und nach den Versuchen gewogen und optisch begutachtet. Materialpaarungen zwischen Grafitfilz und oxidischer Dämmung wurden nach identischem Schema untersucht.

#### Arbeitspaket 5: Umsetzung der Erkenntnisse in Form eines Demonstrators

Für die Konfiguration der Wärmedämmung, welche in Arbeitspaket 4 die besten Verbesserungen gegenüber der Auskleidung mit Grafitfilz zeigte, wurde die Wärmedämmung für einen Demonstrationsversuch in einer Technikumsanlage ausgelegt. Für die Auslegung wurden auch Begrenzungen für die Montage der Materialien berücksichtigt sowie die Minimierung von Kontaktstellen zwischen oxidischen und grafitischen Wärmedämmmaterialien in Betracht gezogen. Für die verschiedenen Optionen wurde eine Sensitivitätsanalyse vorgenommen. Aus den Auslegungsparametern konnten Vergleichswerte für die Bewertung der höheren Effizienz der neuen Lösung gewonnen werden.

#### Arbeitspaket 6: Erprobung an einem Demonstrator, Langzeitversuche

Aufgrund der zum Projektende eingetretenen Hemmnisse aus der Corona-Pandemie war die Erprobung an einem Demonstrator nicht mehr möglich. Die Erprobungsversuche an einer Technikumsanlage bei einem der Mitglieder des Projektbegleitenden Ausschusses wurden auf den Zeitraum nach Projektende verschoben. Um dennoch Aussagen für das Langzeitverhalten der eingegrenzten Werkstoffe zu gewinnen, wurde das Versuchsprogramm im Labor auf anwendungsnahe Abläufe erweitert. Dazu wurden zyklische Versuche unter Verwendung von unterschiedlichen Spülgasen durchgeführt.

#### Arbeitspaket 7: Wärmetechnische Berechnungen und Wirtschaftlichkeitsanalyse

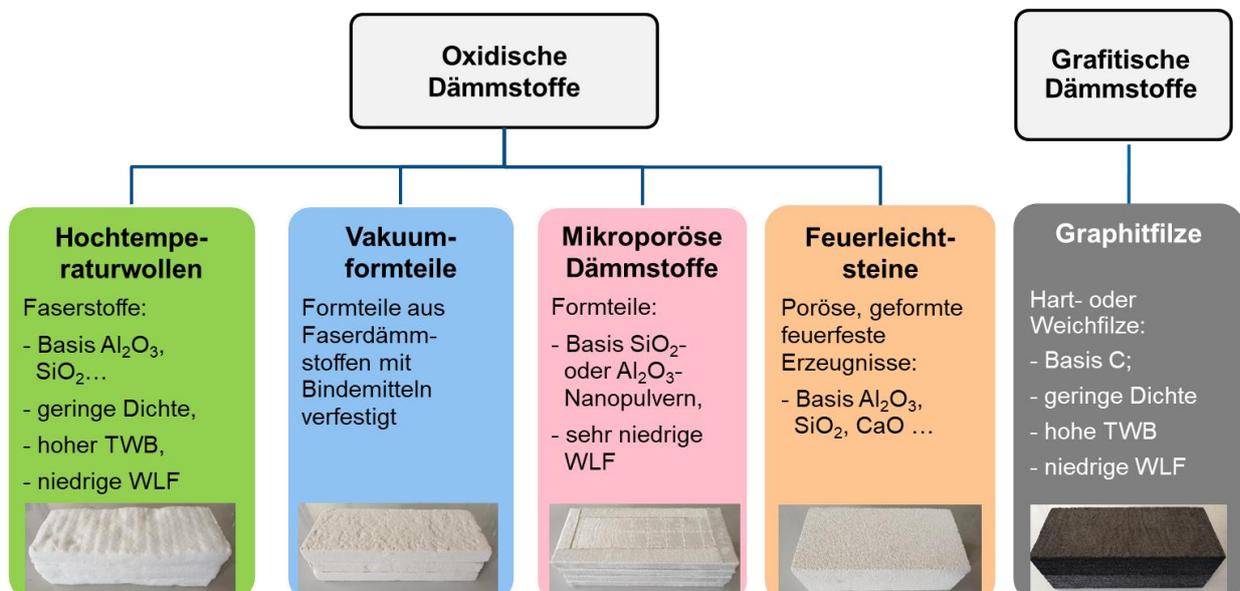
Aus den Versuchen nach AP 3-6 konnten Vorzugsvarianten für einen mehrschichtigen, gemischten Aufbau der Wärmedämmung abgeleitet werden. Die wärmetechnischen Auswirkungen dieses veränderten Dämmungsaufbaus wurden in Form von stationären Beispielrechnungen vorgenommen. Das dazu erarbeitete EXCEL-Sheet wurde als Projektergebnis mit übergeben. Damit konnten Kalkulationshilfen für die erreichbaren Effekte mit dem neuartigen Dämmungsaufbau bereitgestellt werden.

## 2 Auswahl der Dämmstoffe zur Untersuchung

Die Wärmedämmung von Vakuumöfen basiert aufgrund ihrer hohen Temperaturstabilität und ihres guten Evakuierungsverhaltens meist auf Grafitfilzen. Typische Werte für die Wärmeleitfähigkeit von Grafitfilzen liegen im Bereich von 0,3 W/(m K) bei 600°C. Grafitfilze sind jedoch, im Vergleich zu vielen oxidischen Dämmstoffen, kostenintensiv. Oxidische Wärmedämmstoffe (wie mikroporöse Dämmstoffe, Hochtemperatur-Isolierwolle, Feuerleichtsteine) haben eine Wärmeleitfähigkeit im Bereich von 0,039 bis 0,68 W/(m K) bei 600°C (siehe **Tabelle 1**). Das Evakuierungsverhalten oxidischer Wärmedämmstoffe unter Vakuumbedingungen wurde jedoch bisher nicht untersucht. "Weiße" (oxidische) Dämmstoffe wurden bisher selten in Vakuumsystemen verwendet, da man eine Kontamination des Restgases befürchtet. Aufgrund der begrenzten Daueranwendungstemperatur (siehe **Tabelle 1**) oxidbasierter Isolierungen ist eine Kombination mit grafitbasierten Dämmstoffen besonders interessant.

Durch die große Anzahl verfügbarer oxidischer Dämmstoffe ist es unmöglich, alle zu testen. Stattdessen wurde eine Auswahl technisch geeigneter und wirtschaftlich tragfähiger Materialien erarbeitet. Für die Untersuchungen wurden typische oxidische Wärmedämmstoffe moderner atmosphärischer Öfen ausgewählt (vergl. **Abbildung 2**). Dazu zählen folgende Materialgruppen:

- Hochtemperatur-Isolierwolle, auf Basis von Alkali-Erdalkali-Silikat-Fasern (AES), Aluminium-Silikat-Fasern (ASW) und Polykristallinen Fasern (PCW), Bezeichnung nach [DIN01]
- vakuumgeformte Produkte, bestehend aus den vorgenannten Fasermaterialien, die durch Zugabe von Bindemitteln verfestigt wurden
- mikroporöse Dämmstoffe auf Basis  $\text{SiO}_2$  und/oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , die für eine höhere Formstabilität in Glasfasergeweben verpackt wurden
- Feuerleichtsteine auf Basis von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$  und anderen Additiven [Rou01].



**Abbildung 2:** Übersicht der für die Untersuchungen ausgewählten Dämmstoffgruppen

Die Vertreter der Materialgruppen wurden auf der Basis einer Marktrecherche ausgewählt und die verfügbaren Informationen von den Herstellern erfragt. Sie stellen eine repräsentative

Auswahl heute gängiger Materialien dar. Die wesentlichen Daten sind in **Tabelle 1** und weitergehende Informationen sind in den **Anlagen 1-13** enthalten.

Die **Tabelle 1** charakterisiert die Proben der ausgewählten oxidischen Materialien durch ihre Rohdichte, Klassifizierungstemperatur (KT), maximale Daueranwendungstemperatur und Wärmeleitfähigkeit bei 600°C mit den Abmessungen der untersuchten Proben. Die Proben haben nahezu identische Abmessungen mit einem Volumen von ca. 1,9 Litern. Bei den Proben der mikroporösen Dämmstoffe wurde vor den Versuchen eine Wärmebehandlung von 600°C durchgeführt, dies entspricht der gängigen Praxis. Der dabei eintretende Masseverlust beträgt ca. 0,05 % (siehe **Anlage 8**) für mikroporöse Dämmstoffe auf Basis von SiO<sub>2</sub>.

**Tabelle 1:** Charakteristische Daten der ausgewählten oxidischen Dämmstoffe für die Untersuchungen, sortiert nach Kategorien

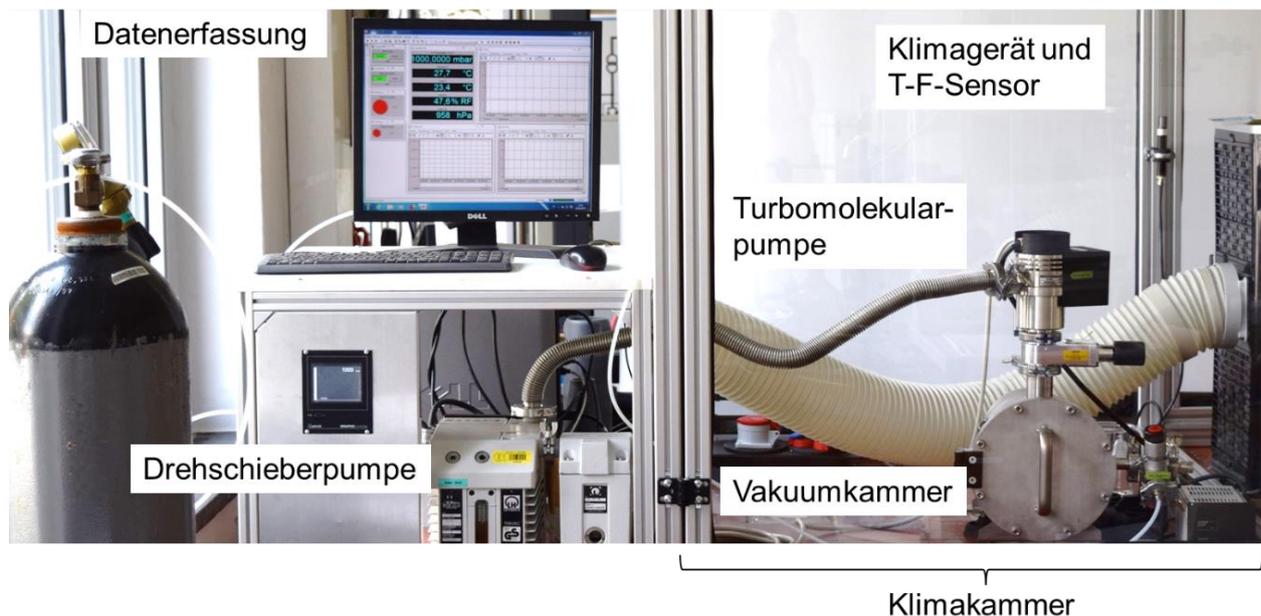
Dämmstoffgruppe	Rohdichte [kg/m <sup>3</sup> ]	KT [°C]	max. Daueranwendungstemperatur [°C]	Wärmeleitfähigkeit bei 600 °C [W/mK]
<b>Faserdämmstoffe/ Hochtemperaturwollen</b>				
AES	96 - 128	1250	1100	0,14
ASW	96 - 160	1400	1250	0,15
PCW	60 - 120	1650	1600	0,13
<b>Vakuumformteile</b>				
AES (1)	250-300	1000	990	0,12
AES (2)	300	1300	1280	0,16
ASW	300	1250	1150	0,15
PCW	400	1700	1700	0,18
<b>Mikroporöse Dämmstoffe</b>				
pyrogene Kieselsäure (SiO <sub>2</sub> )	220	1000	900	0,039
pyrogene Tonerde (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	350	1200	1080	0,05
<b>Feuerleichtsteine</b>				
Tonerdeleichtstein (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	700	1700	1500	0,6
Aluminosilikatischer Leichtstein (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> )	900	1540	1200	0,34

**AES** – Calcium- (oder Erdalkalisilikat) **ASW** – Aluminiumsilikatwolle **PCW** – Polykristalline Wolle; **KT** - Klassifikationstemperatur

### 3 Verhalten im Vakuum bei Raumtemperatur

Die Untersuchung des Verhaltens der Dämmstoffe unter Vakuum bei Raumtemperatur (RT) ca. 20°C, während der Evakuierungsphase und während des Flutens (vor dem Öffnen der Vakuumkammer) erfolgte in der Probenkammer eines klimatisierten Versuchsstandes. Hierbei wurde besonderes Augenmerk auf Entgasen der Materialien während des Evakuierens gelegt. Da das Evakuieren der Materialien einen entscheidenden Einfluss auf deren Verwendungen hat, ist es sinnvoll, den Druck-Zeit-Verlauf und die Zusammensetzung des Restgases zu kennen. Neben dem Abfall des Totaldrucks spielt auch die Restgaszusammensetzung für die Prozesssicherheit in der späteren Anwendung eine wesentliche Rolle. Die Analyse des ausgepumpten Restgases erfolgte mittels Massenspektrometer, wodurch Rückschlüsse auf die chemisch-physikalischen Vorgänge möglich sind. Besonderes Augenmerk wurde u. a. auf die Beladung der Dämmstoffe mit Wasserdampf beim Fluten der Kammer mit Umgebungsluft gelegt. Das Ausgasen beim anschließenden Evakuierungsvorgang zeigt den Grad der Beladung.

#### 3.1 Versuchsaufbau und -ablauf für Evakuierungen bei RT

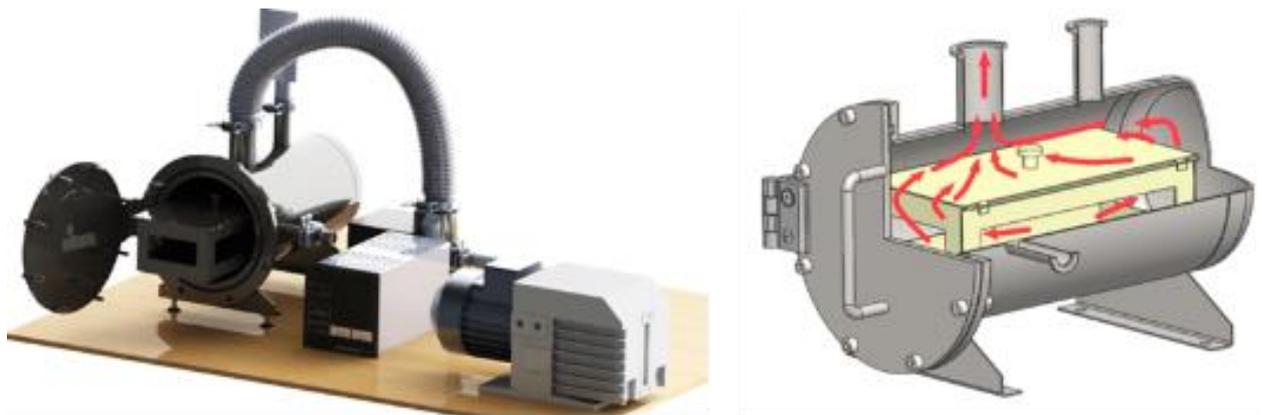


**Abbildung 3:** Ansicht des klimatisierten Versuchsstandes für die kalte Entgasung

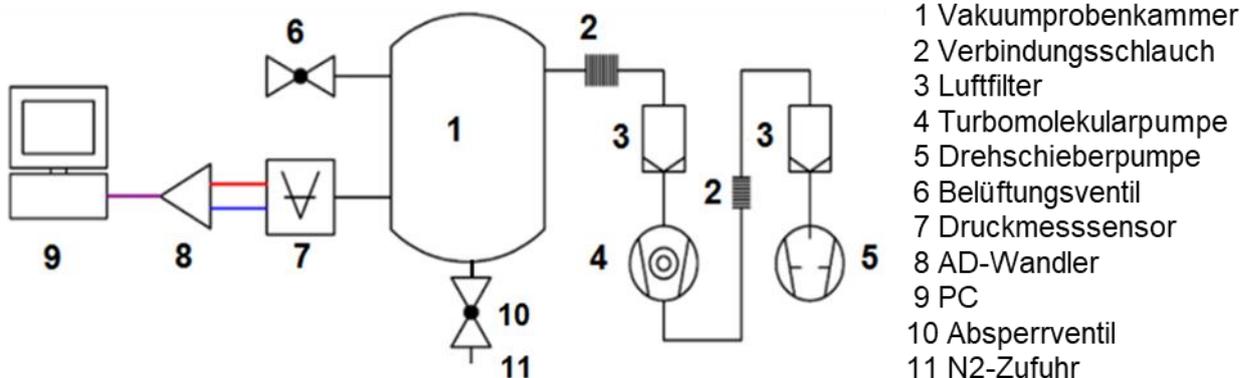
Für Experimente zur Charakterisierung der Materialien bei 20°C wurde ein klimatisierter Prüfstand (**Abbildung 3**) entwickelt, der eine Vakuumkammer mit einem Gesamtvolumen von ca. 11 dm<sup>3</sup> beinhaltet. Hierzu wurde die Entgasungskammer zunächst konzeptioniert und konstruiert. Die integrierte Vakuumpumpentechnik wurde entsprechend dem Kammervolumen und der zu erreichenden Drücke dimensioniert. Ziel war es, ein Hochvakuum in dieser Entgasungskammer zu realisieren. Für die verschiedenen Dämmstoffe wurde in die Probenkammer ein Trägersystem integriert, das für die angegebenen Probengrößen eine freie Entgasung des Gesamtvolumens von ca. 1,9 Litern ermöglicht.

Die Vakuumprobenkammer war mit einer Drehschieberpumpe LEYBOLD TRIVAC D 16 B mit einer Saugleistung von 16,5 m<sup>3</sup>/h und einer Turbomolekularpumpe LEYBOLD TURBOVAC 50 mit einer Saugleistung von 198 m<sup>3</sup>/h ausgestattet (**Abbildung 4**). Der Gesamtdruck in der

Vakuumkammer wurde mit Hilfe eines Pirani/Heißkathoden-Ionisationssensors LEYBOLD IONIVAC ITR 90 gemessen. Die Daten wurden in 10 s Intervallen aufgezeichnet. An der Vakuumkammer kam neben den Absolutdrucksensoren zur Messung des Drucks auch ein Massenspektrometer zur Analyse der Restgaszusammensetzung zum Einsatz. Die Restgase wurden mit einem Quadrupol-Massenspektrometer INFICON TRANSPECTOR 2 mit einer Abtastrate von 0,2 Hz analysiert. Um Einflüsse durch Temperatur- und Feuchtigkeitsschwankungen in der Umgebung der Vakuumprobenkammer zu minimieren, wurde sie in einer klimaregelten Umhausung installiert und bei einer nahezu konstanten Temperatur ( $20^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ K}$ ) gehalten. **Abbildung 5** zeigt das Schema für diesen Versuchsaufbau der kalten Evakuierung.



**Abbildung 4:** CAD-Modell des Prüfstandes (links); erwarteter Strömungsdurchfluss in der Vakuumkammer (rechts) [BaWe01]



**Abbildung 5:** Experimentelle Einrichtung zur kalten Evakuierung [BaWe01]

Vor jedem Versuch wurde das Probengefäß gereinigt und ein Referenztest mit einem leeren Behälter durchgeführt. Zuerst erfolgte die Evakuierung mit einer Drehschieberpumpe. Wenn der Gesamtdruck 0,1 mbar erreicht war, schaltete die Turbopumpe automatisch ein. Die Evakuierungszeit betrug bis zu 24 h. Die Umgebungstemperatur und die relative Luftfeuchtigkeit wurden während der Experimente aufgezeichnet. Die Ermittlung der Probenmasse erfolgte unmittelbar vor und nach dem Versuch mit einer Laborwaage von KERN 510. Das Verfahren wurde mindestens dreimal für jedes Material wiederholt. Bei zyklischen Untersuchungen wurden die Proben mehrmals hintereinander evakuiert und mit Stickstoffqualität 5.0 (99,999 % Reinheit) geflutet. Ein anderer Versuchsaufbau ermöglichte die Evakuierung mit Pumpen unterschiedlicher Förderleistungen, wie im Abschnitt 3.2.2. beschrieben.

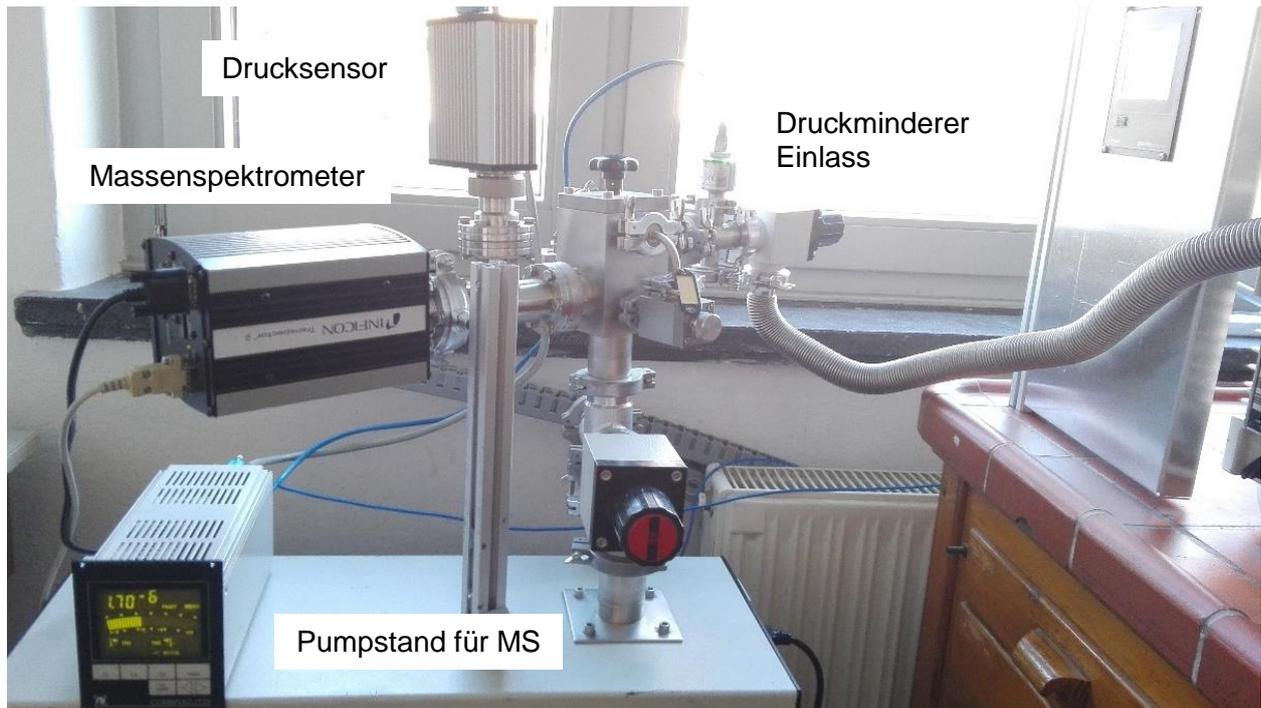


Abbildung 6: Anbindung des Quadrupol-Massenspektrometers an die Vakuumprobenkammer

Die Restgaszusammensetzung wird durch Messungen mit einem Quadrupol-Massenspektrometer (**Abbildung 6**) qualitativ bestimmt. Im Zusammenhang mit der Messung des Totaldruckes ist es möglich, Informationen über den Zustand der Vakuumanlage und des Prozesses zu erhalten.

Der Aufbau eines Massenspektrometers ist durch eine Ionenquelle, ein Trennsystem und eine Einrichtung zum Ionennachweis charakterisiert. Es erfolgt die Stoßionisation des Restgases in der Ionenquelle. Durch Beschleunigen und Bündeln der Ionen, werden negativ geladene Ionen abgetrennt. Das im Massenspektrometer eingestellte elektromagnetische Feld dient zur Trennung der Ionen nach Massenzahlen. Zum Analysieren werden hauptsächlich Kationen verwendet. Der gemessene Ionisationsstrom (Intensität) zwischen An- und Kathode ist proportional zur Menge ionisierten Moleküle und damit der Konzentration von Komponenten.

Die Entnahme einer für die gesamte Ofenatmosphäre repräsentativen Restgasprobe zur Analyse erfolgt vor der Turbomolekularpumpe. Für die Auswertung des Restgases ist es erforderlich, verschiedene Kombinationen von Massenzahlen zu betrachten, da einzelne Massenzahlen von verschiedenen Ionen belegt sind. Die Fragmentierung, verbunden mit Radikalbildungen und Rekombination von Molekülen infolge der Stoßionisation, eine mehrfache Ionisierung der Moleküle und das Auftreten verschiedener Isotope der einzelnen Elemente können dafür als Ursachen genannt werden. Z. B. kann die Massenzahl 28 sowohl das einfach geladene Stickstoffmolekül ( $N_2^+$ ) als auch das einfach geladene Kohlenmonoxid ( $CO^+$ ) anzeigen. Erst mit Hilfe der Nebenmassenzahl 14 für das doppelt geladene Stickstoffmolekül ( $N_2^{2+}$ ) sowie 12 und 16 für die ionisierten Bruchstücke  $C^+$  und  $O^+$ , ist eine Unterscheidung der beiden Gase möglich. Mit Hilfe von **Tabelle 2** kann die Zuordnung der Massenzahlen zu den gebräuchlichsten Gasen und Dämpfen mit Haupt- und Nebenmassenzahlen erfolgen [Uhl06]. Die Bestimmung der Restgaszusammensetzung in diesem Projekt ist aufgrund der komplexen Restgaszusammensetzungen nicht mehr eindeutig möglich. Deshalb erfolgt die Auswertung anhand der bestimmten Massenzahlen.

**Tabelle 2:** Haupt- und Nebenmassenzahlen von häufig vorkommenden Gasen und Dämpfen

Gas	Formel	Haupt- und Nebenmassenzahlen
Sauerstoff	O <sub>2</sub>	32, 16
Stickstoff	N <sub>2</sub>	28, 14, 29
Wasserstoff	H <sub>2</sub>	2, 1
Argon	Ar	40,20
Helium	He	4
Wasser-(dampf) 9	H <sub>2</sub> O	18, 17, 1, 2, 16, 19
Kohlenmonoxid	CO	28, 12, 29, 14, 16
Kohlendioxid	CO <sub>2</sub>	44, 16,28,12,45
Methan	CH <sub>4</sub>	16, 15, 14, 13, 1, 12
Ethan	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	28, 13, 14, 15, 25, 26, 27, 29, 30
Propen	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	41, 40, 27, 38, 15, 14, 25, 28
Propan	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	29, 28, 27, 44, 41, 26, 15, 38, 26, 15, 38, 26, 30, 14

### 3.2 Durchführung und Ergebnisse der Versuche bei Raumtemperatur

Bei den kalten Evakuierungen wurden für die ausgewählten Dämmstoffe Druck-Zeit-Charakteristiken mit unterschiedlichen Pumpenleistungen, unterschiedlichen Spülmedien sowie verschiedenen Chargierverfahren durchgeführt. Eine Übersicht zu allen durchgeführten Versuchen befindet sich in **Anlage 15**. Insgesamt wurden Schwerpunktuntersuchungen für alle Dämmstoffgruppen vorgenommen:

1. Sondierende einmalige Langzeit-Evakuierung von neu gefertigten ungebrauchten Dämmstoffen nach technisch üblicher Lieferung und Lagerung in Luft
2. Einmalige Langzeit-Evakuierung teilweise nach thermischer Vorbehandlung der Dämmstoffe bei 600°C, um Reste von organischen Bindern und Schichten zu entfernen, zur Bestimmung des erreichbaren Vakuums
3. Evakuierung bis 1 mbar als übliches Vakuum für die thermochemische Wärmebehandlung von Metallen und Keramiken inkl. Ermittlung der Evakuierungsdauer bei unterschiedlichen Pumpenleistungen
4. Zyklische Evakuierung bis 1 mbar inkl. Ermittlung der Evakuierungsdauer bei Spülung mit Umgebungsluft bzw. Stickstoff.

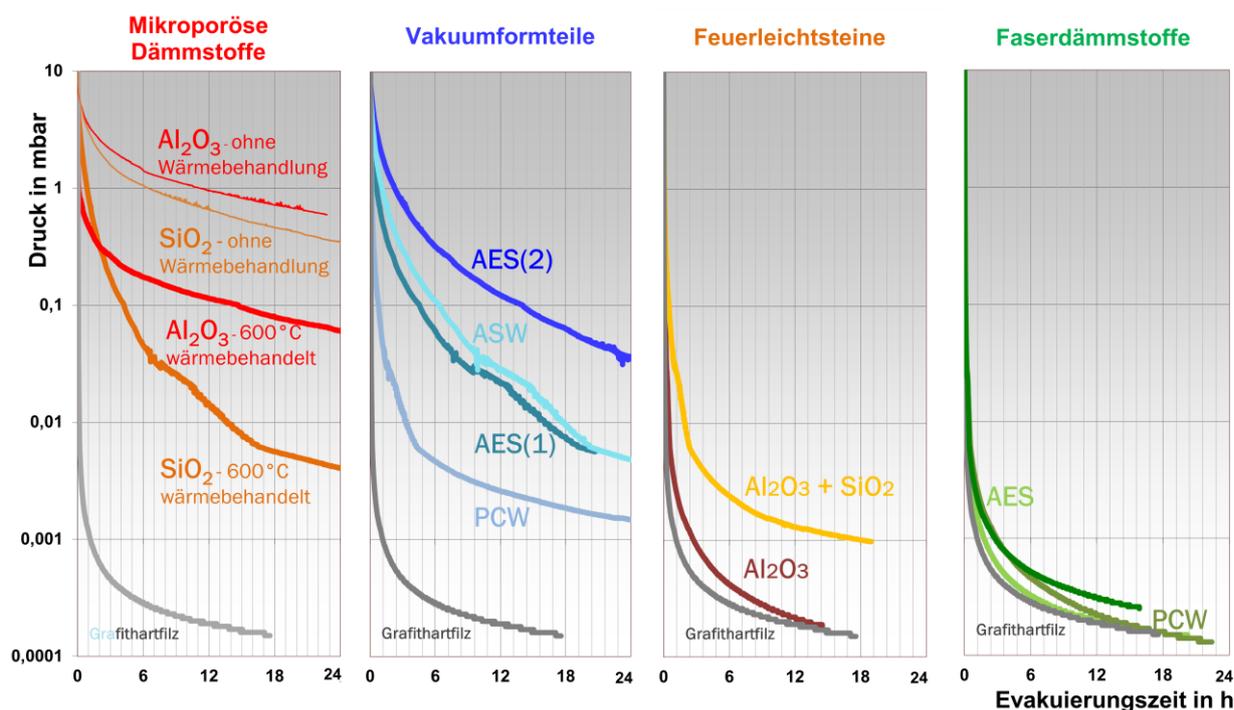
Wesentlicher Aspekt der verschiedenen Schwerpunktuntersuchungen war die Frage:

- Welches sind die Einflussgrößen für die Dauer der Evakuierung?
- Wie kann eine ggf. lange Evakuierungsdauer verkürzt werden?

Im Folgenden werden ausgewählte Ergebnisse der Untersuchungen vorgestellt. Die ausführliche Darstellung aller Ergebnisse ist in den **Anlagen 1 – 13** zu finden.

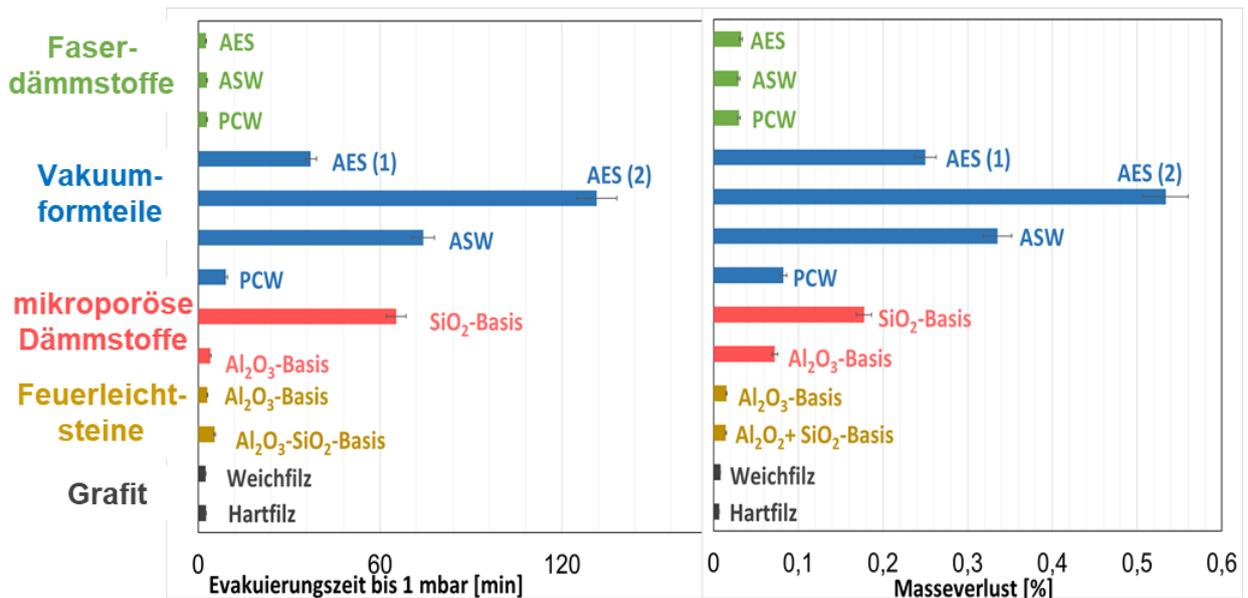
### 3.2.1 Einmalige Evakuierung bei Raumtemperatur

Die Druck-Zeit-Charakteristiken der einmaligen Evakuierung der oxidischen Proben nach Dämmstoffgruppen im Vergleich zu Grafitfilz über einen Zeitraum bis 24 h sind in **Abbildung 7** dargestellt. Für die Bestimmung der Evakuierungseigenschaften der nicht wärmebehandelten mikroporösen Dämmstoffe waren Prüfzeiten von teilweise mehr als 48 h erforderlich, um ein Feinvakuum von weniger als  $10^{-3}$  mbar zu erreichen. Nach Rücksprache mit dem Hersteller zum Herstellungs- und Lagerungsprozess wurde für alle weiteren Versuche eine Wärmebehandlung der Proben bei  $600^{\circ}\text{C}$  vorgenommen. Dadurch konnten die Evakuierungsdauern dieser Proben um ca. 90 % verkürzt werden (**Abbildung 7 links**). Darüber hinaus zeigte sich, dass mikroporöse  $\text{SiO}_2$ -Dämmstoffe besser evakuierbar sind als solche auf Basis von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



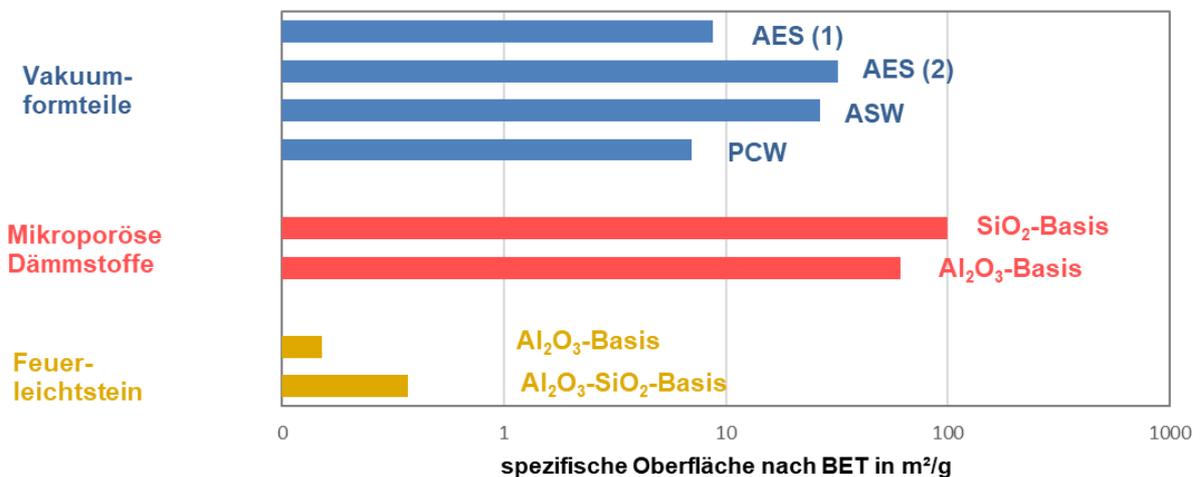
**Abbildung 7:** Übersicht zum Druckverlauf während der Langzeit-Evakuierung von Dämmstoffen nach Dämmstoffgruppe bei Raumtemperatur

Vergleicht man Evakuierungsversuche bis 1 mbar (siehe **Abbildung 8 links**), sind wie zu erwarten die Evakuierungszeiten der Grafitfilze am kürzesten. Die Faserdämmwollen aus oxidischen Fasern erreichen nahezu identische Evakuierungszeiten. Dabei ist die Materialart der Fasern ohne Bedeutung. Sie werden gefolgt von Feuerleichtsteinen, wobei aluminat-basierte Leichtsteine ähnliche Werte erreichen wie Faserwollen. Vakuumformteile und mikroporösen Dämmstoffen zeigen deutlich höhere Evakuierungszeiten. Im Grobvakuumbereich zeigen PCW-basierte Vakuumformteile und aluminat-basierte mikroporöse Dämmstoffe noch eine niedrige Evakuierungsdauer. Sie erreichen aber nur nach extrem langer Zeit den tiefen Feinvakuumbereich. Die Evakuierungszeiten verhalten sich nahezu proportional zu den erfassten Masseverlusten (**Abbildung 8 rechts**) und es kann davon ausgegangen werden, dass die Masse des eingelagerten Wassers die Zeit der Evakuierung beeinflusst.



**Abbildung 8:** Evakuierungszeiten bis 1 mbar und Masseverluste nach der Evakuierung der untersuchten Dämmstoffe bei 20°C

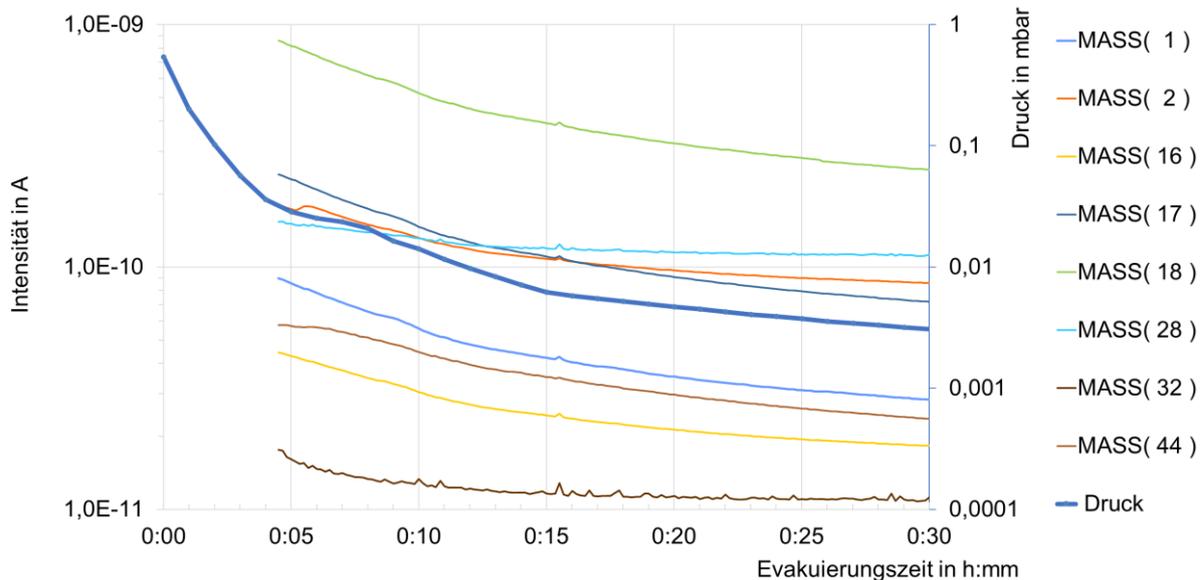
Offensichtlich führt neben anderen Effekten die große Oberfläche der kompakten Dämmstoffe zur vermehrten Aufnahme von Feuchte und die Zugänglichkeit der Poren zu einer deutlich erschwerten Entgasung der Materialien. In **Abbildung 9** sind die spezifischen Oberflächen nach dem BET-Verfahren für ausgewählte Stoffgruppen zusammengestellt worden. Aufgrund des überwiegenden Porenanteils der Faserwollen konnten diese nicht mit dem BET-Verfahren vermessen werden.



**Abbildung 9:** Spezifische Oberfläche von ausgewählten oxidischen Dämmstoffen (nach BET)

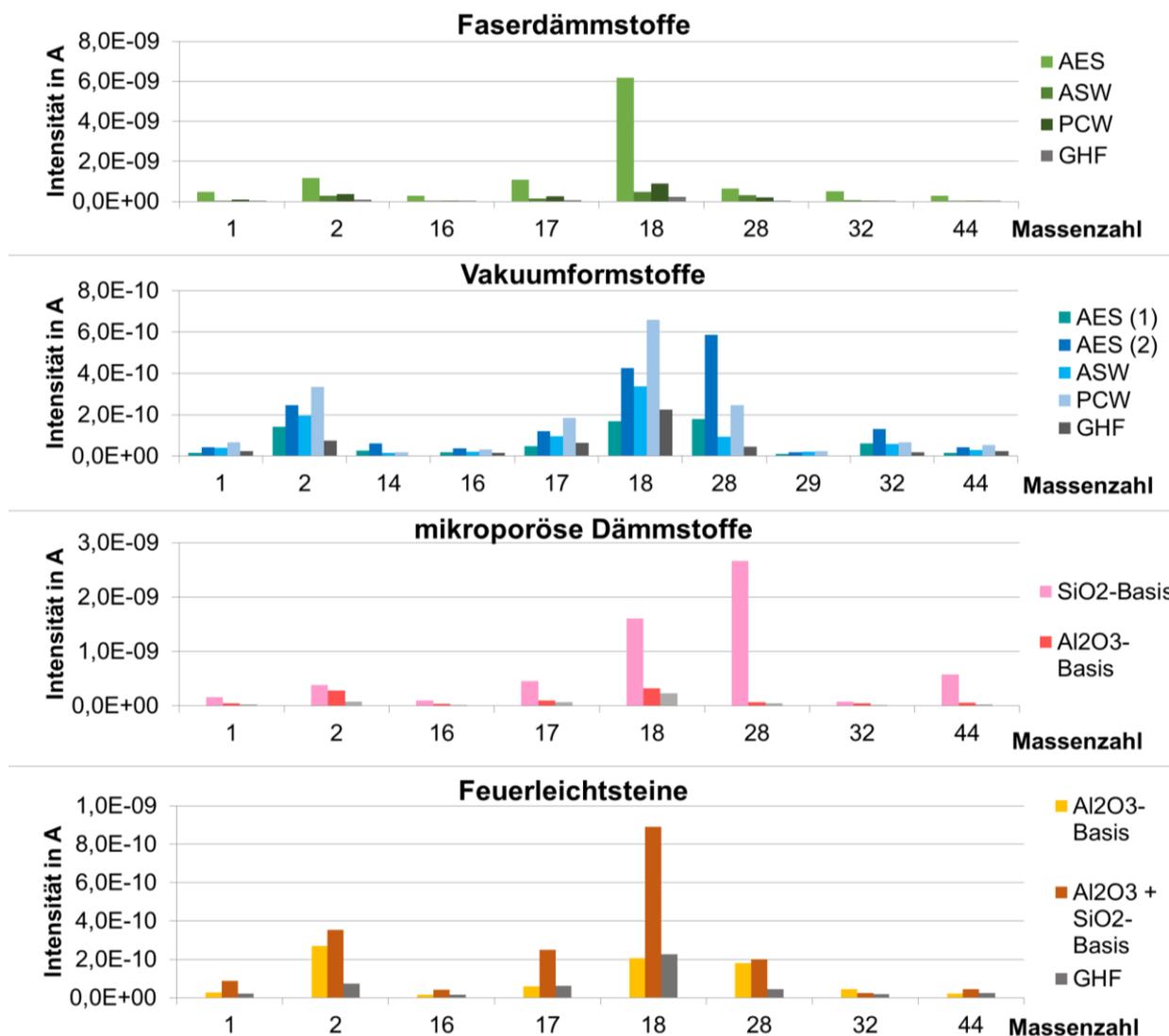
Bevor Untersuchungen im Hochtemperaturvakuumofen stattfanden, wurde jeweils eine Probe jeden Materials einer Restgasanalyse bei 20°C mit einem Quadrupol-Massenspektrometer unterzogen. Für Vakuumprozesse werden aus einer Analyse der Restgaszusammensetzung Informationen zum Prozess und zur Vakuumanlage selbst abgeleitet. Als Beispiel für eine Restgasanalyse wurde das Diagramm des AES-Faserdämmstoffes ausgewählt (**Abbildung 10**). Es werden darin die dominierenden Massenzahlen als Intensitäten in Abhängigkeit von den Evakuierungszeiten dargestellt. Die dicke blaue Kurve darin zeigt den Druckverlauf in der

Vakuumkammer. Die Messung der Massenzahlen beginnt ab ca. 0,05 mbar. Zur Auswertung der durch ein Massenspektrometer erfassten Daten bietet die NIST-Datenbank [NIST01] für die entsprechenden dominierenden Komponenten charakteristische Haupt- und Nebenmassenzahlen als Übersicht (siehe auch **Tabelle 2**). Bei dem AES-Faserdämmstoff (**Abbildung 10**) dominieren die Elemente für Wasser (**18, 17, 2, 1**), Stickstoff und Kohlenstoffdioxid (**28**), (44, 1, 16, Sauerstoff **32**).



**Abbildung 10:** Restgasanalyse der Evakuierung eines AES-Faserdämmstoffes bei RT

Die Restgasanalysen der kalten Evakuierungen sind in den **Anlagen 1-13** des jeweiligen Dämmstoffs enthalten. Daraus abgeleitet, wurden die in **Abbildung 11** dominierenden Massenzahlen der Dämmstoffe in den entsprechenden Dämmstoffgruppen dargestellt. Es lässt sich erkennen, dass bei allen Dämmstoffen der Wasserdampf (Massenzahlen 18, 17, 2, 1) das Restgas dominiert. Wasserdampf und CO<sub>2</sub> sind aber in unterschiedlichen Intensitäten enthalten. Der AES-Faserdämmstoff und die mikroporösen SiO<sub>2</sub>-Dämmstoffe zeigen dabei die höchste Intensität beim Wasserdampf-Anteil und die Feuerleichtsteine den geringsten. Für die Vakuumformteile AES (2) und insbesondere mikroporöse Dämmstoffe auf SiO<sub>2</sub>-Basis erscheint als weitere dominierende Massenzahl 28 (N<sub>2</sub>). Dies deutet auf schwer zugängliche Poren hin, die nur langsam die eingeschlossene Luft abgeben.



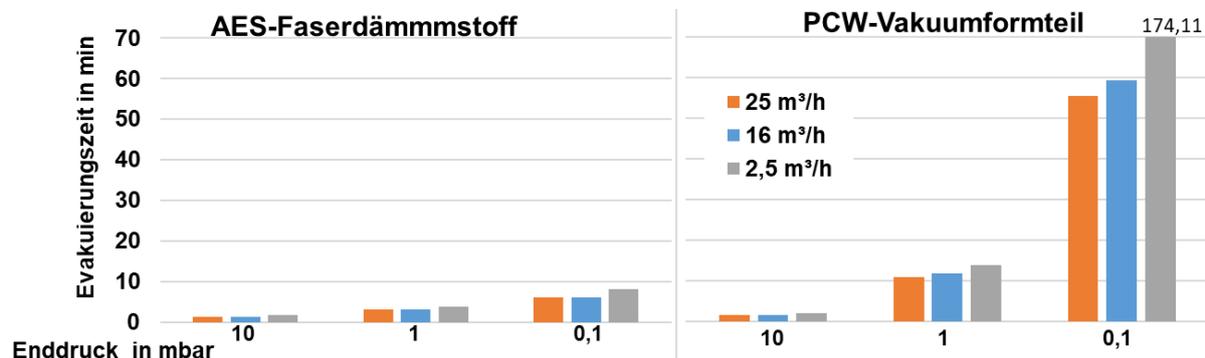
**Abbildung 11:** Dominierende Massenzahlen in der Restgasanalyse der oxidischen Dämmstoffe im Vergleich zu Graphitartfilz (GHF)

### 3.2.2 Evakuierungen bei Raumtemperatur (RT) mit unterschiedlichen Pumpen-Förderleistungen

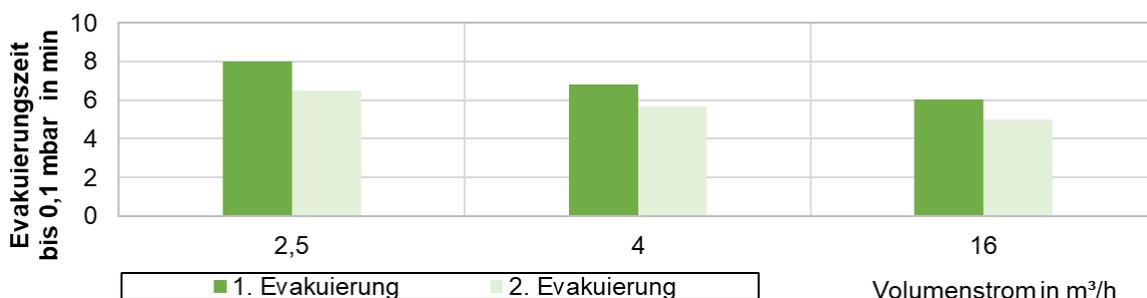
Zur Ergänzung der Versuche bei Raumtemperatur im Grobvakuumbereich wurde mit unterschiedlichen Volumenströmen von 2,5; 4, 16 und 25 m<sup>3</sup>/h evakuiert. Dies wurde möglich durch die Verwendung unterschiedlicher Drehschieberpumpen im Versuchstand für die kalte Evakuierung (siehe **Abbildung 5**).

In **Abbildung 12** sind beispielhaft Ergebnisse zweier Dämmstoffe mit drei verschiedenen Pumpenleistungen dargestellt, links die Evakuierungszeiten der AES-Faserdämmstoffe und rechts der PCW-Vakuumformteile. Bei dem AES-Faserdämmstoff ist der Einfluss der Pumpenleistung zum Erreichen des Enddruckes nur gering, mit 2,5 m<sup>3</sup>/h-Förderleistung sind nach ca. 8 Minuten und mit 25 m<sup>3</sup>/h nach ca. 6 Minuten 0,1 mbar erreicht. Bis zu einem Enddruck von 10 mbar sind die Evakuierungszeiten beider Dämmstoffe nahezu gleich. Im Bereich von 1 mbar erhöhen sich die Evakuierungszeiten bei dem PCW-Vakuumformteil sehr stark. Wie zu erwarten, hat die Förderleistung der Pumpe einen erheblichen Einfluss auf die Evakuierungszeit. Je

geringer die Förderleistung der Pumpe ist, umso länger dauert die Evakuierung. Mit 2,5 m³/h Förderleistung sind nach fast 3 Stunden und mit 25 m³/h nach ca.1 Stunde 0,1 mbar Enddruck erreicht.

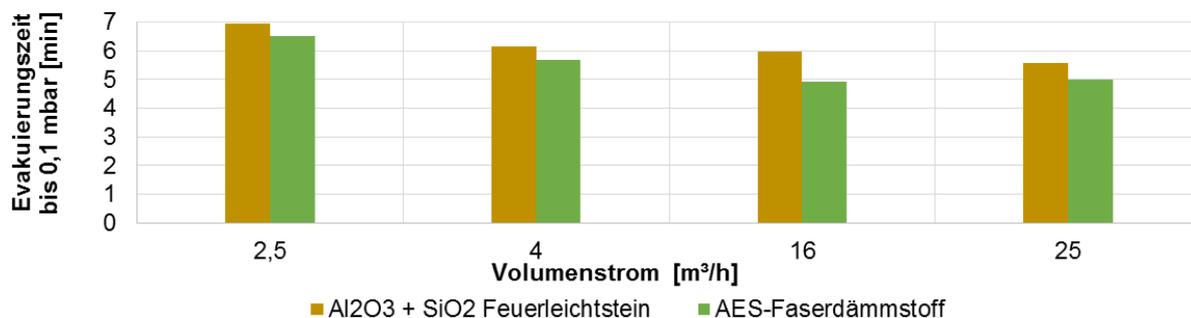


**Abbildung 12:** Vergleich von Evakuierungszeiten bis zum Erreichen eines Enddruckes mit unterschiedlichen Pumpenleistungen bei Raumtemperatur von AES-Faserdämmwolle und PCW-Vakuumformteil



**Abbildung 13:** Vergleich der Evakuierungszeiten der 1. und 2. Evakuierung bis 0,1 mbar mit unterschiedlichen Volumenströmen der Pumpen für den AES-Faserdämmstoff

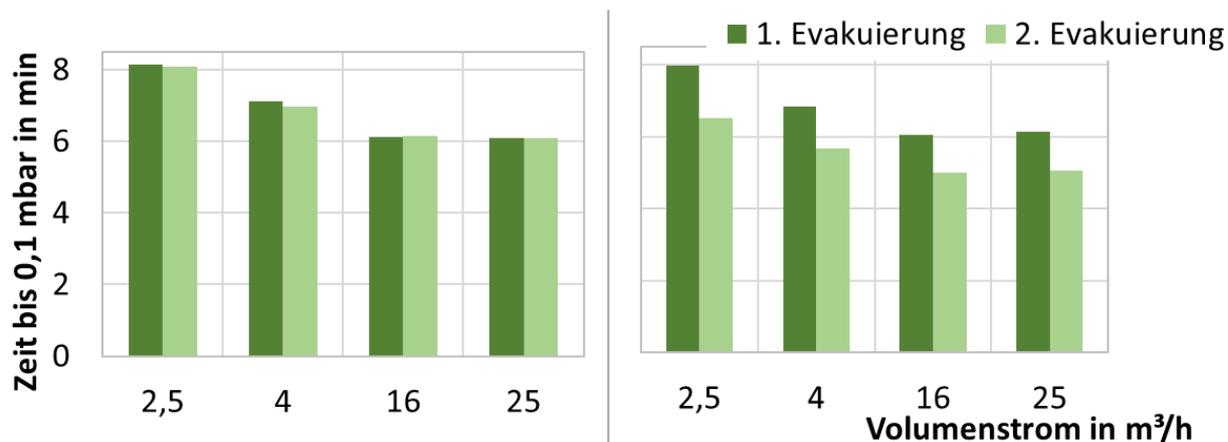
Der AES-Faserdämmstoff wurde mit 2,5; 4 und 16 m³/h Pumpenleistung bis 0,1 mbar evakuiert, mit Umgebungsluft geflutet und wieder bis 0,1 mbar evakuiert (**Abbildung 13**). Beim Vergleich der 1. und 2. Evakuierung bis 0,1 mbar miteinander, werden nur geringfügige Zeitdifferenzen von ca. 1 Minute für alle Volumenströme deutlich.



**Abbildung 14:** Vergleich der Evakuierungszeiten zweier Dämmstoffe bis 0,1 mbar mit unterschiedlichen Volumenströmen nach Stickstoff-Flutungen bei Raumtemperatur (vor jedem Versuch erfolgte eine Evakuierung mit anschließender N<sub>2</sub>-Spülung)

Die Ergebnisse wiederholter Evakuierungen bei RT mit Stickstoff-Zwischenspülung sind in **Abbildung 14** dargestellt. Nach der ersten Evakuierung des Dämmstoffs bis 0,1 mbar mit einer

Pumpe (25 m<sup>3</sup>/h) erfolgte jeweils eine Flutung mit Stickstoff und eine Pause von 5 Minuten. Im Anschluss wurde erneut bis 0,1 mbar evakuiert, aber jeweils mit einer Pumpe mit einem anderen Volumenstrom. Im Diagramm sind die Dauern der 2. Evakuierung in Abhängigkeit vom Volumenstrom der Pumpe für einen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Feuerleichtstein und den AES-Faserdämmstoff dargestellt.



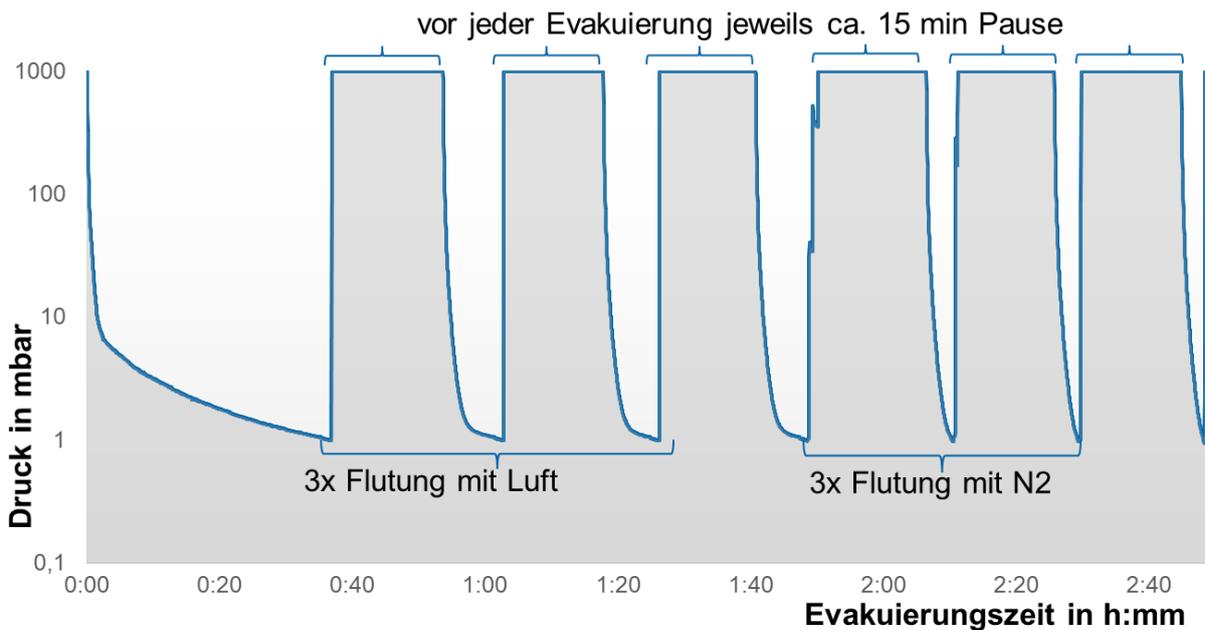
**Abbildung 15:** Vergleich der Evakuierungszeiten von AES-Faserdämmstoff bis 0,1 mbar bei RT mit unterschiedlichen Volumenströmen (jeweils zwei Evakuierungen mit N<sub>2</sub>-Zwischenspülung, links: mit Entnahme der Probe und 5 min Auslagerung in Luft, rechts ohne Entnahme und 5 min Auslagerung Pause in Stickstoff)

Ergänzend wurden für zwei Folgeevakuierungen des AES-Faserdämmstoffes nacheinander die Zeiten bis 0,1 mbar bei 20°C bei unterschiedlichen Pumpenleistungen und abweichendem Spülverfahren bei einem simulierten Chargiervorgang ermittelt. **Abbildung 15 links** zeigt die Ergebnisse des Versuches, bei dem nach der 1. Evakuierung eine Stickstoffflutung vorgenommen und die Probe anschließend der Probenkammer entnommen wurde. Nach dem Wiedereinbau der Probe erfolgte eine weitere Evakuierung bis 0,1 mbar mit der gleichen Pumpe wie bei der 1. Evakuierung. Das Diagramm zeigt, dass beide Evakuierungen nahezu gleich lang dauern. In **Abbildung 15 rechts** wurden die Proben nach der Stickstoffflutung 5 min in der Probenkammer belassen und danach erfolgte die Evakuierung bis 0,1 mbar mit der gleichen Pumpe wie bei der 1. Evakuierung. Hier zeigt sich ein deutlicher Unterschied zu den Versuchen in der **Abbildung 15 links**, die 2. Evakuierung ist um ca. 1 min kürzer. Die Stickstoffflutung verhindert eine Wasserdampf-Aufnahme des Dämmstoffes aus der Luft und bewirkt dadurch eine schnellere Folge-Evakuierung.

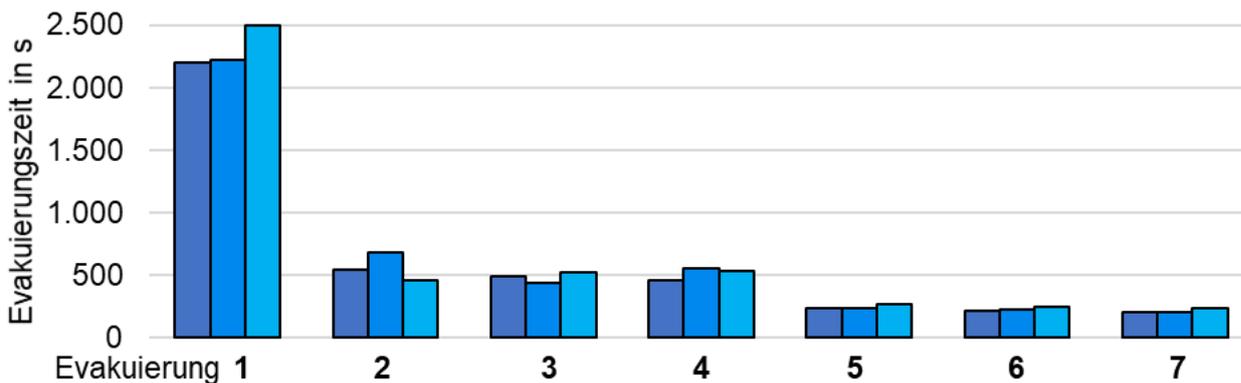
### 3.2.3 Zyklische Evakuierungen bei Raumtemperatur (RT) unter Stickstoffeinfluss

Da bei Chargierprozessen in der Industrie die Anlagen zum Einlegen und Entnehmen des Wärmegutes geöffnet werden und die Dämmstoffe dabei zyklische Evakuierungen durchlaufen, wurden diese Prozesse anhand von mehrfachen zyklischen Evakuierungsversuchen nachgebildet. Es wurden Versuche durchgeführt, bei denen die Proben mehrfach hintereinander bis 1 mbar evakuiert und dazwischen geflutet wurden, dreimal mit Umgebungsluft und danach dreimal mit Stickstoff (siehe **Abbildung 16**). Bis zu der erneuten Evakuierung wurde eine Pause von ca. 15 Minuten eingelegt. In **Abbildung 17** wird deutlich, dass die erste Evakuierung nach längerer Lagerung an Umgebungsluft am längsten dauert und durch mehrmalige Evakuierungen die

Zeiten bis 1 mbar verkürzt werden. Nach vorherigen Flutungen mit Stickstoff tritt eine noch größere Zeitverringerung ein. Aus der Einzelanalyse der Zyklen (vergl. **Abbildung 17**) wird klar, dass abgesehen von der Erstevakuierung nach einer längeren Lagerung an Luft bzw. nach längerem Kontakt zur Umgebungsluft alle Folgeevakuierungen mit gleicher Zyklusgestaltung (Pausendauer und Spülmedium) gleich verlaufen. Für den Vergleich wurden deshalb die Mittelwerte gleicher Zyklen herangezogen (vergl. **Abbildung 18**). Unterschiede ergeben sich lediglich aus dem Wassergehalt im Spülmedium. In **Anlage 18** sind die ausführlichen Ergebnisse der Einzeluntersuchungen für jedes Dämmstoffmaterial in Diagrammen aufgezeigt.



**Abbildung 16:** Druckverlauf der zyklischen Evakuierung bis jeweils 1 mbar bei RT für ein AES (1)-Vakuumformteil

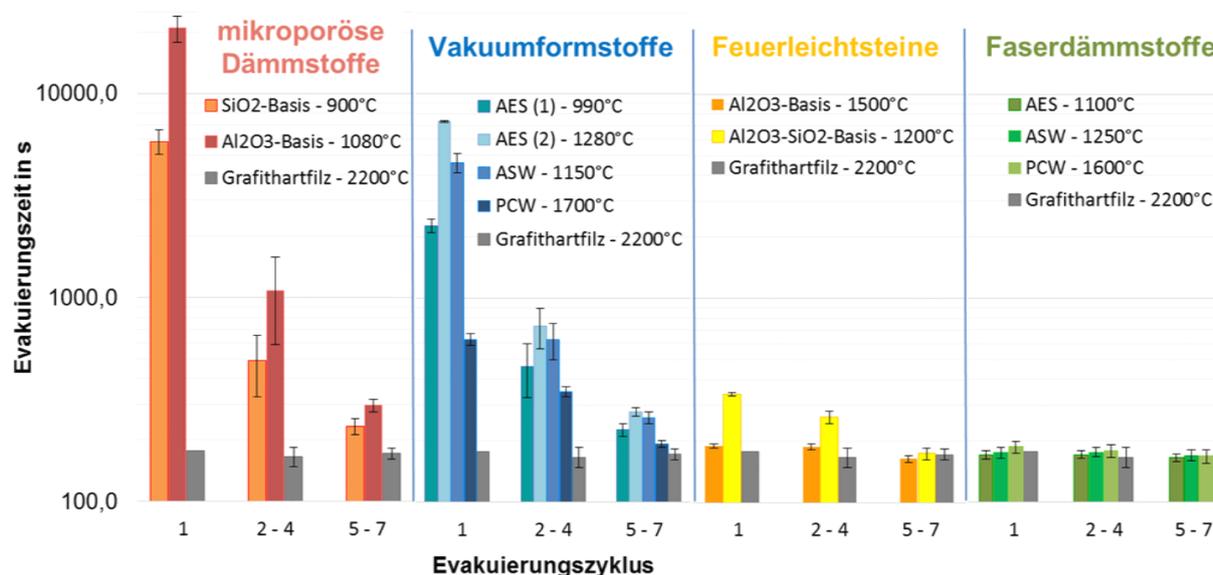


**Abbildung 17:** Zeiten von drei zyklischen Evakuierung des AES (1)-Vakuumformteiles

Die **Abbildung 18** zeigt die Zusammenfassung der Einzelevakuierungen. Es sind darin die Dämmstoffe den Dämmstoffgruppen zugeordnet und werden jeweils mit Grafithartfilz als Referenz verglichen. Die Werte der 1. Evakuierung, Mittelwerte aus der 2.-4. Evakuierung nach einer Flutung mit Umgebungsluft und die Mittelwerte aus der 5.-7. Evakuierung nach der Flutung mit Stickstoff sind jeweils mit einer Säule dargestellt. Die Evakuierungsdauer von Dämmstoffen auf Basis von Fasern ohne Füllstoffe verhalten sich danach unabhängig vom Spülmedium und

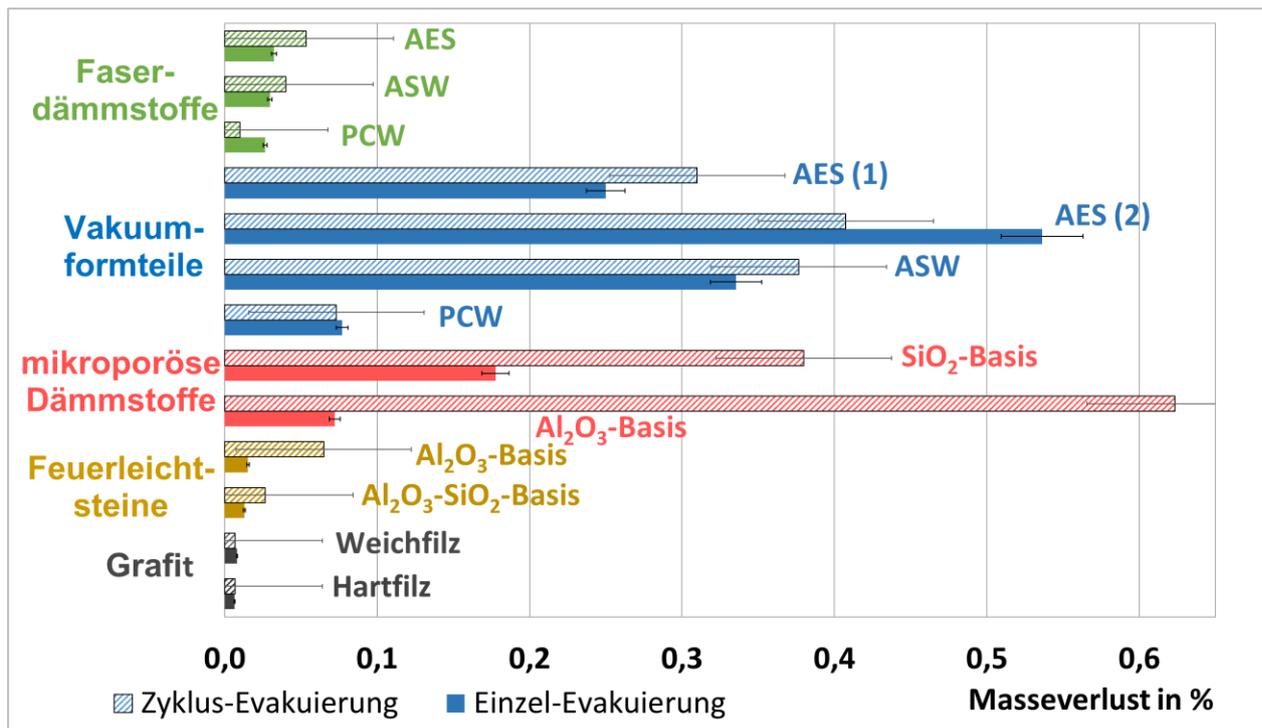
dessen Wassergehalt. Dies betrifft alle oxidischen und grafitischen Fasern. Analog verhalten sich Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-basierte Feuerleichtsteine. Sie erreichen Evakuierungsdauern von ca. 3 min bei einem Enddruck von 1 mbar. Längere Lagerungen und zyklische Beaufschlagung mit feuchten bzw. trockenen Medien haben folglich kaum Einfluss auf die Evakuierungsdauer dieser Dämmstoffe. Feuerleichtsteine auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Basis benötigten für die Evakuierungen nach längerer Lagerung bzw. Flutung mit Umgebungsluft längere Zeiten, ließen sich aber nach N<sub>2</sub>-Flutungen ähnlich schnell evakuieren wie die Faserdämmstoffe.

Alle anderen Materialien zeigen eine deutliche Abhängigkeit vom Feuchtegehalt des Spülmediums und der Auslagerungsdauer. Die erste Evakuierung mikroporöser Dämmstoffe und vakuumgeformter Materialien bis 1 mbar dauerte z. T. bis zu 5 Stunden, also wesentlich länger als bei Grafitfilz. Die nachfolgenden Evakuierungen, vor allem nach Flutungen mit trockenem Stickstoff, waren hingegen wesentlich kürzer. Daraus lässt sich schließen, dass eine längere Exposition dieser Stoffe in der Umgebungsluft zu einer Feuchtigkeitsaufnahme und damit zu längeren Evakuierungszeiten führt. Zwischenflutungen mit trockenem Stickstoff verkürzten die Evakuierungsdauer bei Vakuumformteilen in allen Fällen deutlich.



**Abbildung 18:** Mittelwerte und Fehlerindikationen der Evakuierungszeiten bei 20°C bis zu 1 mbar nach zyklischen Flutungen verglichen mit Grafithartfilz (1. Zyklus nach längerer Lagerung an Umgebungsluft; 2.-4. Zyklus nach Flutung mit Umgebungsluft; 5.-7. nach Flutung mit trockenem Stickstoff)

Ergänzend zu den Evakuierungsdauern wurden die Masseverluste nach den oben beschriebenen zyklischen Evakuierungen erfasst. Diese sind in **Abbildung 19** dargestellt. Nach mehrmaligen Evakuierungen bis 1 mbar erhöhen sich bei den meisten Dämmstoffen die Masseverluste im Vergleich zur einmaligen Evakuierung. Auffällig hohe Werte im Vergleich zur Erstevakuierung nach längerer Lagerung wurden bei den mikroporösen Dämmstoffen festgestellt.



**Abbildung 19:** Vergleich der Masseverluste (Mittelwerte und Fehlerindikation) nach zyklischen Evakuierungen bis 1 mbar mit der Erstevakuierung bis 1 mbar nach längerer Auslagerungszeit an Umgebungsluft.

### 3.3 Zusammenfassung der Ergebnisse der Evakuierungsversuche bei RT

Zusammenfassend können folgende Erkenntnisse aus den Untersuchungen zur Evakuierung von oxidischen Wärmedämmstoffen bei Raumtemperatur formuliert werden. Diese Erkenntnisse decken sich grundsätzlich mit den Erfahrungen aus der Vakuumtechnik mit grafitischen Materialien. Für einzelne Dämmstoffgruppen aus oxidischen Wärmedämmmaterialien zeigen sich aber dennoch wesentliche Unterschiede.

1. Wärmedämmstoffe aus den untersuchten oxidischen Fasern der Materialgruppen AES, ASW und PCW ohne Füllstoffe und Binder (Matten aus losen Fasern, Wollen, Filze) verhalten sich während der Evakuierung ähnlich wie Grafitfilz.
  - Die hohe offene Porosität erleichtert den Abtransport der enthaltenen Gase.
  - Das Aufnahmeverhalten der Oberflächen von Umgebungsfeuchte beeinflusst die Evakuierungsdauern nur unwesentlich.
  - Feuerleichtsteine auf Basis von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigen ein ähnliches Verhalten.
2. Wärmedämmstoffe aus mikroporösen Dämmstoffen, Vakuumformteile auf Basis oxidischer Fasern und aluminosilikatische Feuerleichtsteine zeigen eine höhere Aufnahmebereitschaft für Umgebungsfeuchte auch bei kurzen Expositionsdauern. Dies führt zu signifikant höheren Evakuierungsdauern.
  - Die Aufnahmefähigkeit von Feuchte sinkt in der Reihenfolge Mikroporöse Dämmstoffe, Dämmstoffe aus Vakuumformteilen und aluminosilikatische Feuerleichtsteine.
  - Die Aufnahmefähigkeit korreliert mit der spezifischen Oberfläche der Materialien.

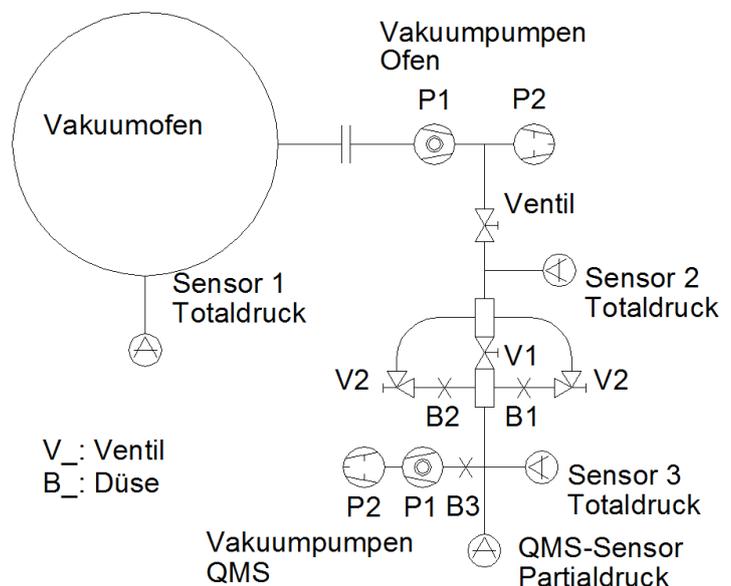
- Das Spülen mit einem trockenen Spülmedium und die Verhinderung des Zugangs von Umgebungsfeuchte verkürzen die Evakuierungszeit wesentlich.
3. Die Porenstruktur (hohe Anteile an Mikroporen) der Wärmedämmstoffe erschwert die Evakuierung und führt zu signifikant höheren Evakuierungsdauern unabhängig vom Feuchteanteil des Spülmediums.
- Die Evakuierungsdauer sinkt in der Reihenfolge Mikroporöse Dämmstoffe, Vakuumformteile.
  - Die Porenstruktur aluminosilikatischer Feuerleichtsteine zeigt beim Spülen mit einem trockenen Medium ein vergleichbares Verhalten wie Grafitfilz.

## 4 Verhalten bei Vakuum im Hochtemperaturbereich

### 4.1 Versuchsaufbau zur Evakuierung im Hochtemperatur-Vakuumofen

Die Evakuierungsversuche bei hohen Temperaturen wurden in einem Vakuumofen mit Graphitheizung und Graphitfilzdämmung durchgeführt. Das beheizte Volumen der Vakuumkammer beträgt  $0,015 \text{ m}^3$ , bei 100 mm Durchmesser und 200 mm Höhe, die umschließende Ofenhaube weist Innenabmessungen von 200 mm im Durchmesser und Höhe 550 mm auf. Die Anlage ist mit einem Vakuumpumpensatz aus einer Turbomolekularpumpe (P1) und einer Drehschieberpumpe (P2) ausgerüstet. Die maximale Betriebstemperatur des Ofens beträgt ca.  $2400^\circ\text{C}$ . In Abhängigkeit von der Arbeitstemperatur kann ein Feinvakuum bis  $1 \times 10^{-4} \text{ mbar}$  erreicht werden.

**Abbildung 20** zeigt die Vakuumhochtemperaturanlage und das Schema für die Anlage mit einem Quadrupol-Massenspektrometer INFICON TRANSPECTOR 2. Die Temperatur bis  $900^\circ\text{C}$  wurde mit einem Thermoelement Typ K gemessen. Der Ofen ist mit einem hochvakuum-geeigneten Zugang für das Thermoelement Typ K ausgestattet. Bei höheren Temperaturen erfolgte der Einsatz eines Pyrometers URSATHERM PYROVAR mit einem Arbeitsbereich von  $850$  bis  $2500^\circ\text{C}$ . Während einer Haltezeit bei  $900^\circ\text{C}$  wurde die Messung manuell vom Thermoelement auf das Pyrometer umgestellt, so dass die Heizkurve nicht beeinträchtigt wurde. Der Druck wurde mit einem LEYBOLD IONIVAC ITR 90 gemessen. Die Bestimmung der Restgaszusammensetzung erfolgte durch Messungen mit einem Quadrupol-Massenspektrometer (MS), wie unter 2.1. beschrieben. Ein EUROTHERM NANODAC-Controller wurde verwendet, um die Erfassung der gemessenen Daten zu ermöglichen. Die Prozessdaten wurden mit der WINDOWS-basierten Software DASYLAB aufgezeichnet.



**Abbildung 20:** Vakuumhochtemperaturanlage mit Massenspektrometer (links) dazugehöriges Schaltschema der Vakuumhochtemperaturanlage (rechts)

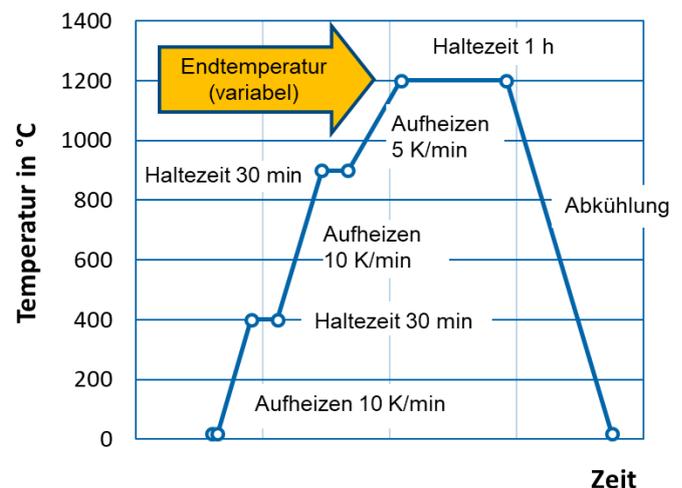
## 4.2 Versuchsplanung für die Untersuchungen im Hochtemperaturvakuum

Für die Untersuchungen eines jeden Dämmstoffs im Hochtemperaturvakuum wurde ein einheitlicher Ablauf für jede Versuchskampagne festgelegt. Dazu wurde der Vakuumofen vor jeder Prüfkampagne gereinigt und bei einer Temperatur über der maximalen Prüftemperatur im technisch möglichen Vakuum ausgeheizt [Uhl05]. Anschließend wurden die Testzyklen bis zur festgelegten Endtemperatur durchgeführt (**Abbildung 21**). Zur Versuchskampagne eines Dämmstoffes gehören mehrere Prüfzyklen mit identischem Temperaturverlauf: ein Referenzversuch, ein Versuch mit dem oxidischen Einzeldämmstoff ohne Grafitkontakt und ein Versuch mit Kontakt zwischen oxidischem Dämmstoff und Grafitfilz. Der Referenzversuch dient dazu die Vergleichbarkeit der Versuche bei der Auswertung zu gewährleisten.

### Ablaufplan:

1. Ausheizen bei 1550 °C (bzw. 1700°C) zur Entfernung von Rückständen
2. Referenzzyklus im leeren Ofen nach dämmstoffabhängiger Aufheizkurve\*
3. Dämmstoff ohne Kontakt zu Grafit
4. Dämmstoff mit Kontakt zu Grafit

\* Endtemperatur ist die jeweilige Daueranwendungstemperatur des Dämmstoffs



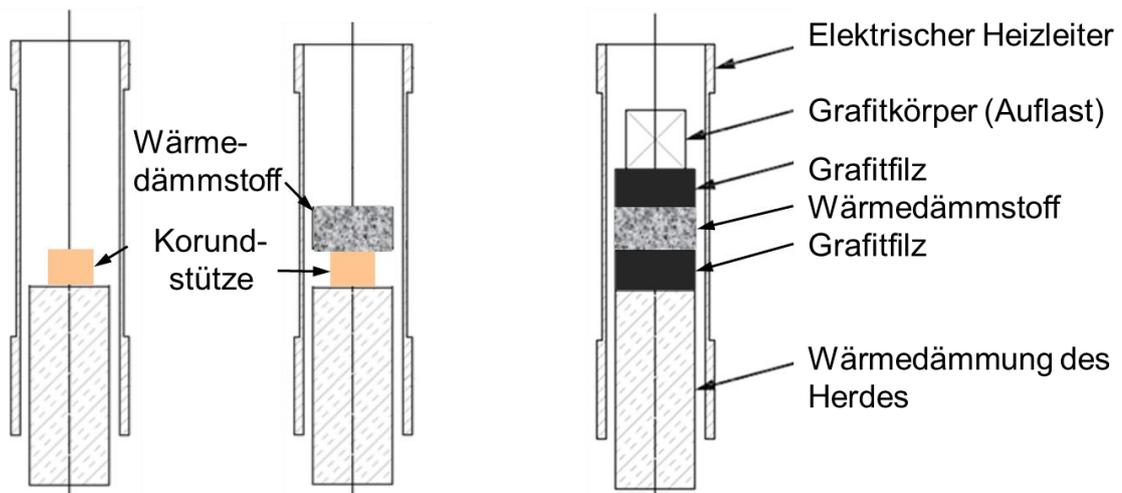
**Abbildung 21:** Ablaufplan einer Versuchskampagne im Vakuum-Hochtemperaturofen und Temperaturverlauf eines Versuches (rechts)

Beim Referenzversuch wird der Ofen evakuiert bis  $< 0,01$  mbar. Anschließend wird das Temperaturprogramm gestartet. Die Aufheizgeschwindigkeit bis 900°C ist mit 10 K/min festgelegt. Bei 400°C wird eine dreißigminütige Haltezeit eingelegt, um die Entgasung der adsorbierten Feuchtigkeit und in den Poren eingeschlossener Luft sicherzustellen. Die Haltezeiten bei 400 °C und 900 °C dienen dazu ein sicheres Feinvakuum, kleiner 0,01 mbar, auch während des Versuches aufrecht zu erhalten und stärkere Entgasungsraten abzufangen. Damit soll eine Oxidation mit Kohlenstoff durch Restgas, welche oberhalb von 400°C einsetzt, verhindert werden. Typischerweise steigt der Totaldruck im Ofen an, da durch thermisch induzierte Desorption eine erhöhte Entgasungsrate eintritt. Durch die Desorption und ggf. Trocknung der Proben in der Haltezeit kommt es zu einer Absenkung des Totaldruckes. Anschließend wird bis zur dreißigminütigen Haltezeit bei 900°C weitergeheizt. In der zweiten Haltezeit erfolgt der Wechsel des Thermoelementes auf das Pyrometer sowie eine tiefe Entgasung. Anschließend wird die Aufheizung mit 5 K/min bis zur jeweils festgelegten Endtemperatur fortgesetzt. Diese Temperatur wird normalerweise mindestens eine Stunde gehalten. Danach kühlt der Ofen unter Vakuum bis ca. 100°C ab. Der Ofen wird anschließend mit Stickstoff geflutet und bleibt bis zum vollständigen Abkühlen mit leichtem Überdruck stehen. Die Proben werden aus dem abgekühlten Ofen entnommen. Alle Proben wurden vor und nach den Tests mit Hilfe einer Laborwaage KERN 510 gewogen, um die Masseverluste zu bestimmen.

Die Proben hatten folgende Abmessungen:

- Oxidische Dämmmaterialien je nach verfügbarer Stärke: 60 mm x 60 mm x 25-30 mm
- Grafit-Hartfilze: 60 mm x 60 mm x 40 mm

Die **Abbildung 22** zeigt die Probenanordnung im Ofen. Bei dem Einzeldämmstoffversuch diente eine Korundstütze zwischen der Grafitwärmedämmung des Herdes und der Probe als Trennung, um einen Kontakt zur grafitischen Wärmedämmung des Herdes zu vermeiden. Für den Kontaktversuch wurde das Probepaket mit einem Auflastgewicht aus Grafit beschwert, um einen vollflächigen Kontakt zwischen Dämmstoff und Grafitfilz sicher zu stellen.



**Abbildung 22:** Probenintegration im Vakuum-Hochtemperaturofen für eine Versuchskampagne (links: Referenzversuch, mittig: Einzelversuch, rechts: Kontaktversuch mit Grafit-Hartfilz)

Im Rahmen der Versuche wurden sowohl der temperaturabhängige Druckverlauf, die Restgasanalyse sowie der Masseverlust aller Proben ermittelt. Der Vergleich der Proben untereinander erfolgte jeweils absolut und in Bezug zum jeweiligen Referenzversuch. Damit wurde sichergestellt, dass Veränderungen der Ofenanlage bzw. zufällige Randbedingungen aus der Umgebung festgestellt und kompensiert werden können.

Insgesamt wurden folgende Versuchsreihen durchgeführt:

- Verhalten im Hochtemperaturvakuum bis zur Daueranwendungsgrenztemperatur zur Bestimmung einer Anwendungsgrenztemperatur für den Einsatz mit und ohne Kontakt zu grafitischen Materialien
- Vergleichsuntersuchungen bei 900°C bzw. 1100°C zur vergleichenden Bestimmung der Stabilität im Hochtemperaturvakuum
- Sondierende Untersuchungen ausgewählter Dämmstoffe zur Ermittlung der Temperaturabhängigkeit der Stabilität
- Zyklische Versuche zur Simulation eines Chargierbetriebes

Eine Übersicht zu den insgesamt durchgeführten Hochtemperaturvakuumversuchen ist in der **Anlage 15** zusammengefasst.

### **4.3 Durchführung und Ergebnisse des Dämmstoffverhaltens im Hochtemperaturvakuum**

Im Folgenden werden ausgewählte Versuchsergebnisse vorgestellt, eine ausführliche Zusammenfassung aller Ergebnisse ist je untersuchten Dämmstoff in den **Anlagen 1 – 13** enthalten.

#### **4.3.1 Einsatz der Dämmstoffe bis zur Daueranwendungstemperatur**

Die Auswertung der Versuche erfolgte einheitlich durch eine Bewertung des Totaldruckverlaufes, der Restgasanalyse während des Versuches sowie des Masseverlustes über den jeweiligen Gesamtzyklus. Restgaszusammensetzung, Temperatur- und Totaldruckverlauf wurden zwecks besserer Zuordnung in einem Diagramm zusammengeführt. Anhand des Vergleichs der Gesamtdruckkurven und der Restgasanalysen aller drei Versuche eines Zyklus können Reaktionen angezeigt und Ausgasungen festgestellt werden. Bei den Auswertungen der Restgasanalysen wurden die neun Massenzahlen mit den höchsten Intensitäten dargestellt (größer  $10^{-11}$  A), die bei einem signifikanten Druckanstieg gegenüber dem Referenzversuch aufgetreten waren.

Der Vergleich der Ergebnisse aller Massenspektrometeruntersuchungen, die bis zur Daueranwendungstemperatur des Dämmstoffs im Hochtemperaturofen durchgeführt wurden, ergab je nach Zusammensetzung des Materials, sehr unterschiedliche Verhaltensweisen. Im Folgenden werden die Untersuchungen von drei Dämmstoffen näher betrachtet, die auf ein typisches Verhalten einer Dämmstoffgruppe schließen lassen. Dies betrifft Dämmstoffe mit einer hohen Stabilität im Hochtemperaturvakuum sowie einer mittleren und niedrigen Stabilität.

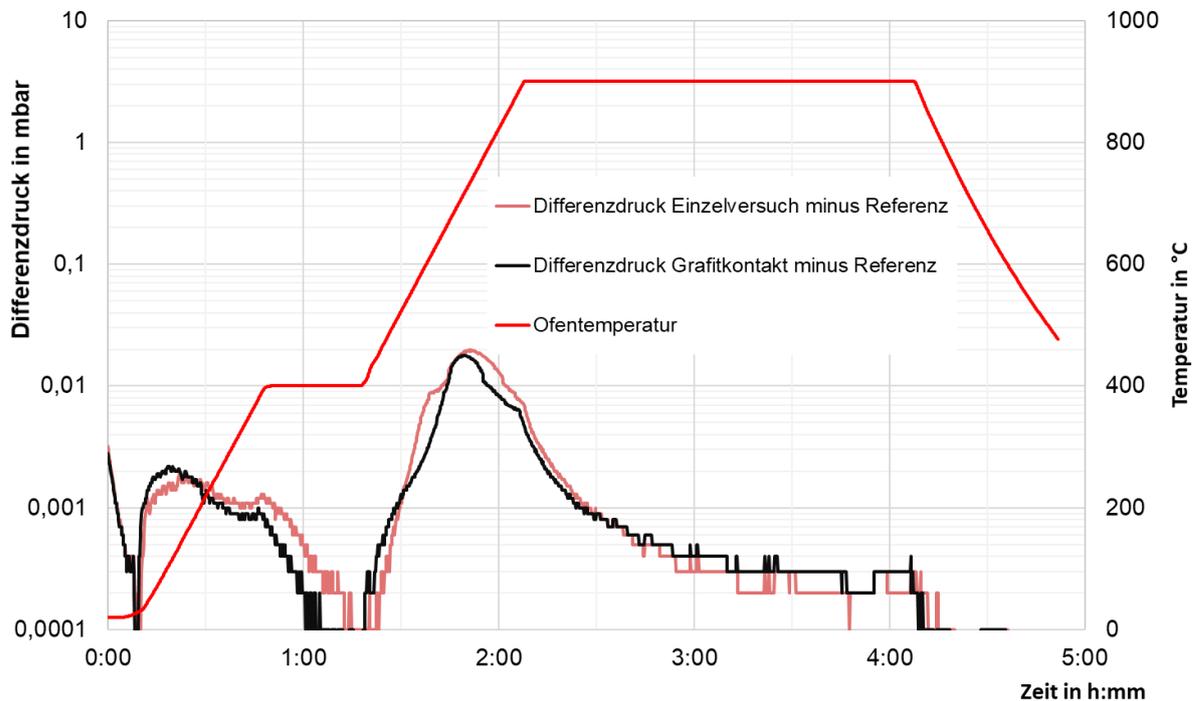
#### **Ergebnisse der Untersuchung von AES-Faserdämmstoffen.**

Für den AES-Faserdämmstoff (**Abbildung 26**) ergab der Vergleich der drei Tests eines Prüfzyklus bis zur Daueranwendungstemperatur von 1100°C keine signifikanten Veränderungen der Gesamt- und Partialdrücke, sowohl bei den Versuchen mit als auch ohne Grafithartfilzkontakt. Der Totaldruck erreicht am Ende der Haltezeit einen Wert von ca.  $1 \times 10^{-3}$  mbar weiter sinkend, was auch dem üblichen Betrieb mit Grafitfasern in dem Ofen entspricht. Die geringen Masseverluste der AES-Faserdämmstoffe von 0,2 Ma.-% (Einzelversuch) und 0,5 Ma.-% (Kontaktversuch) zeigen, dass Reaktionen in nur geringem Maße aufgetreten sind (vergl. **Abbildung 29**). Die Fasern der AES-Dämmstoffproben waren nach den Versuchen leicht versprödet, was auch aus Anwendungen im Normalzustand bekannt ist.

#### **Ergebnisse der Untersuchung von mikroporösen Dämmstoffen auf SiO<sub>2</sub>-Basis.**

In **Abbildung 27** sind die Ergebnisse der Restgasanalysen und der Druck-Temperatur-Verlauf des mikroporösen SiO<sub>2</sub>-Dämmstoffes zu sehen, welcher zuvor eine Wärmebehandlung bei 600°C erhielt. Im Vergleich zum Referenztest kommt es bei den Versuchen, mit und ohne Grafithartfilzkontakt zur signifikanten Druckerhöhungen während der Aufheizung im Temperaturbereich zwischen 400 bis 900°C. In **Abbildung 23** sind zu diesem Zweck die Differenzdruckkurven separat dargestellt. Sowohl der Einzelversuch als auch der Kontaktversuch zeigen etwa die gleichen Verläufe. Die Restgasanalyse des MS zeigt für diesen Bereich eine signifikante Zunahme der Wasserdampf relevanten Massenzahlen. Es wird angenommen, dass in diesem Temperaturbereich eingelagertes Wasser den Kristallverband verlässt. Nach den

Versuchen waren diese mit Glasfasergewebe konfektionierten Proben in einem sehr guten Zustand und es waren keine auffälligen Erscheinungen zu erkennen.

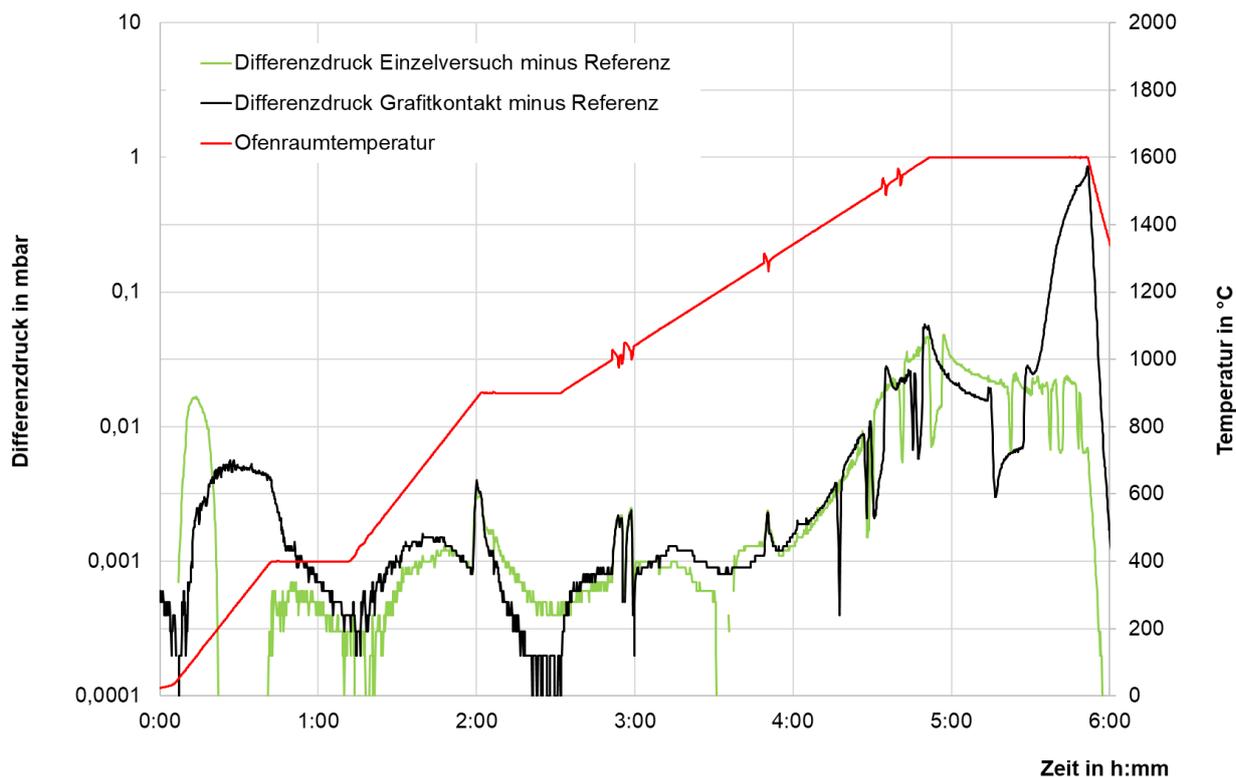


**Abbildung 23:** Differenzdruckverlauf zum Referenzversuch für mikroporöse Dämmstoffe auf  $\text{SiO}_2$ -Basis

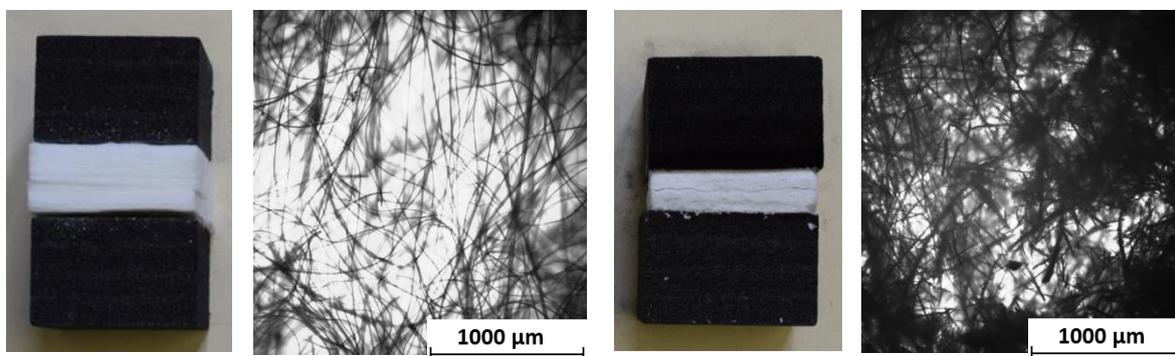
### Ergebnisse der Untersuchung von PCW Dämmstoffen

Dämmstoffe auf PCW-Basis haben eine besonders hohe Daueranwendungstemperatur, in dem Fall von ca. 1700 °C. In diesem Anwendungsbereich stoßen sie in Temperaturbereiche vor in denen Reaktionen mit der Restgasatmosphäre als auch im Kontakt mit grafitischen Materialien erleichtert ablaufen. Die **Abbildung 28** zeigt am Beispiel des PCW-Faserdämmstoffs bei hohen Temperaturen von über 1400 °C eine deutliche Entgasung und damit Druckzunahme. Das trifft sowohl bei den Einzel- als auch den Kontaktversuchen des PCW-Faserdämmstoffes mit KT 1650 und des PCW-Vakuumformteiles mit KT 1700 zu. Als Beispiel ist die Differenzdruckkurve des PCW-Faserdämmstoffes in der **Abbildung 24** dargestellt. Die Druckzunahme während der Haltezeit bei 1600°C erreicht eine Differenz gegenüber dem Referenzversuch von 4 Größenordnungen. Die Analyse des Restgases (vergl. **Abbildung 28**) zeigt eine starke Zunahme der CO relevanten Massenzahlen (28, 16, 12), d.h. hier kommt es zu einer sehr schnellen Reduktion der Oxide. Die metallischen Reste kondensieren bereits im Ofen und können durch das Massenspektrometer nicht mehr erfasst werden.

An der oxidischen Probe wurden nach den Versuchen Degradation, starke Kristallisation und Schrumpfung beobachtet (vergl. **Abbildung 25** rechts). Es wurden weiß-gelbe Ablagerungen an der Grafitfilzofendämmung sichtbar, die Reaktionen zwischen kohlenstoffbasiertem und oxidkeramischem Dämmstoff anzeigten.



**Abbildung 24:** Differenzdruckverlauf zum Referenzversuch für einen PCW-Faserdämmstoff mit KT 1650



**Abbildung 25:** Probenpaket des PCW-Faserdämmstoffs für Hochtemperatur-Kontaktversuch mit Grafitkartfilz bei Daueranwendungstemperatur von 1600°C (links: vor, rechts nach dem Versuch)

Insgesamt muss auch betrachtet werden, dass die PCW-Dämmstoffe bei den Versuchen der größten thermischen Belastung ausgesetzt waren. Von allen untersuchten Materialien waren vom Hersteller für die PCW-Dämmstoffe die höchsten Daueranwendungstemperaturen angegeben. Auch die Masseverluste für das PCW- Faserdämmmaterial mit mehr als 9 % im Einzelversuch und ca. 47 % für den Kontaktversuch waren vergleichsweise sehr hoch (**Abbildung 29**).

Die in **Abbildung 26** bis **Abbildung 28** dargestellten Restgasanalysen sind Auszüge aller durchgeführten Versuche bei Daueranwendungstemperatur. Die vollständigen Ergebnisse der Restgasanalysen bei Daueranwendungstemperatur sind in der **Anlage 16** zusammengefasst.

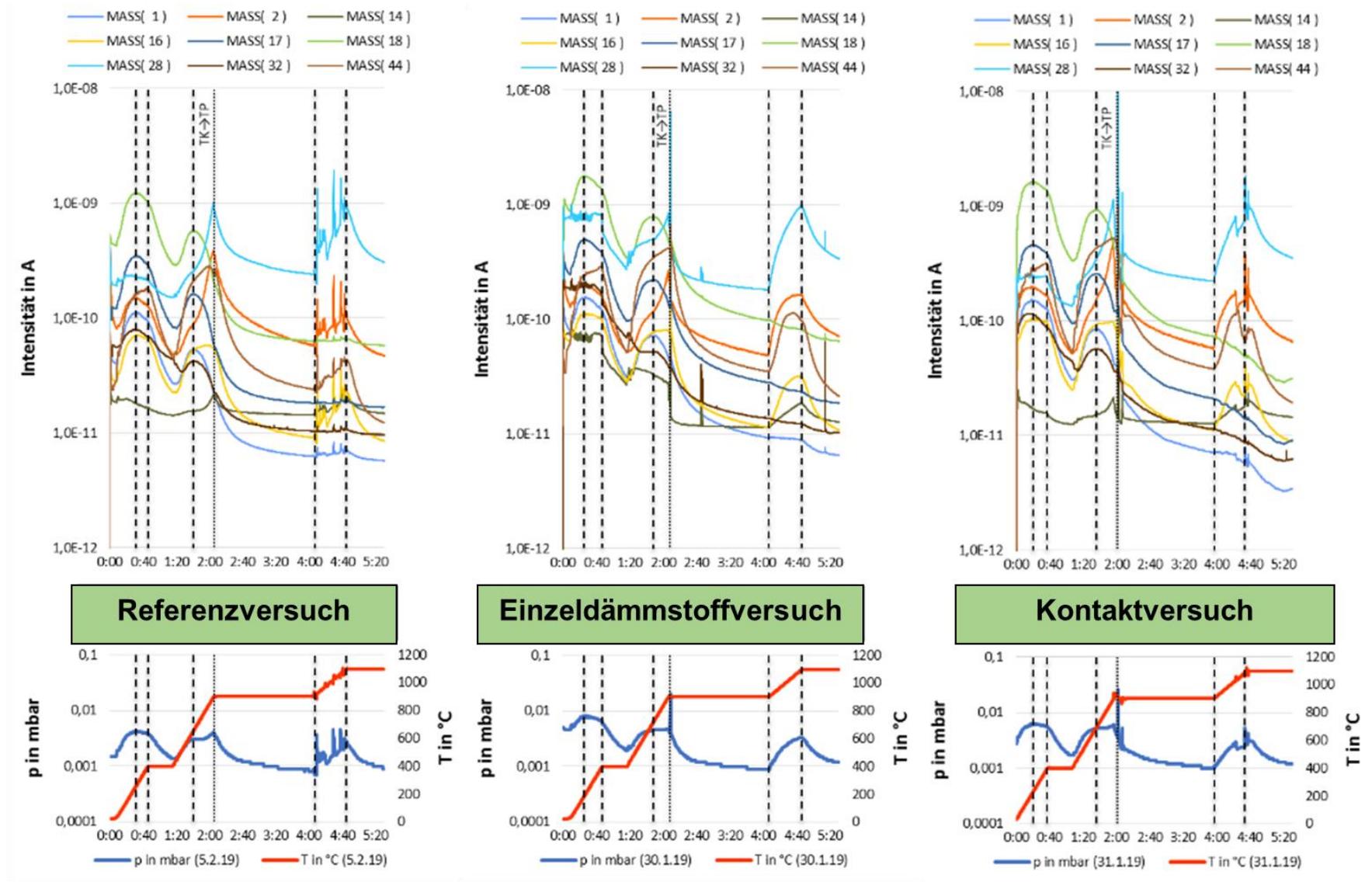
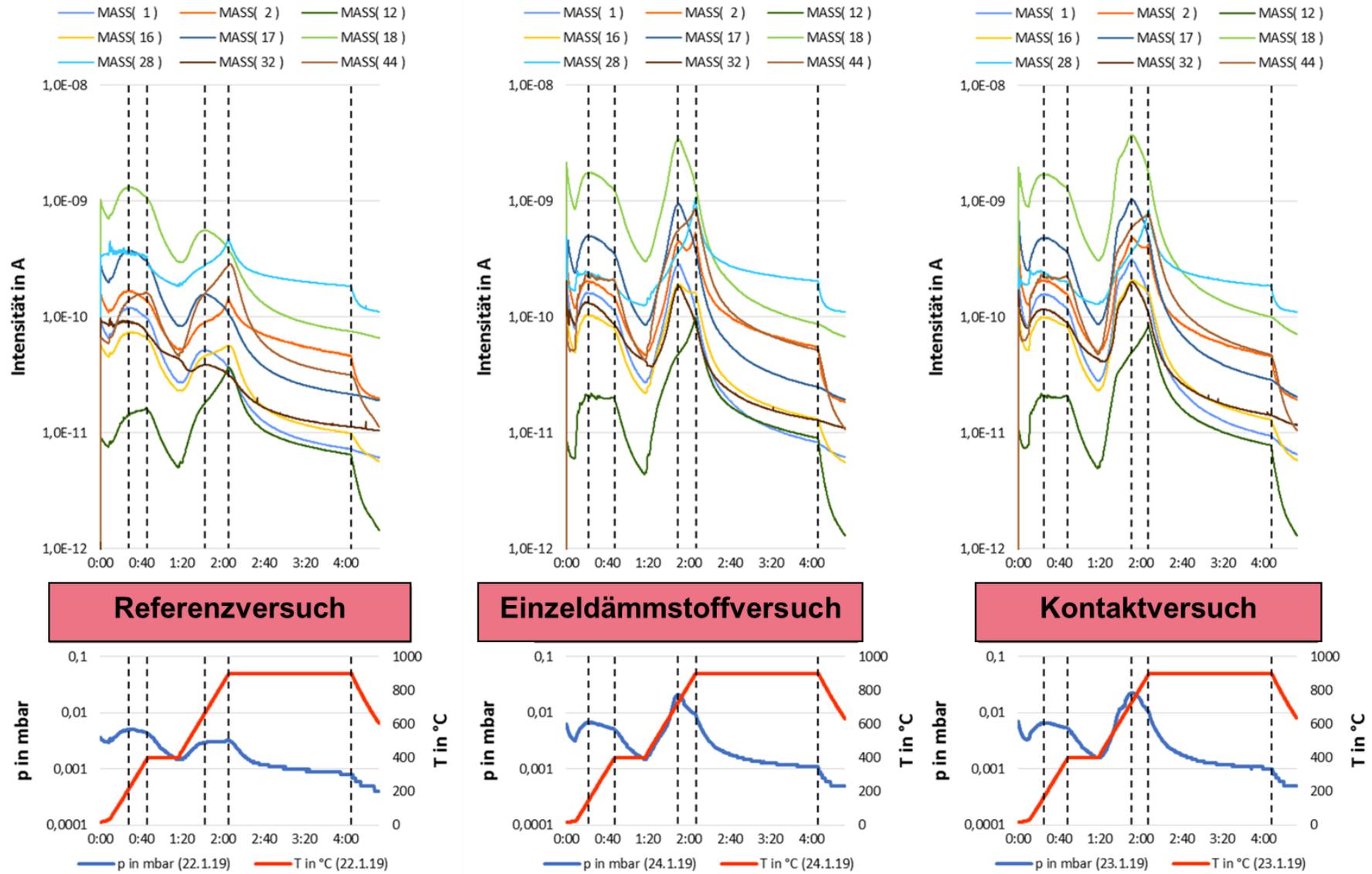


Abbildung 26: Restgasanalysen und Temperatur-Druck-Verlauf für AES-Faserdämmstoff bis 1100°C (siehe auch **Anlage 1**)



**Abbildung 27:** Restgasanalysen und Temperatur-Druck-Verlauf für einen mikroporösen SiO<sub>2</sub>-Dämmstoff bis 900°C (siehe auch **Anlage 8**)

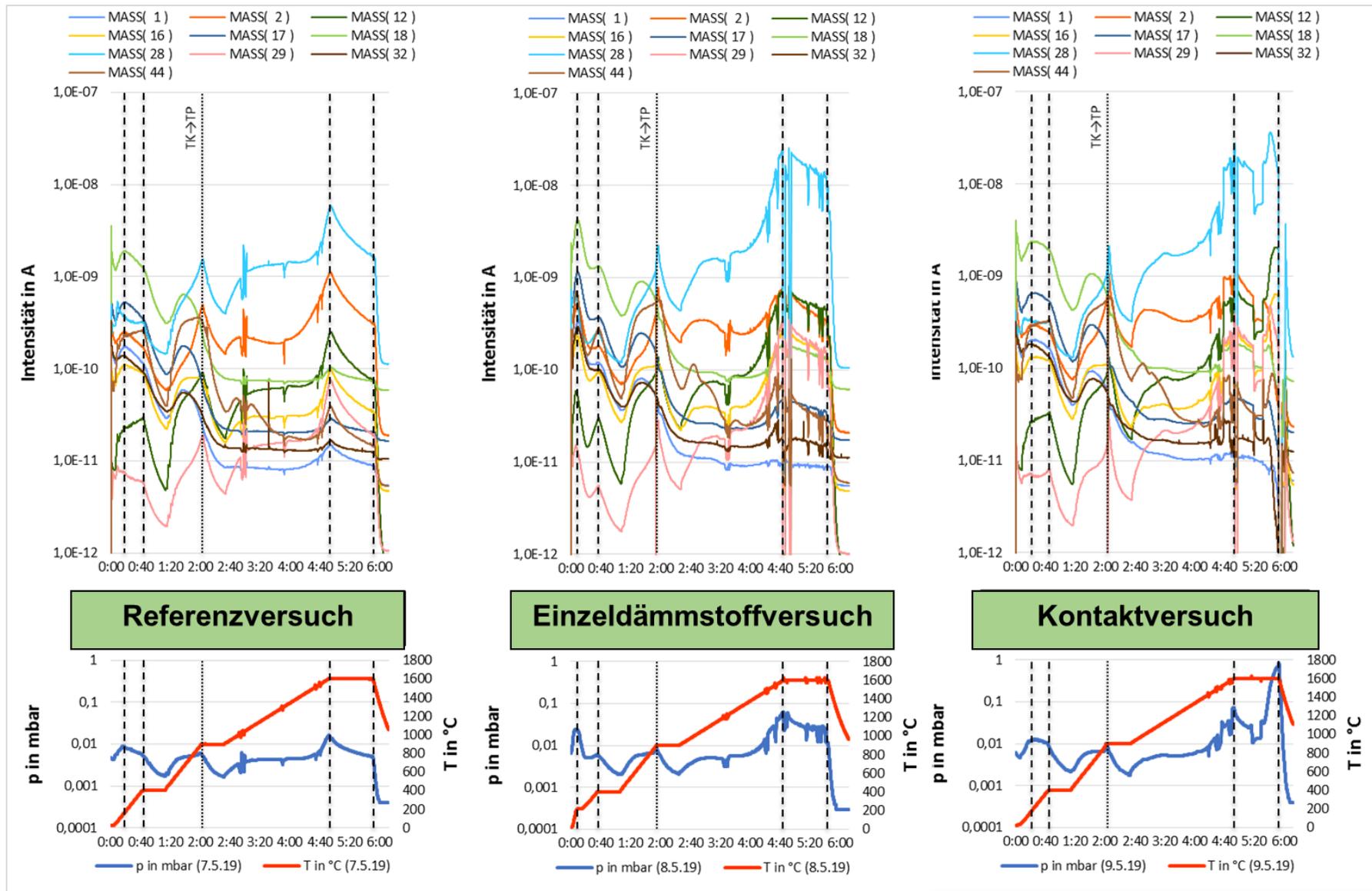
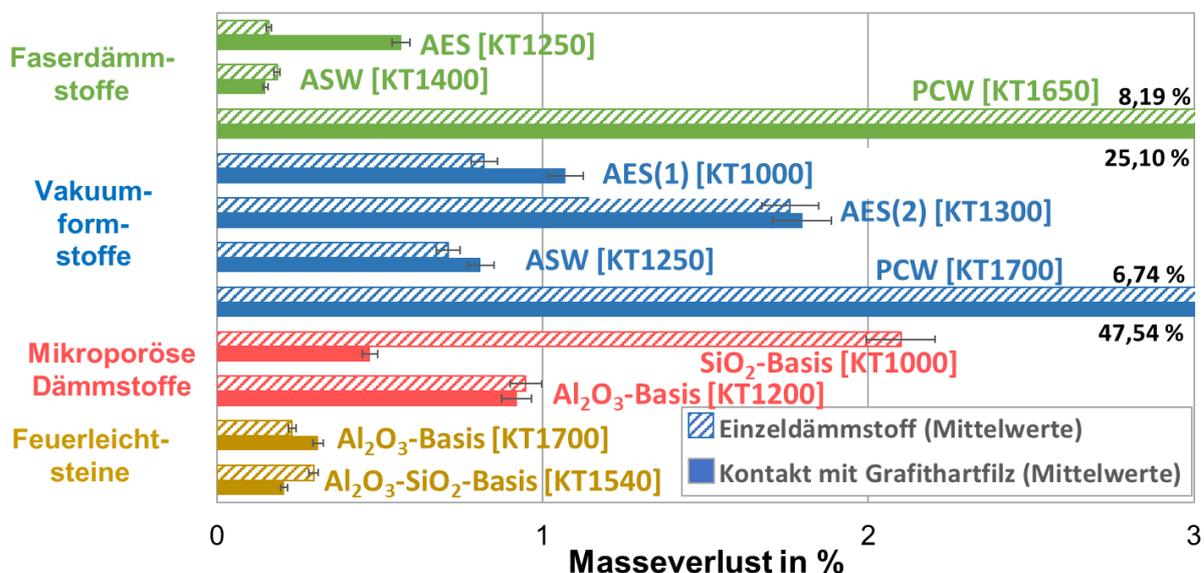


Abbildung 28: Restgasanalysen und Temperatur-Druck-Verlauf für PCW-Faserdämmmaterial bis 1600°C (siehe auch **Anlage 3**)

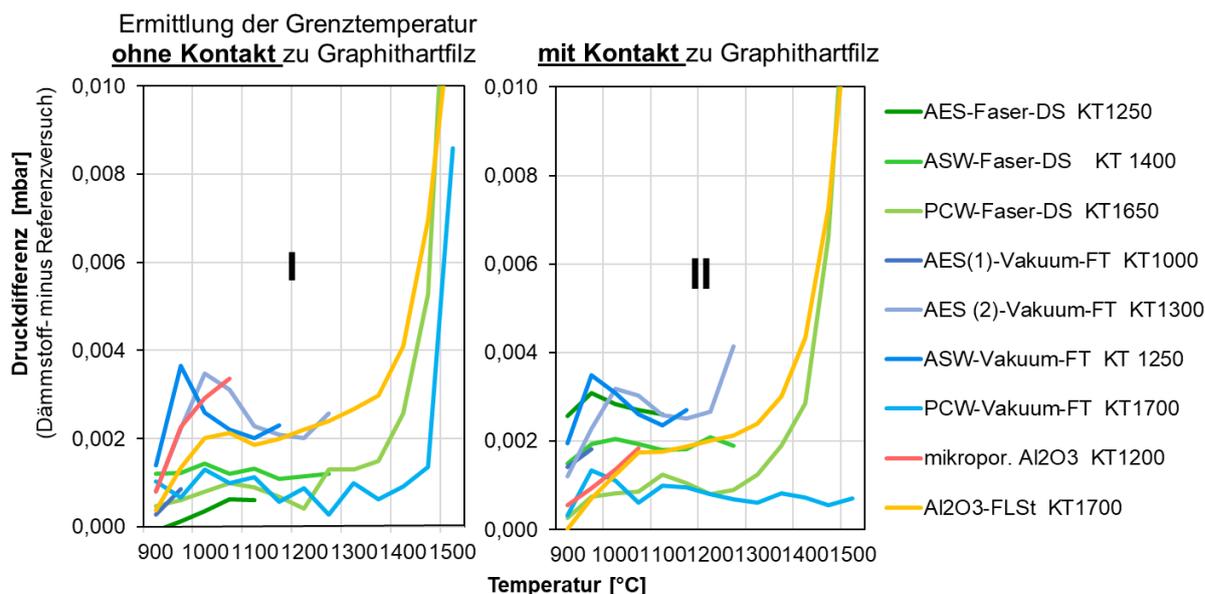
Die in diesem Abschnitt vorgestellten Untersuchungsergebnisse zeigen die Bandbreite des möglichen Stabilitätsverhaltens von oxidischen Dämmstoffen im Hochtemperaturvakuum. Der finale Vergleich der Ergebnisse bei Daueranwendungstemperatur kann auf der Basis der Masseverluste für alle Dämmstoffe vorgenommen werden. Dies ist ein Hauptkriterium für ihre Einsatzfähigkeit. Die nachfolgende Abbildung zeigt die gefundenen Werte für die jeweilige Daueranwendungstemperatur. Es sei aber betont, dass aufgrund der unterschiedlichen Versuchsbedingungen (Temperatur und Dauer) eine Vergleichbarkeit nicht gegeben ist. In der Darstellung **Abbildung 29** ist deshalb die Klassifikationstemperatur mit angegeben. Die Darstellung soll lediglich auf die Effekte bei hohen Temperaturen hinweisen.



**Abbildung 29:** Vergleich der Masseverluste (Mittelwerte); während der Untersuchung im Hochtemperaturvakuum bis zur jeweiligen Daueranwendungstemperatur

Um eine Abschätzung für eine Anwendungsgrenztemperatur im Vakuum vornehmen zu können, wurden die gemessenen Druckdifferenzen zum Referenzversuch als Indikator für eine erhöhte Gasbildungsrate und damit ein beginnender Masseverlust bewertet (siehe **Abbildung 30**). Dabei wurden die Mittelwerte der Druckdifferenzen zwischen Dämmstoffversuchen und den zugehörigen Referenzversuchen in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt. Zur Festlegung einer vorläufigen Anwendungsgrenztemperatur wurde ein Toleranzbereich von +0,003 mbar zugelassen. Überschreitet der Druckanstieg dauerhaft diese Grenze, führt das zum Ausschluss des Dämmmaterials bei höheren Temperaturen, sofern nicht schon zuvor die Daueranwendungstemperatur erreicht wird.

Grundsätzlich lässt sich feststellen, dass oberhalb von 1400°C unabhängig vom Kontakt mit Grafitfilz sowie unabhängig von der Lieferform eine zunehmende Reduktion der Oxide eintritt. Das wird besonders deutlich bei den PCW-Dämmstoffen. Diese haben neben den starken Druckerhöhungen die großen Masseverluste von 25 – 47 %. Auch die starken Schrumpfungen und Versprödungen an den Proben nach den Versuchen bei Daueranwendungstemperatur sind ein schlechtes Indiz für eine Anwendung. D.h. eine Anwendung von oxidischen Materialien über 1400°C wird grundsätzlich nicht empfohlen. Die **Tabelle 3** enthält die festgelegten Anwendungsgrenztemperaturen der Dämmstoffe. Für jeden einzelnen Dämmstoff sollte jedoch für die entsprechende Anwendung die Eignung getestet werden, vor allem auch im Hinblick auf eine Langzeitanwendung.



**Abbildung 30:** Bestimmung des Differenzdruckes zw. Versuch und Referenz in Abhängigkeit von der Ofenraumtemperatur als Indikator für eine erhöhte Gasbildungsrate und einen Masseverlust der Dämmstoffe (links ohne Kontakt und rechts mit Kontakt zu Grafitfilz)

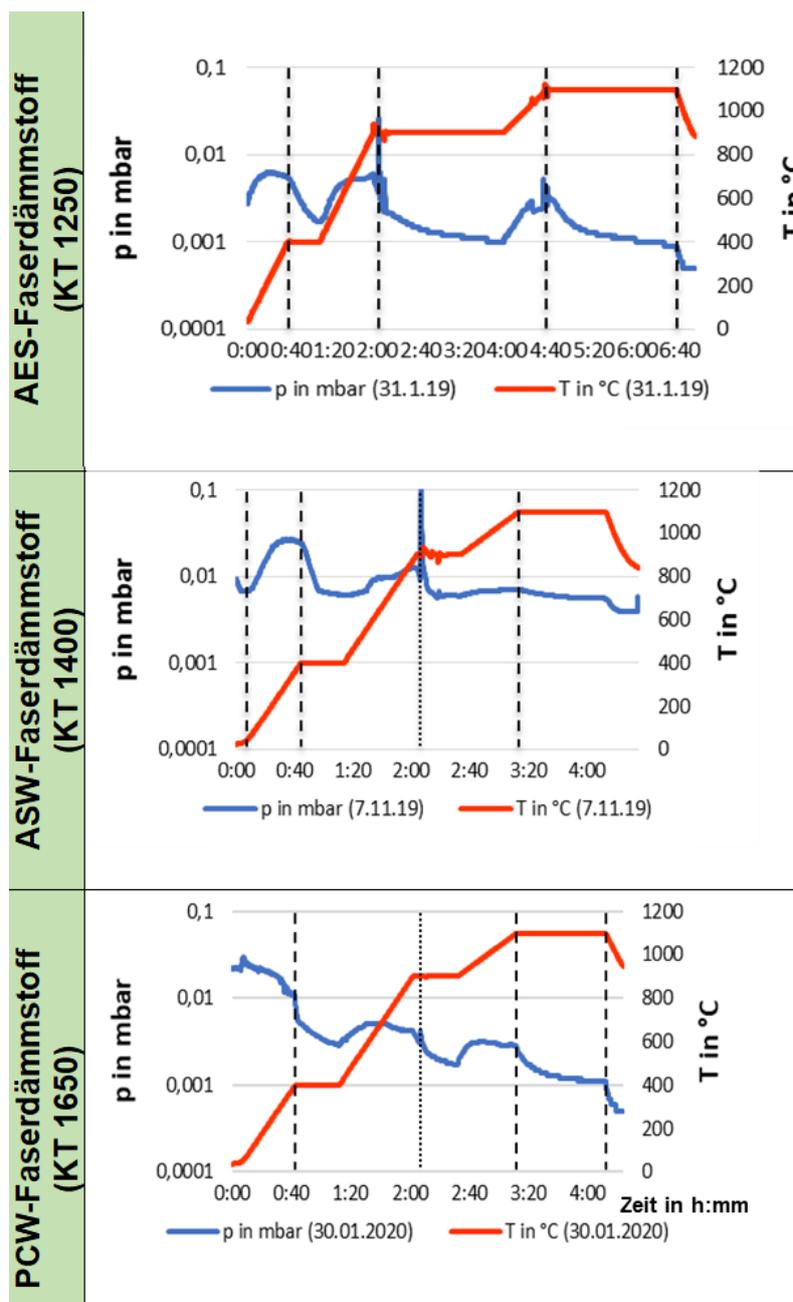
**Tabelle 3:** Ermittelte Anwendungsgrenztemperaturen der Dämmstoffe

Basis	KT [°C]	Anwendungsempfehlung [°C]
<b>Faserdämmstoffe/ Hochtemperaturwollen:</b>		
AES Calcium- (oder Erdalkali)silikatwolle	1250	900
ASW Aluminiumsilikatwolle	1400	1200
PCW polykristalline Wolle auf Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Basis	1650	1300
<b>Vakuumformteile</b>		
AES(1)	1000	900
AES(2)	1300	900
ASW	1250	900
PCW	1700	1400
<b>Mikroporöse Dämmstoffe:</b>		
pyrogene Kieselsäure (SiO <sub>2</sub> -Basis)	1000	900
Tonerde (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Basis)	1200	1000
<b>Feuerleichtsteine</b>		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1700	1300
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + CaO + Alkalien	1540	1000

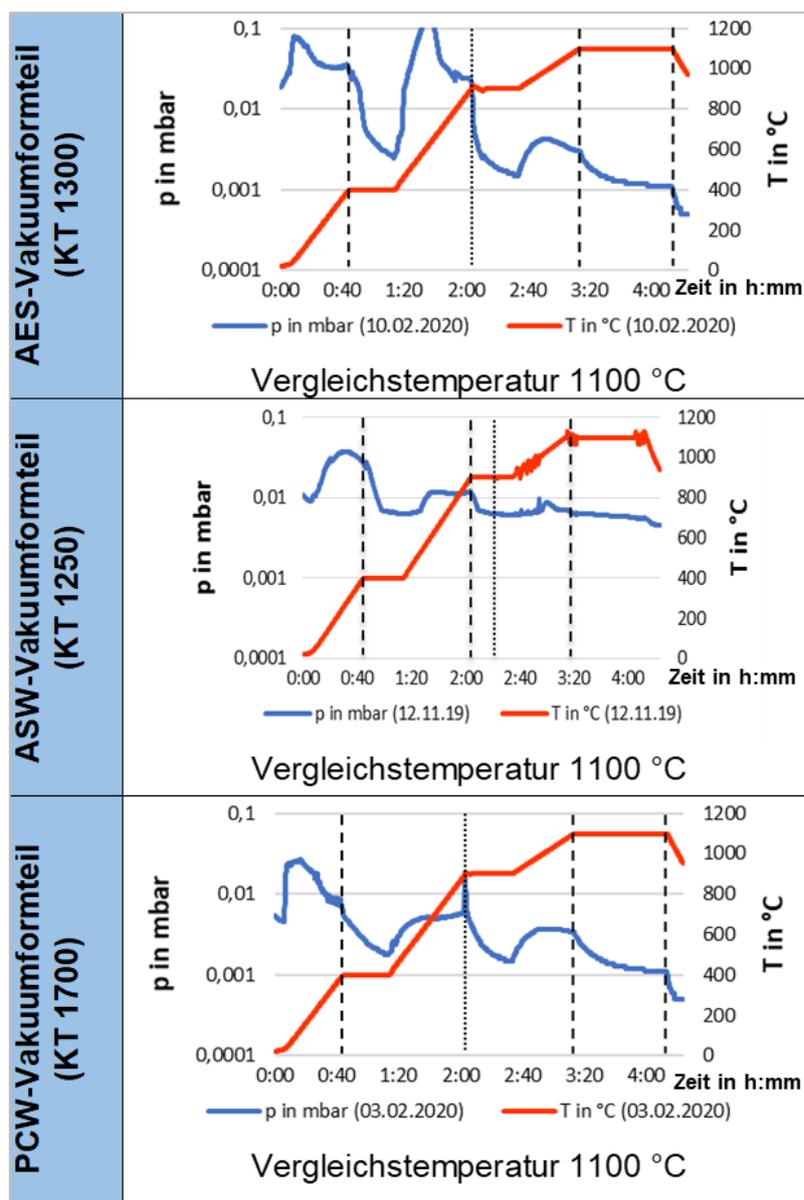
An dieser Stelle sei vermerkt, dass es sich um eine Abschätzung handelt, die durch Daueruntersuchungen noch untersetzt werden müsste, um auch Langzeiteffekte berücksichtigen zu können.

### 4.3.2 Vergleich der Stabilität der Dämmstoffe bei vergleichbaren Temperaturen

Aus den Versuchen bei Daueranwendungstemperatur wurden Rückschlüsse zur maximal möglichen Temperaturbelastung unter Vakuum gezogen. Für eine bessere Vergleichbarkeit der Kriterien Entgasung und Masseverluste folgten Kontaktversuche mit Grafitfilz bei einer Vergleichstemperatur von 1100°C. Mit den mikroporösen Dämmstoffen wurden die Vergleichsversuche lediglich bei 900°C bzw. der vom Hersteller angegebenen Daueranwendungstemperatur von 1080°C durchgeführt.



**Abbildung 31:** Druck- und Temperaturverlauf von Kontaktversuchen der oxidischen Faserdämmstoffe und Grafithartfilz bei der Vergleichstemperatur von 1100°C

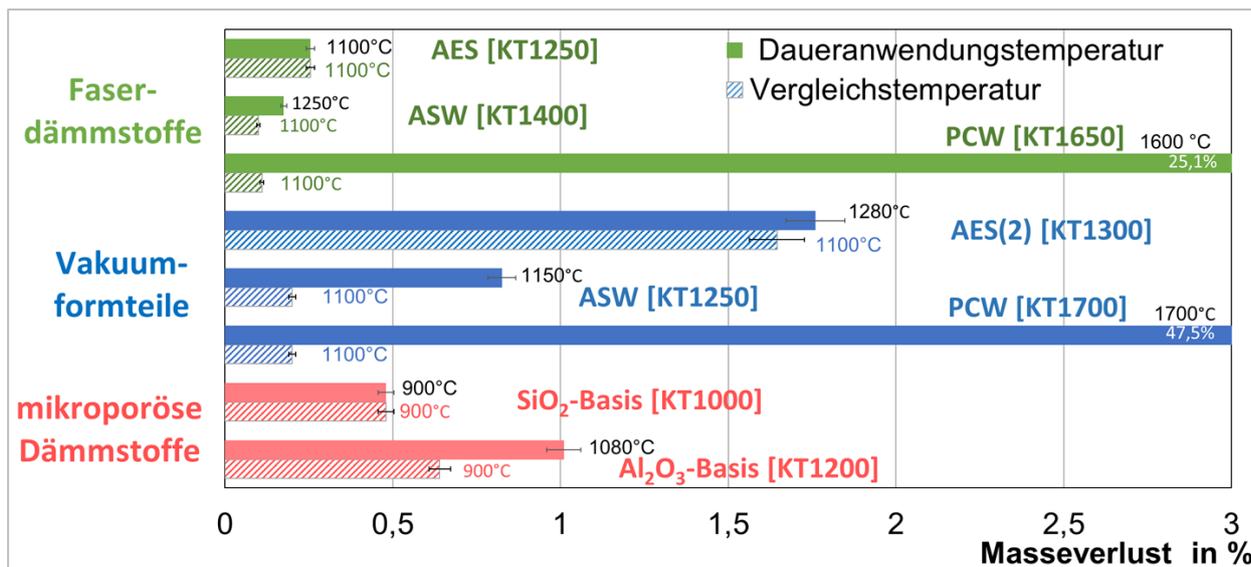


**Abbildung 32:** Druck- und Temperaturverlauf von Kontaktversuchen der Vakuumparteile mit Graphitartfilz bei der Vergleichstemperatur 1100°C

Die Gegenüberstellung der Druck und Temperaturverläufe aus den Versuchen zu den Faserdämmstoffen erfolgt in **Abbildung 31** und für die Vakuumparteile in **Abbildung 32**. Eine Gesamtübersicht zu den Restgasuntersuchungen bei Vergleichstemperatur befindet sich in **Anlage 17**.

Für die beiden Dämmstoffgruppen kann bis zu einer Arbeitstemperatur von 1100°C ein sehr ähnliches Verhalten festgestellt werden. Signifikante Unterschiede sind während der Aufheizung insbesondere im Bereich zwischen 400 und 900°C festzustellen. Dies kann insbesondere auf die unterschiedliche Aufnahme von Umgebungsfeuchte (bis 400°C) bzw. die Entgasung von Bindemitteln (bis 900°C) zurückzuführen sein. Diese einmaligen Vorgänge führen zu einer kurzzeitigen verstärkten Entgasung mit entsprechenden Konsequenzen auch für den Masseverlust (vergl. **Abbildung 33**). Der Sachverhalt konnte im Rahmen der Projektarbeiten nicht mehr zweifelsfrei bestätigt werden. Der Druckverlauf während der Haltezeit bei 1100°C deutet jedoch nicht auf fortlaufende Reaktionen mit einem dauerhaften Abbau der Oxide hin.

Neben dem Entgasungsverhalten sind auch die Ergebnisse zu den Masseverlusten der Dämmstoffe ausschlaggebend für eine Beurteilung (**Abbildung 33**). Auffallend ist bei den PCW-Materialien die große Differenz zwischen den Masseverlusten bei 1100°C und bei 1600/1700°C. Dies unterstützt die Hypothese zur Anwendungsgrenze oxidischer Dämmstoffe bei 1400°C. Bis zu einer Temperatur von 1100°C im Vakuum liegen die Masseverluste für sämtliche Faserdämmstoffe und Vakuumformteile aus ASW und PCW im Bereich von 0,2 - 0,3 %, was für einen möglichen Einsatz bis zu diesem Temperaturbereich spricht. Die Masseverluste von AES Vakuum-Formteilen sollten zukünftig auf ihren Anfangsgehalt an Binder geprüft werden, um zweifelsfrei Einmaleffekte auszuschließen.



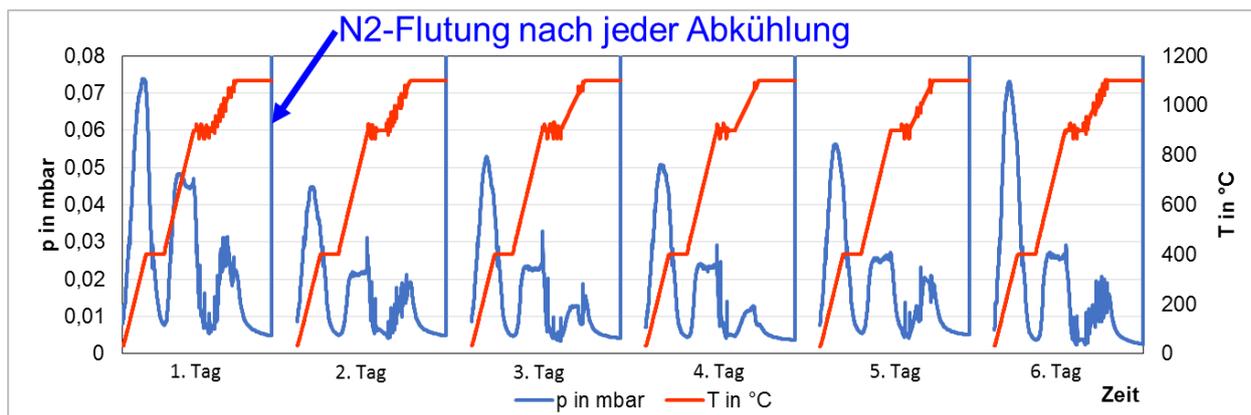
**Abbildung 33:** Vergleich der Masseverluste im Kontaktversuch bei Dauernutzungstemperatur und Vergleichstemperatur 1100 /900°C (Haltezeit 1 h).

#### 4.3.3 Zyklische Evakuierungen

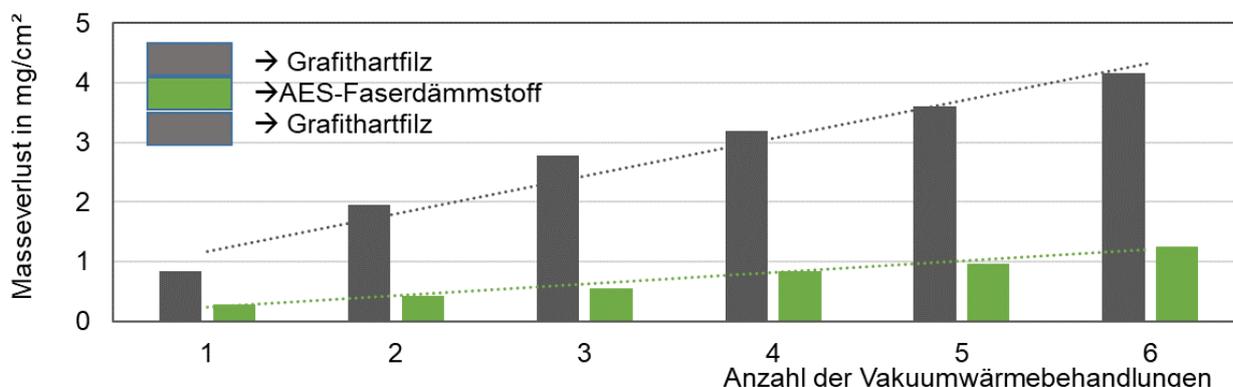
Für Chargenprozesse in der Praxis sind Aussagen zum Verhalten unter zyklischen Belastungen der Dämmstoffe wichtig. Diese Anlagen werden regelmäßig zum Einlegen und Entnehmen des Wärmegutes geöffnet. Jeder dieser Chargenvorgänge führt dazu, dass Umgebungsluft in die Kammer gelangt. Es wurde deshalb ein Versuchsprogramm mit 6 zyklischen Evakuierungen mit einem AES-Faserdämmstoff im Kontakt mit Grafithartfilz bis 1100°C und jeweils 1 h Haltezeit durchgeführt. **Abbildung 34** zeigt die Druck-Temperaturkurven von sechs zyklischen Kontaktversuchen eines AES-Faserdämmstoffs mit Grafithartfilz, bei denen täglich ein Evakuierungsversuch bis 1100°C durchgeführt wurde. Nach der Abkühlung erfolgte jeweils eine Stickstoffflutung. Am 5. und 6. Tag waren die Proben bis zu ca. 15 Minuten länger einer Raumluft-Exposition ausgesetzt, was zu mehr Wassereinlagerungen und beim darauffolgenden Aufheizen zu einem größeren Druckanstieg führte. Bestätigt wurde dies durch die Auswertungen der Restgaszusammensetzung.

Vor Beginn des jeweiligen Versuchs und am Ende des Zyklus wurden die Probenmassen ermittelt. Geht man davon aus, dass die Reaktionen größtenteils an der Kontaktfläche zwischen Dämmstoff und Grafithartfilz stattfinden, ist es sinnvoll die Masseverluste auf die Kontaktfläche zu beziehen. Dies ist in den folgenden Abbildungen gezeigt. Raumklimaeinflüsse, unterschiedliche Zeiten beim Handling der Proben zum Wiegen und Abrieb können die Ursache dafür sein, dass

es Abweichungen bei der zu erwartenden Kontinuität der Masseverluste gab. Darüber hinaus ist bei der Erstevakuierung (**Abbildung 34**) zu erkennen, dass während des Aufheizvorganges zwischen 400 und 900°C eine deutlich höhere Entgasung auftritt als in allen anderen Versuchszyklen unabhängig von einer möglichen Beladung mit Umgebungsfeuchtigkeit. Dies bestätigt die Hypothese des Ausheizens von Bindern bzw. Schichten. Die kontaktfächenbezogenen Masseverluste von AES-Faserdämmstoff und Graphitartfilz sind in **Abbildung 35** für den Versuch bei 1100°C kumulativ dargestellt. Die Tendenz eines kontinuierlichen Masseverlustes liegt nach jedem Zyklus bei ca. 0,23 mg/cm<sup>2</sup> je Chargier- und Aufheizvorgang. Die verwendeten Graphitartfilz-Kontaktproben wiesen einen zyklischen Masseverlust von ca. 0,65 mg/cm<sup>2</sup> auf.

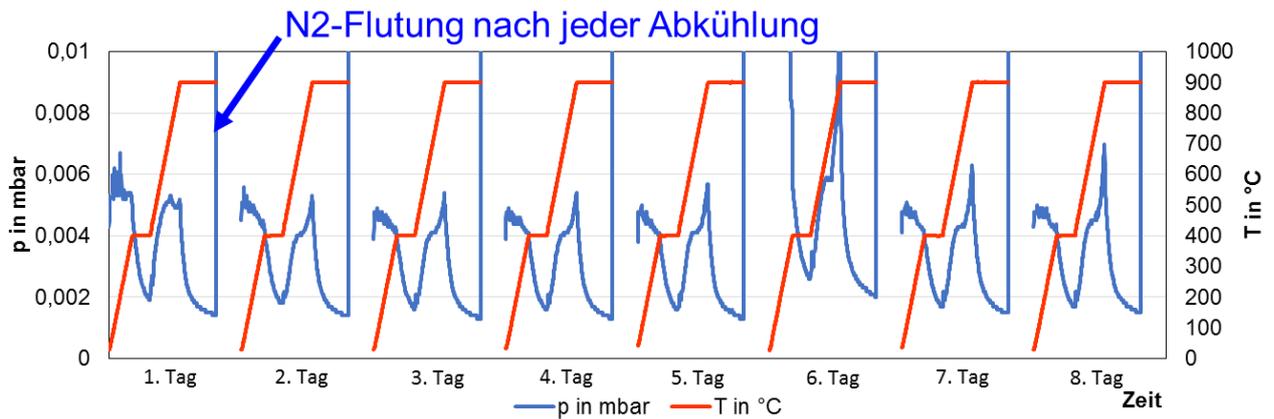


**Abbildung 34:** Druck- und Temperaturverlauf der zyklischen Kontaktversuche eines AES-Faserstoff (6 x bis 1100°C)

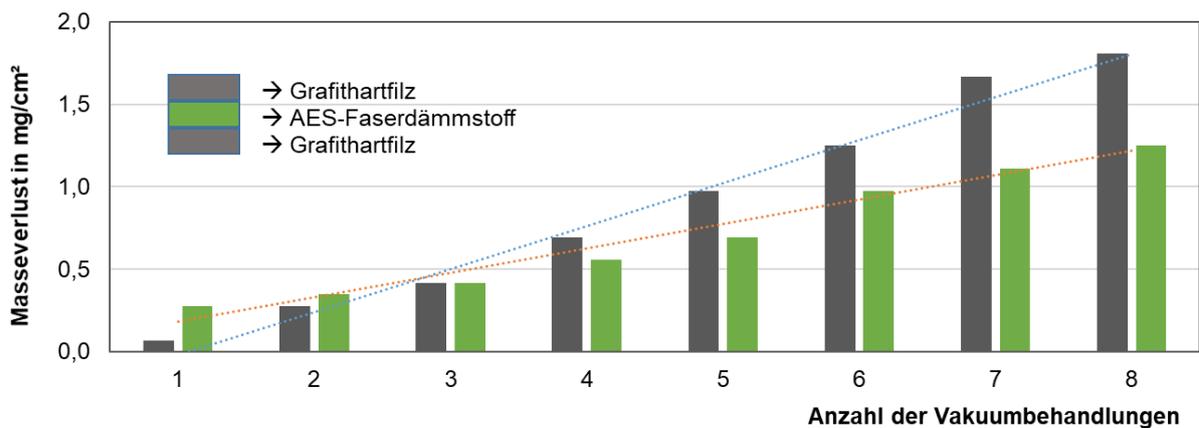


**Abbildung 35:** kontaktfächenspezifische Masseverluste zyklischer Kontaktversuche bei 1100°C und 1 h Haltezeit (Kontaktversuch AES-Faserdämmstoff und Graphitartfilz)

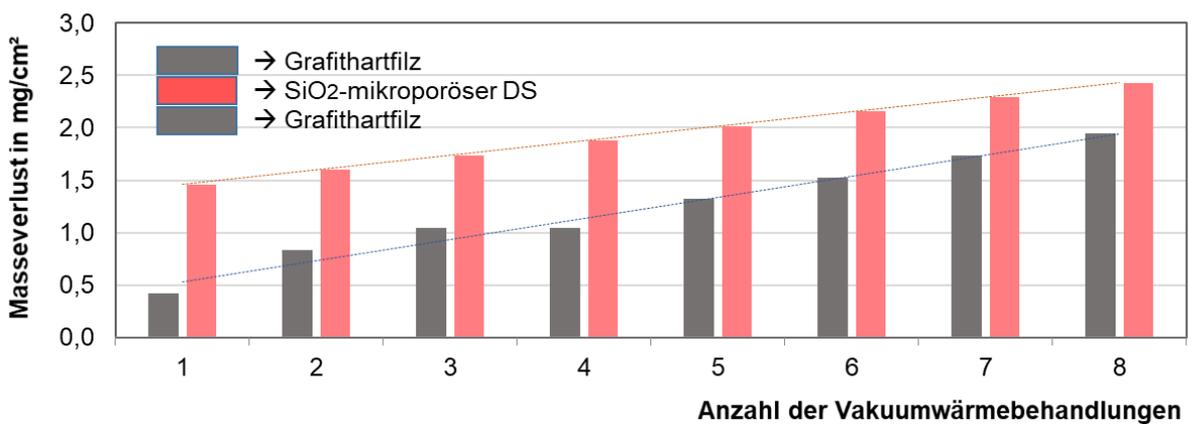
Zur Ermittlung der Temperaturabhängigkeit des Masseverlustes im zyklischen Versuch folgte eine weitere Versuchsreihe des AES-Faserdämmstoff im Kontakt mit Graphitartfilz von acht zyklischen Aufheizungen bis 900°C und jeweils 1 h Haltezeit (s. **Abbildung 36**). Der Dämmstoff zeigt dabei, wie erwartet, einen geringen Massenverlust von ca. 0,14 mg/cm<sup>2</sup> wie bei 1100°C. Wohingegen beim Graphitfilz ein deutlich kleinerer spezifischer Masseverlust von ca. 0,25 mg/cm<sup>2</sup> vorliegt (s. **Abbildung 37**). Der AES-Faserdämmstoff wurde anschließend ein weiteres Mal, aber ohne Zwischenstopp bei 400°C evakuiert und die Temperatur 4 h bei 900°C gehalten. Dieser Versuch führte jedoch nicht zu einem höheren Verlust.



**Abbildung 36:** Druck- und Temperaturverlauf der zyklischen Kontaktversuche eines AES-Faserstoff (8 x bis 900°C)



**Abbildung 37:** kontaktflächenspezifische Masseverluste zyklischer Kontaktversuche bei 900°C und 1 h Haltezeit (Kontaktversuch AES-Faserdämmstoff und Grafit hartfilz)

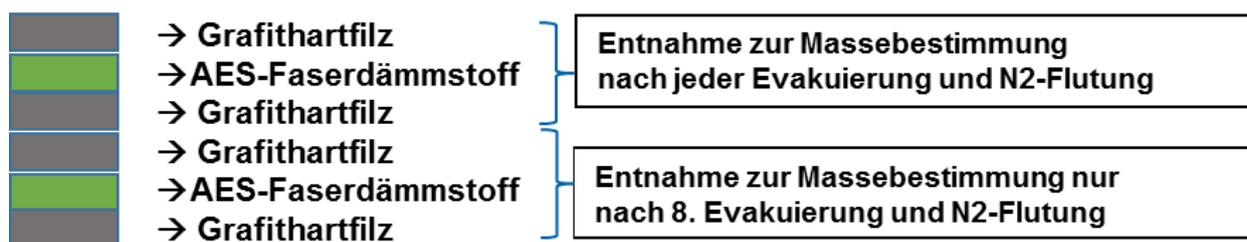


**Abbildung 38:** kontaktflächenspezifische Masseverluste zyklischer Kontaktversuche bei 900°C und 1 h Haltezeit von mikroporösem Dämmstoff auf SiO<sub>2</sub>-Basis im Kontakt mit Grafit hartfilz

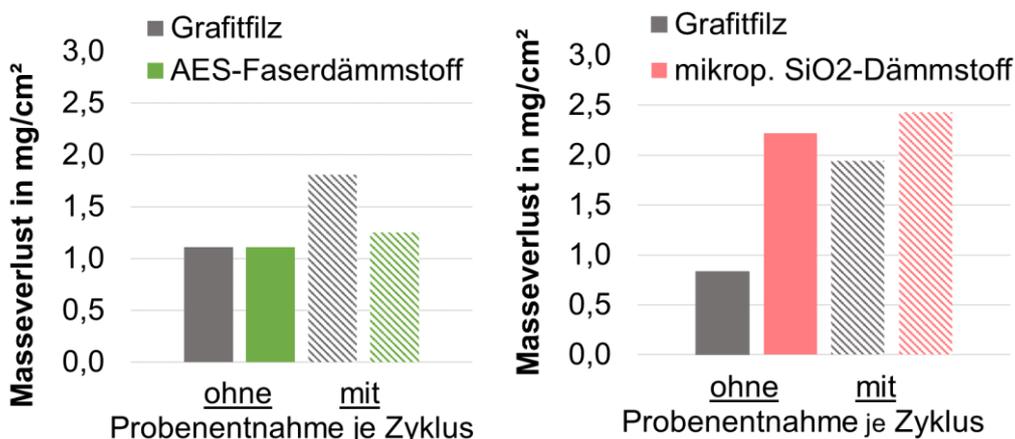
Diese Zyklusversuche wurden auch mit dem mikroporösen Dämmstoff auf SiO<sub>2</sub>-Basis durchgeführt. Die Ergebnisse sind in **Abbildung 38** dargestellt. Die Masseverluste des Grafit hartfilzes mit ca. 0,22 mg/cm<sup>2</sup> je Zyklus decken sich mit den Ergebnissen des AES-

Faserdämmstoffes bei gleicher Temperatur. Der mikroporöse Dämmstoff zeigt jedoch einen sehr deutlichen Anfangsmasseverlust (vergleiche **Abbildung 27**). Die zyklischen Masseverluste danach weisen einen mittleren Wert von ca. 0,14 mg/cm<sup>2</sup> je Zyklus auf, welcher dem AES-Faserdämmstoff entspricht.

Um den Einfluss des Abriebes der Proben durch die Probenentnahme festzustellen, wurden die Grafitproben halbiert und eine zusätzliche Probe vom oxidischen Dämmstoff eingelegt, sodass zwei Probenpakete übereinander im Ofen Platz finden konnten (**Abbildung 39**). Das obere Probenpaket wurde nach jedem Evakuierungsversuch zum Wägen entnommen und die Summe aller Masseverluste ermittelt, das untere verblieb im Ofen und wurde erst nach der 8. Evakuierung für Vergleichsmessungen entnommen.



**Abbildung 39:** Probenanordnung zur Ermittlung des Abriebs durch das Probenhandling während der Massebestimmung zwischen den zyklischen Versuchen



**Abbildung 40:** Masseverlust der Kontaktversuche nach 8 Evakuierungen bei jeweils 900°C – 1 h Haltezeit für den AES-Faserdämmstoff (links) und den mikrop. SiO<sub>2</sub>-Dämmstoffes (rechts)

Beim Vergleich der Masseverluste von den Proben, die nach jedem Zyklus zur Wägung entnommen wurden, mit denen, die nur nach der 8. Evakuierung gewogen wurden, wurde festgestellt, dass durch das häufige Entnehmen der Proben, Masseverluste durch Abrieb, besonders beim Grafithartfilz, auftreten (**Abbildung 40**). Die Differenz kann das Ergebnis verfälschen, eine Systematik lässt sich daraus aber nicht ableiten. Für die Dämmstoffe liegt der Fehler im Bereich der Messgenauigkeit.

#### **4.4 Zusammenfassung der Ergebnisse zum Verhalten der oxidischen Dämmstoffe im Hochtemperaturvakuumbetrieb**

Im Rahmen des Vorhabens wurden die ausgewählten oxidischen Dämmstoffe bis zu ihrer vom Hersteller angegebenen Dauernutzungstemperatur im Hochtemperaturvakuum untersucht. Dazu wurde eine Methodik entwickelt, die auf der Basis des Druckverlaufes und der Restgaszusammensetzung eine Abschätzung der maximalen Anwendungstemperatur für Vakuumanlagen erlaubt. Darüber hinaus wurden für die Temperaturniveaus von 1100°C und 900°C zyklische Testreihen durchgeführt, um Langzeiteffekte des Einsatzes abschätzen zu können. Da für die meisten Anwendungen eine Kombination mit einer grafitischen Wärmedämmung angestrebt wird, wurden solche Kombinationen verstärkt geprüft. Aus den Erkenntnissen der unterschiedlichen Dämmstoffgruppen lassen sich folgende wesentliche Erkenntnisse ableiten:

1. Oxidische Dämmstoffe werden in einer breiten Palette an Lieferformen und Dauernutzungstemperaturen bereitgestellt. Für den Einsatz im Hochtemperaturvakuum sind die untersuchten Stoffgruppen auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{SiO}_2$ -Basis über 1400°C nicht geeignet, sofern die Dauernutzungstemperatur für atmosphärische Einsätze nicht ohnehin unter diesem Wert liegt. Für die im Untersuchungsprogramm aufgenommenen Dämmstoffe konnte jeweils eine spezifische Anwendungstemperatur für den Einsatz im Hochtemperaturvakuum identifiziert werden.
2. Im Aufheizverhalten der Dämmstoffe bestätigen sich die Erkenntnisse aus den Versuchen bei Raumtemperatur. Lange Expositionsdauern zur Umgebungsluft führen dazu, dass Feuchtigkeit aufgenommen wird. Die Feuchtigkeit wird in der Regel während des Aufheizens bis 400 °C ausgetrieben. Aus der erhöhten Ausgasung bei einer Erstaufheizung innerhalb des Temperaturbereiches zwischen 400 und 900 °C lässt sich schließen, dass einige der Dämmstoffe Restanteile an Binder bzw. Schichten enthalten. Diese können in dem Temperaturbereich ausgetrieben werden. Dazu werden bei der Erstaufheizung Haltezeiten empfohlen, insbesondere für Vakuumformteile und mikroporöse Dämmstoffe.
3. Im Vergleich der Dämmstoffgruppen kann festgestellt werden, dass bis zu einer Anwendungstemperatur von 1100°C Faserwollen aus den Stoffgruppen ASW und PCW sehr geringe Masseverluste je Aufheizzyklus, dicht gefolgt von AES-Wollen aufweisen. Ein ähnliches Verhalten zeigen Vakuumformteile aus ASW und PCW-Fasern. Berücksichtigt man ein Ausheizen der mikroporösen Dämmstoffe auf  $\text{SiO}_2$ -Basis, dann verhält sich bis 900°C auch dieser Stoff ähnlich wie die vorgenannten. Die gefundenen kontaktflächenbezogenen Masseverluste der oxidischen Dämmstoffe liegen für die genannten Bedingungen bei ca. 0,1 – 0,2 mg/cm<sup>2</sup> je Aufheizzyklus bis 1100°C.
4. In der Kombination von oxidischen und grafitischen Dämmstoffen muss mit einem erhöhten Masseverlust auch in der Grafitfilzwärmedämmung gerechnet werden. Eine Analyse der kontaktflächenbezogenen Masseverluste zeigt Raten, die geringfügig über denen der bevorzugten oxidischen Dämmstoffe liegen: von ca. 0,2 - 0,3 mg/cm<sup>2</sup> je Aufheizzyklus bis 1100°C.

## 5 Energetische und wirtschaftliche Analyse von Dämmstoffkombinationen

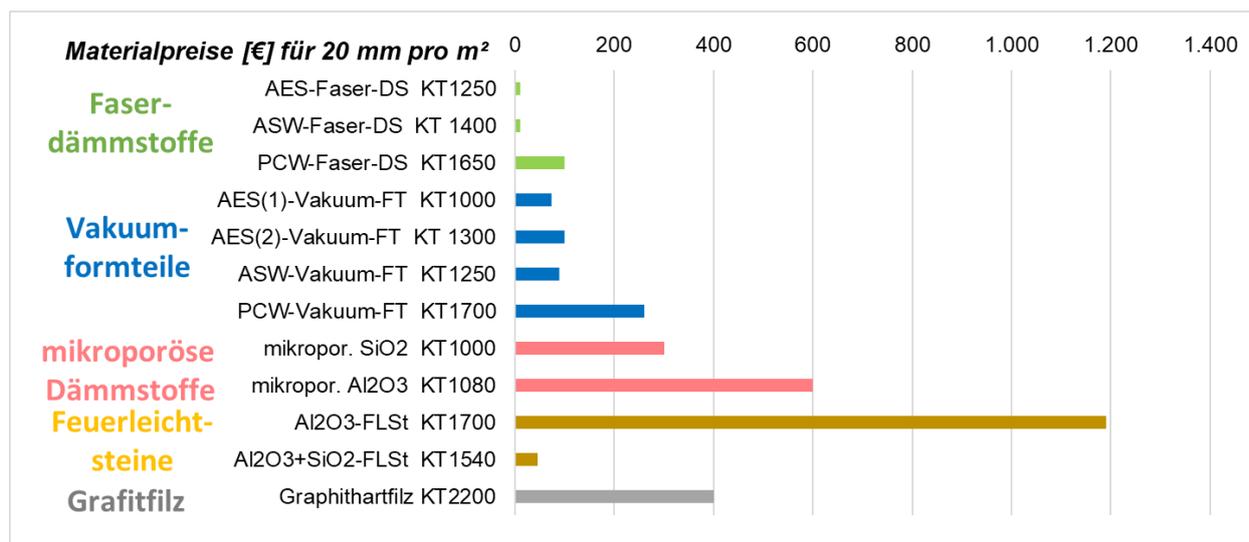
Im Rahmen des Projektes wurden Berechnungen für Material- und Energiekosten der Dämmstoffe durchgeführt, um zu ermitteln, welche Varianten am effektivsten für die jeweilige Anlage sind. Aus den Analysen können Vorzugsvarianten für einen mehrschichtigen, gemischten Aufbau der Wärmedämmung abgeleitet werden. Dazu ebenfalls wurde ein einfaches Excel-Tool entwickelt, um für die Vorabschätzung und die Auslegung von Wärmedämmungen in Hochtemperaturvakuumanlagen Dämmstoffkombinationen vergleichen zu können.

### 5.1 Grundlagen für den wärmetechnischen und wirtschaftlichen Vergleich

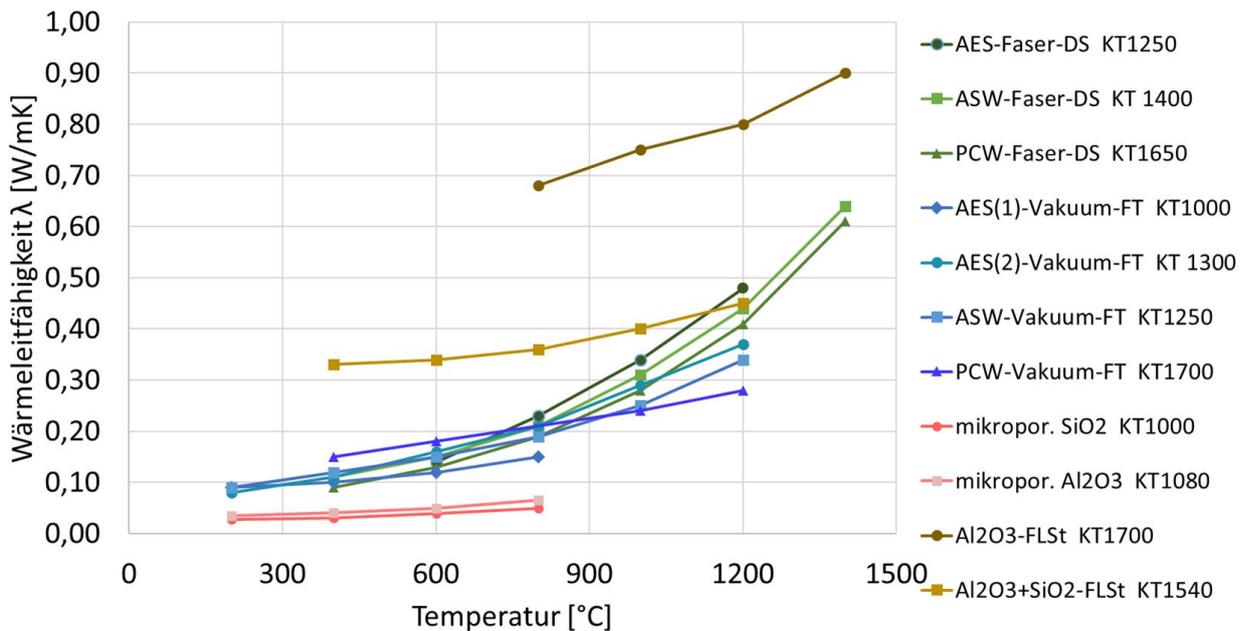
Während der Auswahl der Dämmstoffgruppen für das Projekt wurden neben den technischen Daten der Dämmstoffe auch Recherchen zu Preisen vorgenommen. Die Preisbasis entspricht dem Stand des Jahres 2019 sowie vergleichbarer Abmessungen (Dämmstoffdicke). Die konkreten Preise einzelner Lieferformen können davon abweichen. Im konkreten Anwendungsfall muss eine erneute Prüfung erfolgen. Die Preise (**Abbildung 41**) und die Wärmeleitfähigkeitswerte (**Abbildung 42**) beruhen auf Angaben der Hersteller und dienen für die folgenden Analysen als Berechnungsgrundlage. Für die Berechnung der Energiekosten wurde eine Anlage mit elektrischer Beheizung berücksichtigt sowie eine typische Lebensdauer der Wärmedämmung:

- Lebensdauer der Wärmedämmung: 40.000 h
- Energiekosten für elektrische Beheizung 10 ct/kWh

Daraus wurden wirtschaftliche Berechnungen von Zustellungsvarianten unter Berücksichtigung der Betriebsweise der Anlage und der Energiekosten vorgenommen.

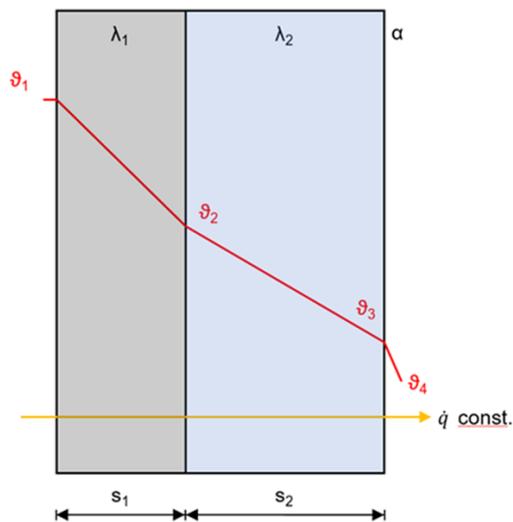


**Abbildung 41:** Vergleich der Dämmstoffpreise in EUR/m² bei einer Materialstärke von 20 mm



**Abbildung 42:** Wärmeleitfähigkeiten der Dämmstoffe in Abhängigkeit von der Temperatur (nach Herstellerangaben)

Die wärmetechnischen und wirtschaftlichen Auswirkungen dieses veränderten Dämmungsaufbaus werden in Form von stationären Beispielrechnungen am Beispiel einer ebenen Platte vorgenommen. Dazu wird im Folgenden ein beispielhafter Wandaufbau angenommen, der üblichen Anlagen entspricht. Es wird eine Gesamtwandstärke von 100 mm angesetzt. Zur Analyse werden verschiedene Dämmstoffkombinationen mit einer Graphitfilzdämmung gleicher Stärke verglichen.



- $s_1$  - mindestens 20 mm Wandstärke Graphithartfilz
- $s_2$  - Differenz zu 100 mm - oxidischer Dämmstoff
- $\vartheta_1$  – Innentemperatur 1050°C
- $\vartheta_2$  – Grenztemperatur - max. 900°C, da ein Dämmstoff nur bis 900°C dauerhaft einsetzbar ist
- $\vartheta_3$  - Temperatur der Außenwand 50°C
- $\vartheta_4$  – Umgebungstemperatur
- $\lambda_1$  - Wärmeleitfähigkeit Graphithartfilz
- $\lambda_2$  - Wärmeleitfähigkeit oxidischer Dämmstoff
- $\alpha$  - Wärmeübergangskoeffizient Außenwand
- $\dot{q}$  - Wärmestromdichte

**Abbildung 43:** Schematischer Wandaufbau und Annahmen für die Auslegung eines beispielhaften Wandaufbaus

In **Abbildung 43** sind die grundsätzlichen Annahmen für den Wandaufbau dargestellt, die zur wirtschaftlichen Berechnung herangezogen werden. Bei der Berechnung wird zunächst die Wärmestromdichte überschlägig nach Gl. 1 ermittelt.

$$\dot{q} = \frac{\vartheta_1 - \vartheta_4}{\frac{s_1}{\lambda_1} + \frac{s_2}{\lambda_2} + \frac{1}{\alpha}} \quad \text{Gl. 1}$$

Es folgt die Abschätzung der Wärmeleitfähigkeiten. Im Falle einer Zwangskühlung sind die Umgebungstemperatur und die Temperatur der Außenwand identisch. Der Term  $1/\alpha$  entfällt für diese Variante. Für eine luftgekühlte Variante kann die Wandtemperatur mit Gl. 2 berechnet werden.

$$\vartheta_3 = \frac{\dot{q}}{\alpha} + \vartheta_4 \quad \text{Gl. 2}$$

Im nächsten Schritt (Gl. 3) wird die Grenztemperatur ermittelt.

$$\vartheta_2 = \dot{q} * \frac{s_2}{\lambda_2} + \vartheta_3 \quad \text{Gl. 3}$$

Anhand der berechneten Temperaturintervalle für Schicht 1 und Schicht 2 werden nun die Wärmeleitfähigkeiten angepasst. Für die Schicht 2 gilt:

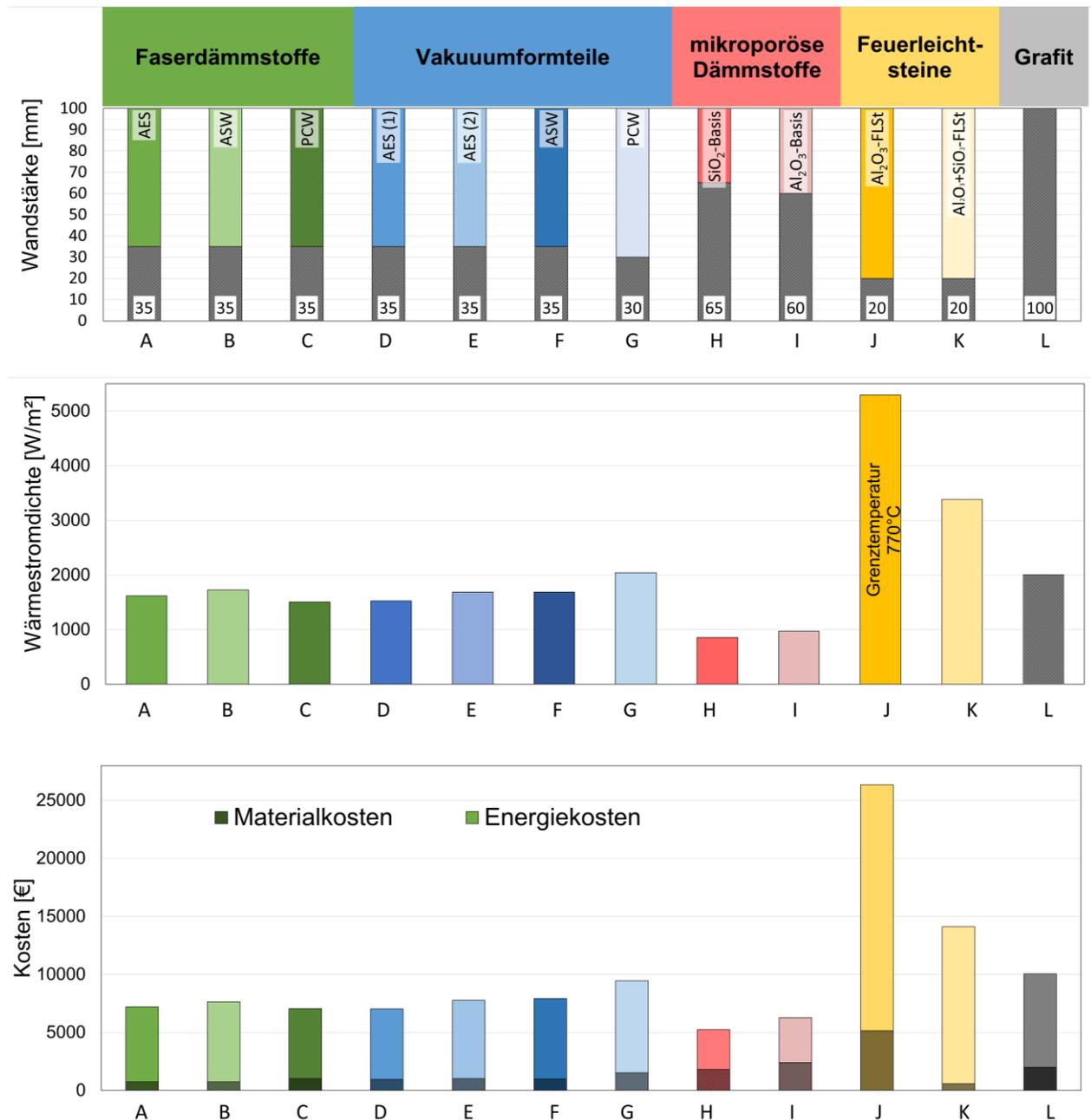
$$\bar{\lambda}_{[\vartheta_3; \vartheta_2]} = \frac{1}{\vartheta_2 - \vartheta_3} * \int_{\vartheta_3}^{\vartheta_2} \lambda_{(\vartheta)} d\vartheta \quad \text{Gl. 4}$$

Die zugrundeliegenden Regressionsgleichungen für die Wärmeleitfähigkeit wurden anhand der Materialkennwerte ermittelt. Im Folgenden kann die Wärmestromdichte iterativ mittels der angepassten Wärmeleitfähigkeiten bestimmt werden. Diese Berechnungen wurden mit Hilfe von MS EXCEL durchgeführt und in einem Tool (s. Abschnitt 5.4) zusammengefasst. [DGF13]

## 5.2 Analyse von Zustellungsvarianten für kombinierte Wandaufbauten mit oxidischen Dämmstoffen

Die im vorangegangenen Abschnitt erläuterten Berechnungsschritte wurden für eine erste Analyse von Dämmstoffkombinationen genutzt. Dazu wurde für jeden Dämmstoff ein optimaler Wandaufbau aus oxidischem Dämmstoff außen und Grafitfilz innen bestimmt. Als Temperatur der Materialkontaktstelle wurde für den Vergleich die kleinste gemeinsame Anwendungsgrenztemperatur  $900^\circ\text{C}$  festgelegt. Die Staffelung der Schichtdicken entspricht den jeweiligen möglichen Lieferformen.

Die Diagramme in **Abbildung 44** enthalten den Annahmen entsprechend die Ergebnisse dieser Berechnungen für den Wandaufbau aus Grafitfilz und oxidischem Dämmstoff, die entsprechende Wärmestromdichte sowie Kosten aus Material- und Energiekosten. Die Ergebnisse werden mit einer reinen Grafitfilzwärmedämmung verglichen.

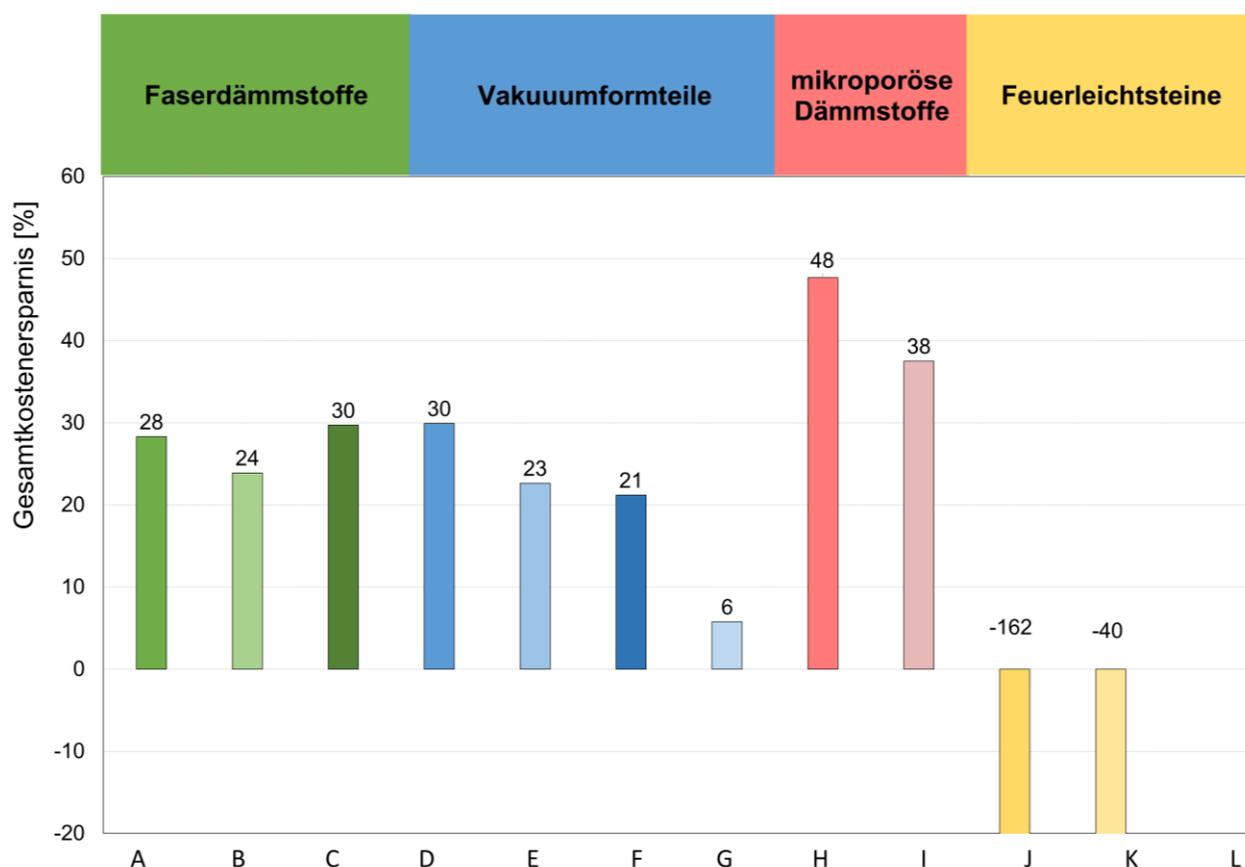


**Abbildung 44:** Berechneter Wandaufbau für verschiedene Zustellungen bestehend aus Graphithartfilz (GHF) und oxidischem Dämmstoff (oben), zugehörige Wärmestromdichten (Mitte) sowie Material- und Energiekosten bezogen auf 1 m<sup>2</sup> (unten)

Aus dem Kostenvergleich (**Abbildung 44**, unten) wird ersichtlich, dass bei den getroffenen Annahmen die Energiekosten gegenüber den Materialkosten dominieren. Aufgrund ihrer sehr geringen Wärmeleitfähigkeit (0,039...0,065 W/m K bei 600 – 800 °C) haben die Wandzustellungen mit mikroporösen Dämmstoffen die geringsten Wärmestromdichten. Unter der Annahme einer Betriebsdauer von 40.000 Stunden und 10 ct/kWh Stromkosten ist der Wandaufbau mit mikroporösem Dämmstoff auf SiO<sub>2</sub>-Basis ökonomisch betrachtet, die beste Variante der hier untersuchten Dämmstoffkombinationen. Dies spiegelt sich auch in den ökonomischen Betrachtungen zur Gesamtkostenersparnis der kombinierten Wandzustellungen im Vergleich zu einer reinen Graphitfilzdämmung wider (**Abbildung 45**). Dieses Ergebnis mag überraschen, da mikroporöse Dämmstoffe vergleichsweise hohe Anschaffungskosten im

Vergleich zu Fasermaterialien haben (vergl. **Abbildung 41**). Bei der hohen zu erwartenden Lebensdauer amortisieren sich diese Kosten jedoch. Feuerleichtsteine bewirken rein rechnerisch eine ökonomische Verschlechterung, zum einen wegen der extrem hohen Materialpreise bei den Feuerleichtsteinen auf Basis von fast reinem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und bzgl. der hohen Energiekosten wegen höheren Wärmeleitfähigkeiten. Für bestimmte Anwendungen im Hochtemperaturbereich, bei denen z.B. höhere Festigkeiten erforderlich sind, kann ihr Einsatz jedoch sinnvoll sein.

In **Abbildung 45** sind die Ergebnisse für die berechneten Zustellungen enthalten, bestehend aus Grafithartfilz und oxidischer Dämmung mit der entsprechenden prozentualen Gesamtkostenersparnis. Beim Einsatz von mikroporösem Dämmstoff auf  $\text{SiO}_2$ -Basis können bei den getroffenen Annahmen bis zu 48 % der Kosten im Vergleich zu 100 mm Grafithartfilz gespart werden. Beim Einsatz von Feuerleichtsteinen kommt es jedoch zu einer Verteuerung. Bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -basierten Feuerleichtsteinen kann diese bis zu 162 % betragen. Die vollständigen Zwischenergebnisse für alle Zustellungsvarianten sind in **Tabelle 4** zusammengestellt.



**Abbildung 45:** Relative Gesamtkostenersparnis der oxidischen Zustellungsvarianten (Wandstärke 100 mm) im Vergleich zu einer Grafithartfilz

**Tabelle 4:** Kostenbetrachtung für 100 mm kombinierten Wandaufbau im Vergleich zu reinem Grafithartfilz (GHF)

		Wandstärke GHF für 900°C Grenztemperatur	Wandstärke Dämmstoff für 900°C Grenztemp.	Kosten für 1m <sup>2</sup> bei 20 mm Wandstärke	Summe Kosten für 1m <sup>2</sup>	Wärmestromdichte	Energiekosten bei 10 ct/kWh	Gesamtkosten pro 1 m <sup>2</sup>	Gesamtkostensparnis zu 100 mm GHF [1 m <sup>2</sup> ]	Gesamtkostensparnis zu 100 mm GHF [1 m <sup>2</sup> ]
		[mm]	[mm]	[€]	[€]	[W/m <sup>2</sup> ]	[€]	[€]	%	[€]
AES-Faser-DS KT1250	A	35	65	10,00	733	1617	6469	7201	28	2844
ASW-Faser-DS KT 1400	B	35	65	10,00	733	1728	6910	7643	24	2402
PCW-Faser-DS KT1650	C	35	65	100,00	1025	1509	6035	7060	30	2984
AES(1)-Vakuum-FT KT1000	D	35	65	73,10	938	1525	6101	7039	30	3006
AES(2)-Vakuum-FT KT 1300	E	35	65	100,00	1025	1686	6744	7769	23	2276
ASW-Vakuum-FT KT1250	F	35	65	90,00	993	1731	6923	7915	21	2129
PCW-Vakuum-FT KT1700	G	30	70	260,00	1510	1988	7954	9464	6	581
mikropor. SiO <sub>2</sub> KT1000	H	65	35	300,00	1825	857	3429	5254	48	4791
mikropor. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> KT1080	I	60	40	600,00	2400	969	3875	6275	38	3770
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -FLSt KT1700	J	20	80	1190,00	5160	5296	21186	26346	-162	-16301
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +SiO <sub>2</sub> -FLSt KT1540	K	20	80	45,00	580	3382	13528	14108	-40	-4064

### 5.3 Berechnung alternativer Zustellungsvarianten

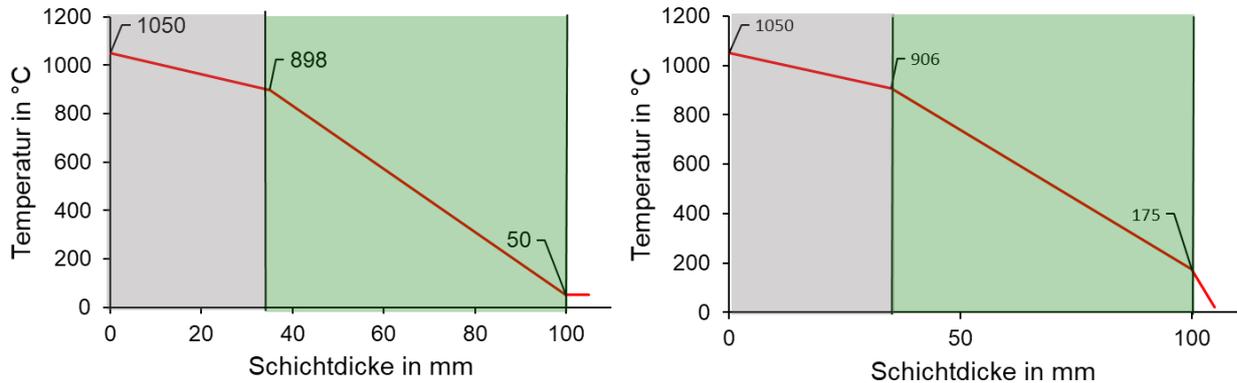
#### 5.3.1 Verzicht auf eine Zwangskühlung des Vakuumgefäßes

Die zur Berechnung getroffenen Annahmen beinhalten eine durch Zwangskühlung erzielte Außenwandtemperatur von 50°C zum Schutz des Vakuumgefäßes. Diese Bauweise führt zu erheblichen zusätzlichen Kosten die sich nicht direkt aus der Wärmedämmung ergeben. Falls eine ähnliche Außenoberflächentemperatur erreichbar ist, kann in weiten Teilen auf die Kühlung verzichtet werden. Dies führt zur Einsparung von Kosten beim Bau der Vakuumbehälter sowie dem Kühlmittelumlaufsystem als auch beim Betrieb der Anlagen durch Vermeidung von Energiekosten für den Betrieb der Kühlanlage. Als ergänzendes Betriebsszenario wurde deshalb als Randbedingung eine freie Kühlung an der Außenwand vorgesehen.

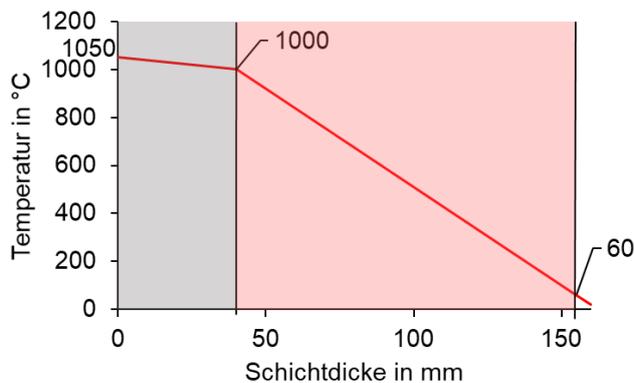
Würde diese Kühlung entfallen, stellen sich andere Temperaturen sowohl zwischen den Dämmstoffschichten als auch an der Außenwand ein. **Abbildung 46** zeigt die schematischen Temperaturverläufe in einer Zustellung mit 35 mm Grafithartfilz und 65 mm AES-Faserdämmstoff mit und ohne Außenwandkühlung. Ohne Kühlung rückt die Grenztemperatur in den Bereich geringfügig über 900°C, was für den AES-Faserdämmstoff jedoch noch möglich wäre. Da die Temperatur der Außenwand mit 175°C weit über 60°C liegt und damit nach EU-Bestimmungen unzulässig wäre, ist eine Zwangskühlung in diesem Falle erforderlich.

Ohne Zwangskühlung wäre jedoch nur ein Wandaufbau mit einer Gesamtschichtdicke von 155 mm, wie in **Abbildung 47**, denkbar. Mit 40 mm Grafithartfilz und 115 mm mikroporösem Dämmstoff auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Basis muss dessen Anwendungsgrenztemperatur von 1000 °C ausgeschöpft werden (vergl. **Tabelle 3**). Die gesamten Material- und Energiekosten dieses Wandaufbaues würden 5850 €/m<sup>2</sup> betragen. Verglichen mit den bisherigen Berechnungen, reiht sich diese Kombination an zweiter Stelle in die **Tabelle 4** ein. Hinzu kommen deutliche Einsparungen aus dem Aufbau des Vakuumgefäßes und dem Betrieb der Kühlanlage. Diese

Kosten sind jedoch anlagenspezifisch und lassen sich nicht sinnvoll vergleichbar auf die Außenoberfläche beziehen.



**Abbildung 46:** Temperaturverteilung eines Wandaufbaus mit 35 mm Grafithartfilz und 65 mm AES-Faserdämmstoff, links mit und rechts ohne Zwangskühlung der Außenwand

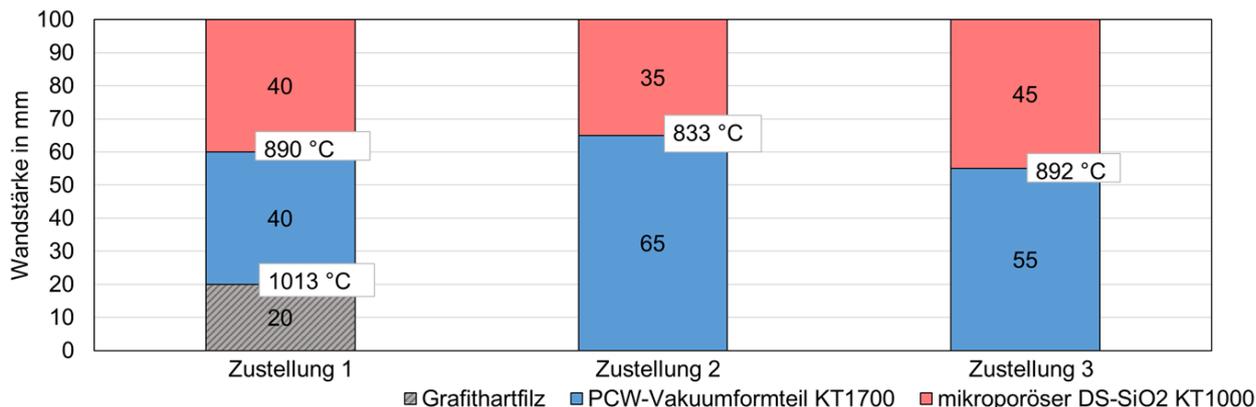


**Abbildung 47:** Temperaturverteilung eines alternativer Wandaufbaus aus Grafitfilz (40 mm) und mikroporösem Dämmstoff auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Basis (115 mm) ohne Zwangskühlung eine der Außenwand

### 5.3.2 Vielschichtsysteme rein oxidischer Zustellungsvarianten

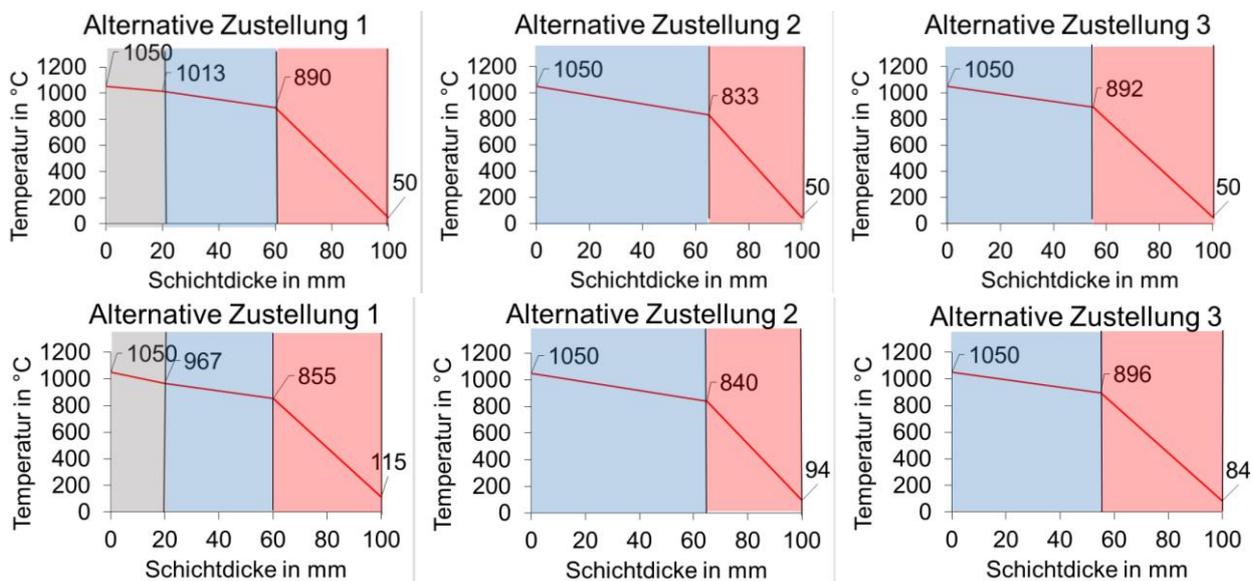
Mit den Werten der vorhandenen Dämmstoffe wurden ergänzende Zustellungsvarianten erarbeitet und berechnet, die Kombinationen aus unterschiedlichen oxidischen Dämmstoffen vorsehen, sowie vollständig auf grafitische Dämmmaterialien verzichten. PCW-Faserdämmstoffe und PCW-Vakuumformteile weisen auf Grund gleicher Ausgangsmaterialien ähnliche Eigenschaften auf. Sie sind temperaturmäßig höher belastbar, als mikroporöse Dämmstoffe, besitzen aber eine deutlich geringere Wärmeleitfähigkeit. Aus der Kombination beider Materialien ergeben sich rein rechnerisch kostenmäßige Vorteile.

In **Abbildung 48** sind zwei Dämmstoffkombinationen auf Basis von PCW und mikroporösem Dämmstoff auf SiO<sub>2</sub>-Basis untersucht worden (Zustellung 2 und 3). Bei der dritten Variante (Zustellung 1) ist zusätzlich im Ofeninnenraum 20 mm Grafithartfilz vorgesehen.



**Abbildung 48:** Zustellungsvarianten und Grenztemperaturen alternativer Wandaufbauten für 100 mm Wandstärke aus PCW-Vakuumformteilen, mikroporösem Dämmstoff auf SiO<sub>2</sub>-Basis und Grafit Hartfilz mit Außenwandkühlung

In **Abbildung 49** sind die Temperaturverläufe der drei alternativen Zustellungsvarianten mit Außenwandkühlung (50°C, oben) und Zwangskühlung (unten) dargestellt. Auch bei diesen alternativen Zustellungen wird die zulässige Oberflächentemperatur an der Außenwand nicht unterschritten. Eine Zwangskühlung kann deshalb nicht entfallen. Weitere Berechnungsvarianten sollen den Nutzern der neuen Wärmedämmkonfigurationen vorbehalten bleiben.



**Abbildung 49:** Temperaturverläufe der alternativen Zustellungsvarianten aus **Abbildung 48** oben mit Außenwandkühlung (50°C), unten ohne Zwangskühlung

### 5.3.3 Beispielberechnung für einen Demonstrator

Um die Auswirkung einer geänderten Wärmedämmung zu verdeutlichen, soll eine Beispielrechnung für einen konkreten Demonstrator vorgenommen werden. Der Demonstrator besitzt einen kubischen Aufbau aus ebenen Wänden. Er ist mit einer Wandzustellung von

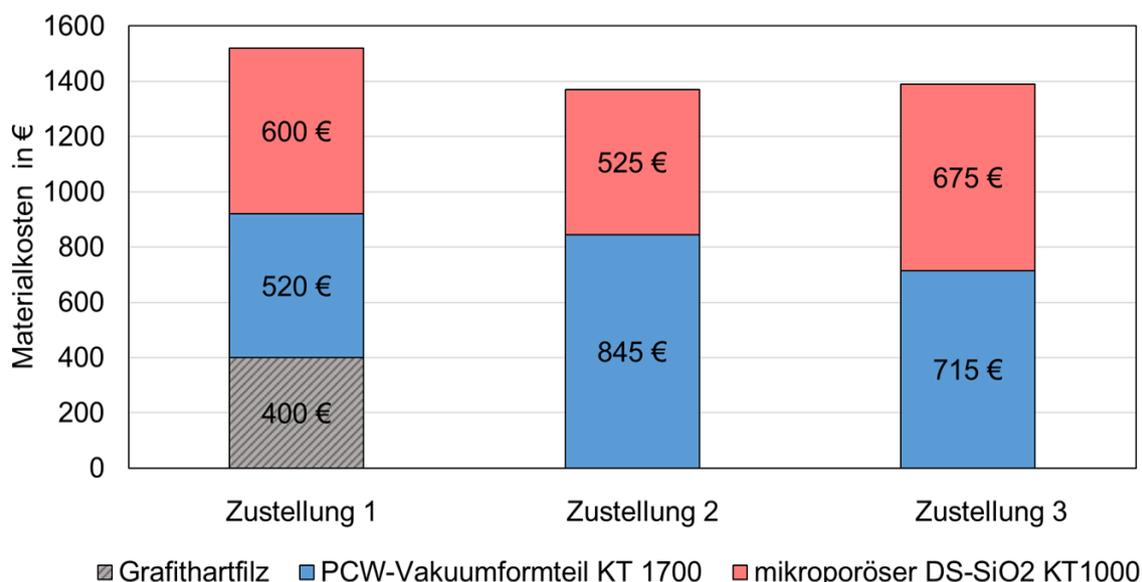
100 mm Dicke gedämmt. Die Außenabmessungen sind in **Tabelle 5** enthalten. Daraus ergibt sich eine zu dämmende Außenwandfläche von ca. 11,65 m<sup>2</sup>.

**Tabelle 5:** Außenabmessungen des Demonstrators

Wand-Außenabmessungen des Demonstrators			Gesamtfläche
2 x 0,850 m x 2,740 m = 4,658 m <sup>2</sup>	2 x 2,740 m x 0,975 m = 5,343 m <sup>2</sup>	2 x 0,975 m x 0,850 m = 1,658 m <sup>2</sup>	∑ = 11,65 m <sup>2</sup>

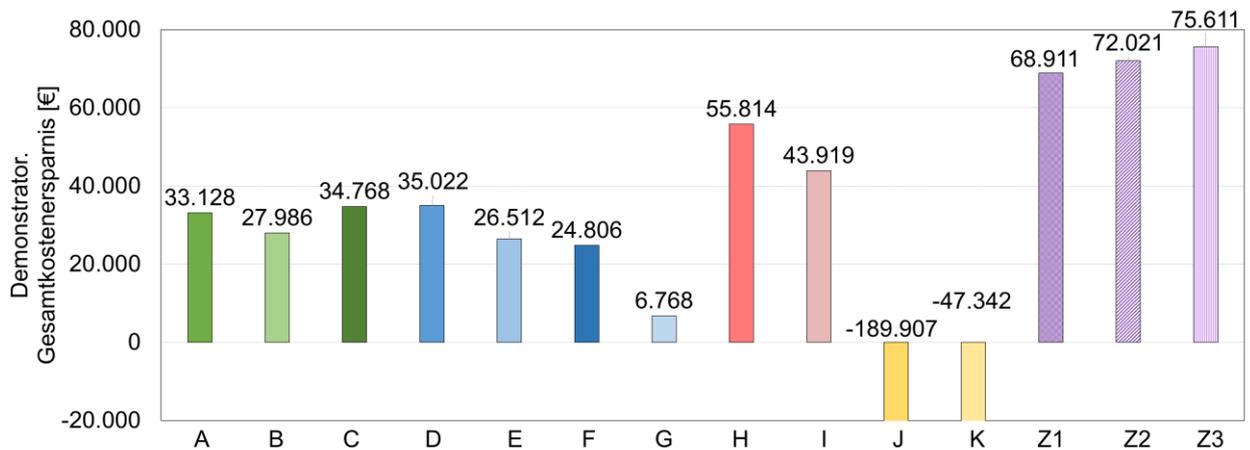
Die vorangestellten ökonomischen Aspekte werden mit alternativen Zustellungsvarianten aus Abschnitt 5.3.2 betrachtet. Die Materialkosten der einzelnen Dämmstoffschichten sind in **Abbildung 50** dargestellt. In **Abbildung 51** fließen die berechneten Wärmestromdichten, die Energiekosten und die Materialkosten in die Gesamtkostenersparnis der oxidischen Zustellungsvarianten gegenüber einer einschichtigen 100 mm Grafithartfilzdämmung des Demonstrators ein. Die wirtschaftlichen Rahmendaten (Lebensdauer und Energiepreis) bleiben unverändert.

Eine reine oxidische Dämmung, bestehend aus 55 mm PCW-Vakuumformteil und 45 mm mikroporösem Dämmstoff auf SiO<sub>2</sub>-Basis (Z3), ist für die genannten Bedingungen die kostengünstigste Lösung, mit einem Gesamteinsparpotential von 75.611 €. Es folgt die alternative Zustellungsvariante Z2, bestehend aus 65 mm PCW-Vakuumformteil und 35 mm mikroporösem SiO<sub>2</sub>-Dämmstoff mit einer zu erwartenden Kostenersparnis von 72.021 €, gefolgt von 68.911 € mit der dreischichtigen Zustellung Z1 bestehend aus 20 mm Grafithartfilz, 40 mm PCW-Vakuumformteil und 40 mm mikroporösem SiO<sub>2</sub>-Dämmstoff.



**Abbildung 50:** Materialkosten in € pro m<sup>2</sup> für die alternative 100 mm-Wandzustellungen

Ergänzend dazu wurde die Gesamtkostenersparnis auch für die Zustellungsvarianten aus Abschnitt 5.2 bestimmt, um ein Gesamtbild über die mögliche Bandbreite zu erhalten (s. **Abbildung 51**).



**Abbildung 51:** Zusammenstellung der Gesamtkostenersparnis für die Wärmedämmung eines Demonstrators mit 11,65 m<sup>2</sup> Wandfläche, 50°C Außenwandtemperatur und bei Verwendung oxidischer Zustellungen gegenüber einer einschichtigen 100 mm Graphithartfilzdämmung

#### 5.4 Berechnungstool für die wirtschaftliche Auslegung von Dämmstoffkombinationen im Hochtemperaturvakuum

### Wärmetechnische Berechnung an einer zweischichtigen Wand

<b>Dämmstoff 1</b>		Graphithartfilz	35 mm
Schichtdicke	s1		
<b>Dämmstoff 2</b>		ASW-Faser-DS KT 1400	65 mm
Schichtdicke	s2		
Innentemperatur	T1	1050 °C	
Außentemperatur	T3	20 °C	
Kühlung		ohne Kühlung	
Wärmeübergangskoeff.	α	10 W/(m <sup>2</sup> *K)	

Berechnen

	Gesamtschichtdicke	s	100 mm
	Wärmestromdichte	q	1634 W/m <sup>2</sup>
	Grenztemperatur	T2	898 °C
	Wandtemperatur	T <sub>w</sub>	183 °C

The diagram illustrates a two-layer wall with thermal conductivities  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$ , and thicknesses  $s_1$  and  $s_2$ . The total thickness is  $\alpha$ . The temperatures at the inner surface ( $T_1$ ), interface ( $T_2$ ), wall ( $T_w$ ), and outer surface ( $T_3$ ) are shown. A constant heat flux  $\dot{q}$  is applied across the wall.

**Abbildung 52:** Eingabemaske für das Berechnungstool

Die wärmetechnischen Auswirkungen eines veränderten Dämmungsaufbaus können vom Anwender in Form eines EXCEL-Worksheets für stationäre Beispielrechnungen (Grundlagen s. Abschnitt 5.1) genutzt werden. Das Tool ist als Kalkulationshilfe für die erreichbaren Effekte mit einem neuartigen Dämmungsaufbau gedacht. In **Abbildung 52** ist die Eingabemaske für dieses Berechnungstool dargestellt. Eine ausführliche Beschreibung der Handhabung dieses Werkzeugs kann mit einem erarbeiteten EXCEL-Worksheet als Projektergebnis von der Forschungsstelle kostenfrei bezogen werden.

## **6 Hinweise zur Fehlerbetrachtung**

In diesem Projekt wurde eine Methodik zur Abschätzung der Eignung von oxidischen Dämmstoffen für den Einsatz im Hochtemperaturvakuum entwickelt. Aufgrund der komplexen Verhältnisse in Vakuumanlagen und die beschränkte Möglichkeit zur Ermittlung von genauen und absolut vergleichbaren Messwerten, wurden relative Ergebnisse von Indikatoren wie dem Druck in der spezifischen Versuchsanlage sowie Massenzahl-Intensitäten aus der Restgasanalyse eines Massenspektrometers herangezogen, um Tendenzen abzuleiten. Aus diesem Grund sind die gefundenen Ergebnisse zwar untereinander vergleichbar aber nicht übertragbar auf andere Versuchsanlagen. Es war nicht Gegenstand des Projektes eine Prüfprozedur für einen Eignungstest bzw. eindeutig reproduzierbare Kriterien zu entwickeln. Die hier ermittelten Daten erheben nicht diesen Anspruch.

Deshalb beschränkt sich die Fehlerbetrachtung lediglich auf die Benennung von Einflussgrößen, die die gefundenen tendenziellen Aussagen in ihrer Wirksamkeit beeinträchtigen können. Eine Reihe von möglichen Einflüssen können auf die Versuchsergebnisse wirken. Sie sind im Folgenden aufgezählt sowie, die dazu ergriffenen Maßnahmen während der Untersuchungen:

### **Fehlerquellen in den Versuchsreihen bei Raumtemperatur**

- Abrieb durch Probenhandling und Genauigkeit der Waage
  - Prüfung der Abriebmenge und
  - Verwendung von Relativdaten innerhalb einer Versuchskampagne
- Partikelbeladung des Vakuumfilters führen zu Abweichungen beim Druck
  - Regelmäßige Reinigung der Vakuumanlagen
- Inhomogenität der Dämmstoffe
  - Mittelwertbildung mehrerer Versuchsreihen

### **Fehlerquellen in den Versuchsreihen im Hochtemperaturvakuum**

- nach Wechsel der Grafitdämmung des VHTO kommt es zu Abweichungen der Messdaten durch Ausgasung des Ofen-Dämmstoffs (höherer Druck und andere Ausgasungen als bei vorangegangenen Versuchen zeigen sich bei Leerkammerversuchen)
  - mehrfache Validierung durch Referenzversuche
  - Relativmessungen innerhalb von Versuchskampagnen
- Ungleichmäßige Dichtheit der Vakuumverbindungen an der Versuchsanlage
  - regelmäßige Dichtheitskontrolle während der Anfangsevakuierung vor jedem Versuch
- Abweichungen im zeitlichen Ablauf der Versuche durch teilweise manuelle Bedienung, z.B. bei der Umstellung der Temperaturmessung vom Thermoelement auf Pyrometer bei 900°C, der Wechsel kann zu kleinen temporären Leckagen führen.
  - Wiederholung von Versuchskampagnen

### **Fehlerquellen in der Wirtschaftlichkeitsberechnung**

- Fehlende Kennwerte insbesondere bei der Wärmeleitfähigkeit in einzelnen Temperaturbereichen
  - Es wurden begründete Annahmen aus vergleichbaren Literaturwerten getroffen.

## 7 Handlungsempfehlungen und Ausblick für weitere Untersuchungen

Eine wesentliche Zielstellung des Projektes war es Handlungsempfehlungen für den Einsatz oxidischer Wärmedämmstoffe in Hochtemperaturvakuumanwendungen zu formulieren. Im Folgenden werden diese Handlungsempfehlungen aus den Ergebnissen der Untersuchungen für die verschiedenen Bereiche des Einsatzes (Design, Aufbau und Inbetriebnahme der Anlagen, Betrieb der Anlagen) geclustert. Ein Teil der Handlungsempfehlungen wurde aus der üblichen Arbeit an und mit Hochtemperaturvakuumanlagen übernommen, sofern dies besonders für die oxidischen Wärmedämmstoffe Verwendung finden sollte. Darüber hinaus sollen Empfehlungen für weiterführende Forschungsarbeiten gegeben werden.

### Anlagendesign:

- Im Rahmen der Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass **der Einsatz oxidischer Dämmstoffe** sowohl im vollständigen Ersatz als auch in Kombination mit grafitischen Wärmedämmstoffen **bis zu einer Temperatur von 1400°C möglich** ist
- Für die untersuchten Dämmstoffgruppen konnten Anwendungsgrenzen im Hochtemperaturvakuum abgeschätzt werden (**Tabelle 3**).
- **Kombinationen verschiedener oxidischer Dämmstoffe führen** mitunter **zu erheblichen Kosteneinsparungen** für die Wärmedämmung in Hochtemperaturvakuumanlagen.
- Die Kosteneinsparungen können verstärkt werden, wenn durch die verbesserte Wärmedämmung teilweise auf die Kühlung des Gehäuses verzichtet werden kann.
- Kontaktflächen zwischen grafitischen Materialien und den oxidischen Dämmstoffen sollten minimiert werden.
- Der freie Zugang von Umgebungsluft zu den Wärmedämmstoffen sollte nach Möglichkeit eingeschränkt werden, ohne den Abtransport von Gas während der Evakuierung zu behindern.

### Aufbau und Montage

- Beim Einbau der Wärmedämmung ist insbesondere im Zusammenhang mit oxidischen Wärmedämmstoffen auf eine staubfreie Montage zu achten. Es sind zwingend Filtersysteme vor den Vakuumpumpen zu verwenden.
- Die oxidischen Wärmedämmstoffe sollten vor ihrem Einsatz/Montage bei 900°C ausgeheizt werden, spätestens jedoch bei der Inbetriebnahme.

### Betrieb von Anlagen mit oxidischen Wärmedämmstoffen

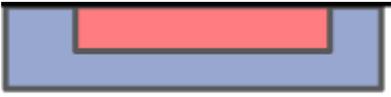
- Expositionsdauern der Wärmedämmung zur Umgebungsluft sind so kurz wie möglich zu gestalten.
- Beim Fluten der Hochtemperaturvakuumanlage sollten trockene inerte Medien bzw. Schutzgase (N<sub>2</sub>, Ar) zum Einsatz kommen.
- Vor dem Aufheizen der Anlagen sollte bis zu einem Mindestdruck evakuiert werden.

- Beim Aufheizen der Anlagen sollten Haltezeiten bei ca. 400°C und ca. 900 °C zur Entgasung von in Poren eingeschlossener Feuchte bzw. Restgas eingerichtet werden.

**Ausblick auf ergänzende Untersuchungen**

- Entwicklung eines Verfahrens zur exakten Bestimmung von Materialverlusten der Dämmstoffe während des Betriebes im Hochtemperaturvakuum
- Langzeituntersuchungen an bevorzugten Dämmstoffkombinationen
- Durchführung von Demonstrations- und Langzeituntersuchungen an ausgewählten industriellen Hochtemperaturvakuumanlagen mit dem Schwerpunkt zur Untersuchung des Materialverhaltens in Bereichen des Temperaturgefälles (vergl. **Tabelle 6**) sowie der Kontaktstellen zu grafitischen Konstruktionsmaterialien.
- Erweiterung der Versuchsreihen auf reduzierende Schutzgasatmosphären im Grobvakuum bis 1 mbar.

**Tabelle 6:** Probeninstallation im Demonstrator für Versuche

An der Ofeninnenwand befestigt:	
 <p>Ofenraumtemperatur: 1050°C</p>	<p>35 mm <b>mikroporöser SiO<sub>2</sub>-Dämmstoff</b> KT 900 an der Ofenwand anliegend und umschlossen von 65 mm Grafithartfilz</p>
 <p>Ofenraumtemperatur: 1050°C</p>	<p>45 mm <b>mikroporöser SiO<sub>2</sub>-Dämmstoff</b> KT 900 an der Ofenwand anliegend und umschlossen von 55 mm PCW Faserdämmstoff: KT 1650</p>
 <p>Ofenraumtemperatur: 1050°C</p>	<p>40 mm <b>mikroporöser SiO<sub>2</sub>-Dämmstoff</b> KT 900 an der Ofenwand anliegend und umschlossen von 40 mm PCW Faserdämmstoff: KT 1650 20 mm Grafithartfilz</p>

## **8 Wesentliche Ergebnisse und Zusammenfassung**

Mit dem Forschungsvorhaben sollten vorhandene Vakuumöfen dahingehend weiterentwickelt werden, dass die Wärmedämmungen bei gleichem Platzbedarf geringere Investitions- als auch Betriebskosten aufweisen. Die üblicherweise verwendeten Grafitfilze sind kostenintensiv, deshalb wurden oxidische Dämmstoffe als eine günstigere Alternative zu grafitischen Materialien ausgewählt. Darüber hinaus sollte das Wissen über die technische Eignung von Kombinationen grafitischer und oxidkeramischer Wärmedämmstoffe in Vakuumöfen erweitert werden. Um Forschungsergebnisse für die spätere industrielle Nutzung aufzuzeigen, war es notwendig, den Einfluss oxidkeramischer Dämmstoffe auf die Qualität des Vakuums und die Restgaszusammensetzung zu untersuchen.

Im Rahmen des Projektes wurden verschiedene heute typische oxidische Wärmedämmstoffe nach ihren Lieferformen und Zusammensetzung klassifiziert. In die Auswahl einbezogen wurden Dämmwollen und Vakuumformteile aus alumino-silikatischen, alumino-erdalkali-silikatischen und polykristallinen Fasern, mikroporöse Dämmstoffe auf der Basis von pyrogener Kieselsäure bzw. Tonerde sowie Feuerleichtsteine auf alumino-silikatischer Basis. Die Evakuierungseigenschaften der ausgewählten oxidischen Dämmstoffe und Grafitdämmstoffe wurden bei Raumtemperatur und im Hochtemperaturbereich untersucht und verglichen. Oxidische Dämmwollen und Grafitfilze haben bei Raumtemperatur ähnlich niedrige Evakuierungszeiten. Vakuumgeformte Materialien und mikroporöse Materialien benötigten bei der Erstevakuierung nach Auslagerung an Luft deutlich mehr Zeit. Die Evakuierungsdauern bis 1 mbar korrelieren mit den Masseverlusten durch Abgabe von adsorbierter Feuchte. Dabei gilt: Grafitfilz < oxydische Dämmwolle < Leichtsteine < Vakuumformteile < mikroporöse Dämmstoffe. Diese Dauer wird jedoch beim Fluten mit trockenem Stickstoff anstelle von Luft verkürzt und nähert sich den Werten für Grafitfilz an. Um oxidische Materialien zu identifizieren, die für eine Hochtemperaturanwendung allein oder in Kombination mit Grafitfilz geeignet sind, wurden weitere Tests bis zur Daueranwendungstemperatur der Dämmstoffe durchgeführt. Es erfolgte eine Gegenüberstellung von Versuchen im leeren Vakuumofen, mit oxidischen Probe und mit einer Kombination aus oxidischem und Grafitmaterial. Durch die vergleichenden Versuche im Hochtemperaturvakuum wurde die Verträglichkeit der Materialien mit Grafitfilz betrachtet. Für den unmittelbaren Vergleich der Materialien untereinander erfolgten Versuche bei 1100°C. Der Einfluss des Spülmediums (Luft bzw. Stickstoff) bei Chargenwechsel auf die Evakuierungen wurde auch bei einer zyklischen Betriebsweise untersucht.

Im Ergebnis konnte die Projekthypothese, dass eine kosteneffiziente Substitution von Grafitfilzen durch eine Kombination mit oxidischem Dämmstoff bei gleichbleibender Wanddicke in Vakuumöfen möglich ist, bestätigt werden. Jedoch wird als Anwendungsgrenze im Vakuum ein Temperaturbereich bis maximal 1200°C für die untersuchten oxidischen Materialien aufgrund chemischer Reaktionen an den Grenzflächen empfohlen. Darüber hinaus neigen Fasermaterialien zum Entglasen, wobei das Auftreten und der Umfang der kristallinen Phasen stark von der Dauer, Temperatur und der Faserchemie, dem Vorhandensein von Flussmitteln, abhängen. Das Versagen eines Dämmstoffes bei Daueranwendungstemperatur hat noch nicht zur Folge, dass dieses Material prinzipiell für eine Vakuumdämmung ausfällt. Wie sich bei den Vergleichsuntersuchungen herausstellte, sind solche Materialien durchaus bei niedrigeren Temperaturen einsetzbar und können somit zu einer Kostenminimierung als Hinterdämmung von Grafitfilzen beitragen. In dem Projekt konnte nur eine geringe Auswahl an Dämmstoffen betrachtet werden, die auf dem Markt verfügbar sind. Deshalb sollte für jeden Wandaufbau im

Einzelnen geprüft werden, welcher Dämmstoff bei welcher Temperatur für die jeweiligen Bedingungen in Vakuumanlagen zum Einsatz kommen soll. Die Ergebnisse zu den Materialgruppen liefern jedoch klare Hinweise auf die Einsatzgrenzen.

Mit den gewonnenen Erkenntnissen lassen sich effiziente Wärmedämmungen gestalten, die bei gleichem Bauraum einen geringeren Wärmedurchgangsverlust aufweisen. Dies wirkt sich besonders bei Anlagen im Dauerbetrieb positiv auf den Gesamtenergieverbrauch aus. Außerdem kann durch die teilweise Substitution der Werkstoffe auf Grafitbasis ein Kostenvorteil von bis zu 48 % generiert werden. Die Ergebnisse aus den Berechnungen und Versuchen ermöglichen eine kurzfristige Überführung der Erkenntnisse in firmenspezifische, individuelle Konstruktionen. Eine Matrix zur Beurteilung und ein erarbeitetes EXCEL-Tool können den Anwender bei Entscheidungen unterstützen. Damit erhalten die beteiligten Unternehmen Kalkulationshilfen für die erreichbaren Effekte mit dem neuartigen Dämmungsaufbau, eingeschlossen sind die berechneten Grenztemperaturen. Durch den Einbau geeigneter kombinierter Dämmungsvarianten wird neben einer Materialkostensenkung auch eine Reduzierung der Energiekosten bei entsprechender Betriebsweise möglich. Damit wurden die Ziele des Forschungsvorhabens erreicht.

Dieses Projekt wurde gefördert unter der AIF-IGF-Projektnummer 19781 BG durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie.

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

## 9 Abkürzungen

AES	Alkali-Erdalkali-Silikat
ASW	Aluminium-Silikatwolle
DS	Dämmstoff
FOGI	Forschungsgemeinschaft Industrieofenbau
GHF	Grafit Hartfilz
KT	Klassifikationstemperatur
MS	Massenspektrometer
NIST	National Institute of Standards and Technology
PbA /PAK	Projektbegleitender Ausschuss
PCW	Polykristalline Wolle
$p_{\max}$	Maximaldruck
RT	Raumtemperatur
Vakuum-Ft	Vakuumformteil
VHTO	Vakuumhochtemperaturofen
NIST	National Institute of Standards and Technology

## 10 Tabellenverzeichnis

<b>Tabelle 1:</b> Charakteristische Daten der ausgewählten oxidischen Dämmstoffe für die Untersuchungen, sortiert nach Kategorien.....	10
<b>Tabelle 2:</b> Haupt- und Nebenmassenzahlen von häufig vorkommenden Gasen und Dämpfen	14
<b>Tabelle 3:</b> Ermittelte Anwendungsgrenztemperaturen der Dämmstoffe .....	35
<b>Tabelle 4:</b> Kostenbetrachtung für 100 mm kombinierten Wandaufbau im Vergleich zu reinem Graphitartfilz (GHF) .....	48
<b>Tabelle 5:</b> Außenabmessungen des Demonstrators .....	51
<b>Tabelle 6:</b> Probeninstallation im Demonstrator für Versuche.....	55

## 11 Abbildungsverzeichnis

<b>Abbildung 1:</b> Projektzeitplan .....	6
<b>Abbildung 2:</b> Übersicht der für die Untersuchungen ausgewählten Dämmstoffgruppen .....	9
<b>Abbildung 3:</b> Ansicht des klimatisierten Versuchsstandes für die kalte Entgasung .....	11
<b>Abbildung 4:</b> CAD-Modell des Prüfstandes (links); erwarteter Strömungsdurchfluss in der Vakuumkammer (rechts) [BaWe01] .....	12
<b>Abbildung 5:</b> Experimentelle Einrichtung zur kalten Evakuierung [BaWe01].....	12
Abbildung 6: Anbindung des Quadrupol-Massenspektrometers an die Vakuumprobenkammer .....	13
<b>Abbildung 7:</b> Übersicht zum Druckverlauf während der Langzeit-Evakuierung von Dämmstoffen nach Dämmstoffgruppe bei Raumtemperatur .....	15
<b>Abbildung 8:</b> Evakuierungszeiten bis 1 mbar und Masseverluste nach der Evakuierung der untersuchten Dämmstoffe bei 20°C .....	16
<b>Abbildung 9:</b> Spezifische Oberfläche von ausgewählten oxidischen Dämmstoffen (nach BET) .....	16
<b>Abbildung 10:</b> Restgasanalyse der Evakuierung eines AES-Faserdämmwolle bei RT .....	17
<b>Abbildung 11:</b> Dominierende Massenzahlen in der Restgasanalyse der oxidischen Dämmstoffe im Vergleich zu Grafithartfilz (GHF) .....	18
<b>Abbildung 12:</b> Vergleich von Evakuierungszeiten bis zum Erreichen eines Enddruckes mit unterschiedlichen Pumpenleistungen bei Raumtemperatur von AES-Faserdämmwolle und PCW-Vakuumformteil.....	19
<b>Abbildung 13:</b> Vergleich der Evakuierungszeiten der 1.und 2. Evakuierung bis 0,1 mbar mit unterschiedlichen Volumenströmen der Pumpen für den AES-Faserdämmstoff.....	19
<b>Abbildung 14:</b> Vergleich der Evakuierungszeiten zweier Dämmstoffe bis 0,1 mbar mit unterschiedlichen Volumenströmen nach Stickstoff-Flutungen bei Raumtemperatur (vor jedem Versuch erfolgte eine Evakuierung mit anschließender N <sub>2</sub> -Spülung) .....	19
<b>Abbildung 15:</b> Vergleich der Evakuierungszeiten von AES-Faserdämmstoff bis 0,1 mbar bei RT mit unterschiedlichen Volumenströmen (jeweils zwei Evakuierungen mit N <sub>2</sub> -Zwischenspülung, links: mit Entnahme der Probe und 5 min Auslagerung in Luft, rechts ohne Entnahme und 5 min Auslagerung Pause in Stickstoff).....	20
<b>Abbildung 16:</b> Druckverlauf der zyklischen Evakuierung bis jeweils 1 mbar bei RT für ein AES (1)-Vakuumformteil.....	21
<b>Abbildung 17:</b> Zeiten von drei zyklischen Evakuierung des AES (1)-Vakuumformteiles .....	21
<b>Abbildung 18:</b> Mittelwerte und Fehlerindikationen der Evakuierungszeiten bei 20°C bis zu 1 mbar nach zyklischen Flutungen verglichen mit Grafithartfilz (1. Zyklus nach längerer Lagerung an Umgebungsluft; 2.-4. Zyklus nach Flutung mit Umgebungsluft; 5.-7. nach Flutung mit trockenem Stickstoff) .....	22
<b>Abbildung 19:</b> Vergleich der Masseverluste (Mittelwerte und Fehlerindikation) nach zyklischen Evakuierungen bis 1 mbar mit der Erstevakuierung bis 1 mbar nach längerer Auslagerungszeit an Umgebungsluft. ....	23
<b>Abbildung 20:</b> Vakuumhochtemperaturanlage mit Massenspektrometer (links) dazugehöriges Schaltschema der Vakuumhochtemperaturanlage (rechts) .....	25
<b>Abbildung 21:</b> Ablaufplan einer Versuchskampagne im Vakuum-Hochtemperaturofen und Temperaturverlauf eines Versuches (rechts) .....	26

<b>Abbildung 22:</b> Probenintegration im Vakuum-Hochtemperaturofen für eine Versuchskampagne (links: Referenzversuch, mittig: Einzelversuch, rechts: Kontaktversuch mit Grafithartfilz).....	27
<b>Abbildung 23:</b> Differenzdruckverlauf zum Referenzversuch für mikroporöse Dämmstoffe auf SiO <sub>2</sub> -Basis .....	29
<b>Abbildung 24:</b> Differenzdruckverlauf zum Referenzversuch für einen PCW-Faserdämmstoff mit KT 1650 .....	30
<b>Abbildung 25:</b> Probenpaket des PCW-Faserdämmstoffs für Hochtemperatur-Kontaktversuch mit Grafithartfilz bei Daueranwendungstemperatur von 1600°C (links: vor, rechts nach dem Versuch).....	30
<b>Abbildung 26:</b> Restgasanalysen und Temperatur-Druck-Verlauf für AES-Faserdämmstoff bis 1100°C (siehe auch <b>Anlage 1</b> ).....	31
<b>Abbildung 27:</b> Restgasanalysen und Temperatur-Druck-Verlauf für einen mikroporösen SiO <sub>2</sub> -Dämmstoff bis 900°C (siehe auch <b>Anlage 8</b> ) .....	32
<b>Abbildung 28:</b> Restgasanalysen und Temperatur-Druck-Verlauf für PCW-Faserdämmmaterial bis 1600°C (siehe auch <b>Anlage 3</b> ).....	33
<b>Abbildung 29:</b> Vergleich der Masseverluste (Mittelwerte); während der Untersuchung im Hochtemperaturvakuum bis zur jeweiligen Daueranwendungstemperatur.....	34
<b>Abbildung 30:</b> Bestimmung des Differenzdruckes zw. Versuch und Referenz in Abhängigkeit von der Ofenraumtemperatur als Indikator für eine erhöhte Gasbildungsrate und einen Masseverlust der Dämmstoffe (links ohne Kontakt und rechts mit Kontakt zu Grafithartfilz) .....	35
<b>Abbildung 31:</b> Druck- und Temperaturverlauf von Kontaktversuchen der oxidischen Faserdämmstoffe und Grafithartfilz bei der Vergleichstemperatur von 1100°C.....	36
<b>Abbildung 32:</b> Druck- und Temperaturverlauf von Kontaktversuchen der Vakuumformteile mit Grafithartfilz bei der Vergleichstemperatur 1100°C.....	37
<b>Abbildung 33:</b> Vergleich der Masseverluste im Kontaktversuch bei Daueranwendungstemperatur und Vergleichstemperatur 1100 /900°C (Haltezeit 1 h).....	38
<b>Abbildung 34:</b> Druck- und Temperaturverlauf der zyklischen Kontaktversuche eines AES-Faserstoff (6 x bis 1100°C).....	39
<b>Abbildung 35:</b> kontaktfächenspezifische Masseverluste zyklischer Kontaktversuche bei 1100°C und 1 h Haltezeit (Kontaktversuch AES-Faserdämmstoff und Grafithartfilz) .....	39
<b>Abbildung 36:</b> Druck- und Temperaturverlauf der zyklischen Kontaktversuche eines AES-Faserstoff (8 x bis 900°C).....	40
<b>Abbildung 37:</b> kontaktfächenspezifische Masseverluste zyklischer Kontaktversuche bei 900°C und 1 h Haltezeit (Kontaktversuch AES-Faserdämmstoff und Grafithartfilz) .....	40
<b>Abbildung 38:</b> kontaktfächenspezifische Masseverluste zyklischer Kontaktversuche bei 900°C und 1 h Haltezeit von mikroporösem Dämmstoff auf SiO <sub>2</sub> -Basis im Kontakt mit Grafithartfilz .....	40
<b>Abbildung 39:</b> Probenanordnung zur Ermittlung des Abriebs durch das Probenhandling während der Massebestimmung zwischen den zyklischen Versuchen .....	41
<b>Abbildung 40:</b> Masseverlust der Kontaktversuche nach 8 Evakuierungen bei jeweils 900°C – 1 h Haltezeit für den AES-Faserdämmstoff (links) und den mikrop. SiO <sub>2</sub> -Dämmstoffes (rechts) .....	41
<b>Abbildung 41:</b> Vergleich der Dämmstoffpreise in EUR/m <sup>2</sup> bei einer Materialstärke von 20 mm.....	43
<b>Abbildung 42:</b> Wärmeleitfähigkeiten der Dämmstoffe in Abhängigkeit von der Temperatur (nach Herstellerangaben) .....	44

<b>Abbildung 43:</b> Schematischer Wandaufbau und Annahmen für die Auslegung eines beispielhaften Wandaufbaus .....	44
<b>Abbildung 44:</b> Berechneter Wandaufbau für verschiedene Zustellungen bestehend aus Grafithartfilz (GHF) und oxidischem Dämmstoff (oben), zugehörige Wärmestromdichten (Mitte) sowie Material- und Energiekosten bezogen auf 1 m <sup>2</sup> (unten) .....	46
<b>Abbildung 45:</b> Relative Gesamtkostenersparnis der oxidischen Zustellungsvarianten (Wandstärke 100 mm) im Vergleich zu einer Grafithartfilz .....	47
<b>Abbildung 46:</b> Temperaturverteilung eines Wandaufbaus mit 35 mm Grafithartfilz und 65 mm AES-Faserdämmstoff, links mit und rechts ohne Zwangskühlung der Außenwand.....	49
<b>Abbildung 47:</b> Temperaturverteilung eines alternativer Wandaufbaus aus Grafitfilz (40 mm) und mikroporösem Dämmstoff auf Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Basis (115 mm) ohne Zwangskühlung eine der Außenwand .....	49
<b>Abbildung 48:</b> Zustellungsvarianten und Grenztemperaturen alternativer Wandaufbauten für 100 mm Wandstärke aus PCW-Vakuumformteilen, mikroporösem Dämmstoff auf SiO <sub>2</sub> -Basis und Grafithartfilz mit Außenwandkühlung .....	50
<b>Abbildung 49:</b> Temperaturverläufe der alternativen Zustellungsvarianten aus <b>Abbildung 48</b> oben mit Außenwandkühlung (50°C), unten ohne Zwangskühlung .....	50
<b>Abbildung 50:</b> Materialkosten in € pro m <sup>2</sup> für die alternative 100 mm-Wandzustellungen .....	51
<b>Abbildung 51:</b> Zusammenstellung der Gesamtkostenersparnis für die Wärmedämmung eines Demonstrators mit 11,65 m <sup>2</sup> Wandfläche, 50°C Außenwandtemperatur und bei Verwendung oxidischer Zustellungen gegenüber einer einschichtigen 100 mm Grafithartfilzdämmung .....	52
<b>Abbildung 52:</b> Eingabemaske für das Berechnungstool .....	52

## 12 Literaturverzeichnis

- [BaWe01] Baumann, T.; Wenzke, B.; Projektarbeit am IWTT TU Bergakademie Freiberg „Aufbau und Erprobung eines Versuchsstandes zur Messung der Entgasung von porösen Wärmedämmstoffen“ 2016
- [Col01] Colwell, B.H. “Outgassing rates of refractory and electrical insulating materials used in high vacuum furnaces”, *Vacuum*, 20(11), 1970, 481-490
- [DIN01] DIN EN 1094-1:2008 “Part 1: Terminology, classification and methods of test for high temperature insulation wool products”.
- [DGF13] Deutsche Gesellschaft Feuerfest- und Schornsteinbau e.V., „Feuerfestbau“ 4. Auflage, 2015, ISBN987-3-8027-3163-1, S.18ff.)
- [Dre12] Drehmann, R. Gilbert, M.: Stofftransporthemmende abriebbeständige Schichten für Leichtbau-Chargiergestelle. Abschlussbericht BMWi/IGF-Nr. 16572 BR ½, Chemnitz 2012
- [Kem12] Kemper, C.; Balomenos, E.; Ridderbusch, M.; Friedrich, B.; Pantias, D.; Paspaliaris, I.: Energieeffizienz in der Al-Gewinnung. HallHéroult-Prozess vs. carbothermische Reduktion. Kongress- oder Tagungsbeitrag; 45. Metallurgisches Seminar, Ulm 201“, S. 5–9
- [Lev01] Levina, I.A., Marmer, É.N. and Poluboyarinov, D.N. „Use of high-refractory oxide ceramics in vacuum electric furnaces molybdenum, tungsten, and niobium resistors”, All-Union Electrothermal Equipment Scientific Research Institute, 11, 1968, 30-37
- [NIST01] <https://www.nist.gov/data> (10/2018)
- [Rou01] Routschka, G., Wuthnow, H., „Feuerfeste Werkstoffe (Praxishandbuch)“, Vulkan-Verlag GmbH, Essen, 5. Edition, 2011 ISBN 978-38027-3161-7; 211.
- [Uhl01] Uhlig, V.: Hochvakuumöfen - Ein Vergleich der Konzepte und ihrer Umsetzung. *Elektrowärme International* 62(2004)3 S.118-121 ISSN 0340-3521
- [Uhl02] Uhlig, V., Gilbert, M., Kern, A., Terjung, R., Krause, H. „Wärmedämmung von Vakuumöfen mit Graphitfilzen und deren Einfluss auf die Qualität des Vakuums“, 1. Aachener Ofenbau- und Thermoprocess-Kolloquium, 11./12.05.2017, 155-162, ISBN978-3-95886-165-7
- [Uhl03] Uhlig, V., Gilbert, M., Kern, A., Terjung, R. “Graphite rigid felt for insulation of vacuum furnaces- Evaluation of degassing behaviour”, 1st German-Chinese Symposium “Development and Technology of Carbon Materials”, Berlin, Germany, 14.-16.11.2016
- [Uhl04] Uhlig, V., Gilbert, M., Kern, A., Terjung, R. “A study on the degassing behavior of graphite felts for the insulation of vacuum furnaces”, In Proceedings of the annual world conference on Carbon 2015, Dresden, Germany 12.-17. Juli 2015), vol. Posters, p. 203
- [Uhl05] Uhlig, V.; Gilbert, M.; Kielau, St.; Kern, A.; Terjung, R.; Krause, H., „Graphithartfilze für die Wärmedämmung von Vakuumöfen – Vergleichende Bewertung der Evakuierung“, *ewi – elektrowärme international*, 74(3), 2016, 99-107

- [Uhl06] Uhlig, M. Gilbert, Abschlussbericht "Verfahren zur Bestimmung der Entgasung von Graphitfilzen – Filzentgasung" 2015 V. 6-8
- [Wes01] Weston, G.F., "Ultrahigh vacuum practice", Butterworth & Co., London, England, 1985, 46
- [Zie10] Zieger, B.: Steigerung der Energieeffizienz graphitisolierter Vakuum-Kammeröfen. Gaswärme International 59(2010)3 S. 143-146 ISSN 0020-9384

### **13 Anlagenverzeichnis**

Anlage 1 – AES\_Faserdaemmstoff

Anlage 2 – ASW\_Faserdaemmstoff

Anlage 3 – PCW\_Faserdaemmstoff

Anlage 4 – AES(1)\_Vakuumformteil

Anlage 5 – AES(2)\_Vakuumformteil

Anlage 6 – ASW\_Vakuumformteil

Anlage 7 – PCW\_Vakuumformteil

Anlage 8 – SiO<sub>2</sub>\_mikroporeser DS

Anlage 9 – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_mikroporeser DS

Anlage 10 – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_Feuerleichtstein

Anlage 11 – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>\_Feuerleichtstein

Anlage 12 – Grafithartfilz

Anlage 13 – Grafitweichfilz

Anlage 14 – Bewertungsmatrix

Anlage 15 – Übersicht Versuche

Anlage 16 – Restgasanalysen bis zur Daueranwendungstemperatur

Anlage 17 – Restgasanalysen vergleichende Untersuchungen mit Grafitkontakt

Anlage 18 – Vergleich aller kalten Evakuierungszyklen