

Ruhr-Universität Bochum, LEAT
Name der Forschungsstelle(n)

14200 / N

IGF-Vorhaben-Nr. / GAG

01.02.2005 - 31.01.2008

Bewilligungszeitraum

Schlussbericht für den Zeitraum : 01.02.2005-31.01.2008

zu dem aus Haushaltsmitteln des BMWi über die



geförderten IGF-Forschungsvorhaben

Normalverfahren

Fördervariante ZUTECH

Forschungsthema :

Einfluss von Belägen in Hochtemperaturprozessen:
Simultane Messung der Wärmeleitfähigkeit und der spektralen
Emissionskoeffizienten in Abhängigkeit der stofflichen Eigenschaften

Für ein ZUTECH-Vorhaben sind folgende zusätzliche Angaben zu machen:

Der fortgeschriebene Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

ist beigefügt

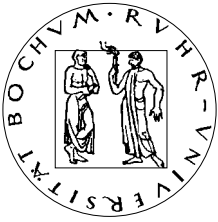
liegt bereits vor

wird fristgerecht nachgereicht

Bochum, 30.04.2008

Ort, Datum

Unterschrift der/des Projektleiter(s)



RUHR-UNIVERSITÄT BOCHUM

Fakultät für Maschinenbau

Lehrstuhl für Energieanlagen und Energieprozesstechnik

Prof. Dr.-Ing. Viktor Scherer



Einfluss von Belägen in Hochtemperaturprozessen:

**Simultane Messung der Wärmeleitfähigkeit und der spektralen
Emissionskoeffizienten in Abhängigkeit der
stofflichen Eigenschaften**

Bohnes, S., Wirtz, S., Scherer, V.

Bochum 2008

Inhalt

1	Forschungsthema	1
2	Wissenschaftlich technische und wirtschaftliche Problemstellung	1
2.1	Stand der Forschung und eigene Vorarbeiten	2
3	Forschungsziele / Ergebnisse / Lösungswege	6
3.1	Forschungsziel	6
3.1.1	Angestrebte Forschungsergebnisse	6
3.1.2	Innovativer Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse	6
3.2	Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels	7
3.2.1	Zusammenfassung	8
3.2.2	Veröffentlichung	9
3.2.3	Probenspektrum	10
3.2.3.1	Methoden zur Probenanalyse	11
3.2.4	Strahlungsmessung und Emissionsgradbestimmung	14
3.2.4.1	Optimierung der Messmethode	17
3.2.4.2	Probenpräparation zur Strahlungsmessung	17
3.2.4.3	Referenzkörper	19
3.2.4.4	Planck'sche Temperaturabhängigkeit des Messsystems	22
3.2.4.5	Kalibrierung und Messauswertung	25
3.2.4.6	Genauigkeit der Temperatursensoren	27
3.2.4.7	Transmissionseigenschaften der Messstrecke	27
3.2.4.8	Umfeldebefluss	29
3.2.4.9	Strahlungsaustauschberechnung	30
3.2.4.10	Prüfung der Messgenauigkeit	34

3.2.4.11	Emissionsgrade der Mineralphasen	37
3.2.4.12	Emissionsgrade der Ablagerungen	48
3.2.4.13	Fazit	52
3.2.5	Temperaturmessung und Leitfähigkeitsbestimmung	54
3.2.5.1	Grundlagen der thermischen Leitfähigkeit	54
3.2.5.2	Wärmeleitungsgleichung	56
3.2.5.3	Analytische Lösung der Wärmeleitungsgleichung	57
3.2.5.4	Numerische Lösung der Wärmeleitungsgleichung	60
3.2.5.5	Theoretische Analyse	65
3.2.5.6	Aufbau und Messmethode	68
3.2.5.7	Messauswertung	71
3.2.5.8	Probenpräparation zur Leitfähigkeitsbestimmung	73
3.2.5.9	Temperaturleitfähigkeit	75
3.2.5.10	Messeinflüsse	83
3.2.5.11	Fazit	84
3.2.6	Anhang	87
3.2.6.1	Bestimmung der Sichtfaktoren	87
3.2.6.2	Allgemeine Bestimmung der konvektiven Wärmeabfuhr	94
3.2.6.3	Wärmeabfuhr durch Prallstrahlkühlung	98
3.2.6.4	Methoden zur Messung thermischer Leitfähigkeiten	101
3.2.6.5	Faseroptische Temperaturmessung	104
3.3	Literatur	108
4	Wirtschaftliche Bedeutung des Projekts für kleinere und mittlere KMU	116
4.1	Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse	116
4.2	Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit der KMU	118

5	Beabsichtigte Umsetzung der angestrebten Forschungsergebnisse	120
6	Durchführende Forschungsstellen	121
6.1	Leiter der Forschungsstellen	121
6.2	Projektleiter	121

Lateinische Zeichen

<u>Zeichen</u>	<u>Einheit</u>	<u>Bedeutung</u>
a	$\text{mm}^2 \text{s}^{-1}$	Temperaturleitfähigkeit
A	m^2	Fläche
BrA	-	Brennstoffasche
c_0	m s^{-1}	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum
c_1	W m^2	Planck'sche Strahlungskonstante 1
c_2	m K	Planck'sche Strahlungskonstante 2
c_p	$\text{J kg}^{-1}\text{K}^{-1}$	Wärmekapazität
D	m	Düsendurchmesser
d	m	Durchmesser
d	m	Netzebenenabstand
D	m	Porendurchmesser
d_p^*	m	Hauptporendurchmesser
\bar{d}_p	m	mittlerer Porenradius
F	-	Funktion
h	J s	Planck'sches Wirkungsquantum
H	m	Probenhöhe
H	m	Abstand Düse-Probenoberfläche
I	Strahldichte	Wm^{-3}
k	-	Funktion
k	J K^{-1}	Boltzmann-Konstante
k	$\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$	Wärmeleitfähigkeit
$k_{a,\lambda}$	m^{-1}	Absorptionskoeffizient
KAL	$\text{m}^3 \text{W}^{-1}$	Kalibriermaßstab bzw. Gerätekonstante
KW	-	Kraftwerk
L	m	Länge
l	m	Länge
L	W m^{-2}	Strahldichte
n	-	Beugungsordnung
n	-	Brechungsindex
Nu	-	Nusseltzahl
\bar{Nu}	-	über den Querschnitt gemittelte Nusseltzahl

OD	-	Optische Dichte
P	-	Porosität
p	bar	Druck
Pr	-	Prandtlzahl
\dot{Q}	W	Wärme
\dot{q}	W m ⁻²	Wärmestromdichte
r	m	radialer Staupunktabstand
r	m	Radiale Strecke in r-Koordinate
r	m	Radius
Re	-	Reynoldszahl
S	-	Systemantwort vom Messsystem
t	s	Zeit
T	°C bzw. K	Temperatur
V	m ³	Volumen
x	m	Strecke in x-Koordinate
y	m	Strecke in y-Koordinate
z	m	Strecke in z-Koordinate

Griechische Zeichen

<u>Zeichen</u>	<u>Einheit</u>	<u>Bedeutung</u>
α	W m ⁻² K ⁻¹	Wärmeübergangskoeffizient
ε	-	Emissionsgrad
Δ	-	Differenz
Φ	W	Strahlungsleistung
ϕ	°C bzw. K	Temperaturverteilung
γ	-	Gewichtungsfaktor
γ_λ	m ⁻¹	Extinktionskoeffizient
φ	grad	Einfallswinkel
φ	-	Sichtfaktor
λ	m	Wellenlänge
Θ	-	Temperaturverhältnis
Θ	K	Temperatur
ρ	-	Reflexionsgrad

ρ	kg m^{-3}	Dichte
σ	N m^{-2}	Oberflächenspannung
σ	$\text{W m}^{-2}\text{K}^{-4}$	Stefan-Boltzmann Konstante
σ_λ	m^{-1}	Streukoeffizient
τ_λ	-	Transmissionsgrad
υ	grad	Polarwinkel
ω	grad	Raumwinkel

Indizes

<u>Indizes</u>	<u>Bedeutung</u>
Atm	Atmosphäre
BB	Black-Body
CO ₂	Kohlendioxid
E	Eintritt
eff	effektiv
Eigen	Eigenstrahlung
el	elektrisch
el	Elektronen
F	Feststoff
Fl	Fluid
Ges	Gesamt
H	Hohlraum
H ₂ O	Wasser
i	Laufindex
Iso.	Isolation
j	Laufindex
k	Laufindex
L	laminar
la	Gitterschwingung (<i>engl.</i> lattice)
min	mindestens
n	in Normalen-Richtung
N ₂	Stickstoff
O	oben
Oberfl.	Oberfläche
Pr.	Probe
Probe	Probenmaterial
R	Rohrwand
ra	Strahlung (<i>engl.</i> radiation)
refl.	Reflektierte Strahlung
s	Staupunkt
s	Rand eines Körpers

Sp.	Umlenkspiegel des Spektralradiometers
T	turbulent
U	unten
U	Umgebung
W	Wand
Wand	Wandmaterial
x_R	Rand eines Körpers in x-Richtung
Zyl.	Zylinder
0	Zeitpunkt bei 0 s
∞	in sehr großem Abstand; im Unendlichen

1 Forschungsthema

Einfluss von Belägen auf den Wärmeaustausch in Hochtemperaturprozessen:

Simultane Messung der Wärmeleitfähigkeit und der spektralen Emissionskoeffizienten in Abhängigkeit der stofflichen Eigenschaften

2 Wissenschaftlich technische und wirtschaftliche Problemstellung

Bei der thermischen Umsetzung fester Brennstoffe wie z.B. bei der Kohle- und Müllverbrennung oder der Vergasung oder Verbrennung von Biomasse werden die anorganischen Inhaltsstoffe überwiegend als ausschleusbare Aschen freigesetzt. Sie können aber auch als anhaftende Beläge (Ansätze) im Reaktionsraum oder Kessel verbleiben und die Wärmeübertragung an die Heizflächen oder Brennkammerwände beeinträchtigen. Dies verschlechtert den Umwandlungswirkungsgrad und beeinflusst damit auch die Wirtschaftlichkeit derartiger Anlagen negativ. Insbesondere ist der Einfluss dieser Ansätze auf das Wärmeübertragungsverhalten trotz Kenntnis des Brennstoffes und der Betriebsbedingungen nur bedingt vorhersagbar. Dies erfordert erhebliche Sicherheitszuschläge bei der Auslegung solcher Anlagen und lässt eine sichere Abschätzung des betrieblichen Einflusses unterschiedlicher Brennstoffe auf den Wärmehaushalt nicht zu.

Um den Einfluss solcher Beläge auf das Wärmeübertragungsverhalten von den strahlenden Gasen an die Heizflächen oder Brennkammerwände beschreiben zu können, müssen zwei wesentliche stoffliche Eigenschaften der Beläge bekannt sein:

- die spektralen Strahlungseigenschaften - insbesondere die Emissivität
- die Wärmeleitfähigkeit

Die spektralen Strahlungseigenschaften werden stark von der chemischen Zusammensetzung der Beläge beeinflusst und sind zusätzlich von der Oberflächentemperatur abhängig. So zeigt z.B. der Emissionskoeffizient von Verschlackungen und Verschmutzungen eine ausgeprägte Abhängigkeit vom Gehalt an Eisenoxiden. Der Einfluss anderer Metalloxide scheint geringer zu sein. Es liegen jedoch nur wenige und keine systematischen Untersuchungen hierzu vor. Die Wärmeleitfähigkeit eines Belags ist von seiner Gefüge-Porosität und von der Wärmeleitfähigkeit der einzelnen Gefügebestandteile abhängig. Sekundäre Einflussfaktoren sind im Wesentlichen die Gefügeeigenschaften (Texturen, Verwachsungen), die Emissivität des Grundwerkstoffs sowie die Wärmeleitfähigkeit und Emissivität des die Poren füllenden Ga-

ses. Für Verschlackungen und Verschmutzungen liegen auch hierzu nur wenige Untersuchungen vor.

Daher sollen im Rahmen dieses Projektes die spektral aufgelösten Emissionseigenschaften und das Wärmeleitungsverhalten solcher Heizflächenbeläge als Funktion der Temperatur und der chemisch-mineralogischen Zusammensetzung bestimmt werden. Dabei soll ein Messsystem entwickelt werden, das sowohl Messungen der spektralen Emissivität als auch der Wärmeleitfähigkeit ermöglicht. Dadurch können beide Messungen an derselben Probe durchgeführt werden. Somit ist sichergestellt, dass Struktur und chemische Zusammensetzung bei beiden Messungen derselben Probe entsprechen.

2.1 Stand der Forschung und eigene Vorarbeiten

Um den Wärmehaushalt in Hochtemperaturprozessen bilanzieren zu können, werden unter anderem die wärmetechnischen Eigenschaften der einzelnen Oberflächen und Gasvolumina [11-15] benötigt. Messungen der Emissionsgrade feuerfester Baustoffe und keramischer Materialien liegen bis in den Hochtemperaturbereich vor. So erstellten Bauer und Steinhardt [7, 8, 9] eine Stoffwertsammlung der Emissionsgrade feuerfester Baustoffe und keramischer Materialien. Bei ihren Untersuchungen kamen sie zu dem Ergebnis, dass die chemische Zusammensetzung entscheidend für den qualitativen Verlauf der spektralen Emissionsgrade ist.

Die spektralen Strahlungseigenschaften von Hochtemperatur-Coatings wurden von Bauer, Kirchhoff und Oertel [10] untersucht. Sie haben dabei den Einfluss von Schichtdicke, Korngröße, Rauigkeit und der Temperatur auf den Emissionsgrad der Coatings berücksichtigt. Dabei ergab sich, dass die Schichtdicke und die Rauigkeit keinen eindeutigen Einfluss auf die spektralen Emissionsgrade haben, jedoch eine Temperaturabhängigkeit zu erkennen ist.

Gegenüber den oben genannten Untersuchungen an Beschichtungen und Feuerfestmaterialien sind Arbeiten zu Kohleaschen und -partikeln sowie Schlacken in der Literatur kaum zu finden. Die wenigen existierenden Messungen wurden dabei zumeist für Temperaturen unterhalb von 400 °C durchgeführt.

Baxter et al. [36] haben die spektralen Emissivitäten von Kohlepartikeln für Temperaturen von 120 bis 200 °C und einen Wellenzahlbereich von 600 bis 4000 cm⁻¹ mittels FTIR-Spektroskopie untersucht. Sie erhielten dabei mittlere Emissionsgrade zwischen 0,58 und 0,97 je nach Partikeltemperatur, Größenverteilung und Art der Kohle.

Untersuchungen des Extinktionskoeffizienten als Maß für die Strahlungsabsorption von Kohleschlacken wurden von Mills [37] für eine Temperatur von 25 °C durchgeführt. Dabei ergab

sich ein Anstieg des Extinktionskoeffizienten mit steigendem Gehalt an FeO bei gleichzeitig sinkendem Gehalt an CaO und MgO.

Satterfield und Feakes [38] ermittelten einen mittleren Emissionsgrad von 0,27 für Calciumoxid, während Kainer [39] einen experimentell ermittelten Wertebereich von 0,3 bis 0,5 angibt. Die große Streuung der in der Literatur publizierten Werte für Calciumoxid dokumentiert ein mittlerer Emissionsgrad von 0,9, wie er von Mastorakos [40] angegeben wird.

In [30] wird ein Überblick über die Untersuchungen spektraler Absorptionskoeffizienten von Schlacken und Mehrstoffsystemen gegeben.

Die Wärmeleitfähigkeit von Schüttungen ist im Wesentlichen von der Wärmeleitfähigkeit der Partikel, von der Wärmeleitfähigkeit des den Hohlraum füllenden Fluids sowie von der Schüttungsporosität abhängig. Weitere Einflussfaktoren stellen insbesondere die Emissionseigenschaften des Grundwerkstoffs sowie des die Hohlräume füllenden Fluids, die Partikeldurchmesser und der Druck des Fluids dar. Für die Beschreibung der funktionalen Abhängigkeiten zwischen der Wärmeleitfähigkeit einer Schüttschicht und diesen Einflussfaktoren existieren zahlreiche mathematische Modelle, die sich in drei Arten unterteilen lassen [32]. Die erste Art von Modellen basiert auf der exakten Berechnung des Temperaturfeldes durch analytische oder numerische Lösung der Laplace-Gleichung [32]. Bei einem anderen Modelltyp wird die Schüttung als eine Schaltung von Widerständen betrachtet [35]. Dieses Verfahren ist aber nur schlecht für genaue Berechnungen geeignet. Für den praktischen Gebrauch werden in erster Linie Modelle (vgl. Zehner, Bauer und Schlünder [33, 34]) benutzt, bei denen eine effektive Wärmeleitfähigkeit einer Einheitszelle ermittelt wird, die als repräsentativ für die gesamte Schüttung betrachtet wird.

Ausführliche Erläuterungen sowie eine detaillierte Übersicht der meist instationären Messverfahren (Puls- oder Modulationsmethoden) zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit oder Temperaturleitfähigkeit finden sich bei DeWitt [16] und Tye [17, 18]. Auf Fehlereinflüsse bei der Wärmeleitfähigkeitsmessung transparenter Stoffe durch überlagerten Strahlungstransport bei hohen Temperaturen geht Verweyen ein [43].

Das Konzept der Laserflash-Methode wird in [19, 20] beschrieben. Eine flache, thermisch isolierte Probe, die zu Beginn eine konstante Temperatur hat, wird durch einen kurzen Laserpuls auf der Vorderseite erwärmt. Die Wärmefront wandert daraufhin durch die Probe bis zur Rückseite. Die Temperatur der Rückseite wird gemessen und aus ihrem zeitlichen Verlauf die Temperaturleitfähigkeit bestimmt.

Das Heißdrahtverfahren ist ein instationäres Messverfahren, bei dem die gemessene zeitliche Temperaturänderung eines Heißdrahtes nach Einschalten des Heizstromes als ein Maß für die

Wärmeleitfähigkeit des Messprobekörpers [1, 2, 21] genutzt wird. Mittenbühler [3] und Schulle [4] benutzten das Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit an feuerfesten Baustoffen. Dohm [5] bestimmte die Wärmeleitfähigkeit an feuerfesten Baustoffen unter Berücksichtigung des Einflusses von Gasatmosphäre und Unterdruck. Zausinger [6] ermittelte die Wärmeleitfähigkeit von Flüssigkeiten und Nahrungsmitteln. In der Arbeit von Warnke [22] wird ein erweitertes Heißdrahtverfahren vorgestellt, mit dem die Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit von festen Stoffen, Schüttungen und Flüssigkeiten bestimmt werden kann.

Ein instationäres Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von festen Stoffen wurde von Vljacic [23] präsentiert. Dabei wird die Temperaturleitfähigkeit der Messprobe absolut und die Wärmeleitfähigkeit mit Hilfe einer Vergleichsprobe bestimmt.

Eigene Vorarbeiten

Die wärme- und strömungstechnischen Eigenschaften permeabler Strahlungswände hat Burau [31] für den Einsatz in Industrieöfen untersucht. Die radiometrischen Messungen erfolgten spektral aufgelöst für verschiedene Geometrien und keramische Materialien.

In einem AiF-Projekt [24] wurde der Einfluss geometrischer Parameter auf den Verbrennungs-, Wärmeübertragungs- und Schadstoffbildungsprozess in einer U-Flammenwanne mit regenerativer Luftvorwärmung untersucht. Bei diesem Projekt wurde der Wärmetransport mit einem 6-Flußmodell bandenaufgelöst berechnet, um die Wechselwirkungen zwischen den Verbrennungsgasen [25] und den umgebenden Wänden sowie dem Glasbad besser abbilden zu können.

Im Rahmen eines weiteren AiF-Forschungsvorhabens [26], auf dem die jetzt vorgeschlagenen Arbeiten aufbauen, wurde ein numerisches Modell für einen flüssigen Schlackefilm entwickelt, wobei auf die Beschreibung seines Einflusses auf den Wärmehaushalt der Feuerung besonderer Wert gelegt wurde [s. auch 42]. Hierzu waren Informationen zu den Eigenschaften schmelzflüssiger Aschen wie Viskosität, Wärmeleitfähigkeit und spektraler Emissionskoeffizient erforderlich.

Zur Bestimmung der Strahlungseigenschaften wurde ein Messsystem auf Basis eines Spektralradiometers entwickelt, mit dem die spektralen Emissionsgrade fester und schmelzflüssiger Stoffe untersucht werden können. Die Funktionstüchtigkeit des Messsystems wurde anhand der Messung der spektralen Emissionsgrade von 5 im Labor hergestellten Kohleaschen, einer Kraftwerksschlacke sowie einer sulfatischen Verschmutzung nachgewiesen. Exemplarisch wurden 4 reine Mineralphasen ergänzend untersucht (SiO_2 , MgO , Fe_2O_3 , Al_2O_3).

Schon diese exemplarischen Untersuchungen zeigten, dass die chemische Zusammensetzung der Proben wesentlich die spektralen Strahlungseigenschaften beeinflussen [27]. So wurde festgestellt, dass insbesondere der Gehalt an Eisenoxiden beträchtlichen Einfluss hat. Darüber hinaus zeichneten sich alle Proben durch eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Temperaturabhängigkeit aus [28]. Als zusätzlicher Einflussfaktor zeigte sich dabei der Schmelzpunkt der Proben, denn mit dem Aufschmelzen der Aschen geht eine stärkere Temperaturabhängigkeit der Emissionsgrade im angesprochenen kurzwelligen Spektralbereich einher [29].

Untersuchungen der Viskosität von Kohleaschen ergaben die erwartete Abhängigkeit vom Schmelzpunkt. Im Bereich des Aufschmelzens nimmt die Zähigkeit mit steigender Temperatur exponentiell ab. Unterschiede zwischen den einzelnen Aschen sind ebenfalls (neben den Schmelz- bzw. Zersetzungspunkten der sie aufbauenden Mineralphasen) auf die chemische Zusammensetzung zurückzuführen, wobei die Elementoxide Al_2O_3 und SiO_2 sowie Alkalien und Eisenoxid die Haupteinflussgrößen repräsentieren [26].

Als dritte Eigenschaft wurde die Wärmeleitfähigkeit einiger Kohleaschen untersucht. Als Messverfahren diente die instationäre Laserflash-Methode. Die Messungen wurden für Proben Temperaturen von 1000 bis 1350 °C durchgeführt. Hier bestätigte sich ebenfalls die erwartete Temperaturabhängigkeit. Im festen Zustand liegen nahezu konstante Wärmeleitfähigkeiten vor, die erst mit Beginn des Aufschmelzens deutlich ansteigen. Es wurden Korrelationen auf Basis von Polynomen 6ter Ordnung für die Wärmeleitfähigkeit als Funktion der Temperatur entwickelt, die insbesondere gegenüber bekannten Modellen den Übergang fest-flüssig besser berücksichtigen [26].

3 Forschungsziele / Ergebnisse / Lösungswege

3.1 Forschungsziel

3.1.1 Angestrebte Forschungsergebnisse

Ziel ist es, den Einfluss der chemisch-mineralogischen Zusammensetzung und der Temperatur auf die Strahlungseigenschaften und die Wärmeleitfähigkeit für die wichtigsten mineralischen Einzelkomponenten von Ansätzen und Belägen zu bestimmen.

Zusätzlich sollen unter Laborbedingungen hergestellte Aschen und entsprechende Schlacken aus einer Feuerung vergleichend untersucht werden, um zu ermitteln, welchen Einfluss die Entstehungsgeschichte eines Ansatzes (Aufenthaltszeiten, Temperaturverläufe und Atmosphären) auf die wärmetechnischen Eigenschaften hat.

Als weitere wesentliche Arbeitspunkte sind die Betrachtung des Einflusses der Porosität und Kristallinität sowie der Textur des Ansatzes auf die Wärmeleitfähigkeit vorgesehen. Dazu soll sowohl die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit der einzelnen Messproben als auch die Porosität dieser Stoffe experimentell ermittelt werden.

3.1.2 Innovativer Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse

Im Rahmen des Projektes soll erstmals ein Messsystem entwickelt werden, dass sowohl Messungen der spektralen Emissivität als auch der Wärmeleitfähigkeit gleichzeitig und an derselben Probe ermöglicht. Somit ist sichergestellt, dass Struktur und chemische Zusammensetzung der Proben identisch sind, was bisher bei getrennter Messung der gesuchten Größen nicht möglich war.

Mit Ablauf des Projektes wird eine systematisch erstellte Datenbasis für die Wärmeleitfähigkeit und die spektralen Emissionseigenschaften von Belägen und Ansätzen in Hochtemperaturprozessen in Abhängigkeit der wichtigsten Größen wie chemisch-mineralogische Zusammensetzung, Temperatur und Porosität vorliegen. Eine solche Datenbasis ist derzeit nicht vorhanden und wird zur Weiterentwicklung und Optimierung von Hochtemperaturprozessen beitragen. Ebenso können diese Daten zur vorausschauenden Betriebsoptimierung bestehender Anlagen beitragen, da der Einfluss des jeweiligen Brennstoffs auf das Wärmeübertragungsverhalten abgeschätzt werden kann.

Eine Reduzierung von Sicherheitszuschlägen bei der Auslegung und damit eine Reduzierung der Anlagengröße und der Anlagenkosten sind ein wirtschaftliches Ergebnis der beantragten Arbeiten. Des Weiteren sind die notwendigen Größen für eine bzgl. des feuerungstechnischen Wirkungsgrades optimierte Gestaltung von Hochtemperaturprozessen vorhanden.

3.2 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels

Die im Rahmen dieses Projektes durchzuführenden experimentellen Untersuchungen der Wärmeübertragungseigenschaften von Kesselablagerungen und deren einzelnen, mineralischen Bestandteile umfassen den Bereich der Strahlungsmessungen zur Bestimmung von Emissionsgraden und den Bereich der Temperaturmessungen zur Bestimmung von thermischen Leitfähigkeiten (Wärme- bzw. Temperaturleitfähigkeit).

Der Emissionsgrad, der auch als Emissionskoeffizient oder auch als Emissivität bezeichnet wird, wird in Abhängigkeit der Wellenlänge, der Temperatur und der Zusammensetzung ermittelt. Die notwendigen Strahlungsmessungen erfolgen an dem vorhandenen Strahlungsversuchsstand des LEAT, so dass neben den eigentlichen Strahlungsuntersuchungen die Optimierung der Messgenauigkeit ein wesentliches Projektziel darstellt.

Die thermischen Leitfähigkeiten, die Wärmeleitfähigkeit sowie die Temperaturleitfähigkeit, können unter definierten Randbedingungen aus den räumlich und zeitlich aufgelösten Temperaturprofilen innerhalb eines Festkörpers bestimmt werden. Zur Untersuchung thermischer Leitfähigkeiten an Ablagerungen in Abhängigkeit der Temperatur, der Zusammensetzung sowie der Porosität bzw. der Struktur wurde innerhalb des Projektes eine Messmethode entwickelt und der Strahlungsversuchsstand für Leitfähigkeitsmessungen erweitert.

Die konstruktiven Änderungen am bestehenden Versuchsaufbau betreffen in erster Linie das Keramikrohr, auf dem die Probe liegt (siehe Abbildung 3.1). Das aus gasdichter Keramik bestehende Rohr ist nach oben hin geöffnet, so dass die Probe von unten mit einem Stickstoffstrahl beaufschlagt werden kann. Durch den sich ausbildenden Prallstrahl an der Probenunterseite wird eine lokale Kühlung erzeugt, die einen Wärmefluss innerhalb der Probe verursacht. Der sich einstellende instationäre Temperaturgradient ist charakteristisch für die thermische Leitfähigkeit der Probe. Aus der Messung des Gradienten kann über die Lösung der Wärmeleitungsgleichung die Temperaturleitfähigkeit bestimmt werden. Die Wärmeleitfähigkeit kann dann bei bekannter Dichte ρ und Wärmekapazität c_p der Probe berechnet werden.

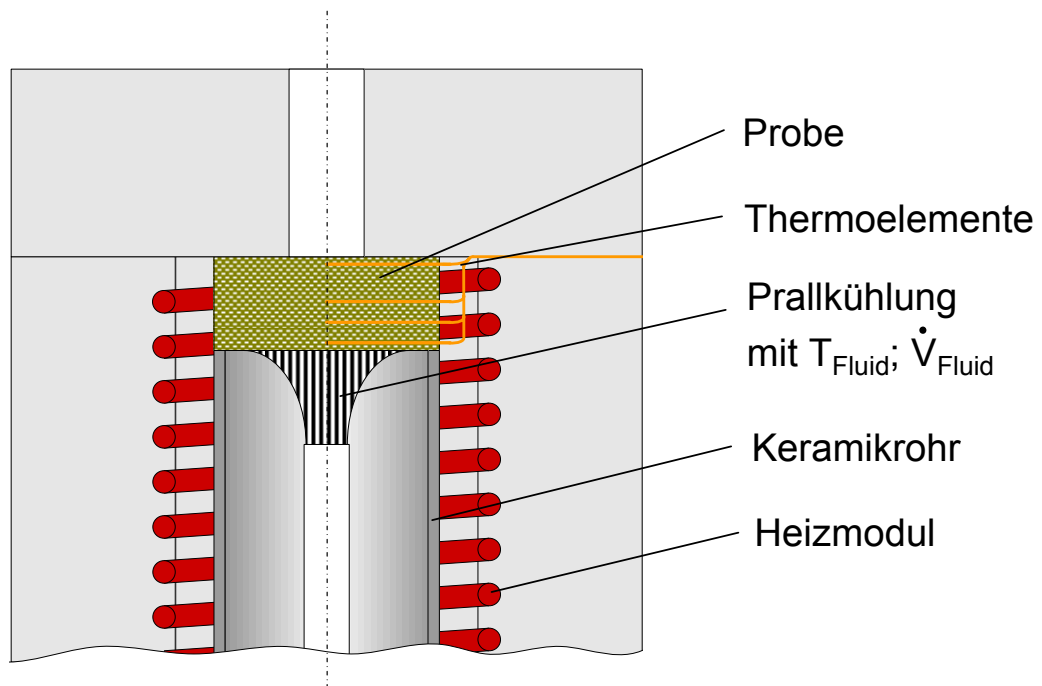


Abbildung 3.1: Prinzip der Leitfähigkeitsmessung

In dem Projekt werden die temperaturabhängigen Leitfähigkeiten an geeigneten Ansatzmaterialien, die von den Anlagenbetreibern des projektbegleitenden Ausschusses zur Verfügung gestellt wurden, experimentell ermittelt. Ein Teil dieser Materialproben werden für die chemische Analyse und die Untersuchung der Porosität genutzt. Die Porositätsmessungen und mikroskopische Gefügecharakterisierungen führt das materialkundliche Labor des Deutschen Bergbaumuseums Bochum durch. Als Messverfahren zur Porositätsbestimmung dient die Quecksilberporosimetrie.

3.2.1 Zusammenfassung

Das Forschungsvorhaben lässt sich in zwei wesentliche Projektbereiche, zum einen in die Untersuchung der Strahlungseigenschaften (Abschnitt 3.2.4) und zum anderen in die Untersuchung der thermischen Leitfähigkeit (Abschnitt 3.2.5) von Mineralphasen und Kraftwerksablagerungen, unterteilen. Im Rahmen der Strahlungsuntersuchungen wurden spektrale Emissionsgrade im Temperaturbereich von 600 bis 1000°C entsprechend dem Probenspektrum des Antrages bestimmt. Dabei wurde das Messprinzip des statischen Strahlungsvergleiches verwendet. Neben den Messungen wurde in einem Arbeitspaket die Messgenauigkeit durch zahlreiche Maßnahmen deutlich optimiert (Probentemperaturmessung, Einsatz eines neuen Schwarzkörpers, Temperaturabgleichung zwischen Probe und Schwarzkörper, etc.). Zusätzlich wurde für eine bessere Vergleichbarkeit der Emissionsgrade der verschiedensten Rohma-

terialien (fest, spröde, pulverförmig) eine vereinheitlichte Probengeometrie entwickelt und angewendet. Validierungsmessungen mit anderen Forschungseinrichtungen zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit den im Projekt erfolgten Messungen. Durch die Bestimmung der Emissionsgrade von reinen Mineralphasen konnte der stoffliche Einfluss bestimmter Mineralien in Ablagerungen gezeigt werden. Besonders die Mineralien Hämatit (Fe_2O_3) und Anhydrit (CaSO_4) weisen deutliche Charakteristika auf, die sich bei entsprechenden Gehalten in Mineralmischungen (Ablagerungen) wieder finden lassen.

Die thermischen Leitfähigkeitsuntersuchungen konnten aufgrund von Präparationsschwierigkeiten nur an einer begrenzten Anzahl Proben durchgeführt werden. Basierend auf einem numerischen Ansatz wird die Temperaturleitfähigkeit a [m^2/s] aus dem zeitlich und räumlich aufgelösten, eindimensionalen Temperaturfeld auf der axialen Symmetrieachse des zylindrischen Probenkörpers während des Abkühlvorganges ermittelt. Die unvermeidbaren radialen Wärmeflüsse durch die konvektive Wärmeabfuhr werden bei der Messung nicht berücksichtigt, da sie bei niedrigen Temperaturleitfähigkeiten, wie sie für Aschen und Schlacken typisch sind ($1 \text{ mm}^2/\text{s}$), einen Einfluss auf die Messgenauigkeit von lediglich 5% haben. Die Wärmeleitfähigkeit kann schließlich bei bekannter Dichte und Wärmekapazität rechnerisch bestimmt werden. Validierungsmessungen an Proben bekannter Temperaturleitfähigkeiten zeigen eine sehr gute Übereinstimmung und weisen Abweichungen von 5 bis 20% auf, die vergleichbar mit Messunsicherheiten anderer Verfahren (Heizdraht- oder Laser-Flash-Methode) sind. Neben den Messungen zur Validierung der Messgenauigkeit konnten von zwei Kraftwerksablagerungen und einer versinterten Brennstoffasche die Temperaturleitfähigkeiten bestimmt werden. Diese Proben weisen Temperaturabhängigkeiten von 0,2 bis 0,4 mm^2/s auf. Diese niedrigen Werte resultieren neben den niedrigen Leitfähigkeiten der Einzelmaterialien [73] zu einem wesentlichen Anteil aus der Struktur, die sich aus einem porösen Grundmaterial durchzogen von lokalen Hohlräumen zusammensetzt.

Das im Rahmen dieses Projektes verfolgte Ziel, den Prototyp einer Apparatur zur Untersuchung der Strahlungs- sowie der Leitfähigkeitseigenschaften von sehr heterogenen Materialien wie Aschen und Schlacken zu entwickeln, wurde damit erreicht.

3.2.2 Veröffentlichung

Bohnes, S.; Scherer, V.; Linka, S.; Neuroth, M.; Brüggemann, H.: Spectral Emissivity Measurements of Single Mineral Phases and Ash Deposits (HT2005-72099), ASME Summer Heat Transfer Conference, San Francisco, CA., 2005

3.2.3 Probenspektrum

Im Projektzeitraum wurden Emissionsgradmessungen an denen in Tabelle 3.1 aufgeführten Reinphasen und Ablagerungsmaterialien durchgeführt. Die meisten reinphasigen Proben konnten als mineralisches Naturmaterial untersucht werden, andernfalls wurde auf synthetisch hergestellte Stoffe zurückgegriffen. Das Material der Ablagerungsproben wurde von der RWE Power AG zur Verfügung gestellt. Leitfähigkeitsuntersuchungen sollten an einer Auswahl geeigneter Materialien erfolgen, die gesondert in Abschnitt 3.2.5 aufgeführt werden.

Tabelle 3.1: Probenspektrum der Emissionsgraduntersuchungen

Probe	Zusammensetzung	Anmerkung
Quarz	SiO ₂	Reine Mineralphase
Aluminiumoxid	Al ₂ O ₃	Reine Mineralphase
Hämatit	Fe ₂ O ₃	Reine Mineralphase
Magnetit	Fe ₃ O ₄	Reine Mineralphase
Anhydrit	CaSO ₄	Reine Mineralphase
Natriumsulfat	Na ₂ SO ₄	Reine Mineralphase
Glauberit	Na ₂ Ca(SO ₄) ₂	Reine Mineralphase
Gehlenit	Ca ₂ Al(Si,Al) ₂ O ₇	Reine Mineralphase
Monticellit	CaMgSiO ₄	Reine Mineralphase
Wollastonit	CaSiO ₃	Reine Mineralphase
Enstatit	MgSiO ₃	Reine Mineralphase
Periklas	MgO	Reine Mineralphase
Olivin	(Mg,Fe) ₂ SiO ₄	Reine Mineralphase
Augit	(Ca,Na)(Mg,Fe,Al)[(Si,Al) ₂ O ₆]	Mineralphase (Mischkristall)
Oxidmischungen	Fe ₂ O ₃ / SiO ₂	Mischphase
Ablagerung 1	Fe ₂ O ₃ / CaSO ₄	Mischphase
Ablagerung 2	CaSiO ₃ / Ca ₂ MgSi ₂ O ₇	Mischphase
Ablagerung 3	Ca ₂ MgSi ₂ O ₇ / Ca(Mg,Fe,Al)Si ₂ O ₆	Mischphase
Ablagerung 4	CaSO ₄ / MgFe ₂ O ₄ / Ca ₂ SiO ₄	Mischphase

Die im Antrag noch vorgesehenen Reinphasen Wüstit (FeO), Freikalk (CaO), Larnit (Ca_2SiO_4), Melilith ($\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$) und Dicalciumferrit ($\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$) konnten nicht untersucht werden. Wüstit kommt als Mineral nur sehr selten in der Natur vor und ist als FeO in chemischer Form leicht entzündlich, so dass es bei den hohen Messtemperaturen zur ungewollten Oxidation kommen kann. Reines CaO ist mit Wasser sehr reaktiv und wird als gesundheitsschädlicher Gefahrstoff eingestuft [59]. Auf eine Messung wurde deshalb verzichtet. Da die Minerale Larnit und Melilith in der Natur in zu geringen Mengen und selten als Reinphase vorkommen, konnten für die Untersuchungen keine geeigneten Messproben präpariert werden. Dicalciumferrit tritt als Phase in Braunkohlenfilteraschen [55] oder in Eisenhüttenschlacken [56] auf und ist ebenfalls als Reinphase nicht verfügbar.

3.2.3.1 Methoden zur Probenanalyse

Elementanalyse

Die Elementanalyse zur Konzentrationsbestimmung der untersuchten Ablagerungen erfolgte durch Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA oder *engl.* XRF). Bei der Röntgenfluoreszenzanalyse wird das Probenmaterial mit Röntgenstrahlen bestrahlt, wodurch die chemischen Elemente zur Fluoreszenz angeregt werden. Die von der Probe emittierte polychromatische Strahlung setzt sich aus verschiedenen von den einzelnen Elementen der Probe erzeugten, charakteristischen Wellenlängen zusammen. Diese angeregte Probenstrahlung wird spektral zerlegt und die entstehenden und für bestimmte Elemente charakteristischen Wellenlängen und Intensitäten durch Detektoren registriert. Durch die qualitative Bestimmung dieser charakteristischen Wellenlängen lässt sich feststellen, welche Elemente in der Probe vorliegen. Durch die quantitative Bestimmung der Intensität der einzelnen Wellenlängen wird die Konzentration des jeweiligen Elements in der Probe ermittelt. Da diese wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalytik eine vergleichende Untersuchungsmethode ist, muss eine Kalibrierung durchgeführt werden, um aus den gemessenen Intensitäten der Röntgenstrahlung auf die Konzentration der Elemente in der Probe schließen zu können.

Der bei der RFA-Analyse ermittelte Gehalt des Probenmaterials an einzelnen chemischen Elementen gibt allerdings keine Auskunft über die in der Asche vorliegenden anorganischen Verbindungen. Die Untersuchung erstreckt sich vielmehr auf die Bestimmung der elementaren Anteile von Silizium, Aluminium, Eisen, Calcium, Magnesium, Kalium, Natrium, Titan, Phosphor und Schwefel. Im Analysenbefund wird aber nicht der prozentuale Gehalt des Materials an Elementen, sondern an ihren Oxiden angegeben.

Diffraktometrie

Die Mineralphasenzusammensetzungen der untersuchten Proben wurden durch die Röntgen-diffraktometrieanalyse (*engl.* XRD) ermittelt. Bei der Diffraktometrieanalyse wird im Gegensatz zur Fluoreszenzanalyse die am kristallinen Probenmaterial gebeugte Röntgenstrahlung zur Ermittlung der Mineralstruktur und zur Bestimmung der Mineralphasen genutzt. Die von einer monochromatischen Röntgenquelle ausgesendeten Strahlen werden durch Optiken in ein paralleles Lichtbündel überführt und auf die Messprobe in Form eines polykristallinen Pulvers gelenkt. Amorphe Anteile im Probenmaterial zeigen keine Beugungsreflexe. Die an dem Pulver in verschiedene Richtungen gebeugten Strahlen werden mit einem Detektor räumlich aufgelöst registriert und sind für jede Kristallstruktur charakteristisch. Die quantitativen Beziehungen zwischen der Beugung und der Interferenz an einem Kristallgitter werden durch die Bragg-Bedingung erfasst, die die Beziehungen zwischen der Wellenlänge λ der Röntgenstrahlen, deren Einfallswinkel φ sowie dem Netzebenenabstand d und der Beugungsordnung n herstellt, wobei d und n ganze Zahlen sind:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \varphi \quad (3.1)$$

Zur qualitativen Identifizierung eines Minerals muss das Röntgendiagramm der Proben mit denen bekannter Proben verglichen oder anhand der Netzebenenabstände ermittelt werden. Die quantitative Messung der Mineralanteile in Mineralgemischen erfolgt durch Intensitätsbestimmung der Beugungsreflexe der einzelnen Mineralphasen. Die Nachweisgrenze unterhalb der noch Aussagen über einen Mineralgehalt möglich sind, liegt bei ca. 5 Gew.-% [76].

Quecksilber- porosimetrie

Die Methode der Quecksilberporosimetrie wird zur Analyse der Porengrößenverteilung und des Porenvolumens eingesetzt. Unter kontrolliertem Druck wird dabei das Quecksilber als nicht benetzende Flüssigkeit in die poröse Probensubstanz gedrückt. Die Messdaten ergeben sich als in die Poren intrudiertes Quecksilbervolumen in Abhängigkeit vom Druck. Durch den Einsatz zweier Messzylinder ist die Steuerung des Druckaufbaus in einen Niederdruck- (0,075 bis 4 bar) und einen Hochdruckbereich (0,1 bis 4.000 bar) möglich. Mit Beginn des Druckaufbaus werden zunächst im Niederdruckbereich die großen Poren zwischen 1,9 und 300 μm gefüllt. Mit steigendem Druck und Erreichen des Hochdruckbereichs gelangt das Quecksilber in zunehmend kleinere Poren, so dass bei ca. 4.000 bar Poren mit einem Durchmesser von 3 nm gefüllt sind. Noch kleinere Poren bleiben ungefüllt und können weder als Porenvolumen noch als Porengrößenverteilung erfasst werden. Anhand der Füllhöhenänderung der Messzy-

linder wird das Hohlraumvolumen V_H der Poren ermittelt, aus dem über das Reinvolumen des Feststoffes V_F die Porosität P bestimmt wird:

$$P = \frac{V_H}{V_H + V_F} \cdot 100 \quad (3.2)$$

Über den aufgewendeten Druck p wird auf Basis des Kapillargesetztes, welches von zylinderförmigen Poren ausgeht, der zugehörige Porendurchmesser D nach der Washburn-Gleichung berechnet:

$$D = -\frac{4 \cdot \sigma \cdot \cos \varphi}{p} \quad (3.3)$$

wobei σ die Oberflächenspannung des Quecksilbers und φ den Kontaktwinkel des Quecksilbers zur Porenwand ausdrückt.

3.2.4 Strahlungsmessung und Emissionsgradbestimmung

Die Messung der thermischen Strahlung wird mit einem spektral auflösenden Radiometer durchgeführt. Der zugehörige Versuchstand wurde in dem Vorläuferprojekt mit der Projektnummer AiF-FV 12597 konzipiert und aufgebaut. Weitere Details zum Versuchstand sind in [29, 54] ausführlich dargestellt. Der Strahlungsversuchsstand, der in Abbildung 3.2 gezeigt ist, besteht im wesentlichen aus zwei Komponenten, der Erwärmungseinrichtung in Form eines zylindrischen Heizelementes und dem Spektralradiometer.

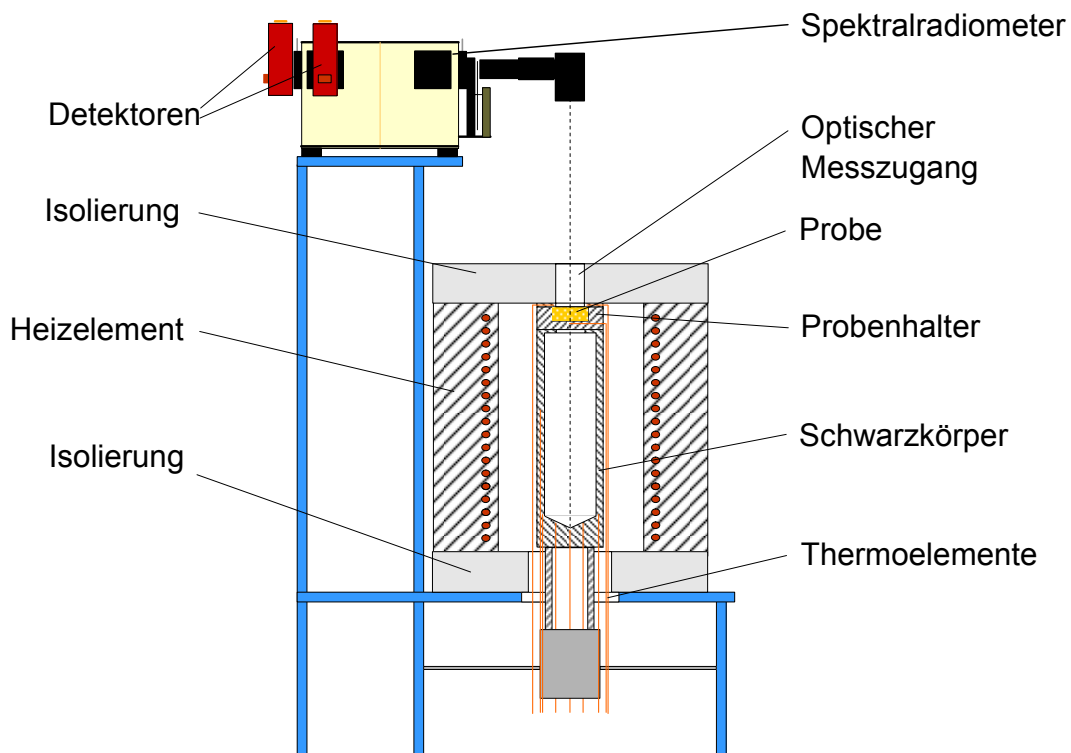


Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau des Strahlungsversuchsstandes

Das Heizelement, mit dem die Proben und der Referenzkörper auf Messtemperatur aufgeheizt werden, ist zur Vermeidung von Wärmeverlusten an seinen Stirnseiten durch Isolierungen abgedeckt. Die scheibenförmigen Proben befinden sich in einem Probenhalter, der auf dem Schwarzkörper aufliegt. Die Proben haben einen Durchmesser von ca. 22,5 mm und eine Dicke von ca. 4,5 mm. Probenhalter und Schwarzkörper stehen auf einem Keramikrohr in der Mittelachse des Heizelementes. Zur Strahlungsmessung der Probe ist der Probenhalter am oberen Ende des Heizelementes direkt unterhalb der Isolierung positioniert, wie in Abbildung 3.2 dargestellt ist. Durch den optischen Messgang in der Isolierung, der mit ca. 20 mm über einen kleineren Durchmesser als die Messobjekte verfügt, detektiert das Spektralradiometer

die von der Messobjektfläche ausgesendeten Strahlungssignale in Richtung der Flächennormalen.

Nachdem die Strahlung der Probe bei Messtemperatur gemessen worden ist, wird der obere Isolationsdeckel abgenommen und die Probe mit Probenhalter entfernt. Nach erneuter Abdeckung des Heizelementes wird die Öffnung des Schwarzkörpers vertikal bis an die obere Isolation verfahren, so dass der Schwarzkörper die Position der Probe einnimmt und die Referenzmessung durchgeführt werden kann. Vor Aufnahme der Referenzmessung muss allerdings das Temperaturgleichgewicht im Heizelement bzw. im Referenzkörper wieder erreicht sein, das durch den Probenausbau gestört wurde. Die Temperaturen werden mit Thermoelementen in der Probe, im Probenhalter und im Schwarzkörper gemessen. Die Messung der Probe und des Referenzkörpers sollten möglichst zeitnah durchgeführt werden, um Umgebungseinflüsse zu vermeiden.

Die Strahlungsmessung erfolgt mit einem computergesteuerten Spektralradiometersystem basierend auf einem Czerny-Turner-Gittermonochromator der Firma BENTHAM [75]. Die thermische Strahlung, die von einem Messobjekt (Probe oder Referenz) ausgesendet wird, trifft über den optischen Zugang in der Isolierung auf einen goldbeschichteten Off-Axis Spiegel, der die Strahlungssignale auf den Eintrittsspalt des Radiometers abbildet. Durch die Verwendung eines goldbeschichteten Spiegels wird im Wellenlängenbereich $> 1 \mu\text{m}$ eine optische Umlenkung mit einem Reflexionsgrad von 0,98 erreicht. Direkt vor dem Spalt werden die Signale durch einen mechanischen „Zerhacker“, dem so genannten Chopper, moduliert, um Störeinflüsse bei der Messung auszuschließen. Zur optischen Messausrichtung des Spektrometers wird ein Laser eingesetzt, der von der Detektorposition durch den Monochromator strahlt und über den Umlenkspiegel auf das Messobjekt abgebildet wird.

Die Emissionsgradbestimmung erfolgt durch die Methode des statischen Strahlungsvergleichs, bei der die emittierte Strahlung einer Probe S_{Probe} im Verhältnis zur Strahlung eines gleichtemperierten Referenzstrahlers S_{BB} ($\text{BB} \Leftrightarrow \text{Black-Body}$) betrachtet wird. So wird der spektrale Emissionsgrad bestimmt durch:

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{S_{\text{Probe}}(\lambda, T)}{S_{\text{BB}}(\lambda, T)} \quad (3.4)$$

Die spektralen Emissionsgrade werden für den Wellenlängenbereich von 1 bis 17 μm mit einer Schrittweite von 0,4 μm und bei Temperaturen von ca. 600 bis ca. 1100°C bestimmt. Die untere Temperaturgrenze resultiert aus dem Arbeitsbereich des eingesetzten Ofens und die Obere wird durch die thermische Belastung des verwendeten Referenzkörpers begrenzt. Die Beschränkung auf diesen Wellenlängenabschnitt resultiert aus dem Messbereich des ver-

wendeten MCT-Detektors. Die Schrittweite von 0,4 μm ermöglicht eine gute Auflösung bei akzeptablem zeitlichem Messumfang. Der zeitliche Messumfang wurde zur Vermeidung einer Temperaturdrift im System beschränkt. Für jede Probe werden drei Messungen durchgeführt, aus denen anschließend der Mittelwert gebildet wird. In Tabelle 3.2 wird deutlich, dass die Auswahl dieses Wellenlängenbereiches den wesentlichen Spektralbereich für die Strahlungswärmeübertragung umfasst, da in diesem Bereich bei den untersuchten Temperaturen mehr als 95% der Strahlungswärme übertragen wird [54].

Tabelle 3.2: Anteilige Schwarzkörperstrahlung [54]

T in °C	Von der Gesamtstrahlung eines schwarzen Körpers der Temperatur T entfallen								
	1 %	5 %	10 %	25 %	50 %	75 %	90 %	95 %	99 %
	auf den Wellenlängenbereich von 0 μm bis ... μm								
200	3,06	3,98	4,64	6,13	8,68	13,0	19,83	26,36	48,61
400	2,15	2,80	3,26	4,30	6,10	9,14	13,94	18,53	34,16
600	1,66	2,16	2,52	3,32	4,71	7,04	10,74	14,29	26,34
800	1,35	1,76	2,05	3,12	3,83	5,73	8,74	11,62	21,43
1000	1,14	1,48	1,73	2,28	3,23	4,83	7,37	9,80	18,06
1200	0,98	1,28	1,49	1,97	2,79	4,18	6,37	8,47	15,61
1400	0,87	1,13	1,31	1,73	2,46	3,68	5,61	7,46	13,75
1600	0,77	1,01	1,17	1,55	2,19	3,28	5,01	6,66	12,28

3.2.4.1 Optimierung der Messmethode

Im Rahmen des Projektes sollte die Messgenauigkeit verbessert werden. Hierzu wurden folgende Schritte durchgeführt:

- Genaue Messung der Probentemperatur durch einheitliche Probenpräparation und Verwendung einer Probenhalterung
- Entwicklung eines hochgenauen Referenzstrahlers bekannter Temperatur
- Linearitätsprüfung des Messsystems und Eliminierung von Nichtlinearitäten
- Kalibrierung des Messsystems am entwickelten Schwarzkörper
- Berücksichtigung der Transmissionseigenschaften der Messstrecke
- Ermittlung des Umfeldeinflusses
- Einführung einer optischen Messausrichtung mit einem Laser
- Berechnung der wirksamen Strahlungsanteile (Strahlungsaustauschberechnung)
- Validierung der Messgenauigkeit durch Vergleichsmessungen am NIST
- Wellenlängenkalibrierung über Transmissionsmessungen von Gläsern

3.2.4.2 Probenpräparation zur Strahlungsmessung

Die Rohmaterialien für die Proben aus Tabelle 3.1 liegen entweder als mineralisches Gestein oder als synthetisches Pulver vor. Um eine hohe Vergleichbarkeit zwischen den Messungen der einzelnen Proben zu gewährleisten, müssen die Materialien möglichst gleich präpariert sein. Aus den Gesteinen werden mit einem Hohlbohrer zylindrische Kerne mit einem Durchmesser von ca. 22,5 mm gebohrt, so dass der optische Messzugang in der Apparatur von 20 mm gerade überdeckt ist. Die entstehenden Bohrkerne werden auf eine Dicke von ca. 4,5 mm gesägt, so dass eine ebene Messfläche resultiert. Für die Messung der Probentemperatur mit einem Thermoelement wird jede Probenscheibe mit einer mittig angeordneten radialen Bohrung ($\varnothing 1$ mm) versehen (vgl. Abbildung 3.3). Um die oftmals sehr bruchempfindlichen Probenscheiben nicht zu beschädigen, wird bei der $\varnothing 1$ mm Bohrung Diamant- oder Ultraschallbohrwerkzeug verwendet. Bei sehr porösen Gesteinen bzw. bei sehr kleinen Gesteinsproben kann zum Teil keine radiale Bohrung für das Thermoelement erfolgen. In diesen Fällen wird das Material mit einer Analysenmühle, Modell A 11 basic der Firma IKA, mechanisch in Pulverform überführt. Die entstehenden Pulver erreichen Korngrößen von unter

90 μm . Sowohl diese Pulver als auch die synthetischen Ausgangsstoffe in Pulverform werden in einer Pressvorrichtung ohne Verwendung von Bindemittel mit 20 t zu einem Pellet mit einer Dicke von 4,5 mm und einem Durchmesser von 22,5 mm gepresst. Danach wird das Pellet mit der radialen Bohrung für die Temperaturmessung versehen. Der beschriebene Präparationsablauf ist noch einmal in Abbildung 3.3 verdeutlicht.

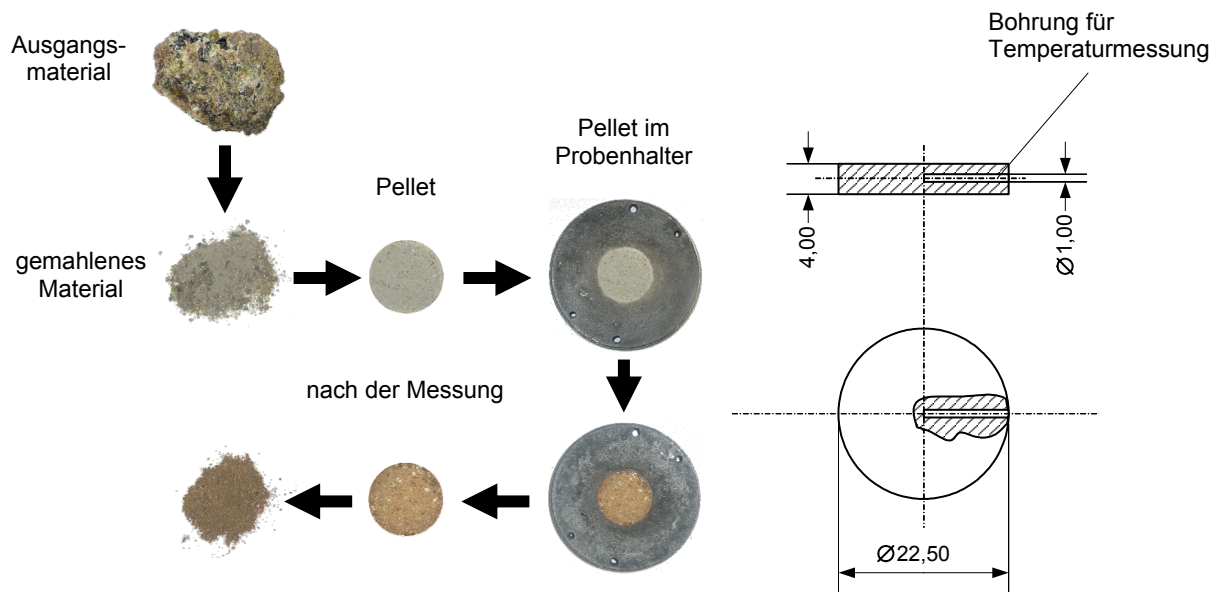


Abbildung 3.3: Schritte zur Probenpräparation und Probengeometrie

Durch die vereinheitlichte Probenpräparation ist einerseits eine hohe Vergleichbarkeit zwischen Messungen unterschiedlicher Materialien gegeben und andererseits kann die Proben-temperatur bei allen Messungen an der gleichen Position innerhalb der Probe reproduzierbar erfasst werden. Dies bildet die Voraussetzung für den Temperaturabgleich mit einem Schwarzkörperstrahler. Um den Temperaturgradient auf der Probenoberfläche zu reduzieren, ist einerseits die Messebene der Probe so klein wie möglich ausgelegt und wird andererseits ein Probenhalter verwendet, der den Probenkörper bis auf die Messebene umschließt und so für eine gleichmäßige Temperierung sorgt (siehe Abbildung 3.4).

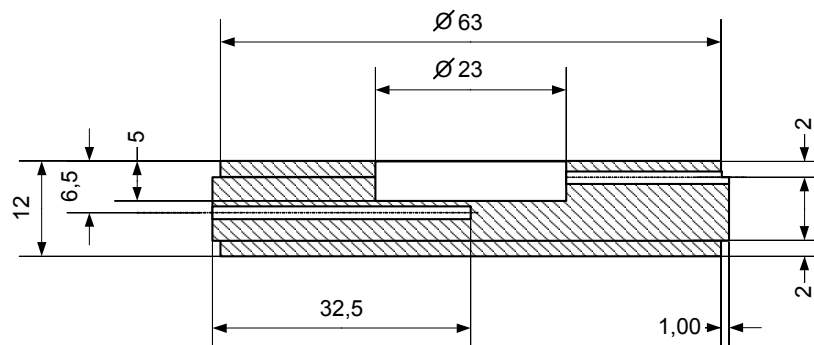


Abbildung 3.4: Probenhalter

3.2.4.3 Referenzkörper

Der Hauptfehlereinfluss bei der Untersuchung der Emissionsgrade liegt in der Abweichung der Proben temperatur von der Temperatur des Vergleichsstrahlers. Zur Reduzierung dieses Fehlers wurde neben der Probenpräparation ein neuer Referenz-Schwarzkörper eingesetzt, bei dem durch eingebaute Thermoelemente des Typs K die Temperatur im Schwarzkörper gemessen werden kann. Bei der Untersuchung von Strahlungseigenschaften ist ein Bezugsnormale bzw. Referenzkörper erforderlich. Im idealen Fall wird als Bezugsgröße ein „Schwarzer Strahler“ eingesetzt. Je nach Messaufgabe können alternativ auch andere Kalibrierstrahler (Wolframbandlampe, Ulbrichtkugel, etc.) Verwendung finden, die in der Regel wiederum an einem Schwarzen Strahler kalibriert sind. Für die Emissionsgraduntersuchungen am beschriebenen Versuchsstand wird ein technischer Schwarzkörper mit einem nur unwesentlich von 1 abweichenden Emissionsgrad im betrachteten Wellenlängenbereich eingesetzt.

Ein idealer Schwarzkörper wird durch einen isothermen Hohlraum mit möglichst kleiner Öffnung angenähert. Schwarzkörper auf Basis geschwärtzter ebener Flächen weisen nur Emissionsgrade im Bereich zwischen 0,9 und 0,95 auf [49]. Oberflächen mit V-förmigen Riefen als Referenzstrahler erreichen bei einem Materialemissionsgrad von 0,7 einen maximalen effektiven Emissionsgrad von 0,95 [69]. Bei dem Einsatz von Hohlraum-Schwarzkörpern liegt der resultierende effektive Emissionsgrad deutlich höher als der Emissionsgrad des für den Hohlraum eingesetzten Konstruktionsmaterials. Die Qualität des Hohlraumstrahlers richtet sich nach dem Verhältnis des Hohlraumvolumens zur Öffnungsfläche einerseits und dem Emissionsgrad der Innenwände andererseits. Diesen Bedingungen sind allerdings Grenzen gesetzt, da die Temperaturhomogenität aller Innenwandflächen und damit die Isothermie bei sehr großen Hohlraumvolumina nur annähernd erreicht werden kann.

Ausgehend von der Geometrie des Hohlraumes, der Größe der Öffnung und dem Emissionsgrad des Materials lässt sich unter Nutzung analytischer [47, 48] oder numerischer Ansätze [45, 46] der effektive Emissionsgrad von Hohlraum-Schwarzkörpern ermitteln. Sparrow [71] erarbeitete Diagramme, aus denen der effektive Emissionsgrad für Öffnungen von zylindrischen Bohrungen oder rechteckigen Nuten in Abhängigkeit vom Verhältnis der Länge zur Öffnung sowie dem Wandemissionsgrad abgelesen werden kann. Eine einfache Abschätzung für annähernd isotherme zylindrische Hohlräume gibt (3.5) [44] an:

$$\epsilon_{\text{eff}} = 1 - \frac{1 - \epsilon_{\text{Wand}}}{1 + \left(\frac{2 \cdot l}{d}\right)^2} \quad (3.5)$$

Im Vorläuferprojekt AiF-FV 12597 wurde das Heizelement selbst als Referenzkörper eingesetzt, das von seinen geometrischen Bedingungen einem sehr guten Hohlraum-Schwarzkörper entspricht. Allerdings kann aufgrund des Heizelementaufbaus keine hinreichende Temperaturhomogenität der Innenflächen erreicht werden. In den Zwischenräumen der Wicklungen des Heizelementes befindet sich Isolationsmaterial und der Boden des Elementes wurde für die Referenzmessungen ebenfalls mit Isolationsmaterial bedeckt. Des Weiteren wurde die Temperatur dieses Referenzstrahlers über lediglich zwei vertikal-mittig angeordnete Thermoelemente bestimmt, welche die Wandtemperatur zwischen den Wicklungen nur mit konstruktionsbedingten Abweichungen messen konnten. So war die Temperaturbestimmung dieses Schwarzkörpers nicht mit der erwünschten Genauigkeit möglich.

Der verwendete Schwarzkörper wurde aus einem Vollzylinder bestehend aus einer Nickel-Chrom-Legierung (Inconel 600) gefertigt und ist in Abbildung 3.5 dargestellt. Die Messöffnung im Deckel besitzt einen Durchmesser von 20 mm. Der Hohlkörper mit einer Tiefe von 135 mm hat einen Innendurchmesser von 50 mm. Die Innenwände sind durch die 50 mm-Bohrung angeraut, so dass von diffus reflektierenden Wänden ausgegangen werden kann. Dies führt zu einer höheren Streustrahlung im Inneren und steigert so den effektiven Emissionsgrad des Schwarzkörpers. Der durch die Bohrung unter einem Winkel von 118° konisch ausgeführte Schwarzkörperboden trägt zusätzlich zu einer Verbesserung des Emissionsgrades bei, da im Vergleich zu einem gerade ausgerichteten Boden keine direkte Strahlung durch die Öffnung austritt.

Die Messebene des Schwarzkörpers bildet der Hohlraumboden, in dem radial verteilt 5 Bohrungen für Thermoelemente angeordnet sind. Die Thermoelemente sollen die Temperatur des Bodens messen und reichen daher bis 2 mm an die Innenoberfläche. Für die Temperaturmessung werden Nickel-Chrom/Nickel Thermoelemente (Typ K) mit einem Mantel aus Inconel 600 eingesetzt. Da der Thermoelementmantel und der Schwarzkörper aus dem gleichen Material bestehen, liegt am Messpunkt ein guter Wärmeübergang vor. Thermoelemente mit keramischem Mantel würden zu Wärmesenken führen und die Isothermie stören. Die Temperatur des Schwarzkörpers wird über Mittelwertbildung aus den gemessenen 5 Thermoelementensignalen bestimmt. Der metallische Werkstoff Inconel 600 wurde ausgewählt, da der Schwarzkörper einer thermischen Belastung bis ca. 1300°C standhalten soll. Außerdem verfügt das Material über einen hohen Eigenemissionsgrad und eine ausreichend hohe Wärmeleitfähigkeit, wodurch eine gleichmäßige Temperaturverteilung gewährleistet wird.

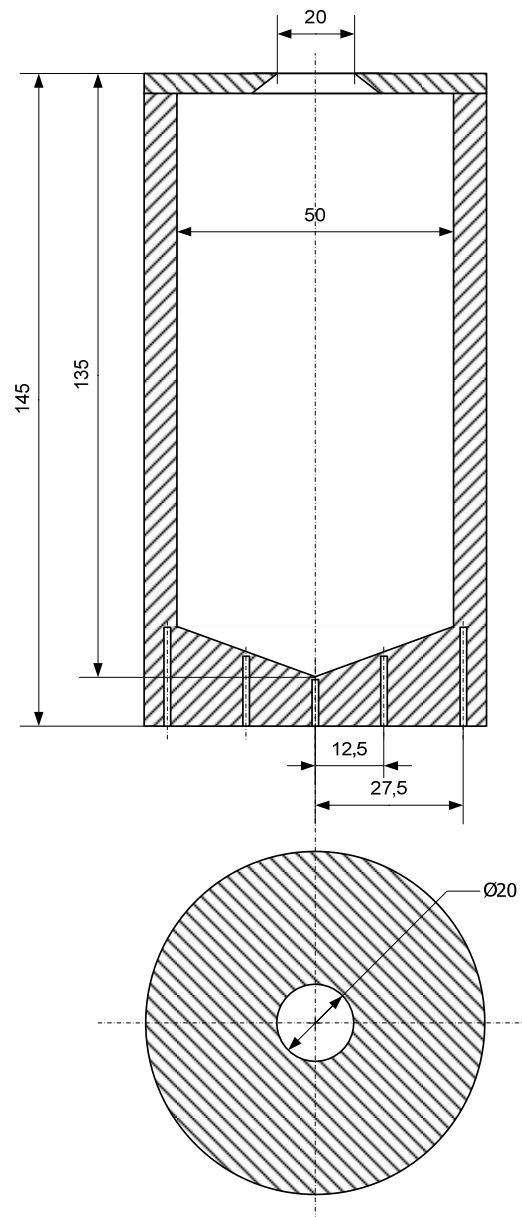


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung des eingesetzten Schwarzkörpers

Die Gleichung (3.5) kann zur Berechnung des effektiven Emissionsgrades von Hohlraum-Schwarzkörpern als Funktion des Durchmessers, der Lochtiefe und der Emissionsgrad des eingesetzten Wandmaterials verwendet werden. Sie ist eine Näherungsformel und gilt für zylindrische Bohrungen. Durch mehrmaliges Erwärmen kann bei dem Material des Schwarzkörpers von einer oxidierten Oberfläche ausgegangen werden, so dass ein mittlerer Emissionsgrad von mindestens $\epsilon = 0,7$ nach Touloukian [50] oder sogar von $\epsilon \geq 0,8$ nach Gubareff [66]

angenommen werden kann. So lässt sich mit den geometrischen Größen ein effektiver Emissionsgrad des Schwarzkörpers berechnen zu:

$$\epsilon_{\text{eff}} > 0,99 \quad (3.6)$$

Das gemessene Strahlungsverhalten des Schwarzkörpers ist im Wellenlängenintervall von 1 bis 15 μm und für den zu untersuchenden Temperaturbereich von ca. 600°C bis ca. 1100°C in Abbildung 3.6 dargestellt. Da die Strahldichte zu höheren Wellenlängen analog dem Planck'schen Gesetz exponentiell abnimmt, beziehen sich die Werte in dem Diagramm ab 6 μm auf die rechte y-Achse. Die der gemessenen Strahlung jeweils entsprechenden Planck'schen Kurvenzüge sind in der Abbildung grau eingezeichnet, und weisen eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Werten im Spektralbereich nach. Lediglich bei 3,5 bis 3,8 μm und bei 4,2 bis 4,3 μm sind hier Abweichungen erkennbar, die auf lokale Nichtlinearitäten des Spektralradiometers zurückzuführen sind (siehe Abschnitt 3.2.1.6).

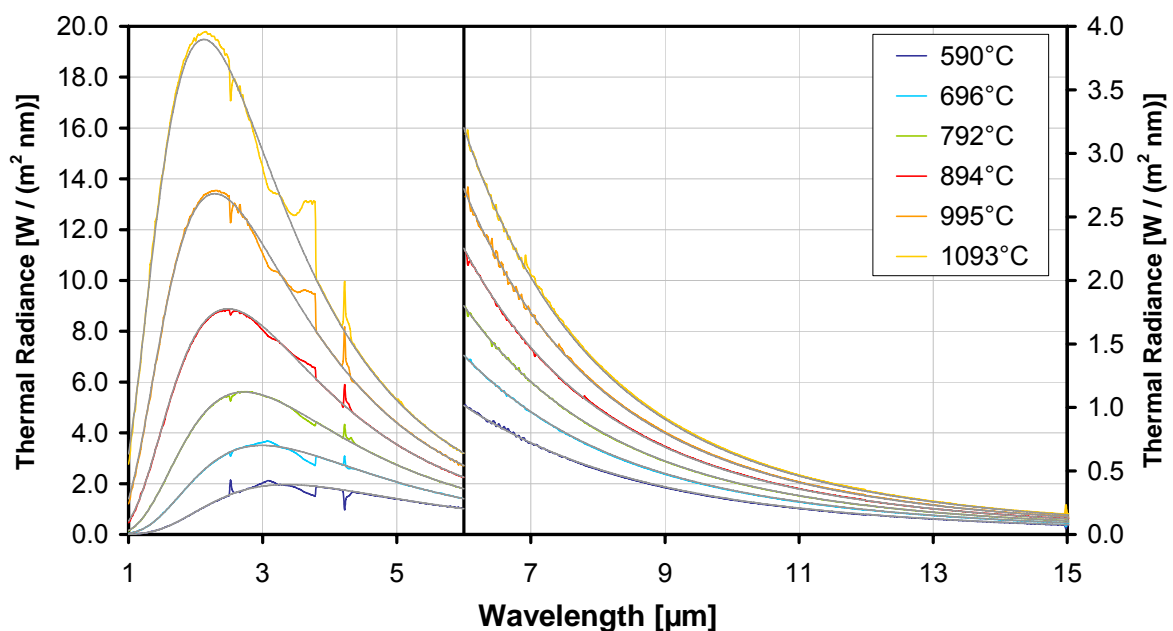


Abbildung 3.6: Gemessene Strahlungsdichte des eingesetzten Schwarzkörpers

3.2.4.4 Planck'sche Temperaturabhängigkeit des Messsystems

Die Planck'sche Temperaturabhängigkeit des Radiometersystems bildet die Grundlage für die Emissionsgradbestimmung nach dem Prinzip des statischen Strahlungsvergleichs bei gleich-temperierter Probe und Schwarzkörper. Darunter wird der temperaturabhängige Zusammen-

hang zwischen dem vom Messobjekt nach dem Planck'schen Gesetz ausgesendeten Strahlungswärmestrom und dem elektrischen Ausgangssignal am Radiometer für eine Wellenlänge λ_i verstanden.

Zur Prüfung dieser Abhängigkeit werden Strahlungsmessungen am Schwarzkörper bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt, innerhalb derer die Emissionsgraduntersuchungen erfolgen. Die Schwarzkörperstrahlung wird vom Radiometer über den interessierenden Wellenlängenbereich bei festgelegter spektraler Schrittweite gemessen. Die auf den Detektor treffende Strahlung des Schwarzkörpers erzeugt ein elektrisches Signal, welches durch den Lock-In Verstärker verarbeitet und schließlich als Systemantwort S verfügbar ist. Die Stärke der Systemantwort ergibt sich dabei aus der vom Messobjekt ausgesendeten und vom Detektor gemessenen Strahlungsintensität.

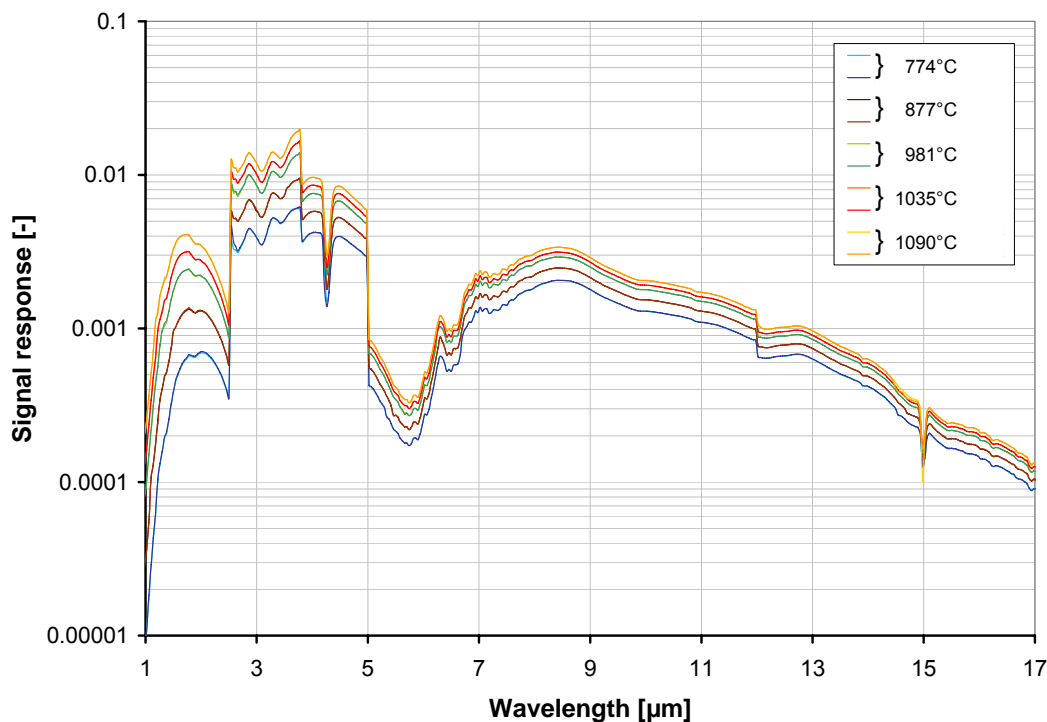


Abbildung 3.7: Systemantworten des Radiometers bei Schwarzkörpermessungen

Das Diagramm in Abbildung 3.7 zeigt beispielhaft fünf gemessene Scans bei verschiedenen Temperaturen des Schwarzkörpers. Mit steigender Temperatur bzw. Intensität der Strahlungsquelle ist einerseits ein Anwachsen der gemessenen Systemantworten über den gesamten Wellenlängenbereich zu erkennen. Andererseits verschiebt sich die Signalstärke zu kürzeren Wellenlängen gemäß dem Planckschen Gesetz.

Zur Erfüllung der Planck'schen Temperaturabhängigkeit muss das elektrische Ausgangssignal in Abbildung 3.7 die temperaturabhängige Intensitätszunahme und -verschiebung im gleichen

Verhältnis widerspiegeln, wie Strahlung vom Schwarzkörper nach dem Planckschen Gesetz ausgesendet wird. Das Verhältnis der Messsignale S_{BB} muss demnach für beliebige Temperaturen T_i und T_j mit dem Verhältnis der Planckschen Strahlung I_{BB} bei den gleichen Temperaturen übereinstimmen:

$$\frac{S_{BB}(\lambda, T_i)}{S_{BB}(\lambda, T_j)} = \frac{I_{BB}(\lambda, T_i)}{I_{BB}(\lambda, T_j)} \quad (3.7)$$

Anhand der in Abbildung 3.7 dargestellten Schwarzkörpersignale wurde die Planck'sche Temperaturabhängigkeit des Messsystems geprüft. Aus den fünf gemessenen Strahlungsverläufen wurden vier Verhältnisse nach (3.7) bestimmt. Als Bezugsgröße wurde die Messung mit der höchsten Temperatur gewählt. Daneben wurden bei denselben Temperaturen die Verhältnisse nach dem Planckschen Gesetz berechnet. Die sowohl aus den theoretischen als auch aus den gemessenen Werten gebildeten Verhältnisse nach (3.7) sind in Abbildung 3.8 dargestellt.

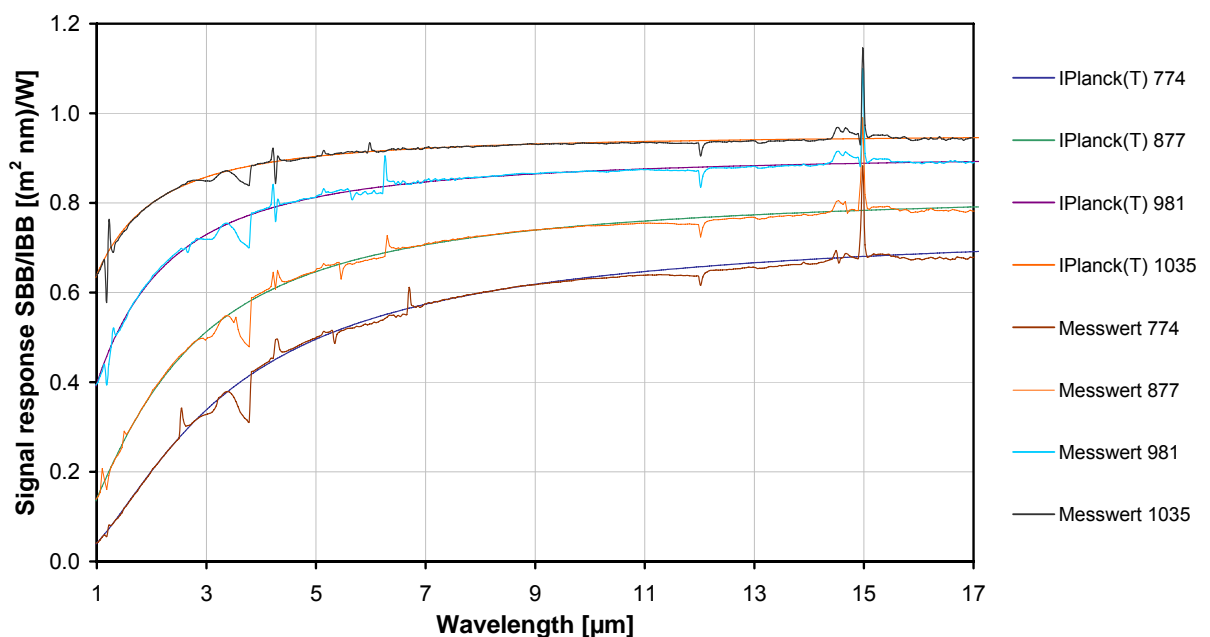


Abbildung 3.8: Gemessene Strahlungsverhältnisse im Vergleich zu denen nach Planck

Das Diagramm in Abbildung 3.8 verdeutlicht, dass das Messsystem in dem betrachteten Spektralbereich bis auf wenige lokale Unregelmäßigkeiten insgesamt die Planck'sche Temperaturabhängigkeit widerspiegelt. Bei den Wellenlängen 1,25, 2,5, 3,8, 4,2, 5,3, 11 und 15 μm liegen Nichtlinearitäten im System vor, die bei einer Emissionsgradbestimmung in diesen Bereichen zu einem größeren Fehler führen. Bei den hier durchgeführten Untersuchungen wurden daher in den Messauswertungen die nichtlinearen Bereiche ausgeblendet und die Emissionsgrade durch Interpolation bestimmt.

3.2.4.5 Kalibrierung und Messauswertung

Bei der Kalibrierung wird das Radiometersystem mit einer bekannten Strahlungsquelle bestrahlt und die Systemantwort in Relation zur bekannten spektralen Strahlungsintensität der Quelle selbst gesetzt. Als Strahlungsquelle wird der im Abschnitt 3.2.4.3 beschriebene Schwarzkörper eingesetzt, der Strahlung gemäß dem Planckschen Gesetz aussendet. Die eigentliche Kalibrierung erfolgt schließlich über die Zuordnung der theoretischen Strahlungsintensitäten I_{BB} nach dem Planckschen Gesetz mit den gemessenen Schwarzkörpersignalen S_{BB} bei Messtemperatur:

$$I_{BB}(\lambda, T) \sim S_{BB}(\lambda, T) \quad (3.8)$$

Unter Voraussetzung der Planck'schen Temperaturabhängigkeit (vgl. Abschnitt 3.2.4.4) ist das Verhältnis von berechneter spektraler Strahlung I_{BB} und gemessener spektraler Systemantwort S_{BB} für alle Temperaturen gleich und es gilt:

$$\frac{I_{BB}(\lambda, T)}{S_{BB}(\lambda, T)} = \text{konst.}(\lambda) \quad (3.9)$$

Für alle Messobjekte i muss dann ebenfalls gelten:

$$\frac{I_i(\lambda, T)}{S_i(\lambda, T)} = \frac{I_{BB}(\lambda, T)}{S_{BB}(\lambda, T)} = \text{konst.}(\lambda) \quad (3.10)$$

und mit $\varepsilon_i(\lambda, T) = \frac{I_i(\lambda, T)}{I_{BB}(\lambda, T)}$ folgt:

$$\varepsilon_i(\lambda, T) \cdot \frac{I_{BB}(\lambda, T)}{S_i(\lambda, T)} = \frac{I_{BB}(\lambda, T)}{S_{BB}(\lambda, T)} \quad (3.11)$$

Der zu bestimmende Emissionsgrad in Abhängigkeit der Messwerte kann schließlich durch Umstellen der Gleichung (3.11) berechnet werden zu:

$$\varepsilon_i(\lambda, T) = \frac{S_i(\lambda, T)}{S_{BB}(\lambda, T)} \quad (3.12)$$

Für die Ermittlung des Emissionsgrades von realen Oberflächen nach Gleichung (3.12) muss allerdings für jede Probertemperatur eine entsprechende Kalibrierung bei gleicher Temperatur durchgeführt werden. Ist das Verhältnis aus Messobjektstrahlung und Systemantwort aber temperaturunabhängig, d.h. besteht zwischen den temperaturabhängigen Signalen eine Abhängigkeit entsprechend dem Planckschen Gesetz, muss nur ein Kalibriermaßstab KAL, der

in der Literatur auch oft als System- oder Gerätekonstante bezeichnet wird, wie folgt definiert werden:

$$KAL = \frac{I_{BB}(\lambda, T_1)}{S_{BB}(\lambda, T_1)} = \frac{I_{BB}(\lambda, T_2)}{S_{BB}(\lambda, T_2)} = \frac{I_{BB}(\lambda, T_n)}{S_{BB}(\lambda, T_n)} = \text{konst.}(\lambda) \quad (3.13)$$

Für den Wellenbereich von 1 bis 17 μm sind in Abbildung 3.9 die wellenlängenabhängigen KAL-Funktionen aus Messungen am beschriebenen Schwarzkörper für 5 Temperaturen von 763°C bis 1090°C logarithmisch angegeben. Aus den gemessenen Daten werden eine gemittelte KAL-Funktion und die zugehörige relative Abweichung gebildet, deren Verläufe ebenfalls in Abbildung 3.9 dargestellt sind. In dem Diagramm sind die KAL-Funktionen der linken y-Achse und die relative Abweichung der rechten y-Achse zugeordnet.

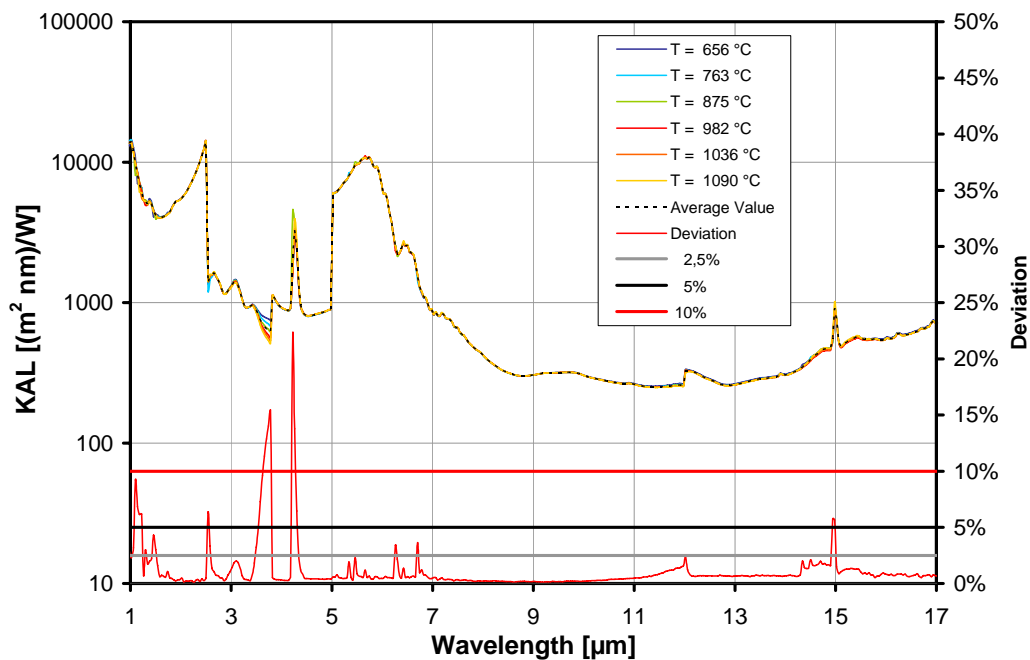


Abbildung 3.9: Spektrale KAL-Funktionen und deren relative Abweichung

Das Diagramm in Abbildung 3.9 zeigt, dass zur Emissionsgradbestimmung die ermittelte Kalibrierfunktion verwendet werden kann, da sie bis auf wenige Bereiche im gemessenen Wellenlängenspektrum temperaturunabhängig ist. So kann der Emissionsgrad bestimmt werden zu:

$$\varepsilon_i(\lambda, T) = KAL(\lambda) \cdot \frac{S_i(\lambda, T)}{I_{BB}(\lambda, T)} \quad (3.14)$$

3.2.4.6 Genauigkeit der Temperatursensoren

Der Einfluss aufgrund der Genauigkeit der eingesetzten Temperatursensoren (Thermoelemente) auf die Messungen wurde schon im Vorläuferprojekt AiF-FV 12597 untersucht und war nicht Untersuchungsgegenstand des durchgeführten Projektes.

3.2.4.7 Transmissionseigenschaften der Messstrecke

Die zu messenden Strahlungssignale legen aufgrund des Messaufbaus eine Strecke, ausgehend vom Messobjekt bis zur einkoppelnden Spiegeloptik des Spektrometers, von ca. 750 mm zurück. Durch den Abstand vom Spiegel bis zum Eintrittsspalt und durch die Mehrfachreflexionen innerhalb des Spektrometers resultiert insgesamt eine Gesamtmessstrecke von ca. 2150 mm. Unbeeinflusste Strahlungsausbreitung findet nur im Vakuum statt. Bei den hier im Versuchsaufbau vorherrschenden atmosphärischen Bedingungen wird die Strahlungsausbreitung durch die Absorptions- und Streueigenschaften der Luft beeinträchtigt. Als weiterer Einflussparameter kommt die Strahlungsemission der Übertragungsstrecke selbst hinzu, die sich mit der Objektstrahlung überlagert und vom Spektrometer mit gemessen wird.

Die Strahlungseigenschaften der Luft sind charakterisiert durch den Transmissionsgrad. Der Transmissionsgrad wird durch die Luftbestandteile bestimmt, im wesentlichen die Gase N_2 , O_2 , CO_2 , CH_4 , N_2O und CO . Ferner sind in der Atmosphäre auch Wasserstoff (H_2) und Ozon (O_3) in veränderlichen Konzentrationen sowie in der Luft schwebende Flüssigkeits- und Staubteilchen, Aerosole, vorhanden. Die Absorption und Streuung an diesen Bestandteilen bestimmen den Transmissionsgrad der Luft, der wiederum abhängig von der Lufttemperatur und dem Luftdruck ist.

Die Gase mit den höchsten Konzentrationen in der Luft N_2 und O_2 sind symmetrisch. Sie besitzen kein permanentes Dipolmoment und verfügen daher über eine schwach ausgeprägte Absorption. Dagegen sind die dreiatomigen Gase CO_2 und H_2O , die in geringen Konzentrationen in der Atmosphäre vorkommen, die wichtigsten Absorber in dem spektralen Messbereich des Spektrometers. Das Beer'sche Gesetz beschreibt für monochromatische Strahlung den Transmissionsgrad τ_λ bei der Strahlungsausbreitung über eine homogene Wegstrecke x :

$$\tau_\lambda(x) = \exp(-\gamma_\lambda \cdot x) \quad (3.15)$$

mit γ_λ = Extinktionskoeffizient des Mediums. Der Extinktionskoeffizient ist die Summe aus Absorptionskoeffizient $k_{a,\lambda}$ und Streukoeffizient σ_λ :

$$\gamma_\lambda = k_{a,\lambda} + \sigma_\lambda \quad (3.16)$$

Wird das Beer'sche Gesetz auf alle Bestandteile der Atmosphäre angewendet, so lässt sich aus den jeweiligen einzelnen Transmissionsgraden der Transmissionsgrad der Atmosphäre bestimmen zu [77, 62]:

$$\tau_{\lambda, \text{Atm}} = \tau_{\lambda, \text{H}_2\text{O}} \cdot \tau_{\lambda, \text{CO}_2} \dots \quad (3.17)$$

In Abbildung 3.10 ist der Transmissionsgrad von Luft exemplarisch für eine Wegstrecke von 3 m nach Tank [77] dargestellt. In den Banden niedriger Transmissionsgrade der Spezies CO_2 und H_2O erfolgt eine Abschwächung der Strahlungssignale. Aufgrund dieser Transmissions-eigenschaften wird vom Radiometersystem eine um $\tau_{\lambda, \text{Atm}}$ reduzierte Strahlung des Messobjektes detektiert und es gilt:

$$S_{\text{Radiometer}}(\lambda, T) = \tau_{\lambda, \text{Atm}} \cdot S_{\text{Messobjekt}}(\lambda, T) \quad (3.18)$$

Zur Reduzierung dieses Einflusses der Messstrecke wird die für das Messprinzip notwendige Referenzmessung nahezu zeitgleich mit der Strahlungsmessung der Probe durchgeführt, so dass von annähernd konstanten atmosphärischen Bedingungen ausgegangen werden kann. Bei exakt konstanten atmosphärischen Bedingungen während der Messung der Probenstrahlung und der Schwarzkörperstrahlung eliminiert sich der Transmissionsgrad aufgrund der Quotientenbildung zur Bestimmung des Emissionsgrades (siehe Gleichung (3.12)).

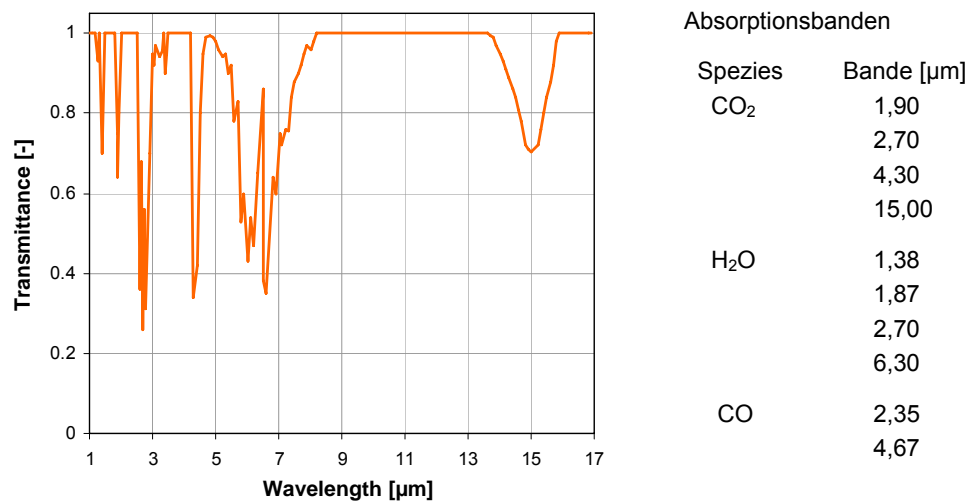


Abbildung 3.10: Spektraler Transmissionsgrad der Atmosphäre für 3 m Weglänge [77]

3.2.4.8 Umfeldeinfluss

Der Zugang zum Messobjekt durch die Öffnung in der Isolierplatte hat einen Durchmesser von ca. 20 mm. Für die Emissionsgradmessungen wird das Spektrometer mit einem Laser optisch so ausgerichtet, dass der Eintrittsspalt des Spektrometers mittig auf das Messobjekt abgebildet wird und der resultierende Messfleck nur die Probe umfasst. Trotz dieser lasergestützten Spektrometerausrichtung und Konzentrierung des Messfleckes auf einen kleinen Bereich in der Probenmitte hat die Probenabdeckung bzw. der Nahbereich der Isolierplatte um die Messöffnung Einfluss auf das detektierbare Strahlungssignal. Die Probenstrahlung wird sowohl von der Eigenstrahlung der Isolierscheibe als auch von der Reflexion der Proben- und der Umgebungsstrahlung an der Isolierscheibe überlagert und diese bilden zusammen das detektierte Strahlungssignal. Allerdings ist die Strahlung der Isolierung sowie der Umgebung deutlich kleiner als die Probenstrahlung, da die Probentemperatur sehr groß im Vergleich zur Umgebung und Isolierung ist. Der Einflussbereich und der Strahlungsanteil kann durch die Ermittlung des sogenannten Umfeldfaktors, der auch als Size-of-Source Effekt (SSE) [60] bezeichnet wird, bestimmt werden. Der SSE ist eine Verhältnissgröße und soll den messbaren Einfluss des Umfeldes bezogen auf das Messobjekt zeigen. Für die Bestimmung des SSE wird der gesamte Messbereich (Probe und Isolierplatte) mit einer Blende abgedeckt und die Strahlung bei verschiedenen Blendendurchmessern gemessen. Zur Bestimmung des Einflusses der Probenabdeckung werden Blendenöffnungen ab 20 mm untersucht. Als Bezugsgröße dient das Strahlungssignal ohne Blendenabdeckung, so dass für den SSE gilt:

$$SSE\left(\frac{d_{\text{Blende}}}{d_{\text{Probe}}}\right) = \frac{S(\text{mit} \cdot \text{Blendenabdeckung})}{S(\text{ohne} \cdot \text{Blendenabdeckung})} \quad (3.19)$$

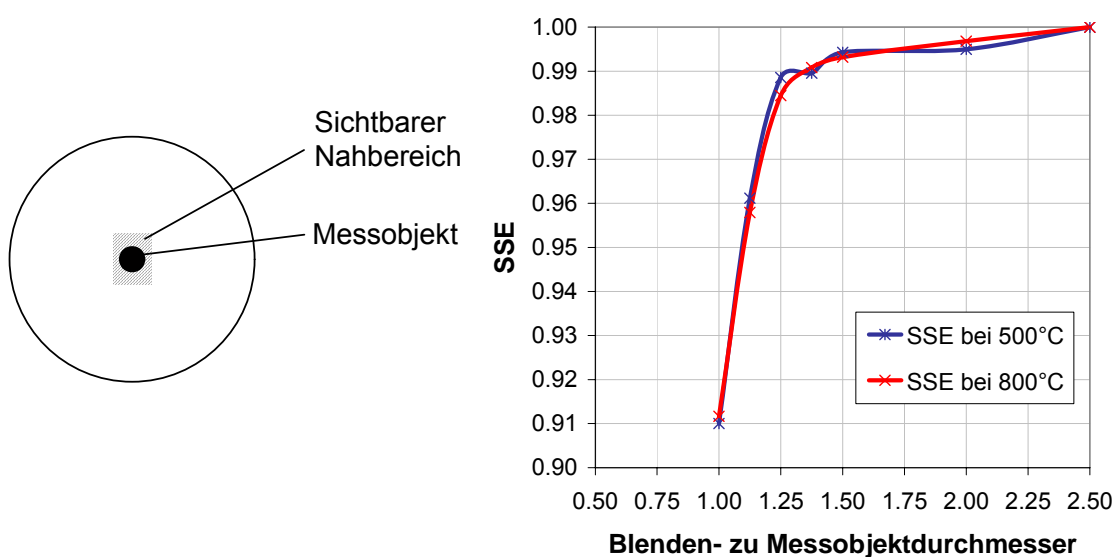


Abbildung 3.11: Size-off-Source Effekt (SSE) bei Messobjektdurchmesser von 20 mm

In Abbildung 3.11 ist der SSE für Temperaturen von 500°C und 800°C bei verschiedenen Durchmesserhältnissen aufgetragen und zeigt, dass der Einfluss der Probenabdeckung auf einen Durchmesser von 50 mm um die Messöffnung ($\varnothing 20$ mm) beschränkt ist und einem Anteil von 9% am detektierten Strahlungssignal entspricht. Bei einem Blendendurchmesser von 22,5 mm und dem Messobjektdurchmesser von 20 mm kann der Strahlungsanteil aus dem Nahbereich der Messöffnung zu ca. 5% bestimmt werden.

Bei den Messungen wird davon ausgegangen, dass diese zusätzliche Strahlungsintensität durch das Umfeld sowohl bei der Proben- als auch bei der Schwarzkörpermessung im gleichen Verhältnis auftritt, da Temperaturen der umgebenen Isolierung und damit die Umfeldstrahlung identisch sind. Unter dieser Voraussetzung eliminiert sich der Anteil der Fremdstrahlung bei der Verhältnisbildung zur Bestimmung des Emissionsgrades.

3.2.4.9 Strahlungsaustauschberechnung

Zur Untersuchung des Einflusses von Fremdstrahlung auf die Emissionsgradmessung wird eine Strahlungsaustauschberechnung unter Berücksichtigung der vorliegenden Geometrien des Messaufbaus durchgeführt. Die Berechnung ermöglicht eine Zuordnung der Strahlungsanteile, die letztendlich bei der Emissionsgradbestimmung gemessen werden. In Abbildung 3.12 sind die Strahlungsverhältnisse zwischen Spektrometer, Probenoberfläche und Keramik-Isolation dargestellt.

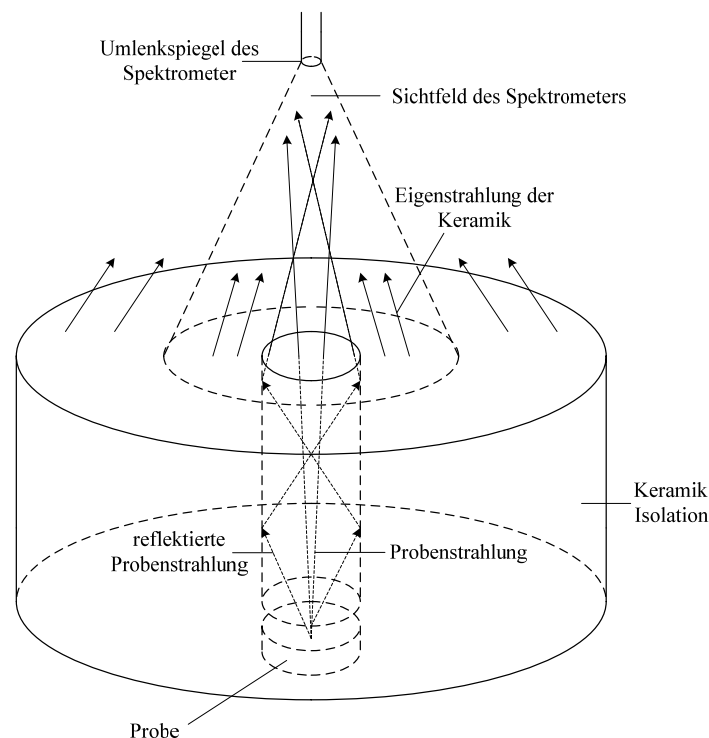


Abbildung 3.12: Strahlungsaustauschverhältnisse

Neben der Probenstrahlung, die sowohl direkt als auch über Reflexionen auf den Umlenkspiegel gelangt und vom Spektrometer erfasst wird, wird in die Berechnung die Eigenstrahlung der Isolationsscheibe sowie die des optischen Zugangs einbezogen. Daneben fließen die reflektierten Strahlungsanteile an der Probe sowie an dem optischen Zugang ein. Der zylindrische optische Zugang in der Isolationsscheibe steht in zweifacher Weise im Strahlungsaustausch mit der Probenoberfläche. Nicht nur die Eigenstrahlung der Zylinderfläche trifft auf die Probenoberfläche und wird von dort in Richtung Spektrometer reflektiert, sondern auch der Teil der Probenstrahlung, der von der zylindrischen Fläche auf die Probe zurückreflektiert wird.

Die Strahlung S_{Ges} , die vom Spektrometer detektiert wird, resultiert demnach aus den Strahlungssignalen der Probenoberfläche, der Isolationsoberfläche sowie der Zylinderfläche des optischen Zugangs in der Isolation.

$$S_{\text{Ges}} = \Phi_{\text{Pr.}} + \Phi_{\text{Iso.}} + \Phi_{\text{Zyl.}} \quad (3.20)$$

Die bei der Strahlungsmessung von der Probenoberfläche ausgehende Strahlung $\Phi_{\text{Pr.}}$ besteht dabei aus folgenden Strahlungsanteilen:

- der Eigenstrahlung $\Phi_{\text{Pr.,Eigen}}$
- der von der Probe emittierten und durch Reflexion an der Zylinderfläche wieder von der Probenoberfläche reflektierten Strahlung $\Phi_{\text{refl.,refl.Zyl.}}$
- der von der Zylinderfläche auf die Probenoberfläche ausgestrahlten und dort in direkter Richtung zum Spektrometer reflektierten Strahlung $\Phi_{\text{refl.,Zyl.}}$

Somit ergibt ein Strahlungsfluss von der Probeoberfläche in Richtung des Spektrometers von

$$\Phi_{\text{Pr.}} = \Phi_{\text{Pr.,Eigen}} + \Phi_{\text{refl.,refl.Zyl.}} + \Phi_{\text{refl.,Zyl.}} \quad (3.21)$$

Die Oberfläche der Isolation weist aufgrund ihrer Anordnung keine Strahlungswechselwirkung mit der Probenoberfläche auf. Daher erreicht das Spektrometer lediglich die Eigenstrahlung der Isolationsscheibe.

$$\Phi_{\text{Iso.}} = \Phi_{\text{Iso.,Eigen}} \quad (3.22)$$

Die von der Zylinderfläche des Messzugangs ausgesendete Strahlung $\Phi_{\text{Zyl.}}$ setzt sich zusammen aus:

- der Eigenstrahlung der Zylinderfläche $\Phi_{Zyl.,Eigen}$
- und der von der Zylinderfläche reflektierten Probenstrahlung $\Phi_{refl.,Pr.}$

Daraus ergibt sich die Strahlung der Zylinderfläche zu

$$\Phi_{Zyl.} = \Phi_{Zyl.,Eigen} + \Phi_{refl.,Pr.} \quad (3.23)$$

In der Berechnung verfügen die betrachteten Oberflächen an jeder Stelle über einen Transmissionskoeffizienten von $\tau = 0$. Darüber hinaus bleiben mögliche Temperaturunterschiede innerhalb einer Oberfläche unberücksichtigt, so dass für jede Oberfläche jeweils eine mittlere und konstante Oberflächentemperatur gültig ist. Die Berücksichtigung der Richtungsabhängigkeit der Strahlung erfolgt bei der Berechnung des Strahlungsaustausches durch die Verwendung von Sichtfaktoren. Der in der Literatur auch als Formfaktor, Einstrahlzahl oder Winkelverhältnis bezeichnete Sichtfaktor gibt die Lage und daraus resultierende Orientierung zweier Flächen an. Durch diesen Faktor wird festgelegt, welches Ausmaß einer Fläche von einer anderen Fläche aus „gesehen“ wird [62], so dass der Strahlungsanteil einer Fläche, der auf eine Zweite trifft, bestimmt werden kann.

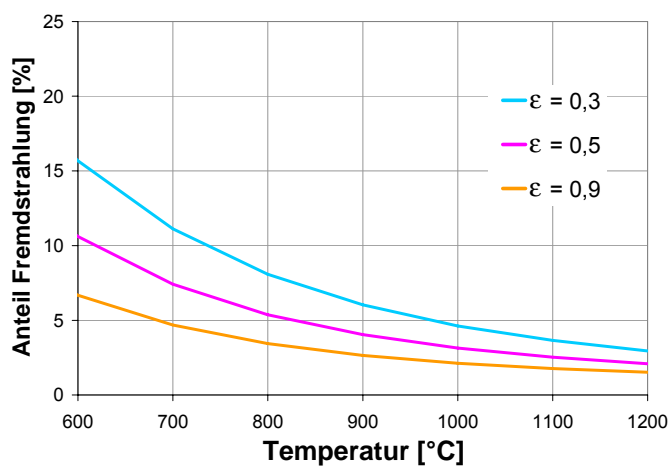
Für gängige geometrische Anordnungen liegen die Sichtfaktoren bei Baehr [62], Siegel [78] und Leuenberger [79] bereits tabelliert vor. Bei der Berechnung, die ausführlich im Anhang 3.2.6.1 beschrieben ist, wird auf diese Tabellen zurückgegriffen. Unter Verwendung dieser Sichtfaktoren ergeben sich die vom Spektrometer detektierten Strahlungssignale der Probenoberfläche, der Isolationsfläche und der Zylinderfläche zu

$$\Phi_{Pr.} = \sigma \varphi_{Pr. \rightarrow Sp.} \left(\epsilon_{Pr.} T_{Pr.}^4 A_{Pr.} + (1 - \epsilon_{Pr.}) \left(\begin{array}{l} \epsilon_{Zyl.} T_{Zyl.}^4 A_{Zyl.} \varphi_{Zyl. \rightarrow Pr.} + \\ (1 - \epsilon_{Zyl.}) \epsilon_{Pr.} T_{Pr.}^4 A_{Pr.} \varphi_{Pr. \rightarrow Zyl.} \varphi_{Zyl. \rightarrow Pr.} \end{array} \right) \right) \quad (3.24)$$

$$\Phi_{Iso.} = \sigma \varphi_{Iso. \rightarrow Sp.} \left(\epsilon_{Iso.} T_{Iso.}^4 A_{Iso.} \right) \quad (3.25)$$

$$\Phi_{Zyl.} = \sigma \varphi_{Zyl. \rightarrow Sp.} \left(\epsilon_{Zyl.} T_{Zyl.}^4 A_{Zyl.} + (1 - \epsilon_{Zyl.}) \epsilon_{Pr.} T_{Pr.}^4 A_{Pr.} \varphi_{Pr. \rightarrow Zyl.} \right) \quad (3.26)$$

In Abbildung 3.13 sind die ermittelten Sichtfaktoren unter Berücksichtigung der vorliegenden Geometrien aufgeführt. Basierend auf der Strahlungsaustauschberechnung sind für verschiedene Emissionsgrade des Messobjektes in dem Temperaturbereich von 600 bis 1200°C der vom Spektrometer gemessene Anteil der Fremdstrahlung am Gesamtsignal dargestellt. Für Emissionsgrade größer 0,5, was für die hier untersuchten Proben immer der Fall ist, liegt der Anteil am Messsignal, der aus Fremdstrahlung resultiert, unterhalb 10% und nimmt mit zunehmender Temperatur ab. Für einen Fremdstrahlungsanteil von 10% bei der Probenmessung und für einen Anteil von 3% bei der Schwarzkörpermessung resultiert ein Fehler bei der Emissionsgradbestimmung von 6,8%.



Sichtfaktoren $\varphi_{i \rightarrow j}$	
Probe → Spiegel	0.00185
Zylinder → Probe	0.09629
Probe → Zylinder	0.96291
Isolation → Spiegel	0.00273
Zylinder → Spiegel	0.00332

Abbildung 3.13: Anteil der Fremdstrahlung am Messsignal

3.2.4.10 Prüfung der Messgenauigkeit

Zur Prüfung der Strahlungsmessungen wurden Vergleichsmessungen im Rahmen einer Kooperation am National Institute of Standards and Technologie (NIST) in den USA an einer am LEAT präparierten Hämatitprobe aus einem mineralischen Hämatitstein durchgeführt. Am NIST können spektrale Emissionsgrade von ebenfalls scheibenförmigen Proben (ca. Ø12 – 16 mm) in einem Wellenlängenbereich von 2 bis 20 µm und Temperaturen zwischen 300 bis 1100°C untersucht werden. Eine Besonderheit liegt in der direkten, optischen Messung der Probenoberflächentemperatur. Dafür werden die Probe sowie ein kalibrierter Referenzkörper in einer Ulbrichtkugel mit einer Strahlungsquelle bestrahlt und die jeweiligen Reflexionen gemessen. Über den Vergleich der Reflexionen und unter Verwendung des Kirchhoff'schen Gesetzes lässt sich für eine Wellenlänge der Emissionsgrad der Probe bestimmen. Danach wird die Ulbrichtkugel entfernt und die direkt emittierte, spektrale Strahlung der Probe gemessen. Durch den bekannten Emissionsgrad bei einer Wellenlänge und mit der Messung der emittierten Strahlung bei der gleichen Wellenlänge kann die Probenoberflächentemperatur ermittelt und schließlich der Emissionsgrad durch die Schwarzkörpermessung bei dieser Temperatur bestimmt werden. Der Vorteil dieser mit sehr großem apparativem Aufwand verbundenen Methode liegt in der direkten Temperaturbestimmung der interessierenden Messfläche [80, 81].

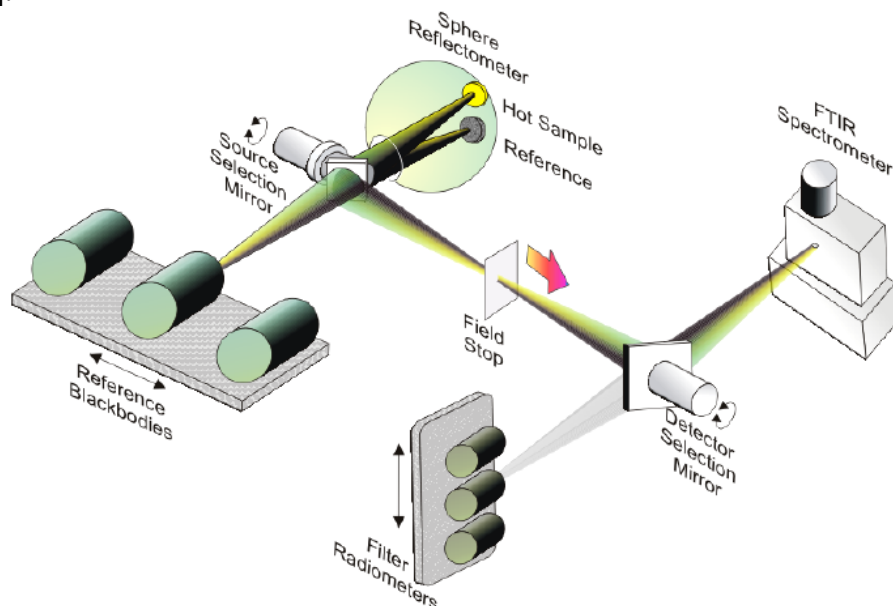


Abbildung 3.14: Schematischer Aufbau des Strahlungsversuchstandes am NIST [80]

Die Messdaten aus den Untersuchungen an der Hämatitprobe vom NIST des spektralen Emissionsgrades im Bereich von 2 – 20 µm für drei Temperaturen sind in dem Diagramm der Abbildung 3.15 aufgeführt. Die in der Abbildung dargestellte Photographie der untersuchten Probe zeigt deutlich die Inhomogenität der Messoberfläche.

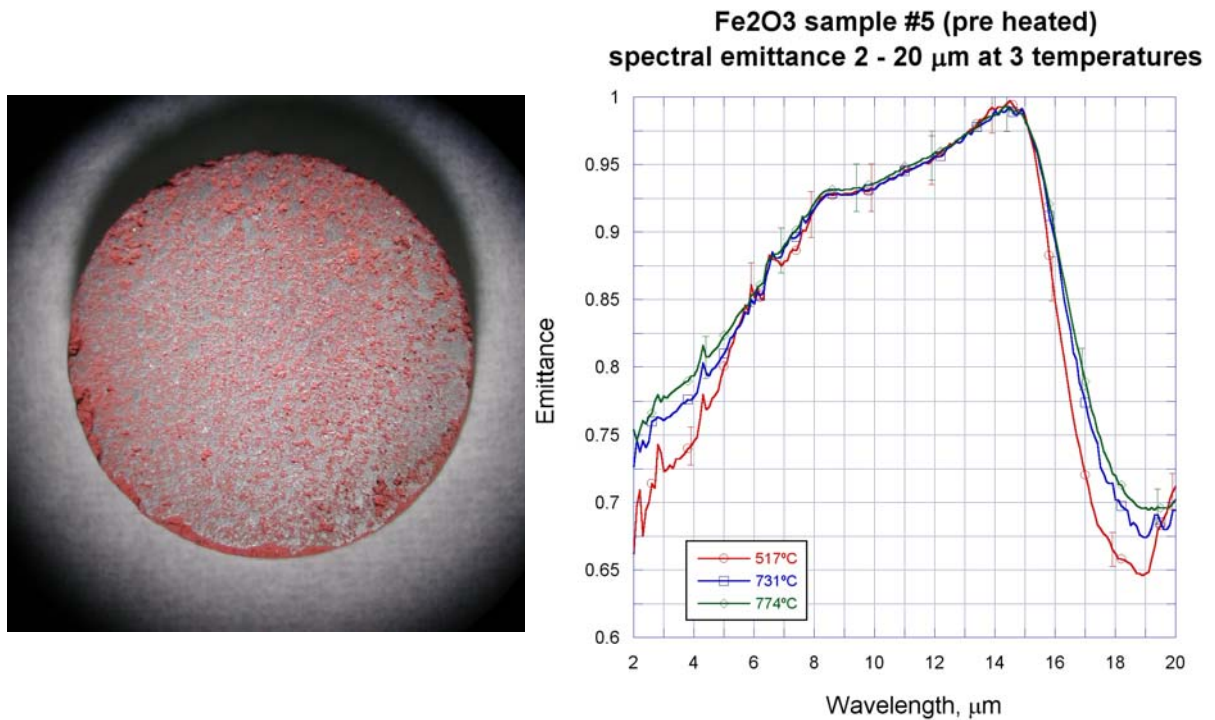


Abbildung 3.15: Emissionsgrade der am NIST untersuchten Hämatitprobe (Fe₂O₃)

In Abbildung 3.16 ist der Vergleich der NIST-Messungen mit den am LEAT ermittelten Emissionsgradverläufen neben Messdaten aus der Literatur nach Touloukian dargestellt.

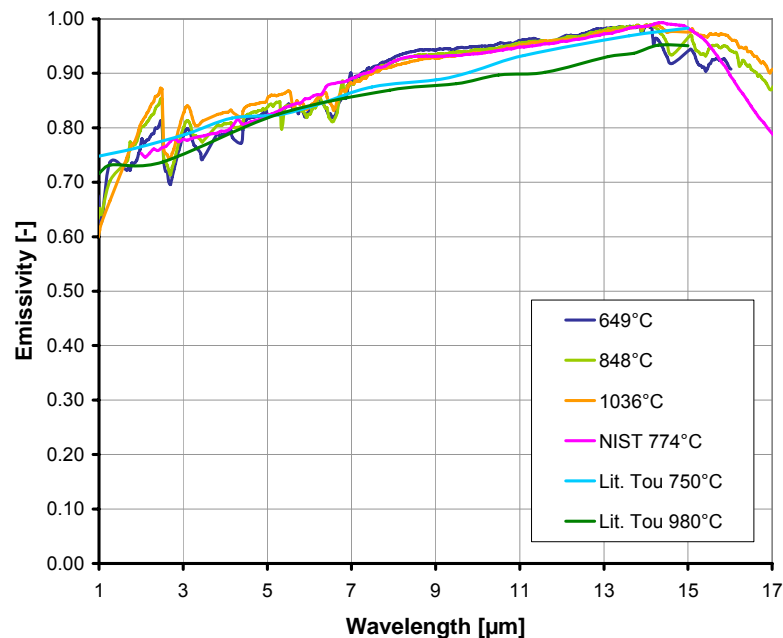


Abbildung 3.16: Spektrale Emissionsgradverläufe von Hämatit (Fe₂O₃) im Vergleich

Die spektralen Emissionsgradverläufe von Hämatit aus Abbildung 3.15 und Abbildung 3.16 weisen in dem untersuchten Spektralbereich ein hohes Emissionsgradniveau bei Werten oberhalb 0,7 auf. Die Emissionsgrade steigen von kurzen zu langen Wellenlängen an und erreichen ein Maximum mit Werten nahe 1 bei ca. 14 μm . Oberhalb 14 μm fällt der Emissionsgrad deutlich ab. Die Messergebnisse des NIST (Abbildung 3.15) sowie die des LEAT (Abbildung 3.16) zeigen in dem Bereich von ca. 7 μm bis ca. 14 μm keine Temperaturabhängigkeit. Nur in Bereichen sehr kurzer sowie sehr langer Wellenlängen ist eine geringe Temperaturabhängigkeit erkennbar. Insgesamt weisen die verschiedenen Messdaten sowohl für das betrachtete Wellenlängenintervall als auch für die untersuchten Temperaturniveaus eine im Rahmen der Messgenauigkeit sehr gute Übereinstimmung auf. Die Messergebnisse des NIST bestätigen die Genauigkeit der Strahlungsmessungen am LEAT.

Neben den zuvor beschriebenen Validierungsmessungen wurden die Transmissionspektren von kalibrierten MgO- und Al₂O₃-Gläsern der Firma Korth Kristalle GmbH mit dem Radiometer des LEAT gemessen, um eine Wellenlängenkalibrierung durchzuführen. Diese Glasmaterialien haben einen charakteristischen, spektralen Transmissionsverlauf, der innerhalb des Messbereichs des Radiometers liegt. Die Transmission der jeweiligen Gläser nimmt innerhalb eines schmalen Wellenlängenbandes vom Maximalwert bis auf $\tau_{\lambda, \text{Fenster}} = 0$ ab. Das Al₂O₃-Glas transmittiert Strahlung ab einer Wellenlänge von 7 μm nicht mehr, während das MgO-Fenster ab 10 μm vollkommen strahlungsundurchlässig wird. Die Transmissionskurven der beiden Gläser, die mit dem Radiometer des LEAT aufgenommen wurden, sind in Abbildung 3.17 dargestellt und zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit den Kalibrierkurven der Herstellerfirma.

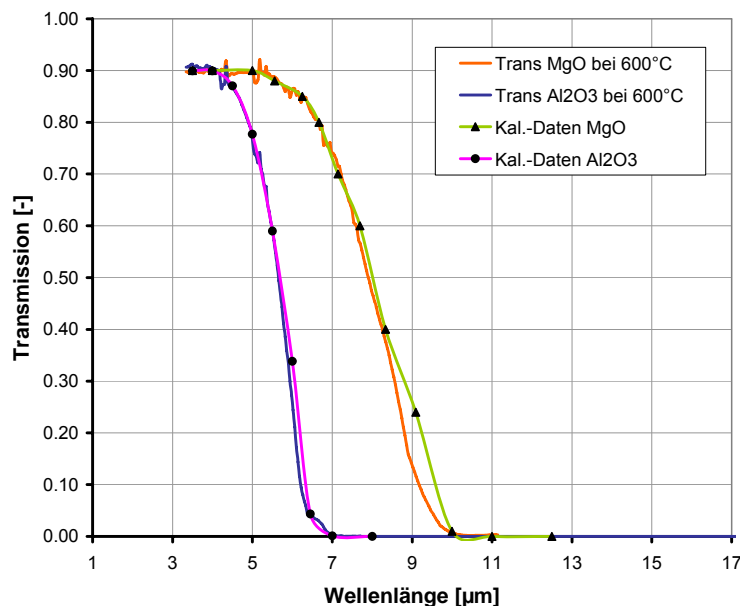


Abbildung 3.17: Gemessenen Transmissionskurven im Vergleich zu den Kalibrierdaten nach Korth Kristalle GmbH [82]

3.2.4.11 Emissionsgrade der Mineralphasen

Im Folgenden werden die Ergebnisse aus den Emissionsgradmessungen der Proben aus Tabelle 3.1 präsentiert. In Abbildung 3.18 sind die temperaturabhängigen, spektralen Emissionsgrade einer aus synthetischem Quarzpulver (Fluka) hergestellten SiO_2 -Probe dargestellt. Der Emissionsgrad steigt von 0,4 auf 0,8 im Bereich von 1 μm bis 7 μm kontinuierlich an und bleibt auf dem Niveau von 0,8 bis 17 μm . Eine Temperaturabhängigkeit ist in dem gemessenen Wellenlängenbereich nicht erkennbar.

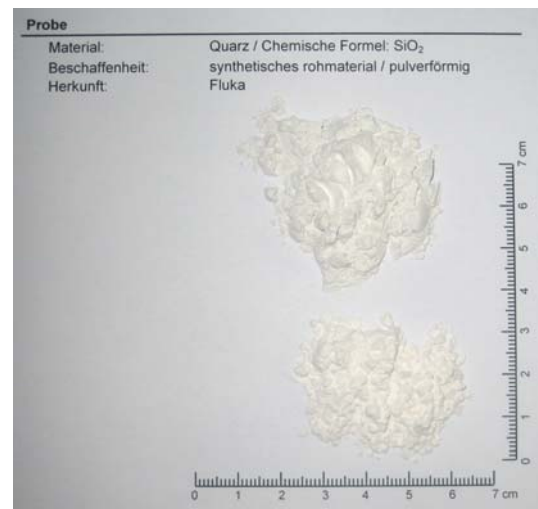
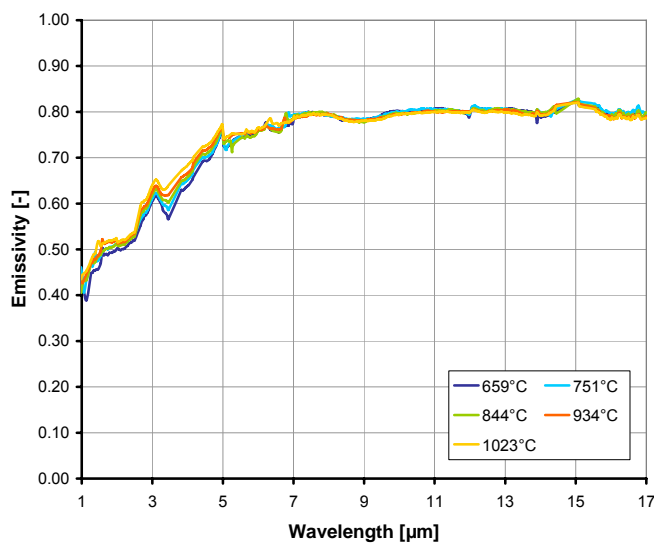


Abbildung 3.18: Emissionsgrade von SiO_2 -Pulver gepresst in den Probenhalter

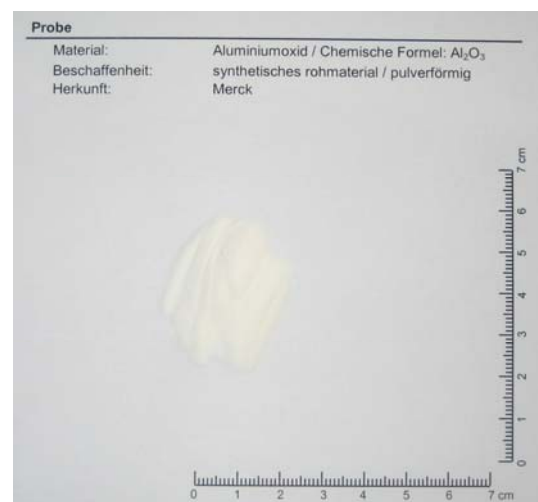
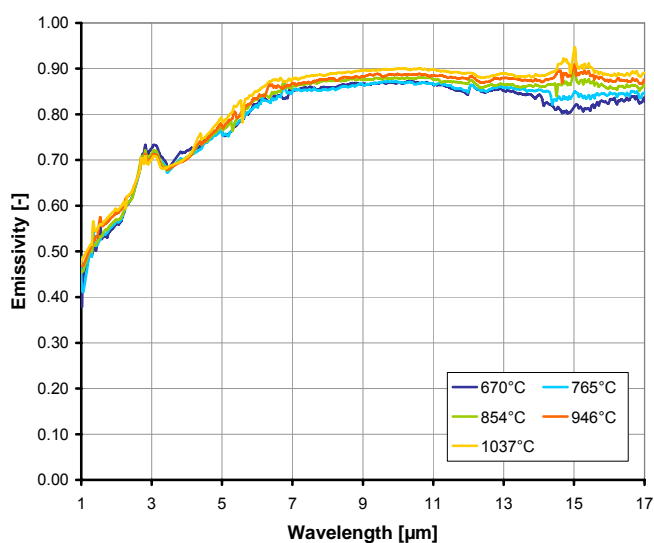


Abbildung 3.19: Emissionsgrade von Al_2O_3 -Pulver gepresst in den Probenhalter

Die Emissionsgradverläufe der pulverförmigen Al_2O_3 -Probe (Merck) in Abbildung 3.19 zeigen ebenfalls eine Zunahme des Emissionsgrades vom kurzwelligen zum langwelligen Bereich. Der Emissionsgradanstieg von ca. 0,5 auf 0,88 erfolgt nahezu linear bis ca. $6,5 \mu\text{m}$. Ab $6,5 \mu\text{m}$ flachen die Emissionsgradverläufe leicht ab und erreichen ihren Maximalwert von 0,9 bei ca. $10 \mu\text{m}$. Bis $17 \mu\text{m}$ bleiben die Emissionsgrade leicht unterhalb 0,9. Eine Temperaturabhängigkeit ist ab $7 \mu\text{m}$ festzustellen. Bei $8 \mu\text{m}$ zum Beispiel erreicht der Emissionsgrad einen Wert von 0,85 bei 670°C und von 0,89 bei 1037°C .

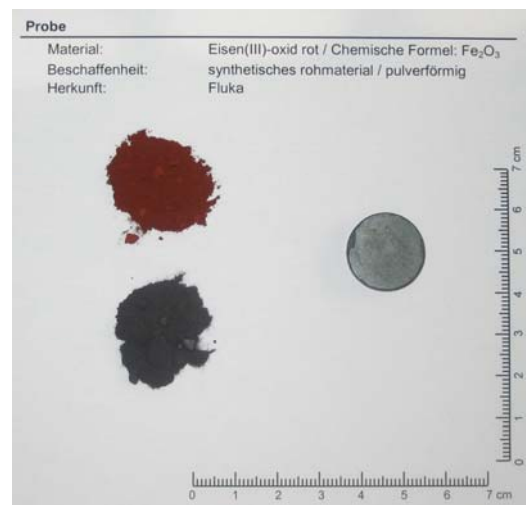
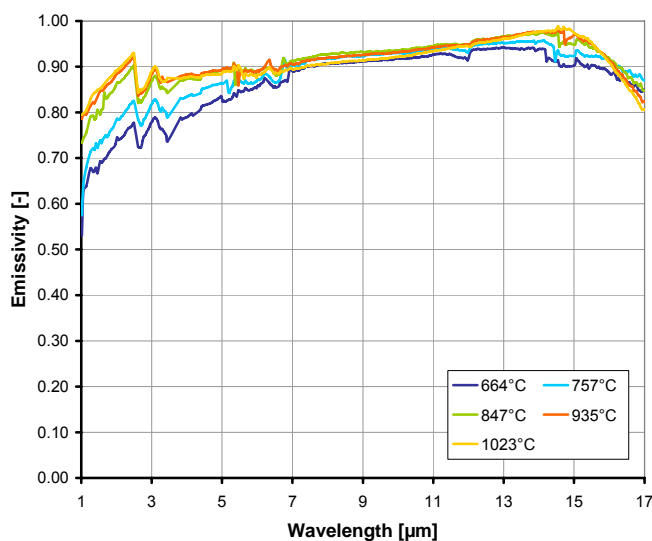


Abbildung 3.20: Emissionsgrade von Fe_2O_3 -Pulver, zum Pellet gepresst

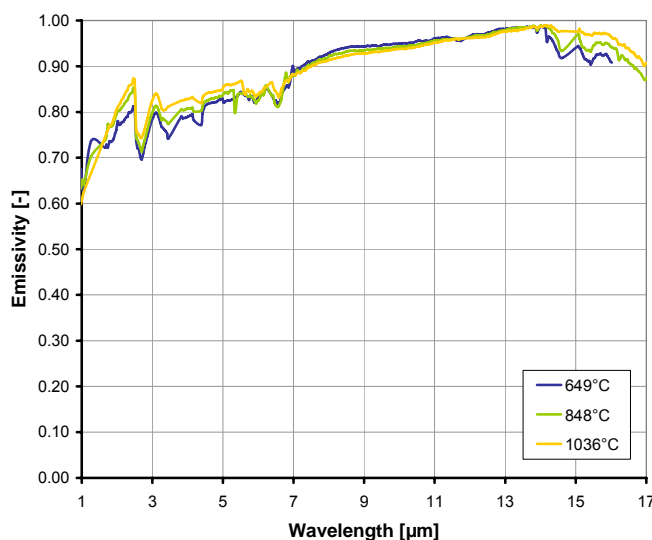


Abbildung 3.21: Emissionsgrade von Hämatit (Fe_2O_3)

In Abbildung 3.20 sind die Verläufe einer synthetischen Fe_2O_3 -Probe angegeben. Im Bereich von $1\ \mu\text{m}$ bis $7\ \mu\text{m}$ ist der Emissionsgrad stark temperaturabhängig. Bei 664°C nimmt der Emissionsgrad von ca. 0,6 auf 0,89 bis $7\ \mu\text{m}$ zu, während er bei 1023°C im gleichen Intervall von 0,8 auf 0,9 ansteigt. Der Vergleich bei einer Wellenlänge von $1,6\ \mu\text{m}$ für 664°C und 1023°C ergibt eine Emissionsgraddifferenz von 0,17, bei fallender Tendenz bis $7\ \mu\text{m}$. Bei ca. $2,5\ \mu\text{m}$ fallen alle Verläufe um 0,03 bis 0,1 je nach Temperatur ab und steigen kurz danach bis $7\ \mu\text{m}$ wieder leicht an. Ab $7\ \mu\text{m}$ verlaufen die Emissionsgrade nahezu parallel bis zu ihren Maxima bei ca. $14,5\ \mu\text{m}$. Hier wird bei 1023°C ein Maximalwert von 0,98 und bei 664°C ein Wert von noch 0,94 erreicht, bevor die Kurven auf Werte unter 0,9 bei $17\ \mu\text{m}$ wieder abfallen.

Die Verläufe in Abbildung 3.21 vom mineralischen Hämatit (Fe_2O_3) verlaufen fast analog zu denen der synthetischen Fe_2O_3 -Probe (vgl. Abbildung 3.20). Sie weisen ebenfalls einen Abfall bei $2,5\ \mu\text{m}$ auf. Sehr charakteristisch und nahezu identisch ist der kontinuierliche Anstieg von $7\ \mu\text{m}$ bis zu den Maxima bei ca. $14,5\ \mu\text{m}$, dabei wird ein maximaler Emissionsgrad von 0,99 bei 1036°C und von 0,98 bei 649°C erreicht. Beim Hämatit ist die Temperaturabhängigkeit jedoch nicht so ausgeprägt. Dies wird besonders im kurzwelligen Bereich deutlich. Bei der Wellenlänge von $1,6\ \mu\text{m}$ ergibt eine Differenz von 0,02 zwischen den Temperaturen 649°C und 1036°C .

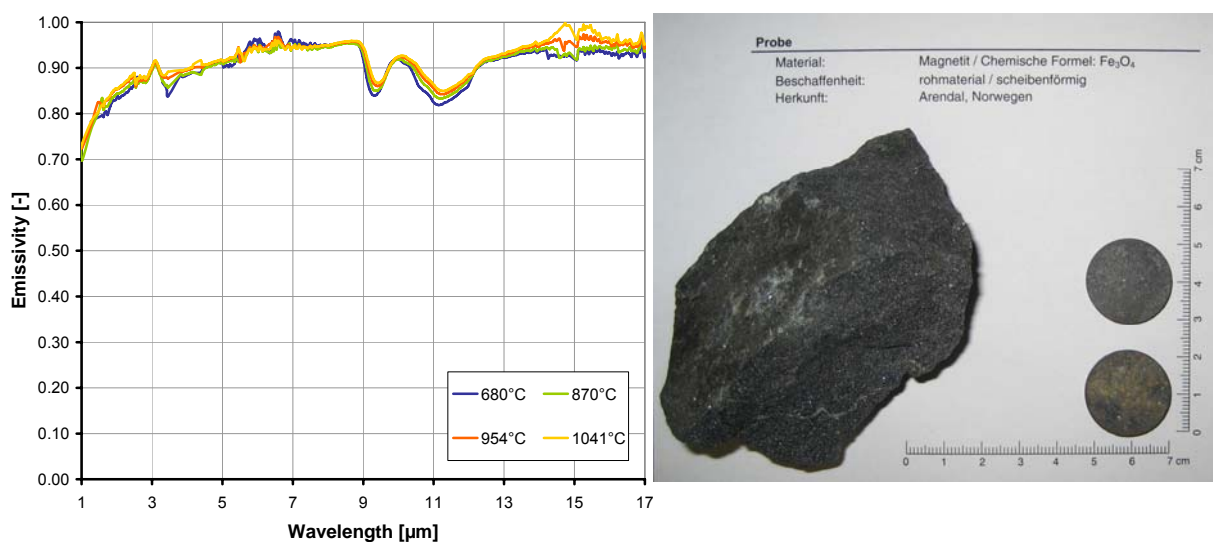


Abbildung 3.22: Emissionsgrade von Magnetit (Fe_3O_4)

Als weiteres eisenhaltiges Mineral wurde Magnetit (Fe_3O_4) untersucht, dessen spektrale Emissionsgrade in Abbildung 3.22 gezeigt werden. Die Emissionsgradverläufe steigen bis $3\ \mu\text{m}$ von 0,7 auf fast 0,9 an. Von 3 bis $9\ \mu\text{m}$ folgt ein flacherer Anstieg, bei dem die Emissionsgrade Werte um 0,95 bei ca. $9\ \mu\text{m}$ erreichen. Bis $9\ \mu\text{m}$ ist eine Temperaturabhängigkeit nicht

vorhanden. Ab 9 μm zeigen die Emissionsgradkurven einen wellenförmigen Verlauf beginnend mit einem deutlichen Abfall bis 9,4 μm von 0,95 auf 0,84 bei 680°C und von 0,95 auf 0,87 bei 1041°C. Danach steigen die Emissionsgrade bis auf 0,93 bei 10,2 μm an, bevor sie wieder temperaturabhängig abfallen und jeweils ihre lokalen Minima bei ca. 11,2 μm mit 0,82 für 680°C und mit 0,85 für 1041°C erreichen. Bis 17 μm nehmen die Emissionsgrade erneut zu und haben Maxima bei 15 μm , wobei der Emissionsgrad für 1041°C an den Wert 1 heranreicht.

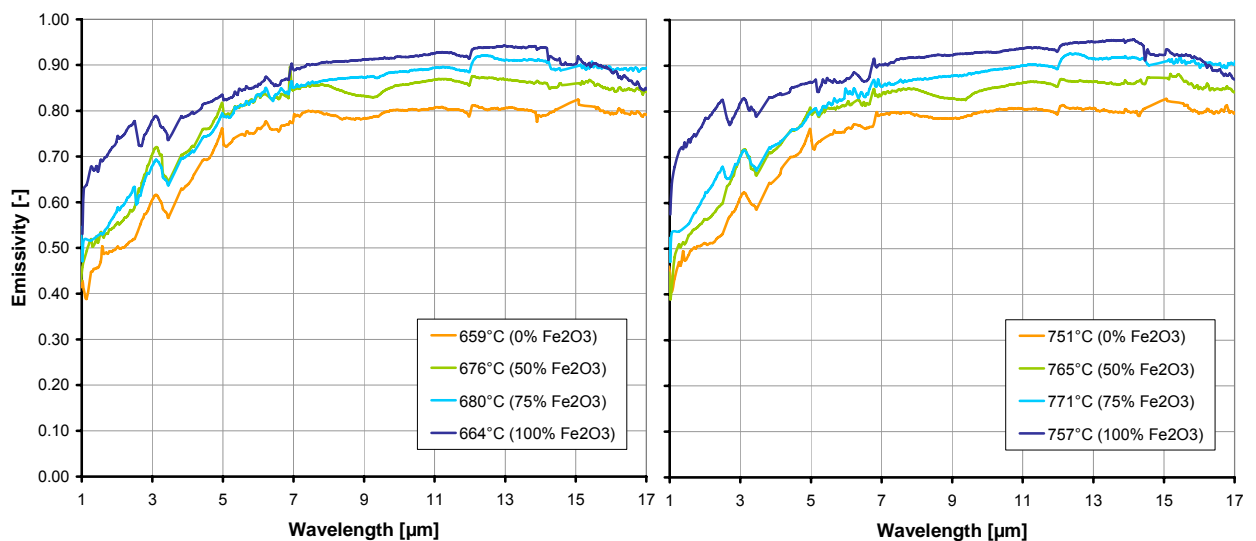


Abbildung 3.23: Emissionsgrade von gemischten Fe₂O₃-SiO₂-Proben

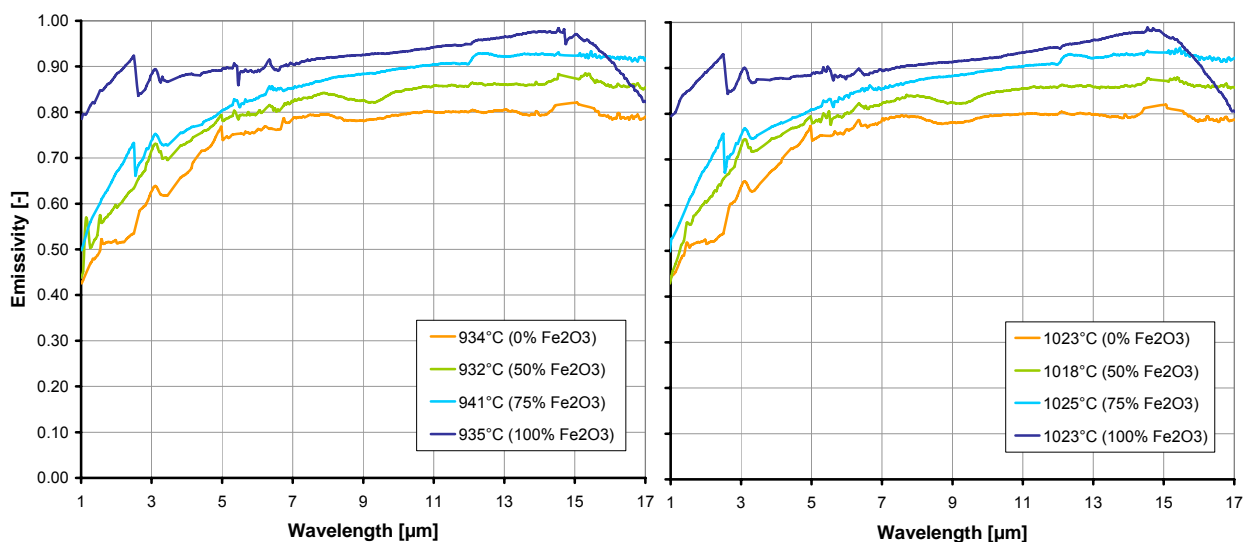


Abbildung 3.24: Emissionsgrade von gemischten Fe₂O₃-SiO₂-Proben

Der Eisengehalt von Aschen in Form von FeO , Fe_2O_3 oder Fe_3O_4 ist nach den Ergebnissen aus [29, 54] im Wesentlichen für hohe Emissionsgrade verantwortlich. Dies wurde im Rahmen dieses Projektes mit synthetisch hergestellten Proben gezielt untersucht. So wurden Proben nur aus den pulverförmigen Reinphasen Fe_2O_3 und SiO_2 mit Mischungsverhältnissen von 0/100-, 50/50-, 75/25- und 100/0 Gew.-% erzeugt und die spektralen Emissionsgrade für Temperaturen zwischen 600°C und 1000°C bestimmt. Die entsprechenden Emissionsgrad-Diagramme sind für 4 Temperaturniveaus in Abbildung 3.23 und Abbildung 3.24 dargestellt.

Bei den untersuchten Temperaturen nehmen die Emissionsgrade mit größerem Eisengehalt der Probe im Spektralbereich von 1 bis $17\ \mu\text{m}$ zu. Auf dem Temperaturniveau von 1000°C und bei $11\ \mu\text{m}$ zum Beispiel erreicht die 0/100-Gew.-% Fe_2O_3 - SiO_2 -Probe im Vergleich den niedrigsten Emissionsgrad von 0,8, während die 50/50-Gew.-%-Probe einen Wert von 0,86, die 75/25-Gew.-%-Probe 0,9 und die 100/0-Gew.-%-Probe den Wert 0,94 annimmt.

Die mineralische Anhydrit-Probe, deren Verläufe in Abbildung 3.25 dargestellt sind, weist einen steilen Anstieg der Emissionsgrade im kurzwelligen Bereich zwischen 1 und $4,5\ \mu\text{m}$ von 0,46 auf 0,9 bei 689°C und von 0,59 auf 0,91 bei 1045°C auf. Im weiteren Verlauf bis $8,2\ \mu\text{m}$ nähern sie sich einem Wert von 0,95 für alle hier betrachteten Temperaturen an. Zwischen $8,2$ und $9\ \mu\text{m}$ erfolgt ein starker Abfall. Bei 689°C sinkt der Emissionsgrad um 0,3 auf 0,65 bei $8,8\ \mu\text{m}$ und bei 1045°C um 0,19 auf 0,76 bei $8,9\ \mu\text{m}$. Nach dem Erreichen der Minima steigen die Verläufe zunächst steiler, dann deutlich abgeflacht wieder an und erreichen bei ca. $12\ \mu\text{m}$ Emissionsgrade von 0,92 bis 0,94. Dieses Niveau wird bis ca. $16\ \mu\text{m}$ gehalten, bevor sie erneut abfallen. Zwischen $14,5$ und $15\ \mu\text{m}$ tritt in allen Kurven ein Peak auf, der nahezu den Wert 1 erreicht.

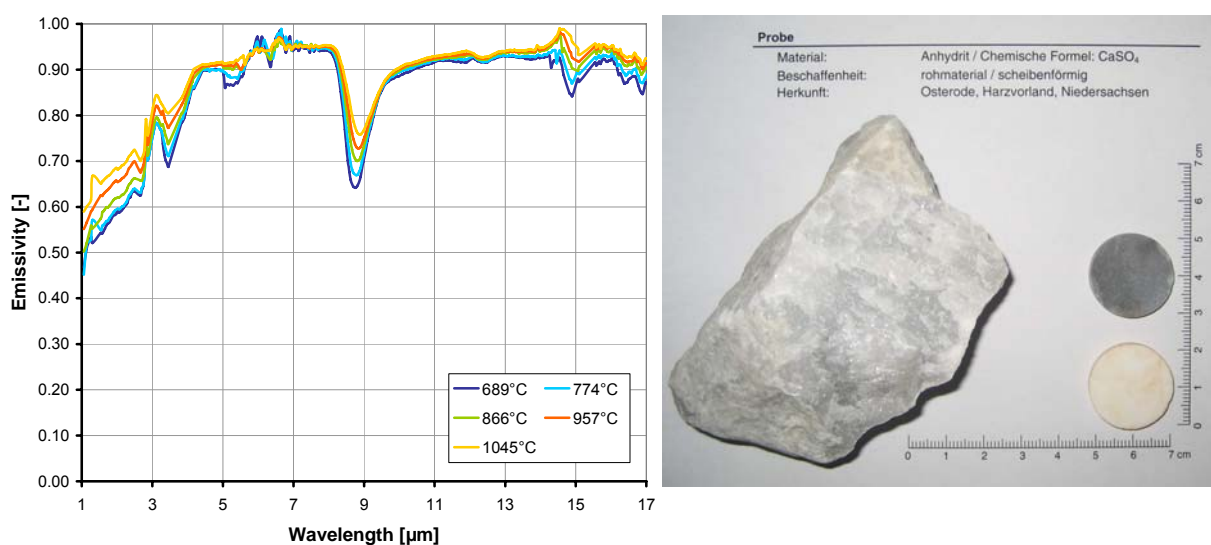


Abbildung 3.25: Emissionsgrade von Anhydrit (CaSO_4)

Natriumsulfat (Na_2SO_4), auch bekannt als Glaubersalz, verfügt im Vergleich zu den anderen Proben aus Tabelle 3.1 mit 884°C bis 888°C je nach Datenblatt [57, 58] über eine relativ niedrige Schmelztemperatur. Nach dem Aufschmelzen zeigte sich die hier untersuchte Probe aus synthetischem Natriumsulfatpulver vollkommen transparent (siehe Tiegel in Abbildung 3.26), so dass Emissionsgrade bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes nicht ermittelt werden konnten. Daher sind in Abbildung 3.26 nur Emissionsgrade bis 870°C dargestellt.

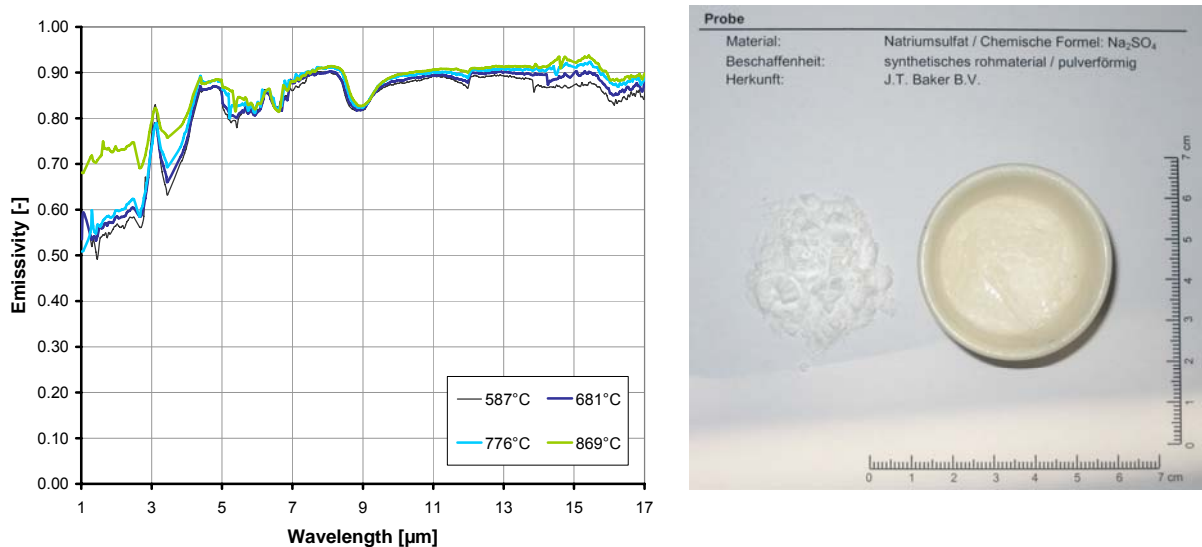


Abbildung 3.26: Emissionsgrade von Na_2SO_4 -Pulver (Glaubersalz)

Die Emissionsgradverläufe für Natriumsulfat (Abbildung 3.26) zeigen im Bereich zwischen 1 und $4,5\ \mu\text{m}$ und zwischen 8 und $17\ \mu\text{m}$ Parallelen zu den Anhydrit-Verläufen aus Abbildung 3.25. Allerdings liegen die ausgeprägten Minima zwischen 8 und $9\ \mu\text{m}$ mit 0,82 im Vergleich zu 0,65 bei der Anhydrit-Probe insgesamt auf einem höheren Emissionsgradniveau. Nach einem Anstieg von 1 bis $4,5\ \mu\text{m}$, beginnend bei Emissionsgraden um 0,5, werden für die Temperaturen von 587°C , 681°C und 776°C Werte um 0,86 erreicht. Dem folgen leichte Schwankungen bei Werten zwischen 0,81 und 0,88 im Bereich von 5 und $7\ \mu\text{m}$. Bis $8\ \mu\text{m}$ steigen die Emissionsgrade auf Werte um 0,9, bevor sich Minima bei $8,8\ \mu\text{m}$ ausprägen. Ab ca. $10\ \mu\text{m}$ verlaufen die Emissionsgrade nahezu waagrecht um 0,9 und zeigen bei $15\ \mu\text{m}$ einen leichten Peak bis zu 0,92 bevor die Werte abfallen.

Der Emissionsgradverlauf bei einer Proben­temperatur von 869°C weist im Bereich zwischen 1 und $3\ \mu\text{m}$ deutlich höhere Werte auf, als bei den übrigen Temperaturen. Die Differenz liegt bei maximal 0,13 und kann einerseits auf die beginnende Aufschmelzung zurückgeführt werden, die für eine Veränderung in der Probenstruktur verantwortlich ist und damit den Emissionsgrad beeinflusst. Andererseits kann dieser Emissionsgradsprung aber auch aus der sich einstellenden, spektralen Transparenz der Probe im schmelzflüssigen Zustand herrühren, wo-

durch die Hintergrundstrahlung des Probenhalters der Probenstrahlung überlagert wird und so zu einem höheren Strahlungssignal am Detektor führt.

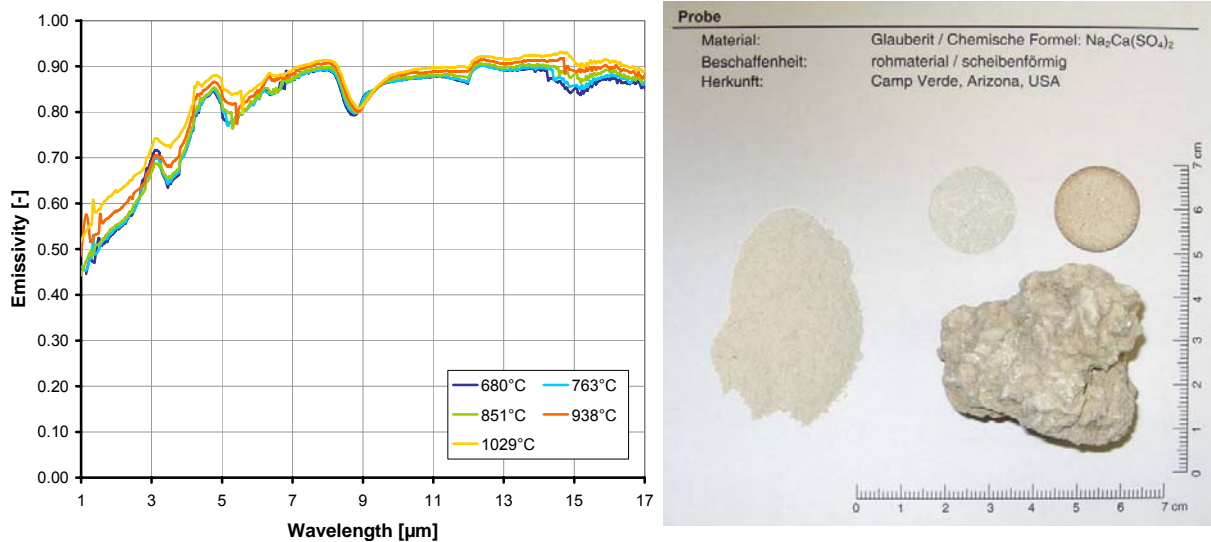


Abbildung 3.27: Emissionsgrade von pulverförmigen Glaubertit ($\text{Na}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2$)

Aufgrund des sehr porösen Materials konnte aus dem Glaubertit Mineral ($\text{Na}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2$) keine Festkörperprobe hergestellt werden. Das Mineral musste für die Untersuchungen in Pulverform überführt werden (siehe Abschnitt 3.2.4.1). Die dazugehörigen spektralen Emissionsgradverläufe sind für Temperaturen zwischen 680°C und 1029°C in Abbildung 3.27 aufgetragen. Die Emissionsgrade nehmen zwischen 1 und $5\ \mu\text{m}$ nahezu kontinuierlich von 0,5 auf 0,85 bei 680°C und von 0,56 auf 0,88 bei 1029°C zu. Bei $4\ \mu\text{m}$ verlaufen die Kurven mit 0,67 bei 680°C und mit 0,73 bei 1029°C ein kurzes Stück waagrecht. Zwischen 5 und $8\ \mu\text{m}$ erfolgt nach einem kurzen Abfall auf 0,78 bei 680°C und auf 0,85 bei 1029°C eine weitere Zunahme des Emissionsgrades bis auf Werte um 0,9. Hinter $8\ \mu\text{m}$ fallen alle Verläufe um ca. 0,1 ab und es bilden sich lokale Minima bei $8,7\ \mu\text{m}$. Über einen bogenförmigen Verlauf wird nach den Minima die 0,9 Marke bei ca. $12\ \mu\text{m}$ wieder erreicht, dessen Niveau bis $16\ \mu\text{m}$ beibehalten wird. Ab $16\ \mu\text{m}$ fallen die Werte dann wieder leicht.

Die Emissionsgradverläufe des Minerals Gehlenit ($\text{Ca}_2\text{Al}(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_7$) werden in Abbildung 3.28 gezeigt. Nach einem kurzen Anstieg verlaufen die Kurven im Bereich zwischen $1,2$ und $2,8\ \mu\text{m}$ auf konstanten Werten von 0,6 bei 684°C und von 0,69 bei 1026°C . Dem folgt ein bogenartiger Anstieg bis $9\ \mu\text{m}$ auf Werte um 0,9. Ab einer Wellenlänge von $9\ \mu\text{m}$ sinken die Emissionsgrade auf Werte zwischen 0,85 und 0,87 bei $12\ \mu\text{m}$. Dieses Niveau wird bis $17\ \mu\text{m}$ annähernd beibehalten, bei einem Peak um $15\ \mu\text{m}$ auf 0,9. Die Verläufe liegen ab $7\ \mu\text{m}$ bei

den hier betrachteten Temperaturen so dicht beieinander, dass in dem Bereich eine Temporauflösung nicht sinnvoll wäre.

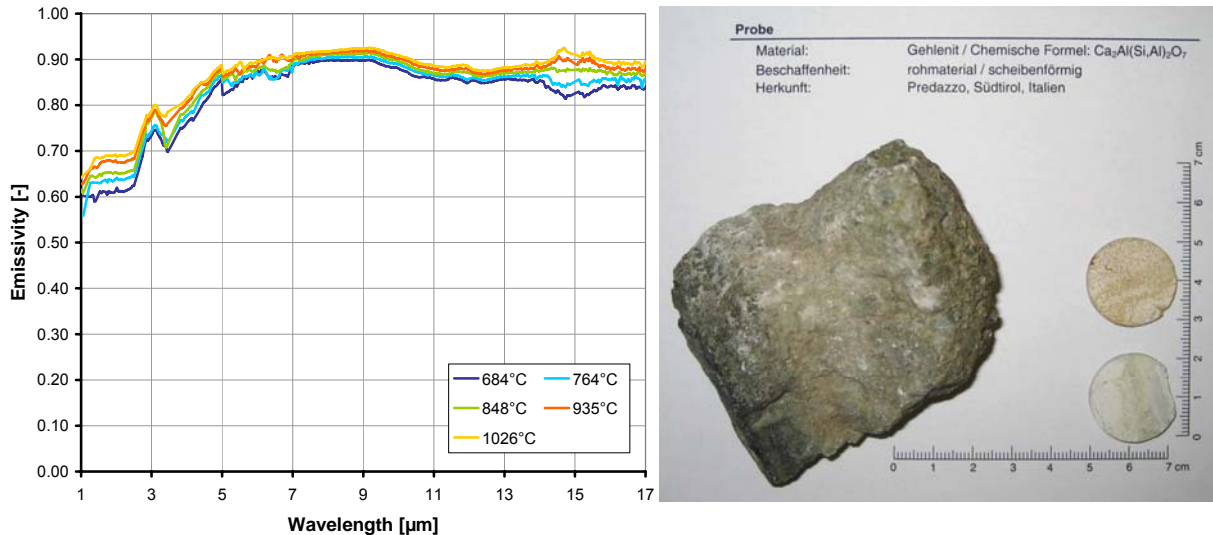


Abbildung 3.28: Emissionsgrade von Gehlenit ($\text{Ca}_2\text{Al}(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_7$)

In Abbildung 3.29 sind die Emissionsgradverläufe einer Monticellit-Probe (CaMgSiO_4) aufgeführt. Aus dem verfügbaren Material des Minerals konnte keine angemessene Festkörperprobe hergestellt werden, so dass analog zur Glauberit-Probe der Stoff für die Untersuchungen in Pulverform überführt wurde. Die Emissionsgrade zeigen einen nahezu temperaturunabhängigen Anstieg von 0,6 auf ca. 0,96 im Wellenlängenbereich von 1 bis 13 µm. Im weiteren Verlauf bis 17 µm verbleiben die Emissionsgrade auf diesem Wert.

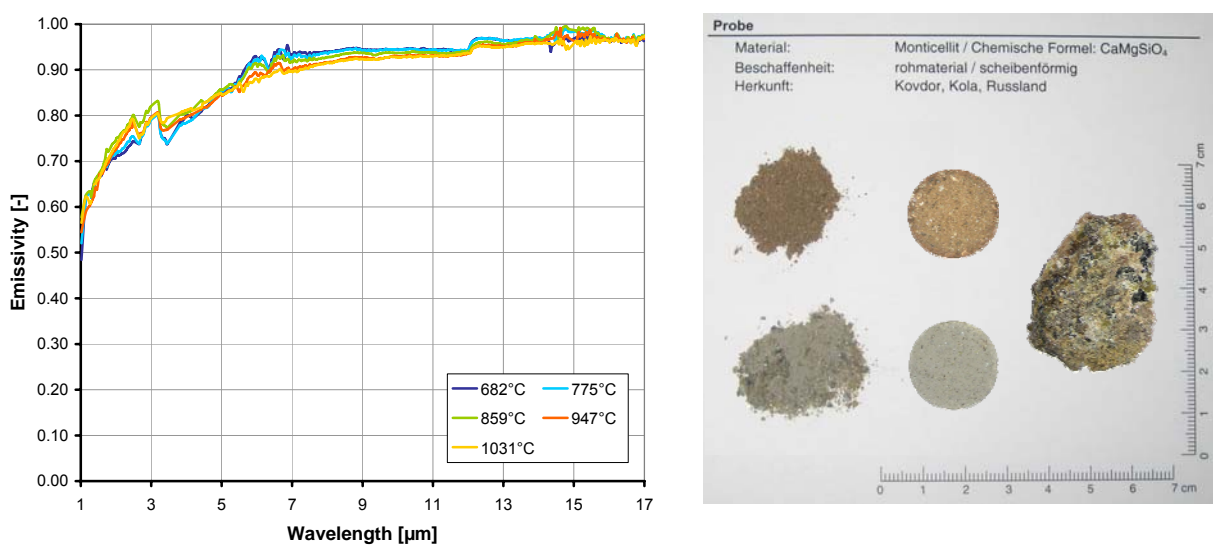


Abbildung 3.29: Emissionsgrade von pulverförmigen Monticellit (CaMgSiO_4)

Die mineralische Probe Wollastonit (CaSiO_3) beginnt bei $1\ \mu\text{m}$ mit Emissionsgraden von 0,65. Diese steigen dann kontinuierlich an und erreichen bei ca. $7,5\ \mu\text{m}$ ihren Scheitelpunkt mit 0,93 (vgl. Abbildung 3.30). Nach $9\ \mu\text{m}$ sinken die Werte stark ab, so dass bei $9,5\ \mu\text{m}$ die Emissionsgrade für 669°C bei 0,82 und für 1025°C bei 0,87 liegen. Auf diesem Niveau folgen die Werte einem leicht welligen Verlauf, bevor sie von $11,5$ bis $17\ \mu\text{m}$ wieder zunehmen und die Emissionsgrade von 0,82 auf 0,91 bei 669°C und von 0,84 auf 0,96 bei 1025°C steigen.

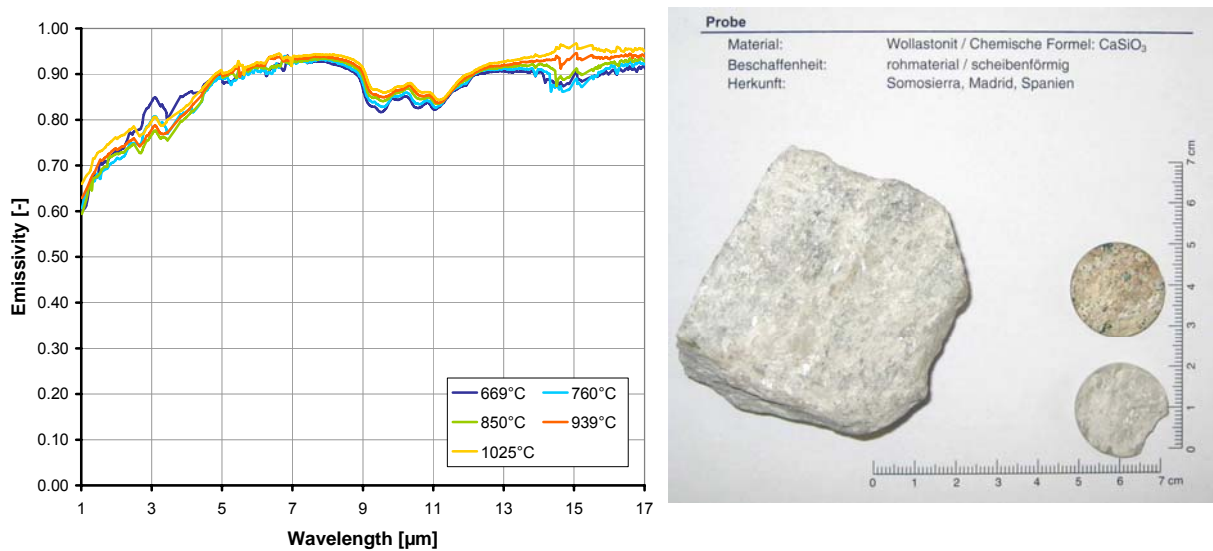


Abbildung 3.30: Emissionsgrade von Wollastonit (CaSiO_3)

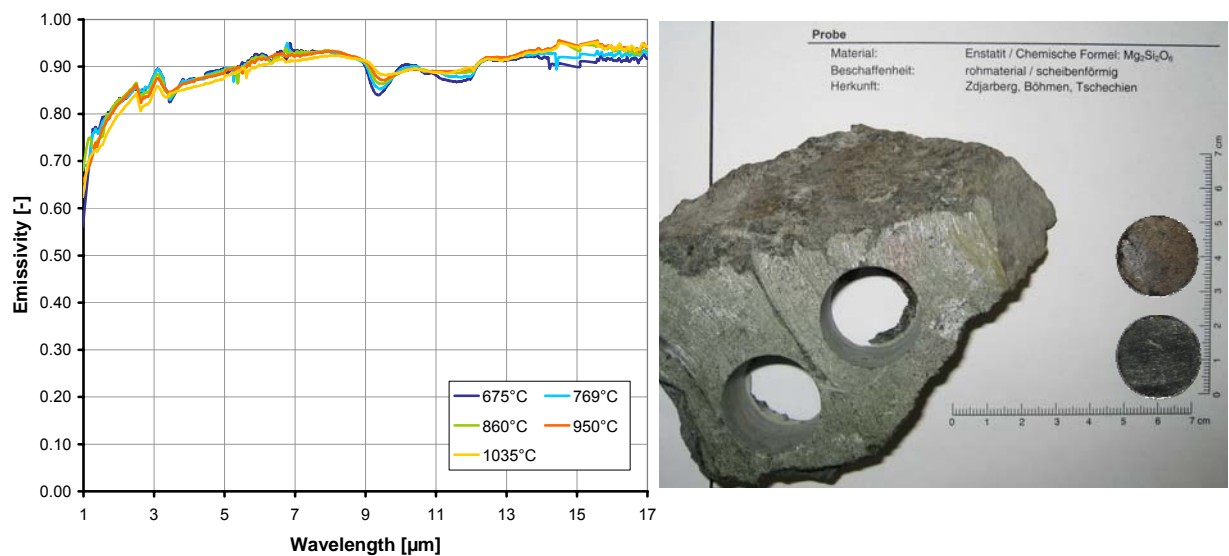


Abbildung 3.31: Emissionsgrade von Enstatit (MgSiO_3)

Die spektralen Emissionsgrade vom Mineral Enstatit (MgSiO_3) sind für Temperaturen zwischen 675°C und 1035°C in Abbildung 3.31 dargestellt. Die Verläufe beginnen mit Emissionsgraden zwischen 0,7 und 0,75 und steigen bis $8\ \mu\text{m}$ auf Werte zwischen 0,92 und 0,94. Bei $9\ \mu\text{m}$ fallen die Kurven temperaturabhängig ab und erreichen bei $9,4\ \mu\text{m}$ Werte von 0,84 für 675°C und von 0,88 für 1035°C . Im Folgenden nehmen die Verläufe insgesamt bis zu Werten von 0,93 bei ca. $15\ \mu\text{m}$ zu, wobei sie bei $12,2\ \mu\text{m}$ von 0,89 auf 0,92 springen. Zwischen 15 und $17\ \mu\text{m}$ verlaufen die Werte konstant auf diesem hohen Niveau.

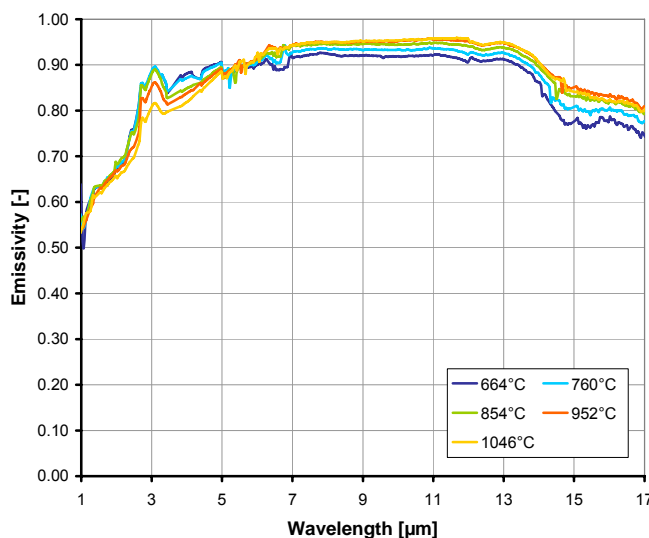


Abbildung 3.32: Emissionsgrade von MgO-Pulver, zum Pellet gepresst

In Abbildung 3.32 sind die Emissionsgradkurven einer Probe aus synthetischem MgO-Pulver aufgeführt. Beginnend bei $1\ \mu\text{m}$ wachsen die Emissionsgrade für alle Temperaturen von 0,6 auf Werte über 0,9 bei $7\ \mu\text{m}$. Von 7 bis $13\ \mu\text{m}$ liegen alle Kurvenverläufe bei konstanten Werten waagrecht übereinander. In diesem Bereich verlaufen bei 664°C die Werte um 0,91, während bei 1046°C um 0,96 liegen. Ab $13\ \mu\text{m}$ fallen sämtliche Kurven ab und erreichen Werte von 0,72 bei 664°C und von 0,8 bei 1046°C bis $17\ \mu\text{m}$.

Bei dem Mineral Olivin ($(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$) war es möglich, Festkörperproben zu präparieren, allerdings konnte aufgrund der Porosität des Materials keine Bohrung für den Temperaturenehmer gesetzt werden. Das Probenmaterial wurde daraufhin in Pulverform überführt und für die Emissionsgraduntersuchung zu einem Pellet gepresst. Die gemessenen, spektralen Emissionsgrade von 680°C bis 1046°C sind in der Abbildung 3.33 dargestellt. Im Bereich von 1 bis $7\ \mu\text{m}$ nehmen die Emissionsgrade stetig von 0,45 auf 0,85 bei 680°C und von 0,53 auf ca. 0,88 bei 1046°C zu. Im Weiteren Verlauf bis $15\ \mu\text{m}$ steigen die Verläufe, allerdings mit deutlich geringerer Steigung, auf Werte über 0,9. Von diesem Niveau sinken die Emissionsgrade bis $17\ \mu\text{m}$ auf Werte um 0,9 leicht ab.

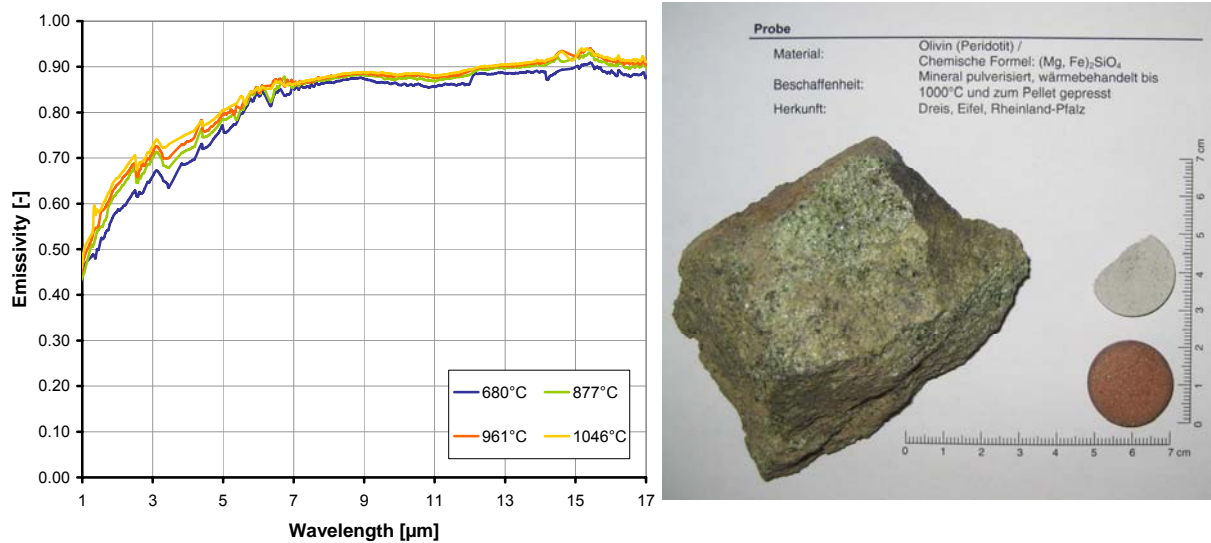


Abbildung 3.33: Emissionsgrade von pulverisiertem Olivin ((Mg,Fe)₂SiO₄)

Die spektralen Emissionsgradverläufe des Minerals Augit ((Ca,Na)(Mg,Fe,Al)[(Si,Al)₂O₆]) werden in Abbildung 3.34 für Temperaturen zwischen 670°C und 1032°C gezeigt. Im kurzwelligeren Bereich zwischen 1 und 2,5 µm steigen die Werte von 0,7 auf 0,87 bei 670°C und von 0,7 auf 0,92 bei 1032°C an. Nach dem sich anschließenden wellenartigen Kurvenverlauf, mit einem Abfall auf 0,8 und dem sofortigen Anstieg auf 0,9, nehmen die Werte bis 8 µm auf maximal 0,96 kontinuierlich zu. Ab 8 µm beschreiben die Emissionsgrade einen wellenförmigen Verlauf mit zwei lokalen Minima bei 9,3 und 11,3 µm mit den minimalen Werten von 0,76 und 0,7 für 670°C und 0,82 und 0,75 für 1032°C. Bei den dazwischen liegenden Maxima werden Werte von 0,89 bis 0,91 erreicht. Im weiteren Verlauf erfolgt ein Anstieg bis 15 µm auf Werte von 0,93 bei 670°C und 0,98 bei 1032°C. Bis 17 µm bleiben die Emissionsgrade dann auf den erreichten Niveaus.

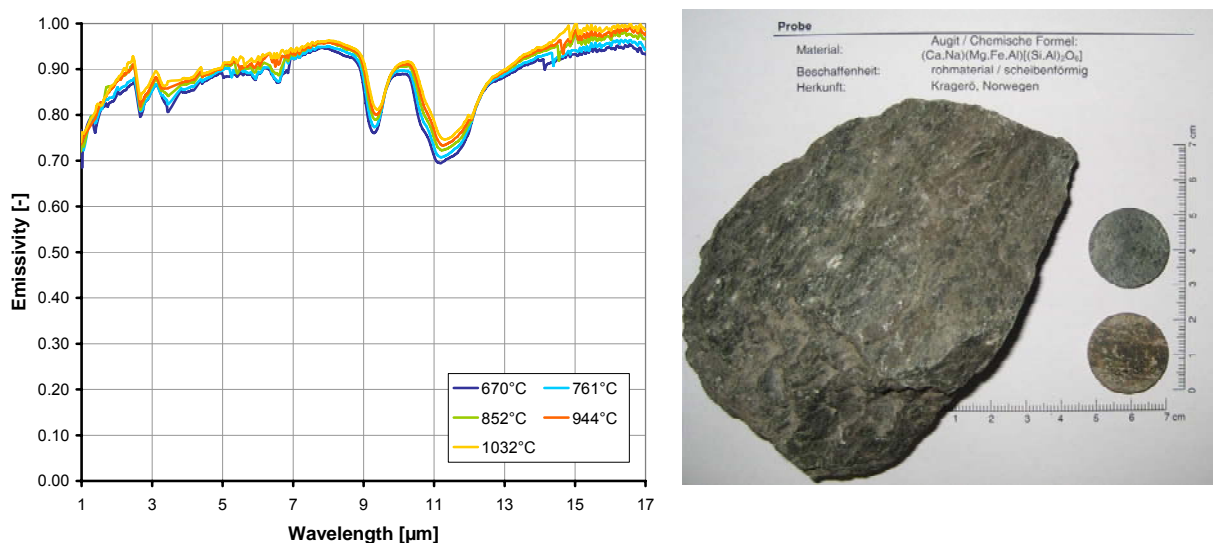


Abbildung 3.34: Emissionsgrade von Augit ((Ca,Na)(Mg,Fe,Al)[(Si,Al)₂O₆])

3.2.4.12 Emissionsgrade der Ablagerungen

Neben den reinen Mineralphasen und den Fe_2O_3 - SiO_2 Mischungen wurden im Projektzeitraum die spektralen Emissionsgrade von vier Ablagerungsproben aus Kraftwerkskesseln messtechnisch bestimmt. Die Proben wurden von der RWE-Power AG zur Verfügung gestellt und am LEAT gemäß Abschnitt 3.2.4.1 für die Untersuchungen präpariert. Die präparierten Proben und das jeweilige Ausgangsmaterial sind in Abbildung 3.35 dargestellt.

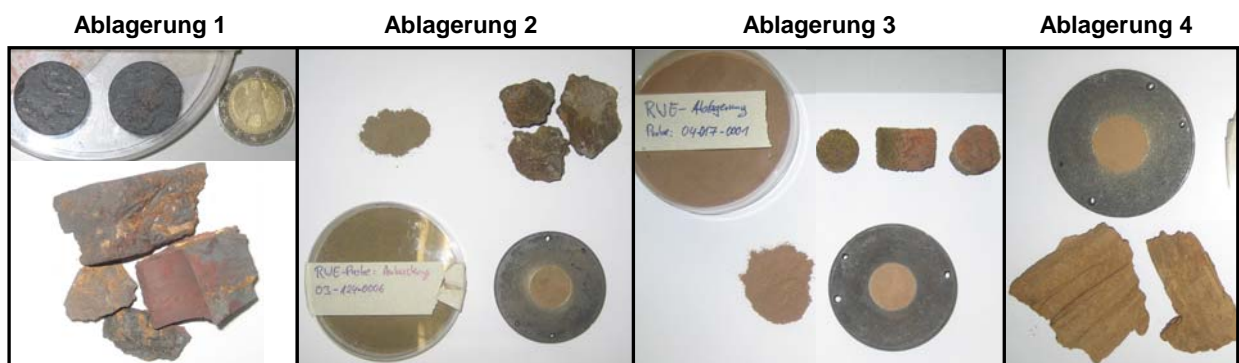


Abbildung 3.35: Probenmaterial der untersuchten Ablagerungen

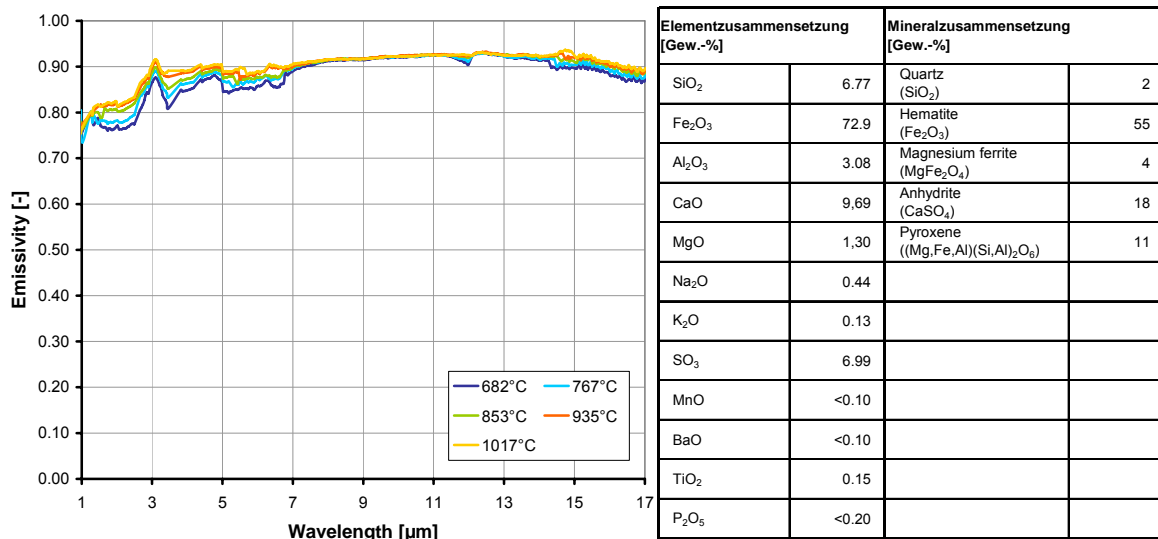


Abbildung 3.36: Emissionsgrade der Ablagerung 1 aus dem Bereich des Rauchgasrücksaugschachtes: Mühle 4

Aus dem Rohmaterial der Ablagerung 1, die aus dem Bereich des Rauchgasrücksaugschachtes stammt, konnte eine feste Probenscheibe mit Bohrung für den Temperatursensor präpariert werden. Die aus den Analysen ermittelten Element- und Mineralbestandteile sind in der Ta-

belle der Abbildung 3.36 aufgelistet und zeigen, dass das Eisenoxid Fe_2O_3 mit 73 Gew.-% als Element und das entsprechende Mineral Hämatit mit 55 Gew.-% den dominierenden Anteil der Ablagerung bildet. Die zugehörigen spektralen Emissionsgradverläufe sind in Abbildung 3.36 für Temperaturen von 682 C bis 1017°C dargestellt. Die Emissionsgrade weisen entsprechend des Hauptbestandteils vergleichbare Tendenzen zu den Emissionsgradverläufen der reinen Hämatit-Mineralphase auf (siehe Abbildung 3.21). Das Emissionsgradniveau liegt im betrachteten Spektralbereich mit Werten oberhalb 0,75 sehr hoch. Eine Temperaturabhängigkeit ist im Wellenlängenintervall von 7 bis 14 μm gar nicht und nur bei kurzen sowie bei langen Wellenlängen sehr gering ausgebildet. Gegenüber den Hämatitverläufen aus Abbildung 3.21 steigen die Emissionsgrade der Ablagerung 1 nur geringfügig zu langen Wellenlängen an und erreichen einen maximalen Emissionsgrad von 0,93. Das Maximum nahe dem Wert 1 bei 14 μm wird nicht erreicht.

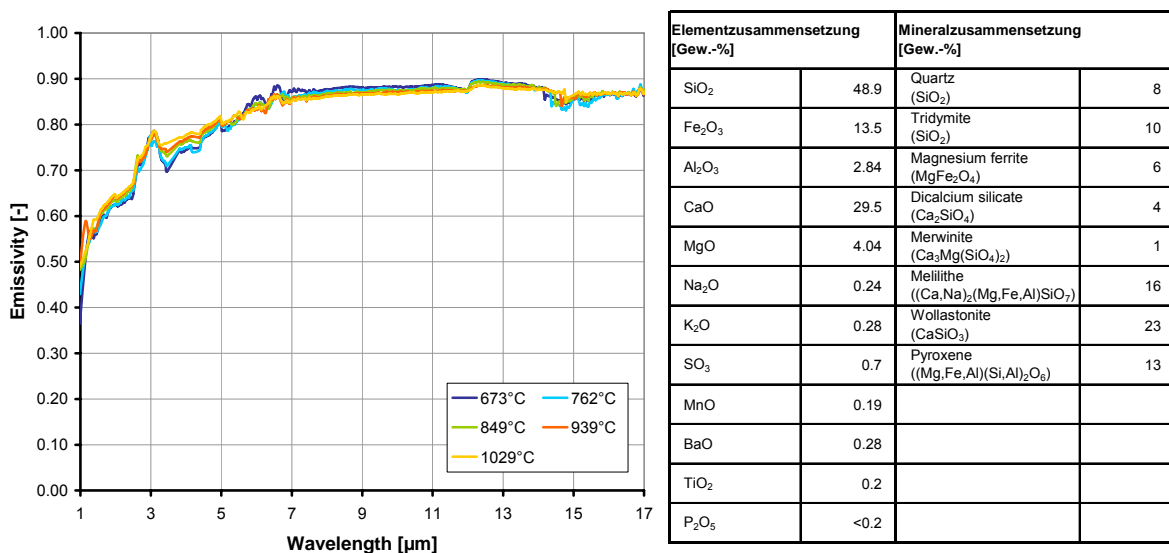


Abbildung 3.37: Emissionsgrade der Ablagerung 2 aus dem Bereich des Rauchgasrücksaugschachtes: Mühle 6

In Abbildung 3.37 sind die Messergebnisse und die Analysen der Zusammensetzung der Ablagerung 2 dargestellt. Dieses Material hat sich als ansetzender Belag ebenfalls im Bereich des Rauchgasrücksaugschachtes gebildet. Die Ablagerung besteht nach der Elementanalyse im Wesentlichen aus SiO_2 mit 49 Gew.-% und aus CaO mit 30 Gew.-%. Die Mineralanalyse zeigt, dass die elementaren Hauptbestandteile in Form von silikatischen Verbindungen wie Wollastonit, Melilith und Quarz bzw. Tridymit in der Ablagerung auftreten. Aus dem Rohmaterial konnte kein Bohrkern gefertigt werden, so dass zur Emissionsgradmessung das Material in Pulverform überführt und zum Pellet gepresst wurde. Die gemessenen Emissionsgrade in Abbildung 3.37 zeigen einen für silikatische Materialien qualitativ, typischen Verlauf mit

einem stetigen Anstieg im kurzen Wellenlängenbereich bis zum Erreichen eines Maximalwertes, dessen Niveau nahezu konstant bis 17 μm erhalten bleibt (vgl. Abbildung 3.18 und Abbildung 3.33). Die konkreten, spektralen Emissionsgrade dieser Ablagerung steigen bis zu einer Wellenlänge von 7 μm für alle untersuchten Temperaturen von ca. 0,5 auf Werte unterhalb 0,9 kontinuierlich an. Ab 7 μm und bis 17 μm verweilen die Verläufe fast horizontal auf dem Emissionsgradniveau unterhalb 0,9.

Die Messergebnisse der Ablagerung 3, aus dem Bereich der Bündelheizflächen (ZÜ2) sind in Abbildung 3.38 aufgeführt. Das Ablagerungsmaterial besteht basierend auf der Elementanalyse hauptsächlich aus SiO_2 mit 39 Gew.-% und CaO mit 31 Gew.-% und zeigt eine vergleichbare, elementare Zusammensetzung zur Ablagerung 2. Die Ablagerung 3 hat einen Na_2O -Anteil von 3 Gew.-% und der MgO -Anteil ist gegenüber der Ablagerung 2 lediglich doppelt so hoch.

Die spektralen Emissionsgradverläufe der Ablagerung 3 nehmen von kurzen zu langen Wellenlängen zu. Im kurzwelligen Bereich von 1 bis 9 μm erfolgt beginnend bei einem Emissionsgrad von 0,5 ein bogenförmiger Zuwachs auf ca. 0,9. Ab 9 μm und bis 17 μm verlaufen die Emissionsgrade konstant auf dem erreichten Niveau von 0,9. Eine Temperaturabhängigkeit ist bei den Temperaturen im Bereich von 684°C bis 1038°C für den hier gemessenen Wellenlängenbereich nicht erkennbar. Die Verläufe der spektralen Emissionsgrade von Ablagerung 3 weisen eine qualitative Ähnlichkeit zu den Verläufen der Ablagerung 2 auf. Allerdings erlangen die Emissionsgrade der Ablagerung 3 ihren maximalen Werte bei einer Wellenlänge von 9 μm während die bei Ablagerung 2 ihre Maxima schon bei 7 μm erreichen.

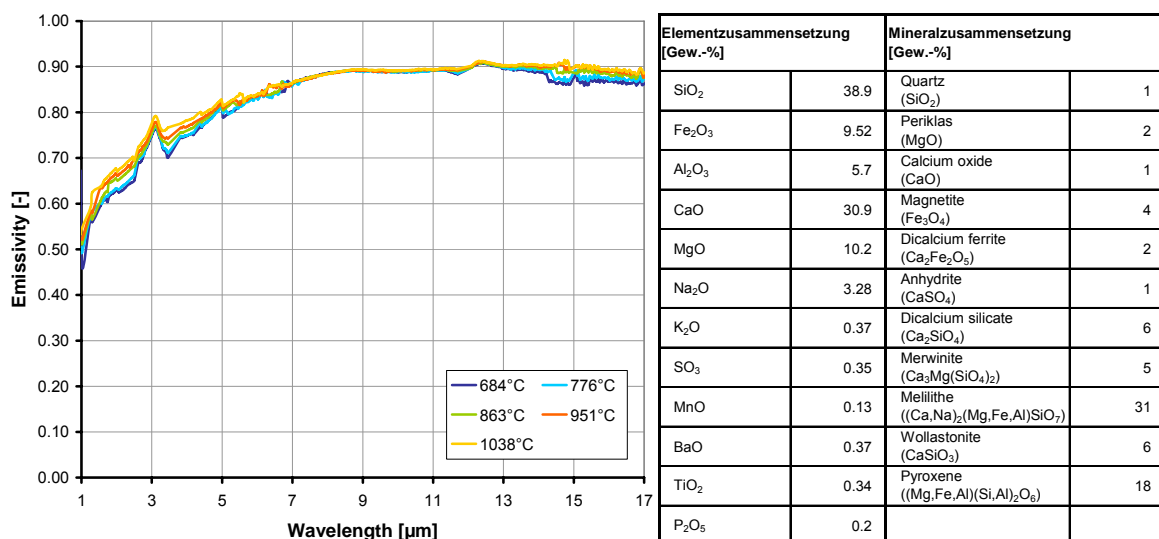
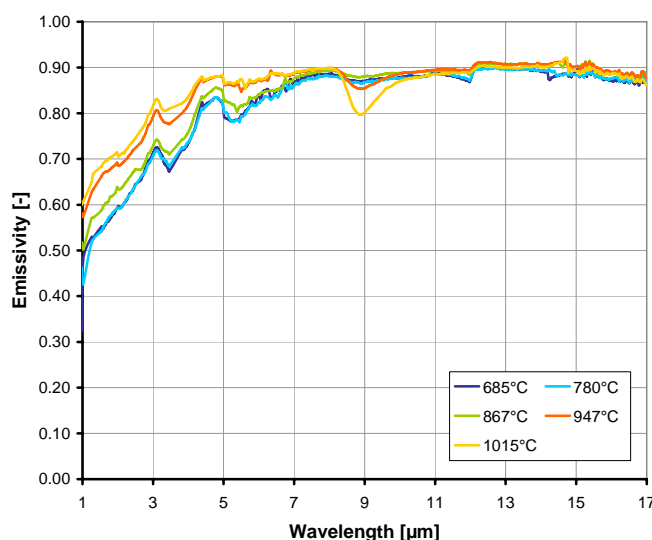


Abbildung 3.38: Emissionsgrade der Ablagerung 3 aus dem Bereich der Bündelheizflächen: Zwischenüberhitzung 2

In Abbildung 3.39 sind die spektralen Emissionsgradverläufe einer Ablagerung aus dem Bereich des Hochdruckschotts für Temperaturen von 685°C bis 1015°C dargestellt. Das Ausgangsmaterial war sehr porös, so dass für die Strahlungsuntersuchungen das Material in Pulverform überführt und in den Proberhalter gepresst wurde. Die entsprechende Element- als auch die Mineralzusammensetzung sind der Tabelle zu entnehmen. Die Analyse der Zusammensetzungen zeigen, dass die Ablagerung aus den wesentlichen Elementbestandteilen CaO mit 23 Gew.-% und SO₃ mit 39 Gew.-% besteht, aus denen, basierend auf der diffraktometrischen Analyse, das Anhydrit als mineralischer Hauptbestandteil resultiert.

Die Emissionsgrade dieser Ablagerung weisen im Bereich von 1 bis ca. 5 µm einen steilen Anstieg von ca. 0,45 bis ca. 0,8 für 685°C und von 0,6 bis 0,88 für 1015°C auf. In diesem Wellenlängenintervall verschiebt sich der Emissionsgradverlauf ab einer Temperatur von 860°C nahezu parallel zu höheren Werten. Zum Beispiel nimmt der Emissionsgrad bei 2 µm von 0,6 bei 685°C auf 0,64 bei 867°C und bis schließlich auf 0,7 bei 1015°C zu. Ab der Wellenlänge von 5 µm bis ca. 8 µm ist der Emissionsgradanstieg geringer ausgeprägt und erreicht bei allen Temperaturen Werte um 0,9. Das erreichte Emissionsgradniveau von 0,9 bleibt temperaturunabhängig bis 17 µm erhalten. Allerdings bildet sich im Wellenlängenbereich zwischen 8 und 10 µm ein charakteristisches Minimum mit zunehmender Temperatur aus. Für eine Messtemperatur von 1015°C ergibt sich ein lokaler Abfall des Emissionsgrades von 0,9 auf 0,8. Dieses charakteristische Minimum findet sich in den sulfatische Mineralphasen (vgl. Abbildung 3.25, Abbildung 3.26 und Abbildung 3.27) wieder und ist besonders bei Anhydrit (Abbildung 3.25) auch schon bei niedrigen Temperaturen sehr ausgeprägt.



Elementzusammensetzung [Gew.-%]		Mineralzusammensetzung [Gew.-%]	
SiO ₂	4.25	Periklas (MgO)	3
Fe ₂ O ₃	9.59	Magnetite (Fe ₃ O ₄)	4
Al ₂ O ₃	2.26	Magnesium ferrite (MgFe ₂ O ₄)	14
CaO	23.2	Anhydrite (CaSO ₄)	53
MgO	9.4	Natrium sulfate (Na ₂ SO ₄)	1
Na ₂ O	8.61	Dicalcium silicate (Ca ₂ SiO ₄)	14
K ₂ O	1.02	Merwinite (Ca ₃ Mg(SiO ₄) ₂)	1
SO ₃	38.9	Akemanite (Ca ₂ MgSi ₂ O ₇)	5
MnO	0.13		
BaO	0.19		
TiO ₂	0.15		
P ₂ O ₅	0.2		

Abbildung 3.39: Emissionsgrade der Ablagerung 4 aus dem Bereich des HD-Schotts

3.2.4.13 Fazit

Abschließend lässt sich zu den im Rahmen des Projektes durchgeführten Untersuchungen im Bereich der Strahlungsmessungen feststellen, dass das Messverfahren deutlich optimiert wurde. Eine neu eingeführte Präparationsmethode für die Proben ermöglicht einerseits eine vergleichende Strahlungsuntersuchung unterschiedlicher Ausgangsstoffe und liefert andererseits die Voraussetzung für reproduzierbare Messungen der Probentemperatur. Des Weiteren konnte die Qualität der Messungen durch den Einsatz eines neuen Referenzkörpers, der laser-optischen Messausrichtung und durch die Reduzierung des Transmissionseinflusses der Luft maßgeblich verbessert werden. Validierungsmessungen am NIST zeigen zudem eine hervorragende Übereinstimmung und bestätigen, dass die am LEAT entwickelte strahlungsphysikalische Untersuchungsmethode für heterogene, komplexe Materialien bei Temperaturen von 600 bis 1200°C eine zuverlässige Bestimmung der Emissionsgrade zulässt.

Die aus den Strahlungsuntersuchungen des Probenspektrums gewonnenen Ergebnisse zeigen, dass im gemessenen Spektralbereich alle Emissionsgrade über 0,5 liegen. Im kurzwelligen Bereich sind die Emissionsgrade niedriger im Vergleich zum langwelligen Bereich. In dem Wellenlängenintervall von 1 bis ca. 7 μm steigen die Emissionsgrade nahezu kontinuierlich an und beschreiben bei 7 μm häufig ein Maximum. Dieser Emissionsgradanstieg erfolgt je nach Probenmaterial mit unterschiedlichen Steigungen. Nach Erreichen des Maximums verweilen die Emissionsgrade meistens auf dem erreichten Niveau bis 15 μm und sinken ab dieser Wellenlänge stetig.

In dem Wellenlängenbereich oberhalb 7 μm treten bei einigen Materialien auffällige Variationen im Emissionsgradverlauf auf. Besonders charakteristisch ist die Entwicklung eines lokalen Emissionsgradminimums im Wellenlängenintervall von 8 bis 10 μm für sulfatische Mineralien (Anhydrit, Glauberit und Natriumsulfat), welches sich auch in sulfatischen Ablagerungsproben deutlich ausprägt. Am Beispiel der Anhydrit-Probe (vgl. Abbildung 3.25) ist dieser Abfall von 0,95 auf 0,65 besonders ausgeprägt. Daneben zeigen auch die Silikate Wollastonit, Augit sowie Enstatit und auch das Oxid Magnetit auffällige Variationen im langwelligen Spektralbereich. Des Weiteren zeigen die Untersuchungen der synthetischen Oxidmischungen von Fe_2O_3 und SiO_2 (siehe Abbildung 3.23 bis Abbildung 3.24), dass mit zunehmendem Eisengehalt die Emissionsgrade in dem untersuchten Temperaturbereich bei den gemessenen Wellenlängen ansteigen.

Die Temperaturabhängigkeit der spektralen Emissionsgrade ist je nach Probenmaterial unterschiedlich ausgeprägt. Während die Mineralien Augit, Olivin und Gehlenit im kompletten Spektralbereich eine temperaturabhängige Emissionsgradänderung aufweisen, verlaufen die Emissionsgrade der SiO_2 - und der Hämatitprobe nahezu temperaturunabhängig. Bei den sulfa-

tischen Mineralien treten nur in lokalen Spektralbereichen temperaturabhängige Veränderungen auf. Emissionsgradzunahmen mit steigender Temperatur konnten bei den Oxidproben MgO und Al₂O₃ festgestellt werden, beschränken sich dort allerdings nur auf den langwelligen Spektralbereich.

Die Strahlungsuntersuchungen an den Ablagerungsproben zeigen, dass die Strahlungscharakteristika der in der Ablagerung enthaltenen wesentlichen Mineralphasen sich in den Emissionsgradverläufen deutlich widerspiegeln.

3.2.5 Temperaturmessung und Leitfähigkeitsbestimmung

In diesem Projekt sollten simultane Strahlungs- und Wärmeleitfähigkeitsmessungen an mineralischen Proben durchgeführt werden. Im Laufe der Projektdurchführung konnte nachgewiesen werden, dass aufgrund des gewählten Messprinzips für präzise Leitfähigkeitsuntersuchungen größere Proben als bei den Strahlungsmessungen erforderlich sind. Daher erfolgten die Untersuchungen an jeweils separaten Proben. Dennoch besteht die Möglichkeit auch an den größeren Proben sowohl den Emissionsgrad als auch die Temperaturleitfähigkeit auf dem gleichen Ausgangstemperaturniveau zu bestimmen. Durch die Integration des Aufbaus zur Leitfähigkeitsmessung in den Strahlungsversuchsstand kann zuerst der Emissionsgrad einer Probe gemessen werden, bevor über den Abkühlungsprozess die Temperaturleitfähigkeit bestimmt wird.

Es wurden Temperaturleitfähigkeiten von präparierfähigen Proben bestimmt. Entsprechende Wärmeleitfähigkeiten können aus den gemessenen Temperaturleitfähigkeiten über die Dichte und die Wärmekapazität der Probe schließlich berechnet werden.

3.2.5.1 Grundlagen der thermischen Leitfähigkeit

Die Wärmeübertragung innerhalb eines Festkörpers oder in einem ruhenden Fluid von Bereichen hoher Temperatur zu Bereichen niedriger Temperatur als Folge der Temperaturdifferenz wird Wärmeleitung genannt. Die Wärmeleitung eines Körpers kann nicht direkt gemessen werden und wird daher durch die unmittelbare Abhängigkeit zur Temperatur bestimmt. Dieser Zusammenhang wird durch das Fourier'sche Gesetz für einen homogenen, isotropen Körper beschrieben:

$$\dot{q} = -k \cdot \text{grad}(T) \quad (3.27)$$

Die Wärmestromdichte \dot{q} ist demnach proportional zum örtlichen Temperaturgradienten. Der Proportionalitätsfaktor definiert die Wärmeleitfähigkeit bzw. die thermische Leitfähigkeit k , die ein Maß für das Vermögen des Körpers bildet, Wärme in Abhängigkeit von der Richtung zu transportieren. Die thermische Leitfähigkeit ist eine Materialkonstante, die abhängig von der physikalischen Natur des Materials, der chemischen Zusammensetzung und der Temperatur ist. Die thermische Leitfähigkeit bei Metallen sinkt häufig mit steigender Temperatur, während sie bei Gasen und Dielektrika mit steigender Temperatur zunimmt.

Die der Wärmeleitung zu zuordnenden Transportmechanismen basieren materialabhängig auf Bewegungen von Elektronen, Phononen oder Photonen. Bei der Wärmeleitung in Dielektrika

wird Wärme hauptsächlich durch Gitterschwingungen übertragen. Zur quantenmechanischen Beschreibung der durch eine Gitterschwingung übertragenen Energie werden Phononen verwendet. Streueffekte aufgrund von Stößen mit anderen Phononen oder aufgrund von Phasenübergängen an Porengrenzen können bei der Ausbreitung der Phononen zu einer Abnahme der Wärmeleitung führen. Neben der Wärmeleitung durch Gitterschwingungen wird Wärme innerhalb semi-transparenter Medien durch elektromagnetische Strahlung bzw. durch Photonen übertragen. Diese Art der Strahlungswärmeleitung resultiert aufgrund der Absorption und Emission von Strahlungsenergie innerhalb des Körpers. Die in einem Bereich des Körpers absorbierte Strahlungsenergie führt zu einem lokalen Temperaturanstieg, durch den Strahlungsenergie in Richtung kälterer Bereiche des Körpers emittiert wird. Die Energieübertragung breitet sich auf diese Weise kontinuierlich durch den Körper aus und wird ebenfalls durch Streueffekte beeinflusst. In elektrischen Leitern ist die Wärmeübertragung zusätzlich zu einem wesentlichen Anteil auf den Transport von Elektronen zurückzuführen. Diese verschiedenen Transportmechanismen der Wärmeleitung innerhalb eines Körpers können sowohl einzeln als auch in Kombination auftreten und sind aufgrund zahlreicher Einflussparameter nur schwer zu unterscheiden, so dass zur Bestimmung der übertragenen Wärme in Abhängigkeit eines Temperaturgradienten eine effektive thermische Leitfähigkeit definiert wird:

$$k_{\text{eff}} = k_{\text{la}} + k_{\text{ra}} + k_{\text{el}} \quad (3.28)$$

Bei „optisch dichten“ Körpern, in denen die optische Dicke $K_D > 3,5$ ist, kann die Strahlungswärmeleitung über den Absorptionskoeffizienten $k_{a,\lambda}$ und den Brechungsindex n bestimmt werden [30]:

$$k_{\text{ra}} = \frac{16 \cdot \sigma \cdot n^2 T^3}{3 \cdot k_{a,\lambda}} \quad (3.29)$$

Dagegen muss in „optisch dünnen“ Medien ($K_D < 3,5$) der Strahlungsanteil der Wärmeleitung über den Reflexionsgrad $\rho (= 1 - \epsilon)$ und die optische Dichte OD ($= \log \tau$) ermittelt werden [30]:

$$k_{\text{ra}} = 8 \cdot n^2 \cdot \sigma \cdot T^3 \left[\frac{1 - \rho}{2(1 + \rho)} - \frac{\text{OD}(1 - 4 \cdot \rho + \rho^2)}{(1 + \rho)^2} \right] \quad (3.30)$$

3.2.5.2 Wärmeleitungsgleichung

Über eine Energiebilanz an einem beliebigen Körper lässt sich mit dem Fourier'schen Gesetz die Wärmeleitungsgleichung aufstellen:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{k}{\rho \cdot c_p} \nabla^2 T \quad (3.31)$$

Diese Gleichung geht von konstanten Stoffwerten innerhalb des Temperaturgradienten aus. Der Quotient aus thermischer Leitfähigkeit k und aus dem Produkt der Dichte ρ und der Wärmekapazität c_p entspricht der Temperaturleitfähigkeit a .

$$a = \frac{k}{\rho \cdot c_p} \quad (3.32)$$

Für einen zweidimensionalen, rotationssymmetrischen Körper unter Berücksichtigung der Beziehung aus Gleichung (3.28) resultiert in Zylinderkoordinaten bei konstanten Stoffwerten und isotroper Leitfähigkeit

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a_{\text{eff}} \cdot \left[\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right] \quad \text{für } r > 0 \quad (3.33)$$

Instationäre Temperaturfelder werden durch eine Störung des stationären Anfangszustandes hervorgerufen. Diese Störung beruht im Allgemeinen auf einer Änderung des Umgebungszustandes zum Zeitpunkt $t_0 = 0$ s. Die sich einstellenden Temperaturen $T(x, r, t)$ zu jedem späteren Zeitpunkt $t > t_0$ sind eindeutig bestimmt, wenn das Temperaturfeld zum Zeitpunkt t_0 durch eine Anfangsbedingung bekannt ist und wenn der Umgebungszustand für alle Zeiten $t > t_0$ durch Randbedingungen vorgegeben wird.

Das Temperaturfeld zum Zeitpunkt $t = t_0$ bildet die Anfangsbedingung

$$T(x, r, t = t_0) = \phi_0(x, r) \quad (3.34)$$

Als Randbedingung in allgemeiner Form gilt auf dem Rand s

$$-k \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial n} \right)_s = \dot{q}_s \quad (3.35)$$

Gleichung (3.35) verknüpft den Temperaturgradienten am Rande des betrachteten Körpers mit der Wärmestromdichte \dot{q}_s durch die Oberfläche, die wiederum entweder aus dem Temperaturfeld des angrenzenden Mediums bzw. der Umgebung oder alternativ durch Vorgabe einer

Wärmestromdichte, zum Beispiel in Form des Newtonsche Abkühlungsgesetz (Gleichung (3.36)) berechnet werden kann zu:

$$\dot{q}_s = \alpha \cdot (T_s - T_U) \quad (3.36)$$

Diese Form der Randbedingung mit konstantem äußeren Wärmeübergangskoeffizienten α und vorgegebener Umgebungstemperatur $T_U = T_U(x, r, t)$ wird besonders einfach, wenn der äußere Wärmeübergangswiderstand ($1/\alpha$) verschwindet und die Oberflächentemperatur T_s selbst eine gegebene Größe wird.

$$T_s = T_U(x, r, t) \quad (3.37)$$

Gleichung (3.37) wird als Randbedingung 1. Art bezeichnet. Wird von einer konstanten Wärmestromdichte \dot{q}_s als bekannte Größe ausgegangen,

$$-k \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial n} \right)_s = \dot{q}_s(x, r, t) \quad (3.38)$$

stellt Gleichung (3.38) eine Randbedingung 2. Art dar. Den allgemeineren Fall, der durch die Gleichungen (3.35) und (3.36) beschrieben wird, wird als Randbedingung 3. Art bezeichnet.

3.2.5.3 Analytische Lösung der Wärmeleitungsgleichung

Für geometrisch einfache Körperformen und für verschiedene Randbedingungen ist eine Vielzahl von analytischen Lösungen in der Literatur bekannt [65, 72, 74]. Anhand des halbenendlichen Körpers werden analytische Lösungen der Wärmeleitungsgleichung für den eindimensionalen, instationären Fall für jede Art von Randbedingungen dargestellt. Die ausführliche Herleitung kann bei Incropera [67] oder Özisik [50] nachvollzogen werden.

Bei eindimensionaler Wärmeleitung in axialer Richtung folgt aus Gleichung (3.33)

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a_{\text{eff}} \cdot \left[\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \right] \quad (3.39)$$

Für die Randbedingung 1. Art, mit der konstanten Temperatur T_s an der Stelle $x = 0$, ergibt sich nach Incropera [67] die Lösung der Gleichung (3.39) zu

$$T(x, t) = T_0 \cdot \left[1 - \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}} \right) \right] + T_s \cdot \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}} \right) \quad (3.40)$$

Bei konstanter Wärmestromdichte \dot{q}_s an der Körperoberfläche ($x = 0$), d. h. bei einer Randbedingung 2. Art resultiert nach Incropera [67] die Lösung für $T(x, t)$ zu

$$T(x, t) = T_0 + \frac{2 \cdot \dot{q}_s \cdot \sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}}{k_{\text{eff}} \cdot \pi} \cdot \exp \left(\frac{-x^2}{4 \cdot a_{\text{eff}} \cdot t} \right) - \frac{x \cdot \dot{q}_s}{k_{\text{eff}}} \cdot \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}} \right) \quad (3.41)$$

Wird zur Lösung der Wärmeleitungsgleichung (Gleichung (3.39)) von einer Randbedingung 3. Art ausgegangen, so dass auf dem Rand ($x = 0$) gilt:

$$-k_{\text{eff}} \left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)_{x=0} = \alpha \cdot (T_\infty - T(x = 0, t)) \quad (3.42)$$

So folgt für die dimensionslose Temperatur θ an der Stelle x und zum Zeitpunkt t nach Incropera [67]

mit
$$\theta(x, t) = \frac{T(x, t) - T_0}{T_\infty - T_0} \quad (3.43)$$

$$\theta(x, t) = \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}} \right) - \left[\exp \left(\frac{\alpha x}{k_{\text{eff}}} + \frac{\alpha^2 a_{\text{eff}} \cdot t}{k_{\text{eff}}^2} \right) \right] \cdot \left[\operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}} + \frac{\alpha \sqrt{a_{\text{eff}} \cdot t}}{k_{\text{eff}}} \right) \right] \quad (3.44)$$

Die hier auftretende Funktion $\operatorname{erfc}(\xi)$ ist das komplementäre Fehlerintegral. Diese transzendente Funktion strebt mit größer werdendem Argument sehr rasch gegen null und ist definiert als

$$\operatorname{erfc}(\xi) = 1 - \operatorname{erf}(\xi) \quad (3.45)$$

und
$$\operatorname{erfc}(\xi) = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^\xi \exp(-\psi^2) d\psi \quad (3.46)$$

Werte von $\operatorname{erfc}(\xi)$ sind in ausführlichen Tabellen bei [68] und [61] aufgelistet. Reihenentwicklungen und Berechnungsgleichungen sind für $\operatorname{erfc}(\xi)$ sowie für $\operatorname{erf}(\xi)$ bei Spanier und

Oldham [70] zu finden. Für große Argumente ($\operatorname{erfc}(\xi) \gg 1$) gilt die asymptotische Entwicklung

$$\operatorname{erfc}(\xi) = \frac{\exp(-\xi^2)}{\sqrt{\pi} \cdot \xi} \cdot \left(1 - \frac{1}{2 \cdot \xi^2} + \frac{3}{4 \cdot \xi^4} - \frac{15}{8 \cdot \xi^6} + \dots \right) \quad (3.47)$$

während für kleine Argumente ($\operatorname{erfc}(\xi) \ll 1$) die folgende Näherung gilt:

$$\operatorname{erfc}(\xi) = 1 - \frac{2 \cdot \exp(-\xi^2)}{\sqrt{\pi} \cdot \xi} \cdot \left(1 + \frac{2 \cdot \xi^2}{1 \cdot 3} + \frac{4 \cdot \xi^4}{1 \cdot 3 \cdot 5} + \dots \right) \quad (3.48)$$

Für einen halbunendlichen Körper sind in Abbildung 3.40 beispielhaft, unter Berücksichtigung konvektiver Wärmeabfuhr als Randbedingung, die zeitlichen Temperaturverläufe nach Gleichung (3.44) für verschiedene Körpertiefen x dargestellt. Zur Berechnung wurde das komplementäre Fehlerintegral durch die Näherung für ($\operatorname{erfc}(\xi) \ll 1$) bestimmt. Allerdings ist für $x > 0$ mm diese Näherung nur für größere Zeiten zulässig, wie der unrealistische Abfall in den Temperaturverläufen ($x = 2$ mm und $x = 6$ mm) unterhalb 10 s in Abbildung 3.40 erkennen lassen.

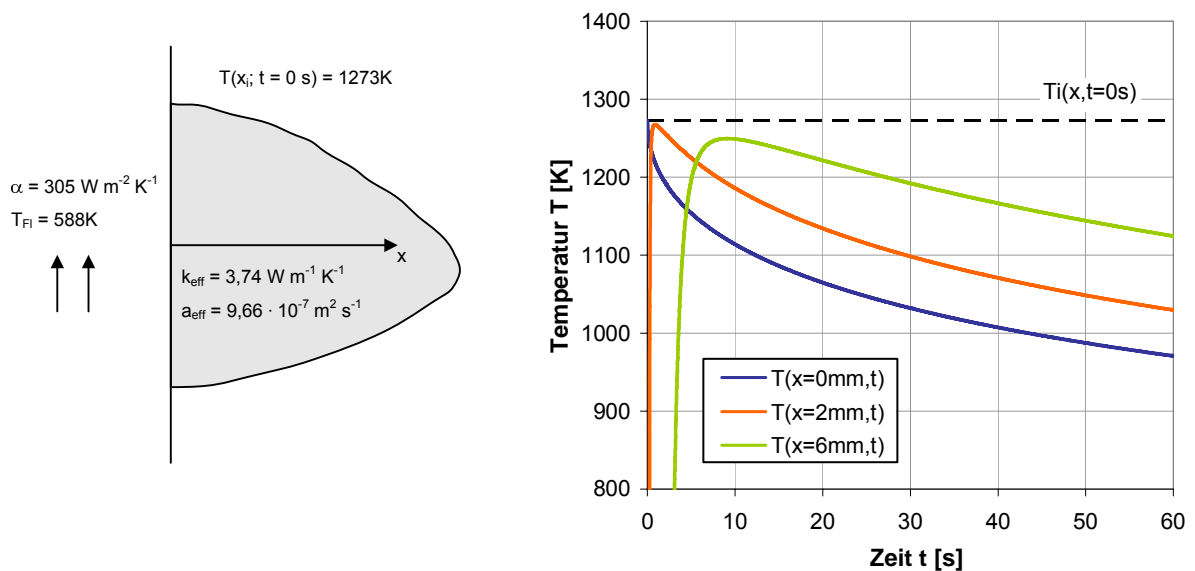


Abbildung 3.40: Abkühlvorgang im halbunendlichen Körper aufgrund konvektiver Kühlung mit $\alpha = 305 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ bei $x = 0$ mm basierend auf analytischer Lösung

3.2.5.4 Numerische Lösung der Wärmeleitungsgleichung

Die zweidimensionale, instationäre Wärmeleitungsgleichung (Gleichung (3.33)) kann durch ein explizites Differenzenverfahren gelöst werden, wobei die Ableitungen in der Wärmeleitungsgleichung und in den Randbedingungen durch Differenzenquotienten ersetzt werden. Diese Diskretisierung führt die Differentialgleichung auf eine Differenzgleichung zurück, deren Lösung die Lösung der Differentialgleichung an diskreten Stellen, die ein räumlich und zeitlich aufgelöstes Gitternetz bilden, approximiert. Die Verkleinerung der Maschenweite erhöht die Zahl der Gitterpunkte und damit die Güte der Approximation.

Ausgehend von der zwei-dimensionalen Wärmeleitungsgleichung für einen rotationssymmetrischen Körper (Gleichung (3.33)) mit $a = a_{\text{eff}}$

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \left[\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right]$$

wird ein Gitter mit den Schrittweiten Δx und Δr in den räumlichen Richtungen und Δt in die zeitliche Ebene gelegt. Der Temperaturwert am Gitterpunkt mit den Koordinaten (i, j, k) wird definiert zu

$$T_{i,j}^k = T(x_i, r_j, t_k) \quad \text{mit} \quad \begin{aligned} x_i &= x_0 + i \cdot \Delta x \\ r_j &= r_0 + j \cdot \Delta r \\ t_k &= t_0 + k \cdot \Delta t \end{aligned} \quad (3.49)$$

Die zweiten Ableitungen in x-Richtung sowie in r-Richtung an der Stelle (x_i, r_j) zum Zeitpunkt t_k werden durch die zentralen Differenzenquotienten ersetzt:

$$\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \right)_{i,j}^k = \frac{1}{\Delta x^2} (T_{i-1,j}^k - 2 \cdot T_{i,j}^k - T_{i+1,j}^k) \quad (3.50)$$

$$\left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} \right)_{i,j}^k = \frac{1}{\Delta r^2} (T_{i,j-1}^k - 2 \cdot T_{i,j}^k - T_{i,j+1}^k) \quad (3.51)$$

Die erste Ableitung in r-Richtung wird durch den vorderen Differenzenquotienten beschrieben, der ebenfalls für die zeitliche Diskretisierung verwendet wird:

$$\left(\frac{\partial T}{\partial r} \right)_{i,j}^k = \frac{1}{\Delta r} (T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k) \quad (3.52)$$

$$\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)_{i,j}^k = \frac{1}{\Delta t} (T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k) \quad (3.53)$$

Durch Einsetzen der Gleichungen (3.50) bis (3.53) in die Differenzialgleichung (3.33) ergibt sich:

$$\frac{T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k}{\Delta t} = a \cdot \left[\frac{T_{i-1,j}^k - 2T_{i,j}^k + T_{i+1,j}^k}{\Delta x^2} + \frac{T_{i,j-1}^k - 2T_{i,j}^k + T_{i,j+1}^k}{\Delta r^2} + \frac{T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k}{r \cdot \Delta r} \right] \quad (3.54)$$

Diese Gleichung (3.54) ist eine Differenzengleichung, mit der aus jeweils fünf Temperaturen der Zeitebene $t = t_k$ explizit die Temperatur $T_{i,j}^{k+1}$ der nächsten Zeitebene $t_{k+1} = t_k + \Delta t$ berechnet werden kann. Zum Zeitpunkt $k = 0$ sind alle Temperaturen aufgrund der gegebenen Anfangstemperaturverteilung bekannt, so dass daraus alle weiteren Temperaturen zu den Zeiten $t > t_0$ schrittweise unter Vorgabe von Randbedingungen berechnet werden können.

Zur Erfassung einer Randbedingung 1. Art wird die Gittereinteilung so gewählt, dass die gegebene Temperatur am Rand des wärmeleitenden Körpers bei $x = x_R$, auf einer Gitterlinie liegt. Die gegebenen Temperaturwerte werden dann direkt in die Differenzengleichung eingesetzt. Bei einer vorgegebenen Wärmestromdichte auf dem Rand als Bedingung 2. Art muss

$$-k \left(\frac{\partial T}{\partial n}\right)_{i=x_R,j} = \dot{q}_{x_R}(t_k) \quad (3.55)$$

erfüllt werden. In diesem Fall wird das Gitter so gelegt, dass der Rand in der Mitte zweier Gitterlinien liegt. Damit werden Temperaturen auf Gitterpunkten außerhalb des leitenden Körpers eingeführt, die nur als Rechenwerte zur Erfüllung der Randbedingung dienen. Die in Gleichung (3.55) auftretende Ortsableitung wird dann durch den zentralen Differenzenquotienten ersetzt und es gilt:

$$-\left(\frac{\partial T}{\partial n}\right)_{i=x_R,j} = \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{i=x_R,j}^k = \frac{T_{i=x_R+\Delta x/2,j}^k - T_{i=x_R-\Delta x/2,j}^k}{\Delta x} \quad (3.56)$$

Die Temperatur $T_{i=x_R-\Delta x/2,j}^k$ liegt dabei auf einem Gitterpunkt außerhalb des leitenden Körpers und wird schließlich bei Anwendung dieser Randbedingung in Gleichung (3.54) ersetzt durch

$$T_{i=x_R-\Delta x/2,j}^k = T_{i=x_R+\Delta x/2,j}^k - \frac{\Delta x}{k} \dot{q}_{x_R}(t_k) \quad (3.57)$$

Im Fall eines adiabaten Randes wird $\dot{q}_{x_R} = 0$. Adiabate Ränder können Symmetrieebenen im Inneren des wärmeleitenden Körpers darstellen. Bei diesen Körpern werden die adiabaten Symmetrieebenen zwischen zwei aufeinander folgenden Gitterlinien gelegt und zur Berechnung der Temperaturen eine der Körperhälften betrachtet.

Bei einer Randbedingung 3. Art geht am Rand konvektiv Wärme an ein Fluid mit der Temperatur T_{Fl} über, wobei der Wärmeübergangskoeffizient α gegeben ist. Dann gilt die Wärmeübergangsbedingung

$$-k \left(\frac{\partial T}{\partial n} \right)_{i=x_R,j}^k = k \left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)_{i=x_R,j}^k = \alpha \cdot (T_{i=x_R,j}^k - T_{Fl}) \quad (3.58)$$

Zur Diskretisierung sollte in diesem Fall der Körpertrand mit einer Gitterlinie zusammenfallen, so dass die auftretenden Randtemperaturen unmittelbar in die Differenzgleichung eingesetzt werden können. Allerdings müssen auch hier Gitterpunkte außerhalb des Körpers zur Erfüllung der Randbedingungen eingeführt werden. Durch die Verwendung des zentralen Differenzenquotienten

$$\left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)_{i=x_R,j}^k = \frac{T_{i=x_R+1,j}^k - T_{i=x_R-1,j}^k}{2 \cdot \Delta x} \quad (3.59)$$

folgt für die Temperatur außerhalb des Körpers in Abhängigkeit von (3.58)

$$T_{i=x_R-1,j}^k = T_{i=x_R+1,j}^k - \frac{2 \cdot \Delta x \cdot \alpha}{k} \cdot (T_{i=x_R,j}^k - T_{Fl}) \quad (3.60)$$

Durch das Ersetzen der Ableitungen in den Differentialgleichungen durch Differenzenquotienten treten Diskretisierungsfehler auf. Dadurch entstehen Anfangs- bzw. Rundungsfehler, die beim Fortschreiten der Rechnung signifikant zunehmen können, so dass sie das Ergebnis verfälschen und von numerischer Instabilität gesprochen wird. Dem gegenüber werden bei stabilen Differenzenverfahren die Fehler im Verlauf der Rechnung geringer. Explizite Differenzenverfahren sind nur für bestimmte Schrittweiten stabil, bei denen die Koeffizienten der Gleichung nicht negativ werden. Nach Baehr [62] müssen zur Erfüllung der Stabilitätsbedingung für Gleichung (3.54) die Schrittweiten so angepasst werden, damit gilt:

$$1 - \frac{2 \cdot a \cdot \Delta t}{\Delta x^2} - \frac{2 \cdot a \cdot \Delta t}{\Delta r^2} - \frac{a \cdot \Delta t}{r \cdot \Delta r} \geq 0 \quad (3.61)$$

Bei festgelegten räumlichen Schrittweiten muss schließlich bei einer gegebenen Temperaturleitfähigkeit a der Zeitschritt Δt die folgende Bedingung erfüllen:

$$\Delta t \leq \frac{r \cdot \Delta r^2 \cdot \Delta x^2}{a \cdot (2 \cdot r \cdot \Delta r^2 + 2 \cdot r \cdot \Delta x^2 + \Delta r \cdot \Delta x^2)} \quad (3.62)$$

Im eindimensionalen axialen Fall fallen die radialen Terme in Gleichung (3.54) sowie in den Randbedingungen (3.55) und (3.60) weg. Bei Festlegung der räumlichen und zeitlichen Schrittweiten sowie Erfüllung der Stabilitätsbedingung kann der Abkühlvorgang analog dem Beispiel aus Abschnitt 3.2.5.3 unter Berücksichtigung der entsprechenden Randbedingungen berechnet werden. Die resultierenden zeitlichen Temperaturverläufe zeigt Abbildung 3.41. Für die aufgetragenen Positionen x_i ist eine sehr gute Übereinstimmung mit der analytischen Lösung aus Abschnitt 3.2.5.3 erkennbar. Für kurze Zeiten können bei entsprechend gewählten Schrittweiten die instationären Temperaturänderungen hinreichend genau bestimmt werden.

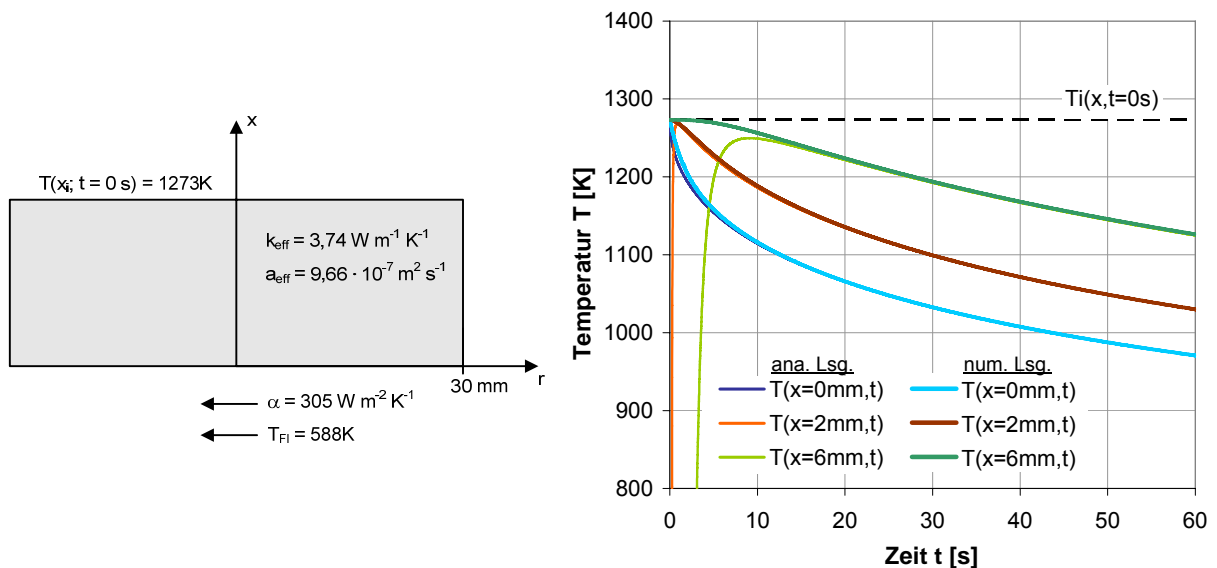


Abbildung 3.41: Abkühlvorgang im halbbeschränkten Körper aufgrund konvektiver Kühlung mit $\alpha = 305 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ bei $x = 0 \text{ mm}$ basierend auf numerischer Lösung

Die Basis für die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit bildet in diesem Projekt die numerische Lösung der Wärmeleitungsgleichung. Gegenüber der analytischen Lösung wird so die Umformung des Fehlerintegrals $\text{erfc}(\xi)$, in der die Messgröße Temperaturleitfähigkeit als Ar-

gument enthalten ist, vermieden. Die Temperaturleitfähigkeit a kann dann mit der Gleichung (3.63) nur aus der instationären Temperaturmessung in einem rotationssymmetrischen Körper bestimmt werden.

$$\frac{T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k}{\Delta t} = a \cdot \left[\frac{T_{i-1,j}^k - 2T_{i,j}^k + T_{i+1,j}^k}{\Delta x^2} + \frac{T_{i,j-1}^k - 2T_{i,j}^k + T_{i,j+1}^k}{\Delta r^2} + \frac{T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k}{r \cdot \Delta r} \right] \quad (3.63)$$

Durch Lösen der Gleichung (3.63) in Kombination mit einer Randbedingung 3. Art nach Gleichung (3.60) kann bei bekanntem Wärmeübergangskoeffizient α und bekannter Fluidtemperatur T_{Fl} auch die Wärmeleitfähigkeit k berechnet werden und es gilt:

$$\frac{T_{i,j}^{k+1} - T_{i,j}^k}{\Delta t} = a \cdot \left[\frac{2}{\Delta x^2} \left(T_{i+1,j}^k - T_{i,j}^k - \frac{\Delta x \cdot \alpha}{k} (T_{i,j}^k - T_{Fl}) \right) + \frac{T_{i,j-1}^k - 2T_{i,j}^k + T_{i,j+1}^k}{\Delta r^2} + \frac{T_{i,j+1}^k - T_{i,j}^k}{r \cdot \Delta r} \right] \quad (3.64)$$

Demnach ist die Bestimmung von k durch die instationäre Temperaturmessung an 7 Positionen innerhalb eines Probenkörpers bei bekanntem α und T_{Fl} möglich. Allerdings sind bei der praktischen Realisierung der notwendigen Randbedingung durch eine einseitige konvektive Prallstrahlkühlung der Wärmeübergangskoeffizient α sowie die Fluidtemperatur T_{Fl} nicht direkt messbar und müssen über empirische Korrelationen aus der Literatur [32, 52, 53, 64] bestimmt werden. Die erreichbare Genauigkeit der auf diesem Wege ermittelten Werte wird von den Autoren mit 5 bis 10% [53, 64] angegeben. Des Weiteren hängt die Genauigkeit hauptsächlich von der Übertragbarkeit der geometrischen Randbedingungen aus der Literatur auf die Bedingungen in der Versuchsanlage ab. Bei dem vorliegenden Versuchsaufbau wird der Prallstrahl durch das Keramikrohr eingegrenzt, während bei den Korrelationen aus der Literatur so genannte „freie“ Prallstrahlen berücksichtigt werden. Dennoch wurden exemplarisch Wärmeleitfähigkeiten auf diesem Weg ermittelt. Diese zeigten aber gegenüber den aus Messungen bekannten Werten Abweichungen von bis zu 70%. Deshalb wurde im Rahmen dieses Projektes lediglich die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit weiter verfolgt.

3.2.5.5 Theoretische Analyse

Basierend auf dem numerischen Ansatz, der in Abschnitt 3.2.5.4 beschrieben ist, wird der zweidimensionale Abkühlprozess anhand eines Probenkörpers mit bekannten thermischen Eigenschaften berechnet. Für den rotationssymmetrischen, zweidimensionalen Fall (Gleichung (3.33)) wird ein Probenzylinder mit einem Durchmesser von 60 mm und einer Höhe von 22 mm angenommen, der sich zum Zeitpunkt $t = t_0$ im thermischen Gleichgewicht befindet. Ausgehend von einer homogenen Anfangstemperaturverteilung wird der Probenkörper für Zeiten $t > t_0$ durch einen Prallstrahl auf der Probenunterseite konvektiv gekühlt. Der sich dabei ausbildende Wärmeübergangskoeffizient α wird im Anhang (3.2.6.3) explizit für die Versuchssparameter zur Leitfähigkeitsmessung über die Prallstrahltheorie nach Schlünder und Gnielinski [52] (Anhang 3.2.6.2) bestimmt und bildet für die theoretische Analyse die Randbedingung an der Probenunterseite. Die Probenoberfläche, die Mantelfläche sowie die axiale Symmetrieachse des Zylinders (vgl. Abschnitt 3.2.5.4) werden für die Berechnung als adiabate Ränder definiert, was im realen Versuchsbetrieb nur für kurze Messzeiten hinreichend erfüllt ist.

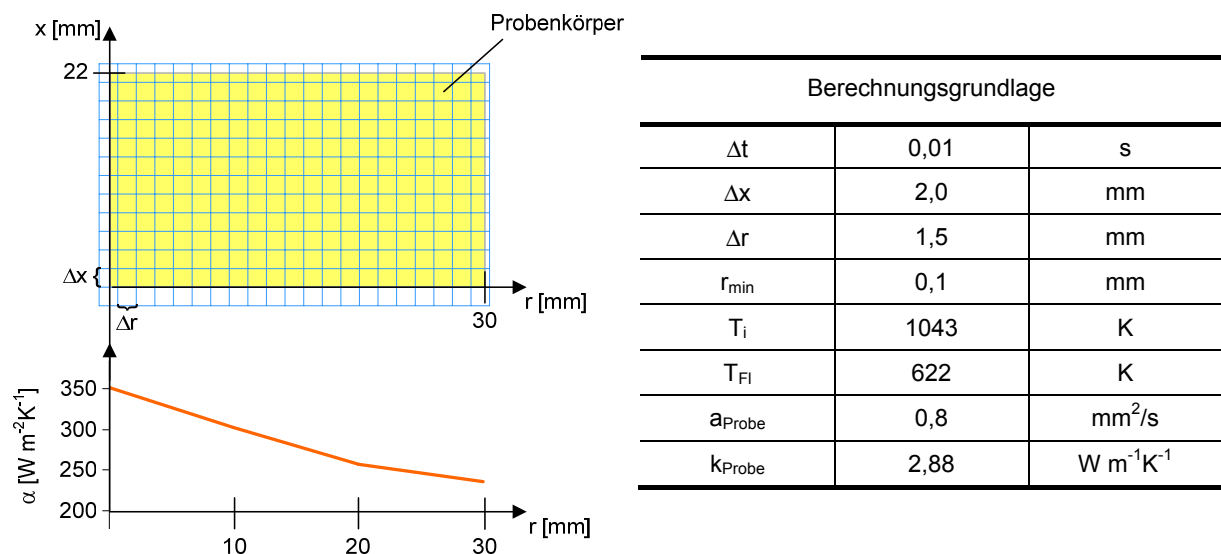


Abbildung 3.42: Ausgangsdaten zur Berechnung des Abkühlvorgangs

Die Ausgangsdaten für die Berechnung sind in Abbildung 3.42 zusammengefasst. Die berechneten zweidimensionalen Temperaturfelder für die ersten 30 s der Abkühlung sind in Abbildung 3.43 chronologisch dargestellt. Zur Darstellung sind die einseitig berechneten Temperaturfelder an der Symmetrieachse bei $r = 0$ gespiegelt, um den gesamten Probenquerschnitt zu erfassen. Zum Zeitpunkt $t = t_0$ herrscht im gesamten Probenkörper eine Temperatur von 1043 K.

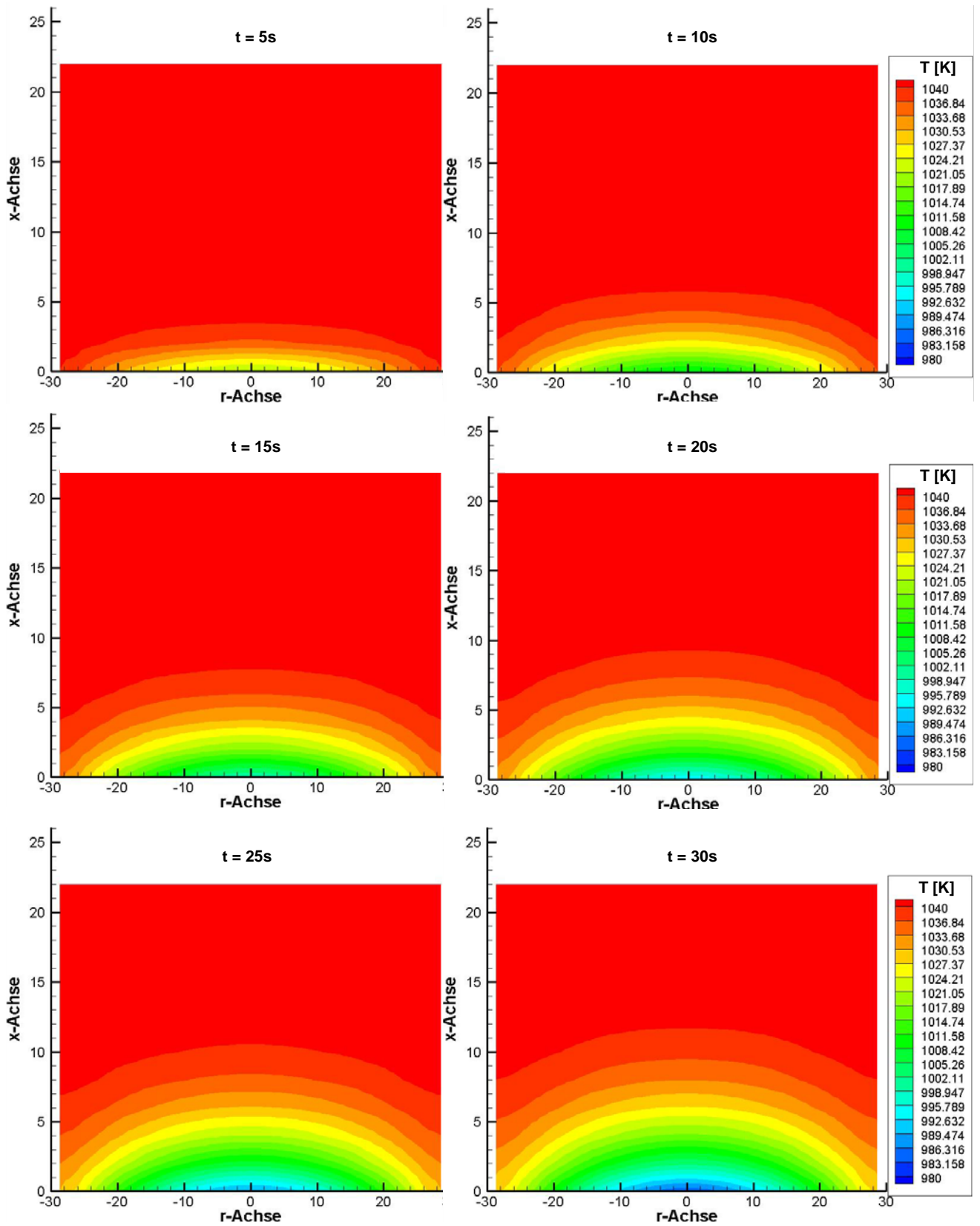


Abbildung 3.43: Zweidimensionaler Abkühlvorgang bis $t = 30s$

In den Diagrammen der Abbildung 3.43 ist die Ausbreitung der Temperaturfront innerhalb des Probenkörpers anhand der Isothermen deutlich zu erkennen. Als Folge der radialen Abnahme des Wärmeübergangskoeffizienten α als Randbedingung an der Probenunterseite bilden sich neben den axialen auch radiale Temperaturgradienten im Probenkörper aus. Auf der axialen Symmetrieachse im Bereich $-10 \text{ mm} < r < 10 \text{ mm}$ zeigen die Isothermen geringe radiale Gradienten, so dass der axiale Temperaturgradient auf der Symmetrieachse dominiert. Im Vergleich dazu treten in den Randbereichen der Probe ab einem Radius von $r = 14 \text{ mm}$ deutliche radiale Einflüsse auf, die in den Diagrammen durch die abfallenden Verläufe der Isothermen gekennzeichnet sind. Insgesamt ist der axiale Temperaturgradient gegenüber dem radialen deutlich größer. In dem Diagramm, das die Temperaturverteilung nach 20 s darstellt, resultiert bei $r = 0 \text{ mm}$ ein axialer Temperaturgradient von 50 K bei einer Tiefe von $x = 0 \text{ mm}$ bis $x = 10 \text{ mm}$. Für die gleiche geometrische Distanz in radialer Richtung von $r = 0 \text{ mm}$ bis $r = 10 \text{ mm}$ ergibt sich bei $x = 0 \text{ mm}$ der radiale Temperaturgradient zu 10 K. Dieser Zusammenhang beruht einerseits auf der Probengeometrie, da der thermische Widerstand in radialer Richtung mit Zunahme des Radius ansteigt, während der Widerstand in axialer Richtung konstant bleibt. Andererseits ist die konvektive Abkühlung und damit der Temperaturgradient in dem Probenkörper in axialer Richtung aufgrund der Wahl der Kühlfläche deutlich stärker ausgeprägt.

Insgesamt kann auf der Mittelachse bei $r = 0 \text{ mm}$ unter Vernachlässigung der geringen radialen Einflüsse von einer nahezu eindimensionalen Wärmeleitung ausgegangen werden. Diese radialen Einflüsse werden umso größer, je besser das Probenmaterial die Wärme leitet. Die aus dem berechneten zweidimensionalen Temperaturfeld (siehe Abbildung 3.43) abgeleitete, eindimensionale Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit auf der axialen Symmetrieachse führt - für eine typische Schlacke mit den Leitfähigkeiten $k = 2,88 \text{ W/(m K)}$ und $a = 0,8 \text{ mm}^2/\text{s}$ und unter den in Abbildung 3.42 getroffenen Annahmen - zu einem Ergebnis, das 5% unterhalb des für die Berechnung angenommenen Wertes für die Temperaturleitfähigkeit liegt. Bei einem Werkstoff wie Inconel Alloy 600 [83] mit höheren Leitfähigkeitswerten von $k = 25 \text{ W/(m K)}$ und $a = 5,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ wird bei eindimensionaler Auswertung ein um 11% niedrigerer Wert gegenüber der zweidimensionalen Lösung ermittelt. Bei den Leitfähigkeitsuntersuchungen von Schlacken und Ablagerungen wird zur Reduzierung des Messaufwandes bei der praktischen Ausführung der Messmethode die eindimensionale Wärmeleitung in axialer Richtung auf der Symmetrieachse betrachtet. Die Vernachlässigung der auftretenden radialen Wärmeflüsse führt in den Messungen zu einem systematischen Fehler, der abhängig von den Leitfähigkeitseigenschaften des Probenmaterials ist und für Schlacken in der Größenordnung von 5% liegt. Die explizite Korrektur dieser systematischen Abweichung ist grundsätzlich möglich, wurde in diesem Projekt aber nicht durchgeführt. Für eine quantitative Bestimmung eines Korrekturfaktors muss der exakte zeitliche Verlauf des abgeführten Wärme-

stroms, letztendlich definiert durch den Wärmeübergangskoeffizienten α und die Fluidtemperatur T_{Fl} , bekannt sein. Auf die Schwierigkeiten bei der Bestimmung dieser Größen wird in Abschnitt 3.2.5.4 und im Anhang eingegangen.

3.2.5.6 Aufbau und Messmethode

Der Messaufbau zur Leitfähigkeitsuntersuchung ist in die Erwärmungseinrichtung des Strahlungsversuchsstandes, der in Abschnitt 3.2.4 beschrieben ist, integriert. Der sich ergebene Aufbau ist in Abbildung 3.44 dargestellt. Aufgrund der apparativen Bedingungen des Versuchsaufbaus (Heizofen) und zur Umsetzung einer symmetrischen Abkühlung durch den Prallstrahl, wurde eine zylindrische Probenform gewählt.

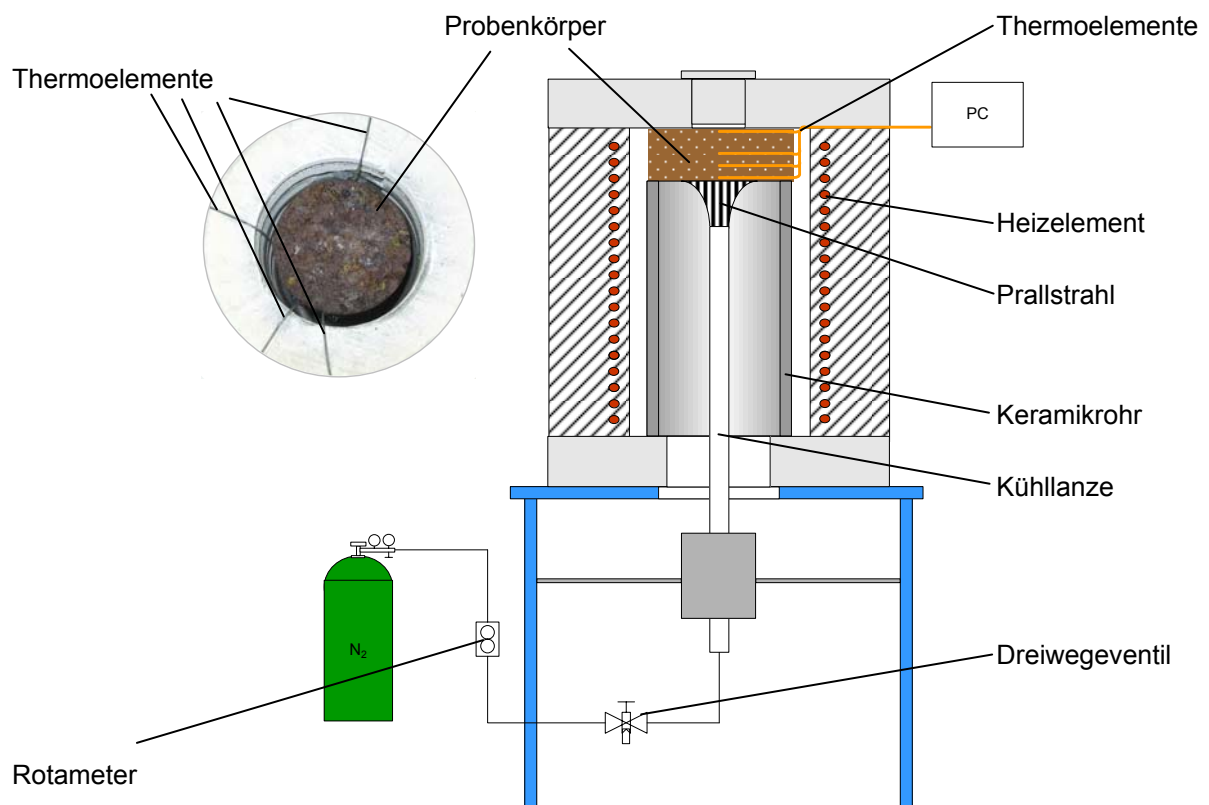
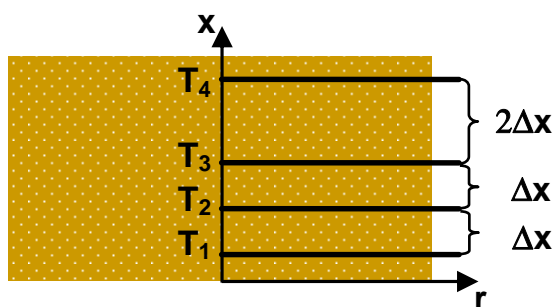


Abbildung 3.44: Schematischer Aufbau zur Leitfähigkeitsbestimmung

Die festen Proben in Form von zylindrischen Scheiben mit einem Durchmesser von ca. 55 bis 65 mm und einer Höhe von ca. 24 mm liegen auf einem Keramikrohr innerhalb des Heizelementes auf. Das Heizelement erhitzt und regelt die Proben auf Messtemperatur und ist - wie zuvor beschrieben- an den Stirnseiten mit Isolationsscheiben zur Vermeidung von Wärmeverlusten abgedeckt. Für die Leitfähigkeitsmessungen wird der optische Zugang in der oberen Isolierung mit einem Isolationstopfen ausgefüllt, um ein annähernd homogenes Anfangstem-

peraturprofil im Probenkörper einzustellen. Das Temperaturprofil wird auf der Probenmittelachse in axialer Richtung an vier definierten Stellen mit Thermoelementen gemessen. Die eingesetzten Thermoelemente werden durch Nuten zwischen der oberen Isolationsscheibe und der Heizelementisolation aus dem Reaktor zur Messwerterfassung geführt (Abbildung 3.44). Zur Erzeugung eines Temperaturgradienten in der gleichmäßig temperierten Probe wird an der Probenunterseite zum Zeitpunkt $t = t_0$ ein Gasstrom mit einer Temperatur $T_{F1} < T_{Probe}$ zur lokalen Kühlung über eine auf der Mittelachse des Keramikrohres positionierte Lanze geleitet. Die Lanze mit einem Innendurchmesser von 10 mm befindet sich im Abstand von 25 mm zur Probenunterseite. Der Volumenstrom \dot{V}_{F1} des zur Kühlung eingesetzten Gases wird über ein Rotameter in einer Bypassleitung eingestellt und zum Zeitpunkt $t = t_0$ über einen Dreiweghahn manuell in die Kühllanze geleitet. Als Kühlmedium wird das Inertgas Stickstoff eingesetzt.

Die sich an der Probenunterseite ausbildende konvektive Prallstrahlkühlung (siehe Abschnitt 3.2.6.2) initiiert einen Wärmefluss innerhalb der Probe, der entsprechend der Leitfähigkeit des Probenkörpers zu charakteristischen Temperaturprofilen führt. Durch die zeitlichen Messungen des axialen Temperaturprofils während des Abkühlvorganges an diskreten Stellen kann die Wärmeleitungsgleichung (Gleichung (3.33)) auf Basis des numerischen Ansatzes aus Abschnitt 3.2.5.4 gelöst werden. Die Temperaturleitfähigkeit wird dann für die eindimensionale, axiale Wärmeleitung durch die Temperaturmessung an drei Positionen mit äquidistanten Abständen Δx innerhalb der Probe bei einem Zeitintervall $\Delta t = t_{k+1} - t_k$ bestimmt (siehe Abbildung 3.45).



$$a_{\text{eff}} = \frac{\Delta x^2}{\Delta t} \cdot \frac{T_i^{k+1} - T_i^k}{T_{i-1}^k - 2 \cdot T_i^k + T_{i+1}^k} \quad (3.65)$$

$$= \frac{\Delta x^2}{\Delta t} \cdot \frac{T_2(t_{k+1}) - T_2(t_k)}{T_1(t_k) - 2 \cdot T_2(t_k) + T_3(t_k)}$$

Abbildung 3.45: Schema der absoluten Temperaturleitfähigkeitsbestimmung

Bei dem vorliegenden Messprinzip werden zur Leitfähigkeitsbestimmung, wie Abbildung 3.45 zeigt, insgesamt vier Temperaturmessstellen eingesetzt, von denen allerdings für die Bestimmung nur drei Temperaturstellen in einer Achse und auf drei Messebenen notwendig sind. Die Temperaturmessung erfolgt durch Mantelthermoelemente des Typs K mit einem

Durchmesser von 1 mm, welche in radial verteilten und bis zur Zylinderachse reichenden Bohrungen mit einem Durchmesser von 1,1 mm eingebaut sind. Die Thermoelementmessstellen T_1 und T_4 befinden sich möglichst nahe an den Randflächen des Probenkörpers. Je nach Probenmaterial können die Abstände zum Rand durch die Probenpräparation zwischen 2 und 4 mm variieren. Ein weiteres Thermoelement (T_3) wird auf der radialen Symmetrieachse des zylindrischen Probenkörpers angeordnet ($x = 12$ mm). Das Thermoelement T_2 wird mittig zwischen dem unteren Thermoelement T_1 (bei $x = 2 - 4$ mm) und dem auf der Symmetrieachsen positionierten T_3 ($x = 12$ mm) eingebaut. So resultieren in Abhängigkeit der Randpositionen des unteren Thermoelementes (T_1) äquidistante Abstände Δx von 4 bis 6 mm zwischen den Thermoelementen T_1 bis T_3 , die zur Bestimmung der Leitfähigkeit eingesetzt werden. Das Thermoelement T_4 dient lediglich der Überprüfung der adiabaten Randbedingung am oberen Probenrand während des Abkühlprozesses.

Zur Lösung des bei der Messung vorliegenden Wärmeleitproblems werden konstante Temperaturen auf den Rändern vorausgesetzt, wie sie zum Zeitpunkt $t = t_0$ vorherrschen und je nach Materialeigenschaften für eine entsprechend kurze Messdauer ($t < 60$ s) nahezu erfüllt bleiben. Die Wärmeausbreitung ist primär von den thermischen Eigenschaften des Materials abhängig. Bei niedrigen Leitfähigkeiten breitet sich die durch die Kühlung initiierte Temperaturfront innerhalb des Mediums langsamer als bei Materialien mit hohen Leitfähigkeiten. Die Wärmefront führt mit dem Erreichen der Probengrenzen zu einer kontinuierlichen Temperaturänderung auf den Rändern und somit zu zeitlich veränderlichen Randbedingungen. Zeitlich veränderliche Randbedingungen wiederum komplizieren die Lösung des vorliegenden Wärmeleitproblems um einen weiteren zeitabhängigen Parameter. Bei Temperaturänderungen auf dem Rand entstammt die durch den Prallstrahl abgeführte Wärme nicht mehr allein aus dem Probenkörper, sondern ist den über die Ränder zugeführten Wärmeflüssen zeitabhängig überlagert. Der dann messbare Temperaturgradient weist keine direkte Proportionalität zur Temperaturleitfähigkeit des Körpers auf. Der Betrag und die Richtung dieser zusätzlichen Wärmeflüsse sind messtechnisch aufgrund der zeitlichen Abhängigkeit kaum eindeutig erfassbar. Über die Temperaturmessung bei T_4 kann der Fortschritt der initiierten Temperaturfront erfasst werden. Bei einer signifikanten Temperaturänderung von T_4 um ca. 1% erreicht die Temperaturfront den oberen Probenrand und die Randbedingungen gelten als nicht mehr erfüllt. Dies gilt auch für die Randbedingung auf der Mantelfläche des Körpers, die aufgrund der Wahl der geometrischen Probenabmaße mit einem Verhältnis von Durchmesser zu Höhe von größer als 2 nahezu zeitgleich als nicht erfüllt gilt.

3.2.5.7 Messauswertung

Über die Gleichung (3.65) aus Abbildung 3.45 kann die Temperaturleitfähigkeit allein aus den zeitlichen Temperaturverläufen des Abkühlvorganges und den geometrischen Abständen der Temperaturmessstellen ermittelt werden. Die Temperaturen werden über Thermoelemente mit einer Abtastrate von 0,7 s gemessen. In Abbildung 3.46 sind exemplarisch für einen realen Messfall bei einem Anfangstemperaturniveau von ca. 1000°C die Abkühlverläufe der vier Thermoelemente gezeigt.

Vor der Messung - zu Zeiten $t < t_0$ - nehmen die Temperaturen von T_1 an der Probenunterseite bis zu T_4 an der Probenoberseite kontinuierlich ab, so dass im gesamten Probenkörper ein axialer Temperaturgradient von ca. 10K herrscht. Zwischen den Thermoelementen T_1 bis T_3 stellt sich ein Gradient von ca. 5K ein. Dieser axiale Temperaturgradient resultiert aus Wärmeverlusten einerseits durch den Aufbau des Heizofens, dessen Heizwendeln im Bereich der Probe auslaufen, und andererseits durch die eingesetzten Isolationen. Unmittelbar mit Beginn der Prallstrahlkühlung an der Probenunterseite fällt die Temperatur an der Messstelle T_1 . Nach einer Verzögerung von ca. 5 s erreicht die initiierte Temperaturfront die Messstelle T_2 , die nach weiteren ca. 5 s auf das Temperaturniveau von T_3 abkühlt. Die in der Probe fortschreitende Temperaturfront bewirkt dann nach insgesamt 14 s eine Temperaturabnahme von T_3 . Eine messbare Temperaturabnahme von T_4 ist nach einer Abkühldauer von ca. 40 s zu erkennen. Nach 60 s konvektiver Wärmeabfuhr an der Probenunterseite ist T_1 im Ganzen um ca. 155K abgekühlt, während die Temperaturen T_2 um ca. 84K und T_3 um 37K gefallen sind. Die Temperatur T_4 zeigt eine Änderung von 8,5K, die - bezogen auf die Temperatur zum Zeitpunkt t_0 - einem Abfall von ca. 0,9% entspricht.

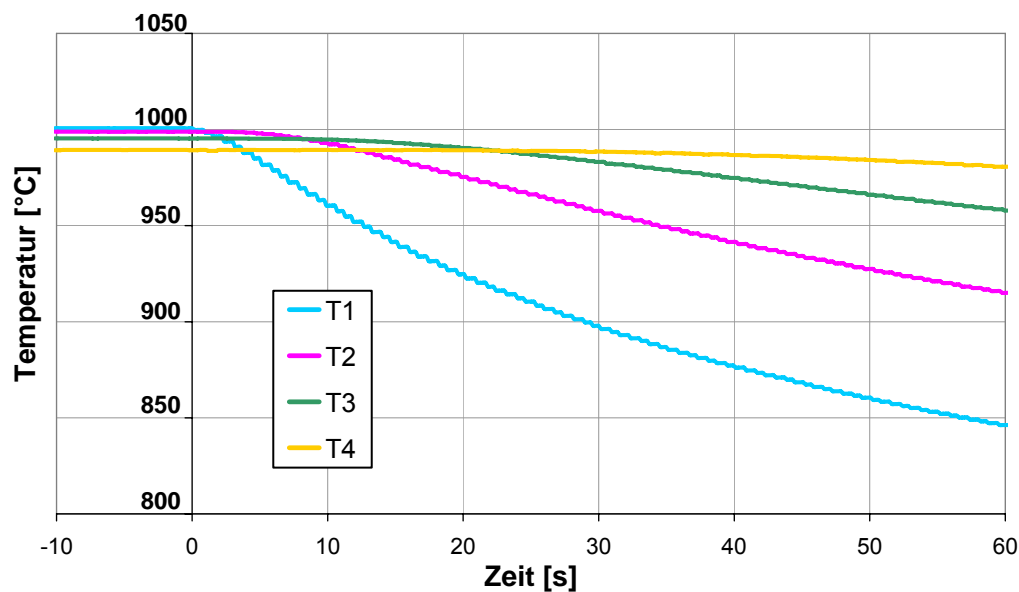


Abbildung 3.46: Temperaturverläufe mit Beginn des Abkühlvorgangs bei t_0

Für den Abkühlungsprozess können ab dem Zeitpunkt t_0 für die Zeitintervalle Δt von 0,5 s, 1,0 s und 1,5 s die effektiven Temperaturleitfähigkeiten a_{eff} nach Gleichung (3.65) bestimmt werden. Innerhalb der Messdauer von 60 s ergeben sich so für jedes dieser Zeitintervalle messzeitabhängige Temperaturleitfähigkeiten. Die basierend auf den gemessenen Temperaturen aus Abbildung 3.46 berechneten zeitlichen Verläufe der Temperaturleitfähigkeiten sind in Abbildung 3.47 dargestellt. Zum Vergleich ist der vom DIFK Bonn ermittelte Wert als Referenz eingezeichnet.

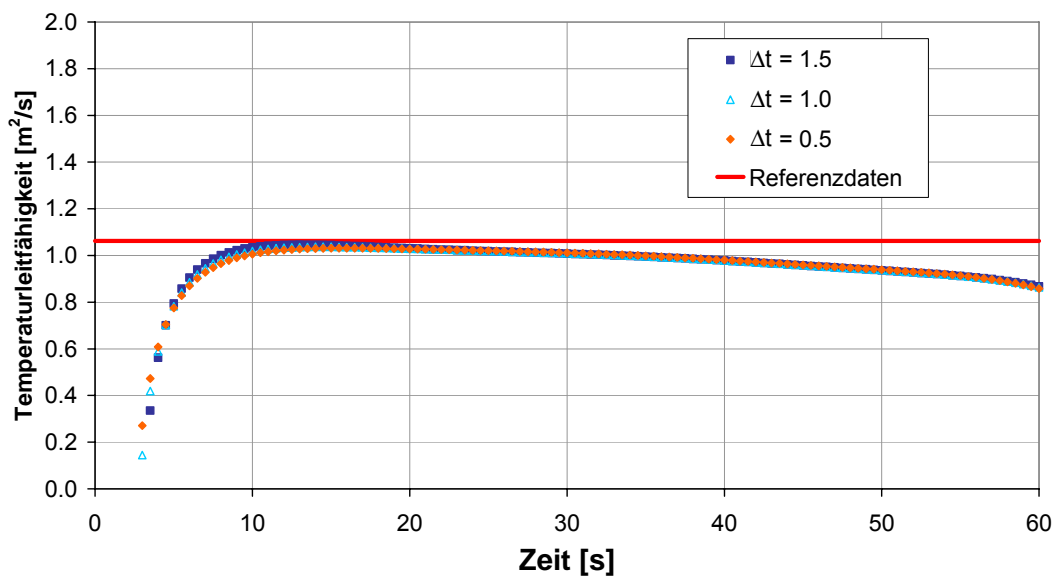


Abbildung 3.47: Ermittelte Temperaturleitfähigkeiten als Funktion der Abkühldauer

Der Verlauf der ermittelten Temperaturleitfähigkeiten für die einzelnen Zeitschritte Δt beschreiben nach kurzer Abkühldauer ein lokales Maximum. Beginnend bei Werten von $-\infty$ wird ein Maximalwert im Bereich zwischen 10 s und 15 s erreicht. Nach Erreichen dieses Maximums nehmen die gemessenen Temperaturleitfähigkeiten kontinuierlich mit Fortschreiten der Messzeit ab. Nach ca. 55 s ist ein weiterer stärkerer Abfall der gemessenen Temperaturleitfähigkeit erkennbar.

Zu Beginn der Messung im Bereich unter 10 s hat die initiierte Temperaturfront noch nicht jede für die Leitfähigkeitsbestimmung relevante Temperaturmessstelle erreicht. Durch den negativen Temperaturgradienten zum Zeitpunkt t_0 ergeben sich nach Gleichung (3.65) für Zeiten unter 3 s negative Temperaturleitfähigkeiten. Erst wenn die Temperatur T_1 die Temperaturen T_2 und T_3 unterschreitet (vgl. Abbildung 3.46), werden die dann berechneten Temperaturleitfähigkeiten positiv. Nach 10 s unterschreitet die Temperatur T_2 das Temperaturniveau von T_3 . Im Messabschnitt zwischen 10 s und 15 s, in dem sich ein Maximalwert der Temperaturleitfähigkeit einstellt, erreicht die Temperaturfront im Probenkörper das Thermoelement T_3

und ein leichter Temperaturabfall von T_3 wird messbar. Zum Zeitpunkt des ersten messbaren Temperaturabfalls bei T_3 ist der Probenbereich T_1 bis T_3 vom Abkühlungsprozess vollständig erfasst. Damit ist der ideale Messzeitpunkt zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit, an dem die Randbedingungen des vorliegenden Wärmeleitproblems noch erfüllt sind, erreicht. Bei fortschreitender Messdauer nehmen radiale Wärmeströme innerhalb der Probe vermehrt Einfluss auf die genaue Messbarkeit der Leitfähigkeit nach dem hier verwendeten Prinzip. Dieser zunehmende Einfluss wird durch den Abfall der ermittelten Temperaturleitfähigkeiten in Abbildung 3.47 deutlich. Mit dem Erreichen einer Messzeit von 55 s hat die eingeleitete Temperaturfront die Randbereiche der Probe erfasst, so dass die Randbedingungen als nicht mehr erfüllt gelten.

Für die messtechnische Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit resultiert eine optimale Messzeit, die abhängig von den Leitfähigkeitseigenschaften der Probe ist. Diese materialspezifische Messzeit wird erreicht, wenn die initiierte Temperaturfront bei der Temperaturmessstelle T_3 ankommt und sich ein lokales Maximum in dem zeitabhängigen Verlauf der ermittelten Temperaturleitfähigkeiten bildet. Daher werden bei den Messungen die zeitabhängigen Verläufe der Temperaturleitfähigkeit analog Abbildung 3.47 berechnet und das sich ausbildende Maximum als Messwert bestimmt. Die sich ergebene Temperaturleitfähigkeit wird schließlich der gemittelten Temperatur über den gesamten Probenkörper zugeordnet.

3.2.5.8 Probenpräparation zur Leitfähigkeitsbestimmung

Mit dem Ziel Leitfähigkeitsuntersuchungen in die Apparatur zur Strahlungsmessung zu integrieren, lag die zylindrische Probenform aufgrund des verwendeten zylindrischen Heizofens fest. Um den Heizraum mit einem Durchmesser von 80 mm optimal zu nutzen, wurde der Probendurchmesser auf 60 bis 65 mm festgelegt. Neben fertigungstechnischen Gründen muss zur Messung einer ausreichenden und gut auflösbaren ein Mindestabstand von 3-4 mm zwischen den einzelnen Thermoelementen eingehalten werden. Durch die Wahl einer geeigneten Probengeometrie kann die Erfüllung der Randbedingungen bei eindimensionaler Wärmeleitung unterstützt werden. Deswegen weisen Proben bei den in der Regel eindimensionalen Messmethoden in Messrichtung eine geringere Ausdehnung gegenüber allen anderen Richtungen auf. Dieser Dimensionsunterschied muss bei Proben mit schlechten Leitfähigkeitseigenschaften deutlich ausgeprägter ausfallen als bei Materialien mit guten Leitfähigkeiten. Da Kohleaschen, Oxidmischungen, Schlacken sowie Gläser und Beläge je nach Literaturangabe über geringe Wärmeleitfähigkeiten im Bereich von $k = 0,015$ bis $k = 15 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [84, 85] und über geringe Temperaturleitfähigkeiten von $a = 0,3$ bis $a = 2,5 \text{ [mm}^2\text{/s]}$ [30, 37, 73] verfügen, muss die Dimension der Messrichtung entsprechend klein gegenüber den anderen Richtungen ausfallen. Aus den genannten Gründen, Mindestabstand der Thermoelemente auf der einen

Seite und großes Durchmesser zu Höhenverhältnis auf der anderen Seite, wurde eine Probenhöhe von 24 mm gewählt.

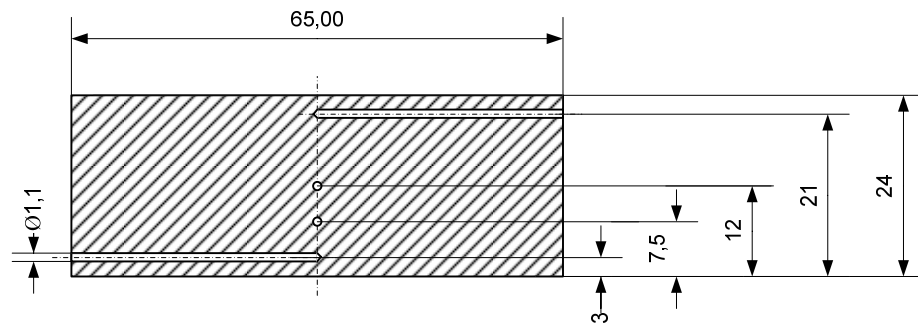


Abbildung 3.48: Probengeometrie für Messungen der Temperaturleitfähigkeit

Aus dem festen Rohmaterial wird mit einer Hohlbohrkrone ein Zylinder mit einem Durchmesser von ca. 65 mm gebohrt und mit einer Diamantsäge auf die erforderliche Dicke von 24 mm gesägt. In die Probe werden für die Messung des axialen Temperaturprofils mit Thermoelementen vier radiale Bohrungen mit einem Durchmesser von 1,1 mm und mit einer Länge bis zur Zylinderachse (32,5 mm) gebohrt. Abhängig vom Rohmaterial der Probe variieren diese Abstände zwischen 2 und 4 mm. Bei zu geringem Randabstand und sehr porösen Materialien kann im eingebauten Zustand der Kopf des Thermoelementes nicht vollständig vom Material umschlossen sein. Eine Temperaturmessung innerhalb des Probenkörpers ist dann so nicht möglich und führt zu erheblichen Messfehlern bei der Leitfähigkeitsbestimmung. Falls auf der zentralen Probenoberfläche derartige Poren erkennbar sind, wird der Bohrabstand entsprechend größer gewählt. Das dritte Thermoelement wird in eine Bohrung, die sich auf der radialen Symmetrieachse der Proben befindet, eingebaut. Für das vierte Thermoelement wird die Bohrung genau mittig zwischen einer Randbohrung und der Bohrung auf der radialen Symmetrieachse gesetzt, so dass sich zwischen drei Thermoelement-Positionen äquidistante Abstände Δx ergeben (vgl. Abbildung 3.48). Pulverförmige Ausgangsstoffe können auf diese Weise nur im versinterten Zustand präpariert und schließlich untersucht werden.

3.2.5.9 Temperaturleitfähigkeit

Der Probenumfang für die Untersuchungen der Temperaturleitfähigkeit ist bestimmt durch die Präparierbarkeit der Ausgangsmaterialien. An metallischen Werkstoffen kann die Probenpräparation grundsätzlich sehr genau erfolgen. Für den Werkstoff Inconel Alloy 600 liegen umfangreiche, temperaturabhängige Daten des NPL [83] über die thermophysikalischen Stoffeigenschaften vor, so dass zur ersten Einschätzung der Messmethode vergleichende Messungen an diesem Material durchgeführt wurden. Allerdings weisen Aschen und Ablagerungen zum Teil deutlich niedrigere Temperaturleitfähigkeiten auf [30, 37, 73]. Daher wurden zur umfangreichen Validierung der Messmethode Materialien mit vergleichbaren thermischen Eigenschaften eingesetzt. Das Deutsche Institut für Feuerfest und Keramik (DIFK) in Bonn stellte zu diesem Zweck verschiedene Feuerfestmaterialien zur Verfügung, aus denen drei Probenkörper für die Leitfähigkeitsuntersuchungen präpariert werden konnten. Die entsprechenden Temperaturleitfähigkeiten wurden zuvor vom Institut mit der Heizdrahtmethode oder dem Plattenverfahren untersucht und dienen bei der Validierung als Referenzwerte. Zur weiteren Validierung wurden an diesen Proben Laser-Flash Untersuchungen am Institut für Werkstoffanwendung im Maschinenbau der RWTH Aachen durchgeführt.



Abbildung 3.49: Präparierung von Ablagerungsproben

Nach der Validierung der entwickelten Messmethode sollten die Temperaturleitfähigkeiten von Ablagerungen und Aschen ermittelt werden. Ablagerungen, die in der Regel sehr heterogene Strukturen mit Poren von bis zu 1 mm oder auch größer aufweisen können, konnten nur in zwei Fällen präpariert werden. Bei den anderen zur Verfügung stehenden Ablagerungen konnte die Präparation gar nicht durchgeführt werden, da das Ausgangsmaterial entweder in einem zu begrenzten Umfang vorlag oder unter dem mechanischen Einfluss bei den Bohrungen zerbrach. Darüber hinaus konnten bei einigen Ablagerungen durch die zerklüftete Struktur oder aufgrund von sehr großen Hohlräumen keine Bohrungen für die Thermolemente erfolgen. Einige dieser Präparationsversuche sind zur Veranschaulichung in Abbildung 3.49 dargestellt.

Neben den zwei Ablagerungen wurde aus einer versinterten Brennstoffasche ein weiterer Probenkörper präpariert. In Tabelle 3.3 sind die Proben aufgelistet, an denen im Rahmen des Projektes die Temperaturleitfähigkeit experimentell bestimmt wurde.

Tabelle 3.3: Messproben der Leitfähigkeitsuntersuchungen

Probe		Herkunft
Inconel Alloy 600	Nickel-Chrom-Legierung	Bibus Metals GmbH
AL100	Feuerfestmaterial	DIFK Bonn
Schamotte	Feuerfestmaterial	DIFK Bonn
Mullit	Feuerfestmaterial	DIFK Bonn
KW-Ablagerungen 1	Feuerraum	RWE-Power
KW-Ablagerungen 2	1.Heizfläche	RWE-Power
Duiker	Gesinterte Brennstoffasche	Laborveraschung LEAT

In den folgenden Abbildungen Abbildung 3.50 bis Abbildung 3.53 sind die Temperaturleitfähigkeiten der untersuchten Materialien als Funktion der Temperatur aufgeführt. Zum Vergleich der Messwerte sind bei den entsprechenden Proben die Literaturwerte oder die Werte der Referenzmessungen vom DIFK und der RWTH ebenfalls dargestellt.

Die Abbildung 3.50 zeigt die am LEAT gemessenen Temperaturleitfähigkeiten der Inconel 600 Probe im Vergleich zu Daten des National Physical Laboratory U.K. (NPL) [83]. Die Leitfähigkeit der Inconel Probe nimmt mit steigender Temperatur zu. Der temperaturabhängige Gradient der gemessenen Werte stimmt mit dem der Literaturwerten gut überein. Zusätzlich sind bei den Messwerten des LEAT Fehlerbalken von 15% eingezeichnet, die die durch-

schnittliche Abweichung zu den Literaturwerten widerspiegeln. Diese messbaren Abweichungen resultieren primär aus der Messmethode, bei der die reine axiale Temperaturentwicklung ausgewertet wird und die radialen Wärmeströme unberücksichtigt bleiben. Diese Abweichung nach unten war aufgrund des systematischen Fehlers zu erwarten. Die Größe dieses Einflusses und damit der Messfehler sind von den Materialeigenschaften abhängig und nehmen mit höheren Leitfähigkeiten zu (vgl. Abschnitt 3.2.5.5).

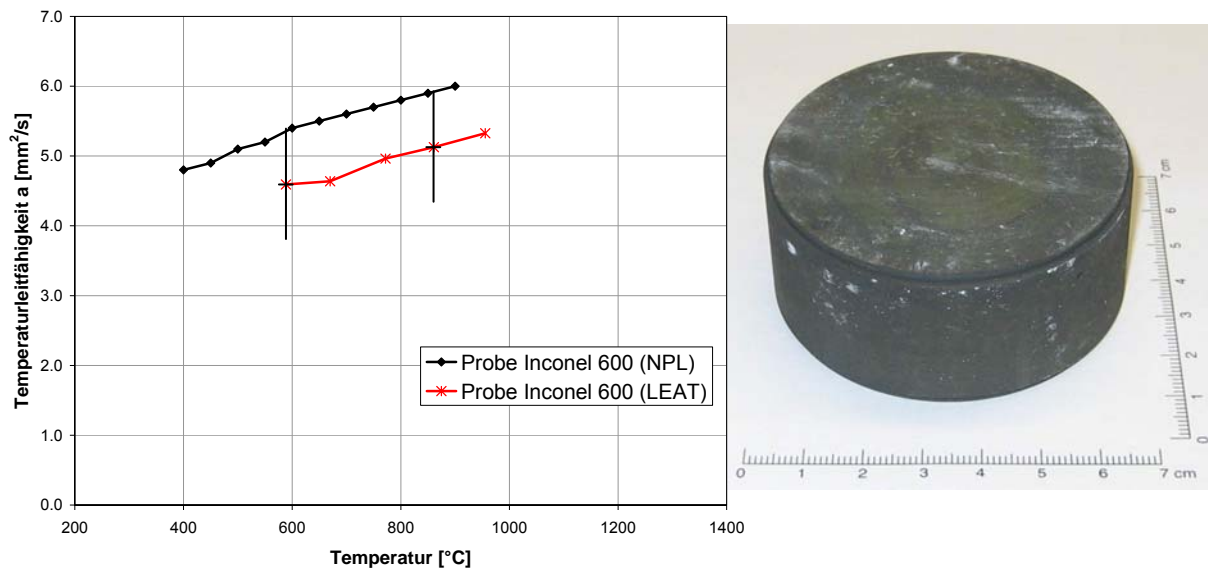


Abbildung 3.50: Temperaturleitfähigkeit a [mm^2/s] von Inconel 600 [83, 86]

Die Messungen des Feuerfeststeins AL100 in Abbildung 3.51 bestätigen die Abhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit von der Temperatur gegenüber den bekannten Werten vom DIFK und der RWTH und zeigen mit dem Anstieg der Messtemperatur sinkende Werte. Auch in diesem Diagramm entsprechen die eingezeichneten Fehlerbalken einer Abweichung von 15% bezogen auf den Messwert des LEAT. Im niedrigen Temperaturbereich werden deutliche Unterschiede zwischen den einzelnen Messungen erkennbar. Während hier die Messwerte des LEAT mit denen der RWTH nahezu übereinstimmen, liegt der Messwert vom DIFK um ca. 50% oberhalb der anderen. Bei höheren Temperaturen nähern sich die Messwerte aneinander an, so dass sie bei ca. 900°C innerhalb des Fehlerbalkens liegen. Bei ca. 600°C stimmt die Messung des LEAT mit der der RWTH sehr gut überein. Dagegen wird bei 1000°C der Messwert des LEAT durch die Messung des DIFK bestätigt.

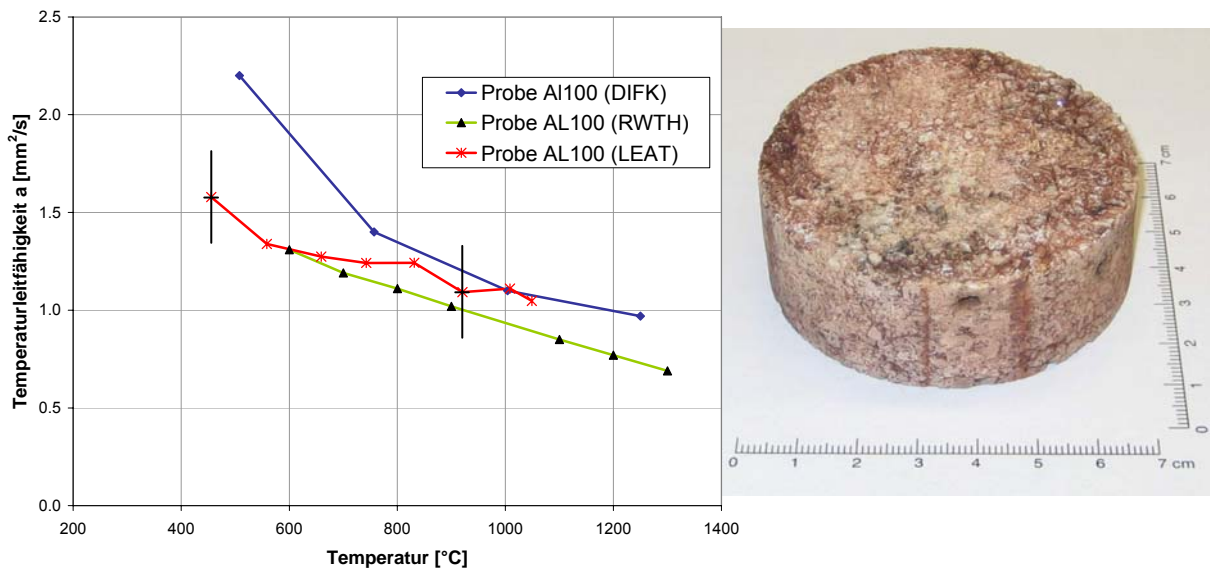


Abbildung 3.51: Temperaturleitfähigkeit a [mm²/s] von AL100

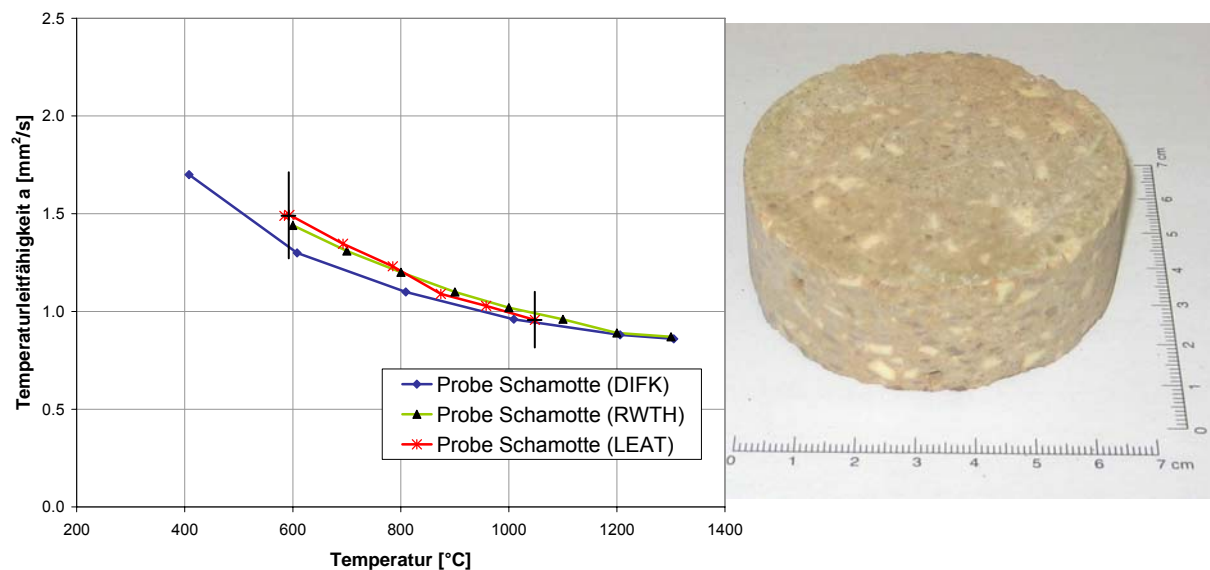


Abbildung 3.52: Temperaturleitfähigkeit a [mm²/s] von Schamotte

In Abbildung 3.52 sind die Temperaturleitfähigkeiten der Schamotte Probe über den Bereich von 400 bis 1300°C dargestellt und zeigen im Gesamtvergleich die größte Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Gegenmessungen. Auch hier sinkt die Temperaturleitfähigkeit mit steigender Proben temperatur. Entsprechend den eingezeichneten Fehlerbalken liegen die Abweichungen der Messwerte unter 15% und nehmen bis Temperaturen von 1000°C kontinuierlich auf unter 5% ab.

Die gemessenen Temperaturleitfähigkeiten der Mullit Probe sind in Abbildung 3.53 graphisch dargestellt. Die Messungen des LEAT und des DIFK zeigen im vorliegenden Messbereich eine annähernd temperaturunabhängige Leitfähigkeit. Die gemessenen Leitfähigkeiten liegen bei Werten um $0,7 \text{ mm}^2/\text{s}$, während die vom DIFK bei Werten um $0,8 \text{ mm}^2/\text{s}$ verlaufen. Dagegen zeigen die Ergebnisse der Gegenmessung von der RWTH einen kontinuierlichen Abfall der Temperaturleitfähigkeit von $0,74 \text{ mm}^2/\text{s}$ bei 600°C auf Werte von $0,56 \text{ mm}^2/\text{s}$ bei 1000°C . Im Temperaturbereich von 600 bis ca. 850°C weisen die Messergebnisse gute Übereinstimmungen auf. Insgesamt liegen die Temperaturleitfähigkeiten, die mit der neu entwickelten Methode am LEAT bestimmt wurden, zwischen den Messwerten, die mit den etablierten Standardverfahren der RWTH und des DIFK ermittelt wurden.

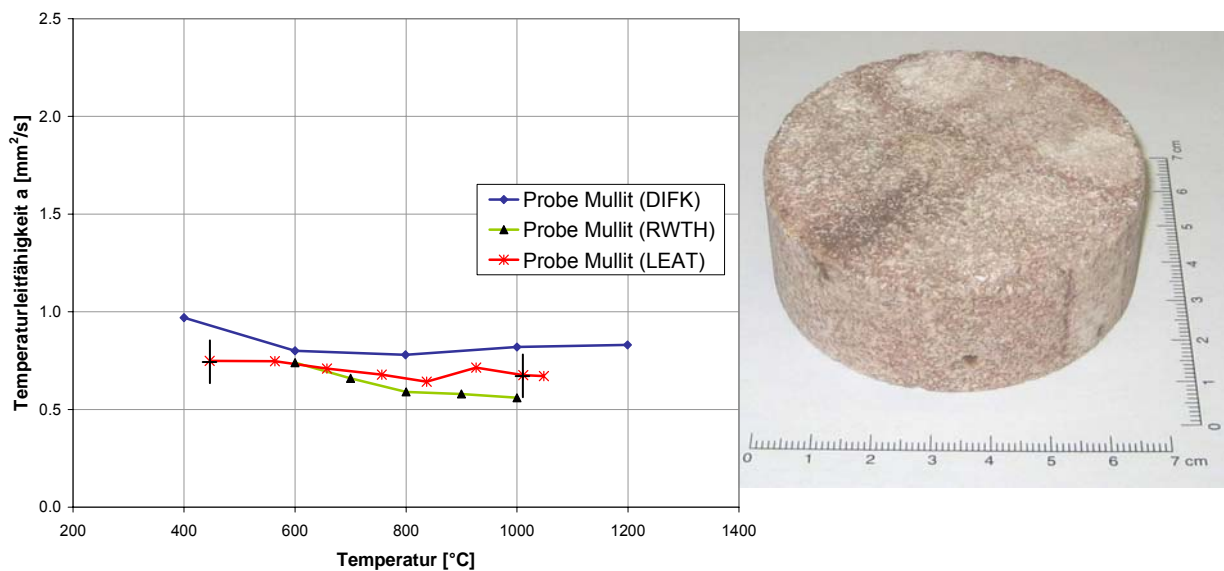


Abbildung 3.53: Temperaturleitfähigkeit a [mm^2/s] von Mullit

Die Untersuchungen der Temperaturleitfähigkeiten der Kraftwerksablagerungen 1 und 2 sowie der gesinterten Brennstoffasche (BrA) der Kohle Duiker sind in Abbildung 3.55 bis Abbildung 3.57 dargestellt. Die entsprechenden Element- und Mineralphasenzusammensetzungen dieser Proben sind in Tabelle 3.4 zusammengefasst. Zur weiteren Charakterisierung der Probenstruktur wurden neben der Porositätsbestimmung mittels Quecksilberporosimetrie Dünnschliffe des jeweiligen Messquerschnitts der einzelnen Proben erstellt. Die Schliffbilder sind als Gesamtaufnahmen in Abbildung 3.54 dargestellt.

Tabelle 3.4: Element- und Mineralphasenzusammensetzung

Elementzusammensetzung				Mineralphasenzusammensetzung			
	[Gew.-%]				[Gew.-%]		
Probe	Ablagerung 1	Ablagerung 2	Duiker	Probe	Ablagerung 1	Ablagerung 2	Duiker
SiO ₂	64.7	36.1	43.9	Quarz (SiO ₂)	36	-	5
Fe ₂ O ₃	8.2	13.5	4.8	Cristobalit (SiO ₂)	4	-	-
Al ₂ O ₃	1.5	5.3	25.8	Tridymit (SiO ₂)	7	-	-
CaO	18.8	30.1	11.4	Augit (Ca(Mg,Fe)Si ₂ O ₆)	26	41	-
MgO	5.4	12.2	1.6	Akermanit (Ca ₂ Mg(Si ₂ O ₇))	-	55	-
Na ₂ O	0.8	2.7	0.24	Magnetit (Fe ₃ O ₄)	-	4	-
K ₂ O	0.2	0.3	0.8	Wollastonit (CaSiO ₃)	27	-	-
SO ₃	0.7	0.3	7.9	Anorthit (CaAl ₂ Si ₂ O ₈)	-	-	68
MnO	0.1	0.7	0.1	Mullit (Al ₆ Si ₂ O ₁₃)	-	-	17
BaO	0.3	0.2	0.2	Cordierit (Mg ₂ Al ₄ Si ₂ O ₁₈)	-	-	10
TiO ₂	0.2	0.3	1.5				
P ₂ O ₅	0.2	0.2	1.5				

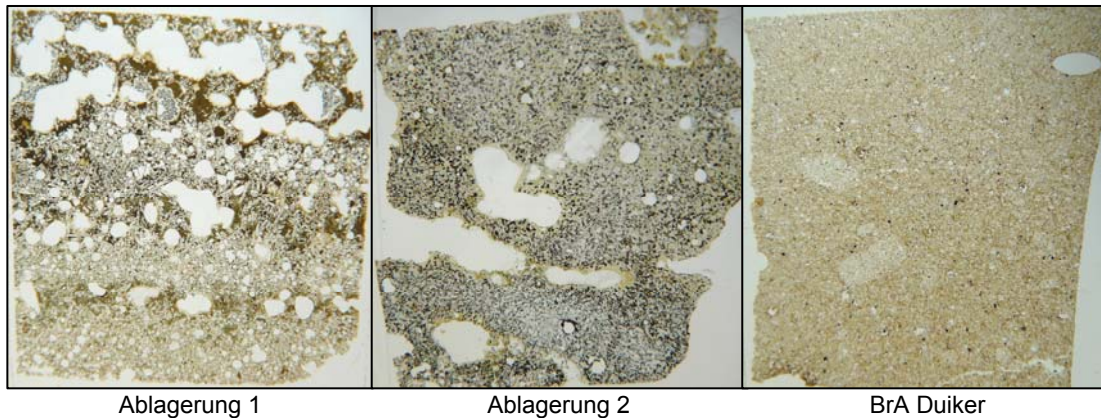


Abbildung 3.54: Makrofotographien der Dünnschliffe

Die Kraftwerksablagerung 1 stammt aus dem Bereich des Feuerraumes. Die Elementanalyse zeigt, dass das Material einen sehr hohen SiO₂-Anteil mit 65 Gew.-% aufweist. Weitere elementare Hauptbestandteile sind CaO mit 19 Gew.-% und Fe₂O₃ mit 8 Gew.-%. Dies spiegelt sich auch in der Zusammensetzung der wesentlichen Mineralphasen wider, in denen das SiO₂ als Quarz, Cristobalit und Tridymit auftreten. Die Eisen- und Calcium-Anteile liegen in Form von Augit und eisenhaltigem Wollastonit vor.

Die gemessenen Temperaturleitfähigkeiten der Ablagerung 1 sind in Abbildung 3.55 aufgeführt und zeigen zwischen 550°C und 1000°C einen nahezu temperaturunabhängigen Verlauf auf einem niedrigen Niveau bei Werten von 0,2 mm²/s. Die Porositätsuntersuchung, die Porendurchmesser von 0,003 µm bis 300 µm erfasst, ergibt eine Gesamtporosität P dieser Ablagerungsprobe von 18,3% bei einem mittleren Porendurchmesser \bar{d}_p von 1 µm, wobei der Hauptporendurchmesser d_p^* bei 0,8 µm liegt. Die Anordnungen der Poren und der vorhandenen Hohlräume werden im Dünnschliff (siehe Abbildung 3.54) veranschaulicht. Aufgrund der Struktur der Ablagerung ist das Ergebnis der Quecksilberporosimetrie maßgeblich von der lokalen Probenentnahme für die Porositätsuntersuchung beeinflusst. Aus diesem Grunde dienen die genannten Porositätseigenschaften nur als Richtwerte. Für eine Übertragung auf den gesamten Probenkörper muss eine statistische Porositätsanalyse erfolgen, die in diesem Projekt nicht durchgeführt wurde.

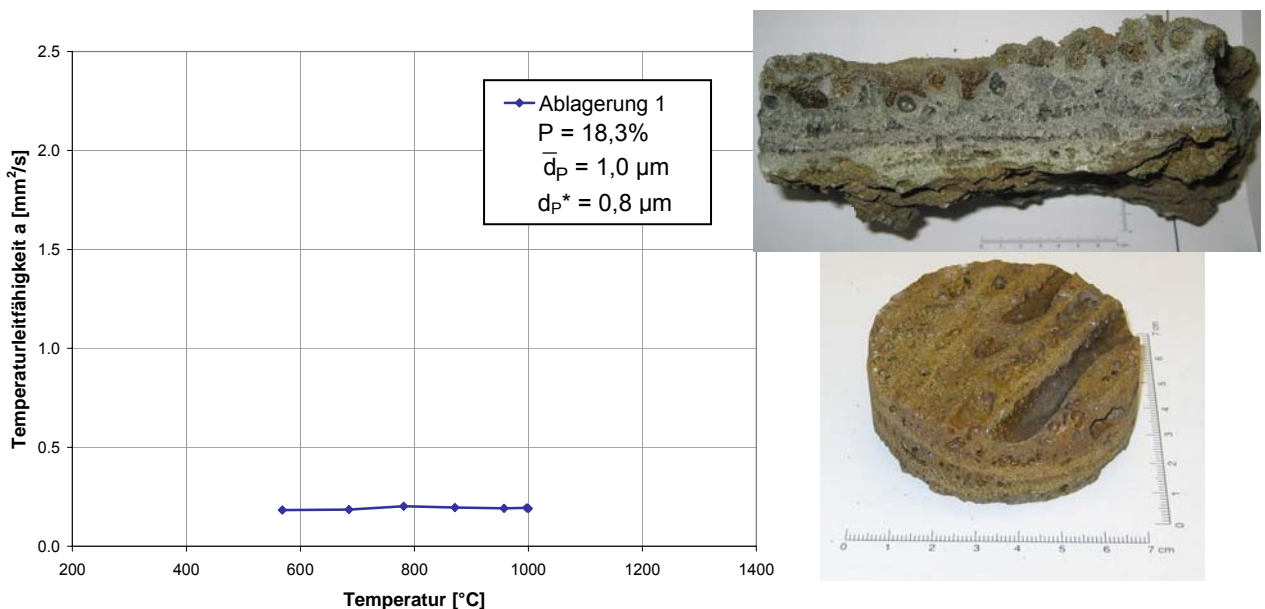


Abbildung 3.55: Temperaturleitfähigkeit a [mm²/s] der Ablagerung 1

In Abbildung 3.56 ist die untersuchte Temperaturleitfähigkeit der Ablagerung 2 dargestellt und zeigt einen geringen Anstieg von 0,34 mm²/s bei 550°C bis auf 0,41 mm²/s bei 1000°C. Die Ablagerung 2 - aus dem Bereich bis zur 1. Heizfläche- setzt sich aus den wesentlichen Elementoxiden SiO₂ mit 36 Gew.-%, CaO mit 30 Gew.-% sowie aus Fe₂O₃ mit 14 Gew.-% und MgO mit 12 Gew.-% zusammen. Gegenüber Ablagerung 1 bildet hier das SiO₂ nicht die dominante Materialkomponente. Die Analyse der Mineralstruktur weist als Hauptkomponenten die Phasen Melilith und Monticellit auf. Die aus der Quecksilberporosimetrie ermittelte Gesamtporosität P dieser Ablagerung beläuft sich auf 13,5% und liegt damit um ca. 5%-Punkte unterhalb der der Ablagerung 1. Der mittlere Porendurchmesser \bar{d}_p liegt bei einem

Wert von $0,8 \mu\text{m}$. Dabei entfällt der größte Anteil der Poren auf einen Durchmesser d_p^* von $0,3 \mu\text{m}$.

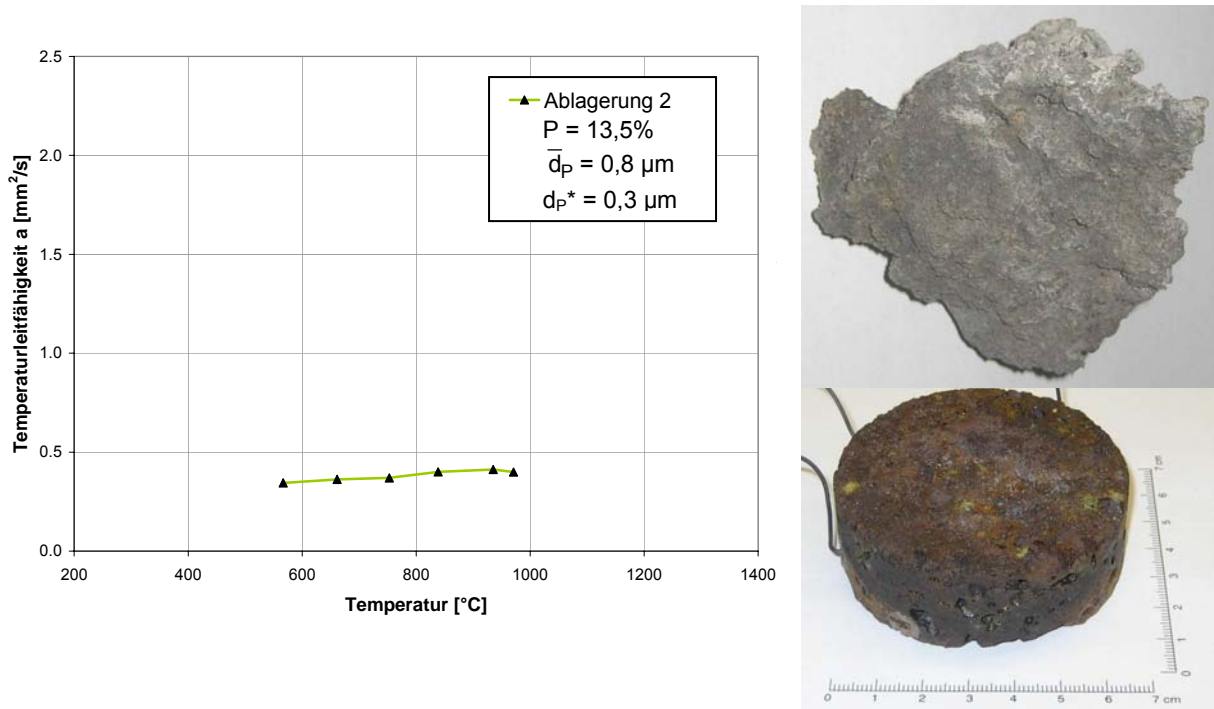


Abbildung 3.56: Temperaturleitfähigkeit a [mm²/s] der Ablagerung 2

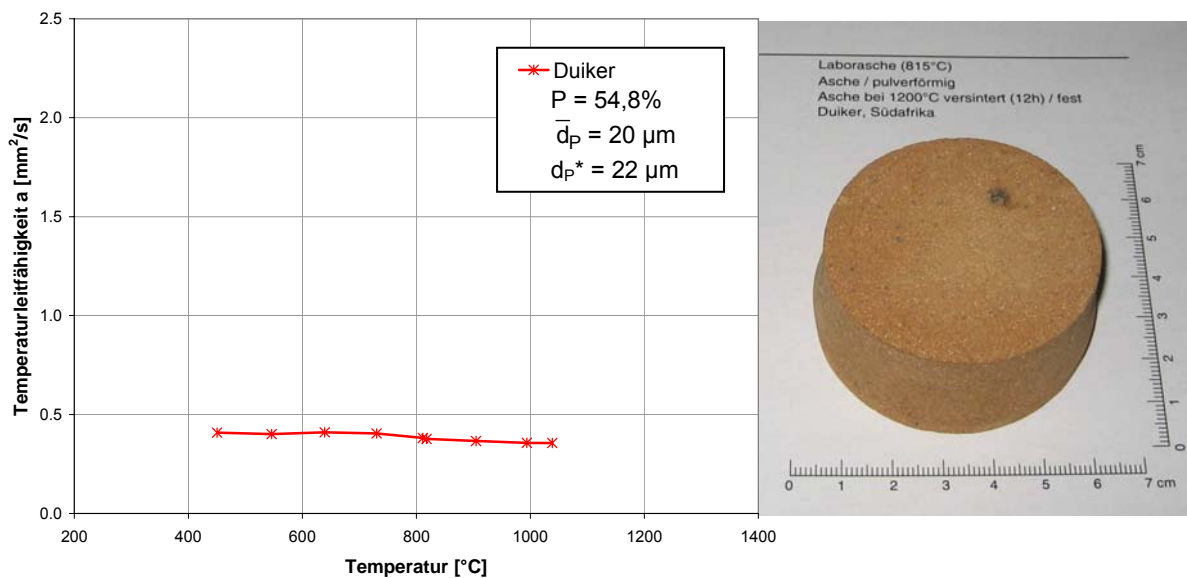


Abbildung 3.57: Temperaturleitfähigkeiten a [mm²/s] der bei 1200°C gesinterten BrA Duiker

Neben diesen Ablagerungen konnte aus der pulverförmigen Brennstoffasche, die nach DIN 51719 aus der Kohle Duiker hergestellt wurde, eine geeignete Probe durch Sinterung bei

1200°C über einen Zeitraum von 12h erzeugt werden. Diese Probe verfügt entsprechend der Elementanalyse über einen hohen Anteil von SiO₂ mit 44 Gew.-% und über geringere Anteile von Al₂O₃ mit 26 Gew.-%, CaO mit 11 Gew.-% sowie Fe₂O₃ mit 5 Gew.-%. Die Untersuchung der Mineralzusammensetzung lässt als Hauptkomponenten die Phasen Anorthit, Quarz sowie Mullit und geringe Spuren von Cordierit erkennen. Die Temperaturleitfähigkeit der Brennstoffasche - aufgetragen in Abbildung 3.57- sinkt mit ansteigender Temperatur von 0,41 mm²/s bei 450°C bis auf 0,35 mm²/s bei 1000°C leicht ab. Die Struktur der Sinterprobe weist im Vergleich zu den Ablagerungen 1 und 2 einen annähernd homogenen Charakter ohne erkennbare Hohlräume im Material auf (vgl. Abbildung 3.54). Die Gesamtporosität P der Probe beläuft sich auf einem Wert von ca. 55%. Der Hauptporendurchmesser d_p^* von 22 µm liegt hierbei im Bereich des mittleren Porendurchmessers \bar{d}_p von 20 µm.

3.2.5.10 Messeinflüsse

Eine mögliche systematische Unsicherheit besteht bei dem beschriebenen Messverfahren darin, dass die Bestimmungsgleichung der Temperaturleitfähigkeit auf Grund der nicht erfüllten Randbedingungen ihre Gültigkeit verliert. Aufgrund der Messbedingungen lässt sich trotz angepasster Probengeometrie kein eindimensionaler Wärmefluss auf der axialen Achse realisieren. Bei dem Abkühlungsprozess durch die Prallstrahlkühlung tritt neben dem axialen Wärmefluss noch ein radialer Wärmefluss auf. Dieser radiale Wärmefluss ist jedoch wegen der primären Richtung der Wärmeabfuhr gegenüber dem axialen Wärmefluss gering. Um den Einfluss der radialen Wärmeflüsse auf die Messung der Temperaturdifferenzen weitestgehend zu reduzieren, sind die Temperaturmessstellen auf der Symmetrieachse der Proben positioniert. Für die untersuchten Materialien ist ein systematischer Fehler von ca. 5% (siehe Abschnitt 3.2.5.5) zu erwarten.

Des Weiteren entstehen Unsicherheiten durch Schwierigkeiten bei der Probenpräparation. Je nach Materialeigenschaften können die Bohrungen für die Thermoelemente nicht exakt gebohrt werden, so dass die Thermoelementpositionen schwierig einzuhalten sind. Die Existenz von Hohlräumen oder überdimensionalen Poren stört zudem den thermischen Kontakt zum Thermoelement.

Die bei der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit entstehenden zufälligen Messfehler setzen sich aus den Unsicherheiten bei der Messung der Temperaturdifferenzen, bei der Messung des Abstandes zwischen den Temperaturmessstellen sowie bei der Messung der Zeitdifferenz zusammen. Der relative Fehler bei der einzelnen Temperaturmessung mit Hilfe von Thermoelementen liegt bei 0,75%. Daraus resultiert bei einer Temperaturdifferenz zwischen zwei Thermoelementen eine Unsicherheit von 1,5% und eine von 3% bei der Addition von zwei

Temperaturdifferenzen. Die maximale absolute Abweichung bei der Ermittlung des Abstandes zwischen zwei Messstellen beläuft sich auf 0,1 mm, welche sich bei den vorliegenden Abmaßen zu einer maximalen Unsicherheit von 2,5% ergibt. Die zeitliche Unsicherheit bei der Abtastrate der Messsignale wird mit 0,1% angenommen. Der Gesamtfehler Δa der Temperaturleitfähigkeit lässt sich dann aus der partiellen Ableitung der Bestimmungsgleichung berechnen, wobei hier die einzelnen Messgrößen j als Differenzen berücksichtigt sind:

$$\Delta a = \sum \left| \frac{\partial a}{\partial j} \right| \cdot \Delta j \quad (3.66)$$

mit

$$a = \frac{\Delta x^2}{\Delta t} \cdot \frac{\Delta T^k}{\Delta T_i} \quad (3.67)$$

Die auf diesem Wege berechnete gesamte relative Unsicherheit bei der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit ergibt sich dann zu 9,6%. Die bei der Messung auftretenden Einzelfehler sind in der zusammengestellt.

Tabelle 3.5.: Messfehler bei der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit

Messgröße	relativer Fehler
[-]	[%]
Δx	2,5
Δt	0,1
ΔT^k	1,5
ΔT_i	3,0

3.2.5.11 Fazit

Für die Untersuchung thermischer Leitfähigkeiten ist die Versuchsanlage zur Strahlungsmessung innerhalb des Projektes erweitert worden. Die thermische Leitfähigkeit bildet neben den Strahlungseigenschaften eine weitere wichtige Stoffgröße, die das Wärmeübertragungsverhalten von Aschen und Schlacken wesentlich charakterisiert. Die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit erfolgt über die Messung des räumlich und zeitlich aufgelösten Temperaturprofils, das sich während des Abkühlvorganges aufgrund einseitiger, konvektiver Wärmeabfuhr innerhalb eines zuvor gleichmäßig temperierten Körpers entwickelt. Durch die messtechnische Erfassung des Temperaturprofils bei der Abkühlung kann über die Lösung der instationären Wärmeleitungsgleichung schließlich die Temperaturleitfähigkeit bestimmt werden.

Die Apparatur wurde zur Bestimmung der eindimensionalen Temperaturleitfähigkeit von ausschließlich festen Materialien und für einen messbaren Temperaturbereich von 500 bis 1200°C entwickelt. Die eingesetzten Messproben verfügen über eine zylindrische Scheibenform mit einem Durchmesser von ca. 65 mm und einer Höhe von ca. 24 mm. Für Untersuchungen an Proben im pulverförmigen oder im schmelzflüssigen Zustand ist der Messaufbau nicht ausgelegt. Derartige Proben müssen zunächst in den festen Zustand und dann über die Präparation in die notwendige Scheibenform überführt werden. Die festen Rohmaterialien sollten für die Präparation im ausreichenden Umfang vorliegen und keine spröde Beschaffenheit sowie keine Hohlräume aufweisen.

Die durchgeführten Messungen der Temperaturleitfähigkeit zeigen eine Genauigkeit von 5 bis 20% im Vergleich zu den Validierungsmessungen des Deutschen Instituts für Feuerfest und Keramik in Bonn (DIFK) und des Instituts für Werkstoffanwendung im Maschinenbau der RWTH-Aachen. Der Hauptanteil der Messunsicherheiten bei der entwickelten Methode resultiert aus der Vernachlässigung radialer Wärmeflüsse. Der Einfluss der radialen Wärmeflüsse ist auf der axialen Symmetrieachse und bei niedrigen Leitfähigkeiten, wie sie bei Schlacken und Belägen vorherrschen, gering und wird von den Messungen bestätigt. Über konstruktive Maßnahmen können diese Wärmeflüsse nicht vollständig unterbunden werden, so dass sie nur über eine Korrekturrechnung berücksichtigt werden können.

Die Messungen der Temperaturleitfähigkeit von Ablagerungen und der versinterten Brennstoffasche zeigen insgesamt niedrige Werte unterhalb 0,5 mm²/s und geringe Abhängigkeiten von der Temperatur. Die Ablagerung mit einem sehr hohen SiO₂-Anteil von 65 Gew.-% und einer Gesamtporosität von 18,3% verfügt über die im Vergleich niedrigsten Temperaturleitfähigkeiten bei Werten um 0,2 mm²/s. Dagegen verlaufen die Temperaturleitfähigkeiten der Ablagerung mit einem SiO₂-Anteil von 36 Gew.-% und einer Gesamtporosität von 13,5% auf einem Niveau von ca. 0,4 mm²/s. Die Temperaturleitfähigkeiten der versinterten Brennstoffasche verlaufen auf einem ähnlichen Niveau von 0,4 mm²/s. Allerdings weist dieser aus einer pulverförmigen Brennstoffasche produzierte Probenkörper eine insgesamt homogenere Struktur bei einer um den Faktor 3 höheren Gesamtporosität von 54,8% gegenüber den untersuchten Ablagerungen auf.

Wärmeleitfähigkeitsmessungen wurden in dem Projekt nicht durchgeführt. Aus den gemessenen Temperaturleitfähigkeiten können entsprechende Wärmeleitfähigkeiten über die Dichte ρ und die Wärmekapazität c_p des jeweiligen Materials berechnet werden. Eine Andere Möglichkeit bietet die Bestimmung über einen Wärmeübergangskoeffizienten α und einer Fluidtemperatur T_{Fl} als Randbedingung in der Wärmeleitungsgleichung. Die dafür notwendigen Werte α und T_{Fl} sind allerdings nicht direkt auf experimentellem Wege bestimmbar und können nur über Theorien aus der Literatur und basierend auf Annahmen bestimmt werden. Die

Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit auf diesem Weg führt zu einer Abnahme bzw. Verfälschung der Messgenauigkeit der entwickelten Messmethode und wurde in dem Projekt nicht durchgeführt. Grundsätzlich besteht die Möglichkeit der Kalibrierung dieser Randbedingungen über umfangreiche Messungen an geeigneten Referenzmaterialien, so dass in der Apparatur schließlich Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit parallel bestimmbar werden.

3.2.6 Anhang

3.2.6.1 Bestimmung der Sichtfaktoren

Für die Strahlungsaustauschberechnung (siehe Abschnitt 3.2.4.9) werden im Folgenden die Sichtfaktoren zwischen den im Strahlungsverhältnis stehenden Objekten berechnet. Dabei steht neben der Geometrie der einzelnen Komponenten ihre jeweilige Lage bzw. Orientierung zueinander im Vordergrund. Durch die Auswahl der Körper, bei denen die Eigenstrahlung berücksichtigt wird, geht hervor, dass neben dem Sichtfaktor zwischen Probenoberfläche und dem Spektrometer $\varphi_{Pr. \rightarrow Sp.}$, der Sichtfaktor zwischen Keramik-Isolation und dem Spektrometer $\varphi_{Iso. \rightarrow Sp.}$ sowie zwischen der Zylinderfläche und dem Spektrometer $\varphi_{Zyl. \rightarrow Sp.}$ zu bestimmen sind. Da einerseits der zylindrische optische Zugang selbst in Richtung Probenoberfläche strahlt und andererseits von der Zylinderfläche wieder zur Probenoberfläche reflektierte Probenstrahlung zum Strahlungsaustausch beiträgt, muss hier zudem die Berechnung der Einstrahlzahl zwischen Probenoberfläche und Zylinderinnenfläche $\varphi_{Pr. \rightarrow Zyl.}$, sowie zwischen Zylinder und Probe $\varphi_{Zyl. \rightarrow Pr.}$ erfolgen.

Abhängig von der Strahldichte L_1 der Fläche A_1 ergibt sich für den Strahlungsfluss $d^2\Phi$, der vom Flächenelement dA_1 ausgesandt wird und auf das Flächenelement dA_2 trifft, folgende Beziehung:

$$d^2\Phi_{12} = L_1 \cos \nu_1 dA_1 d\omega_2 \quad (3.68)$$

wobei die Strahldichte definiert ist als

$$L_i = \frac{\epsilon_i \cdot \sigma \cdot T_i}{\pi} \quad (3.69)$$

Hier beschreibt der Raumwinkel $d\omega_2$, wie das Flächenelement dA_2 von dA_1 aus erscheint. Mit der Definition für den Raumwinkel

$$d\omega_2 = \frac{dA_{2n}}{r^2} = \frac{\cos \nu_2 dA_2}{r^2} \quad (3.70)$$

und der Gleichung (3.68) folgt

$$d^2\Phi = L_1 \frac{\cos \nu_1 \cos \nu_2}{r^2} dA_1 dA_2 \quad (3.71)$$

Aus dieser Beziehung, die als photometrisches Grundgesetz bekannt ist, geht hervor, dass der Strahlungsfluss Richtung dA_2 mit dem Quadrat des Abstandes r zwischen Strahlungsquelle und Strahlungsempfänger abnimmt. Dabei beschreiben die beiden Polarwinkel ν_1 und ν_2 die

Lage und die zueinander gerichtete Orientierung der Flächenelemente. Eine über beide Flächen durchzuführende Integration des photometrischen Grundgesetzes führt zu

$$\Phi_{12} = L_1 \int_{A_1} \int_{A_2} \frac{\cos \nu_1 \cos \nu_2}{r^2} dA_1 dA_2 \quad (3.72)$$

und liefert den Strahlungsfluss von Fläche A_1 auf Fläche A_2 . Mit dem Strahlungsfluss Φ_1 , den Fläche A_1 in den Halbraum emittiert

$$\Phi_1 = \pi L_1 A_1 \quad (3.73)$$

wird über das Verhältnis von Φ_{12} und Φ_1 der Sichtfaktor φ_{12} zwischen Fläche A_1 und A_2 definiert. Damit lautet die allgemeine Berechnungsvorschrift für den Sichtfaktor, der den von der Fläche A_1 ausgehenden Strahlungsanteil auf die Fläche A_2 angibt, wie folgt:

$$\varphi_{12} = \frac{\Phi_{12}}{\Phi_1} = \frac{L_1 \int_{A_1} \int_{A_2} \frac{\cos \nu_1 \cos \nu_2}{r^2} dA_1 dA_2}{\pi L_1 A_1} = \frac{1}{\pi A_1} \int_{A_1} \int_{A_2} \frac{\cos \nu_1 \cos \nu_2}{r^2} dA_1 dA_2 \quad (3.74)$$

Unter Annahme einer konstanten Strahldichte L_1 einer diffus strahlenden Fläche 1 mit konstanter Temperatur, hängt φ_{12} nur von geometrischen Größen ab. Aufgrund der Reziprozitätsbeziehung der Sichtfaktoren, wie sie beispielsweise von Baehr [62] angegeben wird

$$A_1 \varphi_{12} = A_2 \varphi_{21} \quad (3.75)$$

kann der Teil des von der Fläche A_2 emittierten und auf Fläche A_1 auftreffenden Strahlungsflusses berechnet werden:

$$\varphi_{21} = \frac{1}{\pi A_2} \int_{A_1} \int_{A_2} \frac{\cos \nu_1 \cos \nu_2}{r^2} dA_1 dA_2 \quad (3.76)$$

Darüber hinaus gilt für Sichtfaktoren von Teilflächen, die eine konstante Ausstrahlung haben und gemeinsam einen geschlossenen Hohlraum bilden, die Summationsregel [62]:

$$\sum_{j=1}^n \varphi_{ij} = 1, \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (3.77)$$

Zu dieser Summe von Sichtfaktoren gehören auch φ_{11} , φ_{22} , \dots , φ_{nn} , die nur bei konkaven Flächen ungleich null sind. Bei diesen Flächen, zum Beispiel die Innenfläche eines Hohlzylinders, trifft ein Teil der emittierten Strahlung von der Innenfläche wieder auf sich selbst.

Die Auswertung des Doppelintegrals in der Formel des Sichtfaktors (vgl. Gleichung (3.74)) hat häufig einen hohen mathematischen Aufwand zur Folge.

Sichtfaktor zwischen Probenoberfläche und Spektrometer

Der Sichtfaktor zwischen der Probenoberfläche A_{Pr} und der Fläche A_{Sp} des Umlenkspiegels vom Spektrometer kann mit Hilfe der Tabelle für Sichtfaktoren ausgewählter geometrischer Anordnungen aus Baehr [62] bestimmt werden. Gemäß Abbildung 3.58 liegt hier ein Strahlungsaustausch zwischen zwei parallelen Kreisscheiben mit gemeinsamer Mittelsenkrechten vor. Da der Strahlungsfluss von der Probenoberfläche in Richtung Spiegel von Interesse ist, wird $\varphi_{Pr \rightarrow Sp}$ berechnet.

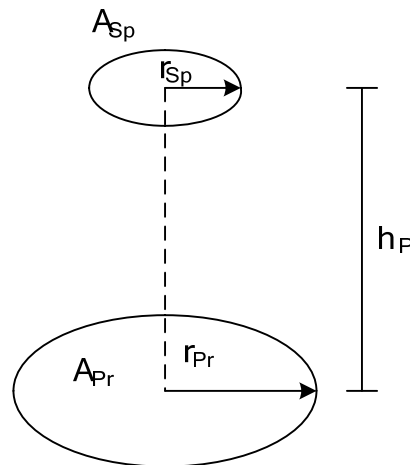


Abbildung 3.58: Geometrische Verhältnisse zur Bestimmung der Sichtfaktoren nach [62]; zwei parallele Kreisscheiben mit gemeinsamer Mittelsenkrechten

Die Formel für $\varphi_{Pr \rightarrow Sp}$ lautet [62]

$$\varphi_{Pr \rightarrow Sp} = \frac{1}{2} \left[z - \sqrt{z^2 - 4(y/x)^2} \right] \quad (3.78)$$

wobei x , y und z wie folgt berechnet werden

$$x = r_{Pr} / h_p \quad ; \quad y = r_{Sp} / h_p$$

$$z = 1 + (1 + y^2) / x^2$$

Sowohl die Eigenstrahlung der Probe als auch die an der Probenoberfläche reflektierte Strahlung, die zum Umlenkspiegel gelangt, kann durch diesen Formfaktor erfasst werden.

Sichtfaktor zwischen Zylinderinnenfläche des optischen Zuganges und Spektrometer

Die Berechnung der Einstrahlzahl $\varphi_{Zyl. \rightarrow Sp.}$ zwischen der Zylinderinnenfläche der Keramik $A_{Zyl.}$ und der Spiegelfläche mit $A_{Sp.}$ stützt sich auf eine Betrachtung von Siegel [35]. Siegel berechnet den Formfaktor zwischen einer Kreisscheibe und einer Zylinderfläche im Abstand h , indem jeweils die Boden- und Deckelfläche des Zylinders ($A_{Zyl.,U}$ und $A_{Zyl.,O}$) auf die Kreisfläche bezogen werden. Den vorliegenden Fall zeigt Abbildung 3.59.

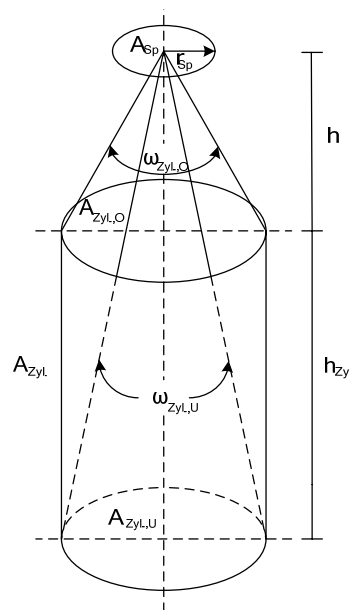


Abbildung 3.59: Flächen eines zylindrischen Hohlraumes, der im Strahlungsaustausch mit der Fläche des Umlenkspiegels steht [78]

Von jedem Punkt der Kreisfläche $A_{Sp.}$ des Umlenkspiegels erscheint die zylindrische Mantelfläche des optischen Zuganges $A_{Zyl.}$ unter der Differenz der Raumwinkel $d\omega_{Zyl.,O}$ und $d\omega_{Zyl.,U}$. Unter diesen beiden Raumwinkeln wird aber auch von der Fläche $A_{Sp.}$ die Fläche $A_{Zyl.,O}$ bzw. $A_{Zyl.,U}$ gesehen. Daher kann mit Hilfe der Flächen $A_{Zyl.,O}$ und $A_{Zyl.,U}$ ein Zusammenhang zwischen den Flächen $A_{Sp.}$ und $A_{Zyl.}$ unter Berücksichtigung der Raumwinkel $d\omega_{Zyl.,O}$ und $d\omega_{Zyl.,U}$ aufgestellt werden. Der Sichtfaktor zwischen $A_{Sp.}$ und $A_{Zyl.}$ berechnet sich aus den Formfaktoren zwischen Spiegel und der oberen sowie unteren Zylinderkreisfläche. Gemäß der Differenz zwischen den Raumwinkeln der Deckel- bzw. Bodenfläche ergibt sich auch durch eine Differenz der Formfaktoren dieser Flächen zum Umlenkspiegel der gesuchte Sichtfaktor:

$$\varphi_{Sp. \rightarrow Zyl.} = \varphi_{Sp. \rightarrow Zyl.,O} - \varphi_{Sp. \rightarrow Zyl.,U} \quad (3.79)$$

Da die Einstrahlzahl von der Zylinderinnenfläche zum Spiegel von Bedeutung ist, kann über die Reziprozitätsbeziehung der gesuchte Formfaktor ermittelt werden:

$$\varphi_{\text{Zyl.} \rightarrow \text{Sp.}} = \frac{A_{\text{Sp.}}}{A_{\text{Zyl.}}} \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl.}} = \frac{A_{\text{Sp.}}}{A_{\text{Zyl.}}} (\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl., O}} - \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl., U}}) \quad (3.80)$$

Die im Klammerausdruck stehenden Formfaktoren sind über die Regel für zwei parallele Kreisscheiben mit gemeinsamer Mittelsenkrechten zu bestimmen.

Sichtfaktor zwischen der Keramik-Isolation und des Spektrometers

Auch die Berechnung des Sichtfaktors zwischen der Keramik-Isolation und des Spektrometers wird auf ein Beispiel von Siegel [78] zurückgeführt. Dieser Sichtfaktor berücksichtigt den Strahlungsaustausch zwischen der Kreisfläche des Umlenkspiegels $A_{\text{Sp.}}$ und der Oberfläche der Keramik-Isolation $A_{\text{Iso.}}$. Aufgrund des optischen Messzugangs nimmt der im Strahlungsfeld des Umlenkspiegels befindliche Flächenausschnitt die Form einer Ringfläche an. Abhängig von dem Sichtfeldkegel des Umlenkspiegels und vom Abstand r zwischen der Spiegelfläche und der Oberfläche der Isolation variiert das Sichtfeld des Spiegels auf der Isolation (siehe Abbildung 3.60). Basierend auf den Untersuchungen des Umfeldeinflusses (vgl. Abschnitt 3.2.4.8) konnte eine die Messung beeinflussende Fläche mit einem Durchmesser von 50 mm um den optischen Zugang identifiziert werden, mit dem die Größe der Strahlung emittierenden Ringfläche $A_{\text{Iso.}}$ berechnet wird.

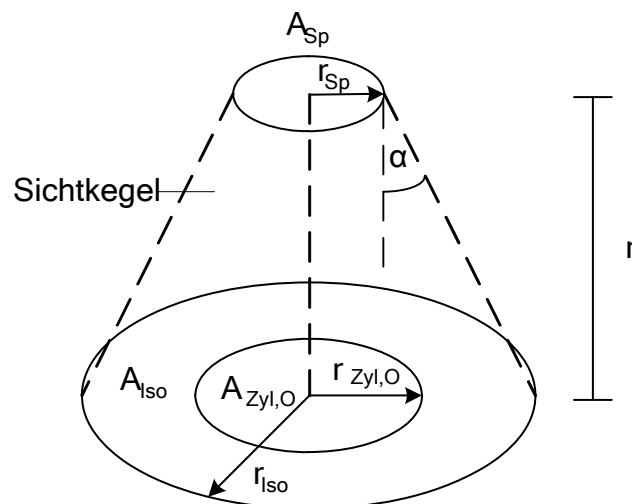


Abbildung 3.60: Strahlungsaustausch zwischen der Ringfläche der Keramik-Isolation und dem Umlenkspiegel [78]

Anhand der Regel zur Berechnung des Sichtfaktors zwischen zwei parallelen Kreisscheiben wird hier der Formfaktor zwischen einer Kreisscheibe und einer Ringfläche hergeleitet. Dazu muss zunächst der Sichtfaktor $\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow (\text{Iso.} + \text{Zyl.,O})}$ zwischen Umlenkspiegel und der Summe aus Zylinderdeckelfläche $A_{\text{Zyl.,O}}$ und Ringfläche $A_{\text{Iso.}}$ ermittelt werden. Wird von dieser Einstrahlzahl der Formfaktor $\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl.,O}}$ zwischen Spiegel und Zylinderdeckel subtrahiert, so ergibt sich der gesuchte Sichtfaktor:

$$\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Iso.}} = \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow (\text{Iso.} + \text{Zyl.,O})} - \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl.,O}} \quad (3.81)$$

Bei dieser Differenz kommt die so genannte Formfaktor-Algebra [35] zur Anwendung. Der erste Summand in Gleichung (3.81) errechnet sich über die Reziprozitätsbeziehung:

$$A_{\text{Sp.}} \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow (\text{Iso.} + \text{Zyl.,O})} = (A_{\text{Iso.}} + A_{\text{Zyl.,O}}) \varphi_{(\text{Iso.} + \text{Zyl.,O}) \rightarrow \text{Sp.}} \quad (3.82)$$

$\varphi_{(\text{Iso.} + \text{Zyl.,O}) \rightarrow \text{Sp.}}$ ist ein Sichtfaktor zwischen zwei parallelen Kreisscheiben mit gemeinsamer Mittelsenkrechten. Da diese Einstrahlzahl den Strahlungsaustausch zwischen einer Summe von Flächen mit $A_{\text{Iso.}} + A_{\text{Zyl.,O}}$ und der Kreisfläche $A_{\text{Sp.}}$ wiedergibt, muss die Gesamtfläche aus $A_{\text{Iso.}}$ und $A_{\text{Zyl.,O}}$ in die Reziprozitätsbeziehung eingesetzt werden. So ergibt sich:

$$\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow (\text{Iso.} + \text{Zyl.,O})} = \frac{A_{\text{Iso.}} + A_{\text{Zyl.,O}}}{A_{\text{Sp.}}} \varphi_{(\text{Iso.} + \text{Zyl.,O}) \rightarrow \text{Sp.}} \quad (3.83)$$

Durch eine erneute Anwendung der Reziprozitätsbeziehung lässt sich der zweite Summand auf der rechten Seite von Gleichung (3.81) bestimmen:

$$A_{\text{Sp.}} \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl.,O}} = A_{\text{Zyl.,O}} \varphi_{\text{Zyl.,O} \rightarrow \text{Sp.}} \quad (3.84)$$

$$\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Zyl.,O}} = \frac{A_{\text{Zyl.,O}}}{A_{\text{Sp.}}} \varphi_{\text{Zyl.,O} \rightarrow \text{Sp.}} \quad (3.85)$$

Damit folgt für $\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Iso.}}$:

$$\varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Iso.}} = \frac{A_{\text{Iso.}} + A_{\text{Zyl.,O}}}{A_{\text{Sp.}}} \varphi_{(\text{Iso.} + \text{Zyl.,O}) \rightarrow \text{Sp.}} - \frac{A_{\text{Zyl.,O}}}{A_{\text{Sp.}}} \varphi_{\text{Zyl.,O} \rightarrow \text{Sp.}} \quad (3.86)$$

Da der von der Keramik-Isolation zum Umlenkspiegel orientierte Sichtfaktor von Interesse ist, muss die Reziprozitätsregel ein weiteres Mal durchgeführt werden:

$$A_{\text{Iso.}} \varphi_{\text{Iso.} \rightarrow \text{Sp.}} = A_{\text{Sp.}} \varphi_{\text{Sp.} \rightarrow \text{Iso.}} \quad (3.87)$$

$$\Rightarrow \varphi_{\text{Iso.} \rightarrow \text{Sp.}} = \frac{A_{\text{Sp.}}}{A_{\text{Iso.}}} \left(\frac{A_{\text{Iso.}} + A_{\text{Zyl.,O}}}{A_{\text{Sp.}}} \varphi_{(\text{Iso.} + \text{Zyl.,O}) \rightarrow \text{Sp.}} - \frac{A_{\text{Zyl.,O}}}{A_{\text{Sp.}}} \varphi_{\text{Zyl.,O} \rightarrow \text{Sp.}} \right) \quad (3.88)$$

Sichtfaktor zwischen der Zylinderinnenfläche des Messzugangs und der Probenoberfläche

Dieser Sichtfaktor, der aufgrund der auftretenden Reflexion zwischen der Zylinderinnenfläche A_{Zyl} und der Probenoberfläche A_{Pr} benötigt wird, gibt eine eher seltene geometrische Anordnung wieder und kann bei Leuenberger [79] nachgeschlagen werden. Es wird vorausgesetzt, dass die Probenoberfläche direkt am unteren Ende des zylindrischen optischen Zuganges liegt und damit der Bodenfläche des Zylinders gleichgesetzt werden kann.

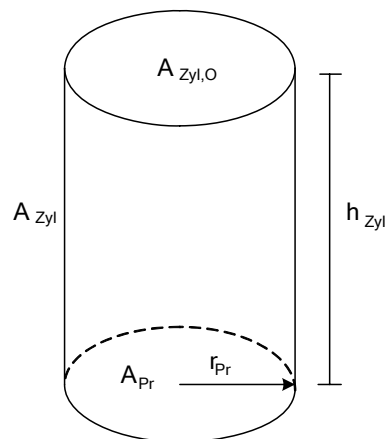


Abbildung 3.61: Strahlungsaustausch zwischen Zylinderinnenfläche und Probenfläche [78]

Mit der Höhe h_{Zyl} der Zylinderinnenfläche und dem Radius r_{Pr} der Probenoberfläche (siehe Abbildung 3.61) lautet die Formel für $\varphi_{Pr \rightarrow Zyl}$ nach Leuenberger [79]:

$$\varphi_{Pr \rightarrow Zyl} = \frac{1}{2} \left(\frac{h_{Zyl}}{r_{Pr}} \sqrt{4 + \frac{h_{Zyl}^2}{r_{Pr}^2}} - \frac{h_{Zyl}^2}{r_{Pr}^2} \right) \quad (3.89)$$

Auch hier empfiehlt sich die Reziprozitätsbeziehung, weil nicht nur Probenstrahlung von der Zylinderinnenfläche, sondern auch Eigenstrahlung des optischen Zugangs von der Probenoberfläche in Richtung des Spektrometers reflektiert wird. Die Berücksichtigung dieser Reflexionen erfordert die Kenntnis von $\varphi_{Zyl \rightarrow Pr}$ mit:

$$A_{Pr} \cdot \varphi_{Pr \rightarrow Zyl} = A_{Zyl} \cdot \varphi_{Zyl \rightarrow Pr} \quad (3.90)$$

$$\varphi_{Zyl \rightarrow Pr} = \frac{A_{Pr}}{A_{Zyl}} \left(\frac{1}{2} \left(\frac{h_{Zyl}}{r_{Pr}} \sqrt{4 + \frac{h_{Zyl}^2}{r_{Pr}^2}} - \frac{h_{Zyl}^2}{r_{Pr}^2} \right) \right) \quad (3.91)$$

3.2.6.2 Allgemeine Bestimmung der konvektiven Wärmeabfuhr

Zur Erfassung von Versuchparametern und zur Abschätzung von Messeinflüssen wird die konvektive Wärmeabfuhr durch die Prallstrahlkühlung an der Probenunterseite basierend auf den empirischen Korrelationen aus der Literatur allgemein dargestellt und im Anschluss bezogen auf die Versuchsbedingungen quantifiziert. Die konvektive Randbedingung zur Lösung von Wärmeleitungsproblemen wird durch den Wärmeübergangskoeffizienten α zwischen einem Festkörper und einem Fluid sowie von deren jeweiligen Temperaturen bestimmt (siehe Gleichung (3.36)). Bei der Prallstrahlkühlung erfolgt die Wärmeabfuhr bei einem wärmeleitenden Körpers durch einen senkrecht aufprallenden, gasförmigen Freistrah.

Der aus einer Runddüse austretende Gasstrom breitet sich zunächst in einer ruhenden Umgebung als Freistrah aus. Am Strahlrand wird das umgebene Fluid vom Freistrah eingesaugt und der Gesamtvolumenstrom nimmt über die Lauflänge zu. Trifft dieser Freistrah senkrecht auf die Oberfläche eines Körpers im Abstand H (siehe Abbildung 3.62) wird der Gasstrom gestaut. In dem sich ausbildenden Staupunkt erfährt die Strömung eine Umlenkung. Die Strömungsgeschwindigkeitskomponente des senkrecht auf die Körperoberfläche treffenden Gases wird abgebremst und in die zur Oberfläche parallele Komponente beschleunigt. In der Stauzone zwischen Gas und Körperoberfläche entsteht eine Grenzschicht mit konstanter Dicke. Stromabwärts vom Staupunkt setzt die Gasströmung ihren Weg als verzögerter Wandstrahl weiter fort.

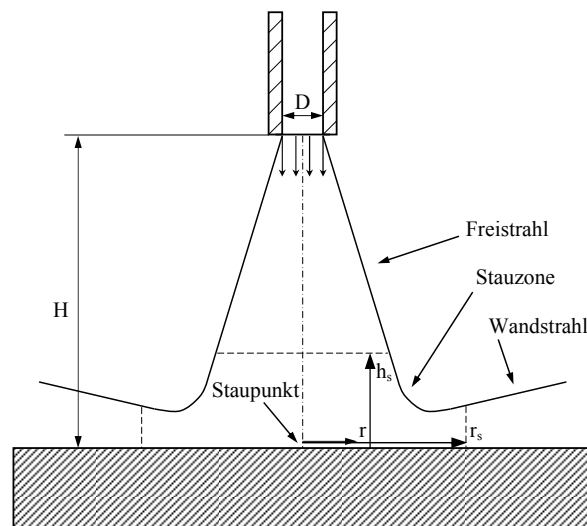


Abbildung 3.62: Schematischer Aufbau eines Prallstrahls nach Stutzenberger [53]

Die Größe des Staugebietes lässt sich nach Stutzenberger [53] mit dem Radius r_s und der Höhe h_s beschreiben, wobei folgende Zusammenhänge gelten:

$$h_s = 1,2 \cdot D \quad (3.92)$$

$$r_s = 1,09 \cdot D \cdot \left(\frac{D}{H} \right)^{0,034} \quad (3.93)$$

Die Höhe h_s entspricht dem senkrechten Abstand zur Körperoberfläche, an der die Strömungsgeschwindigkeit auf der Strahlachse um 1% vermindert gegenüber der des ungestörten Freistrahls ist. An der radialen Begrenzung des Staubebietes r_s sind alle Stromlinien in die wandparallele Richtung umgelenkt [53].

Diese aus einer Düse oder Düsensystemen senkrecht auf eine Wand treffende Gasströmung wird als Prallstrahl bezeichnet. Die praktischen Anwendungen der konvektiven Wärmeübertragung durch Prallstrahlen liegen im Heizen oder Kühlen von technischen Oberflächen oder zur Erhöhung des Stoffüberganges z. B. bei konvektiver Trocknung. Trotz der einfachen Geometrie zwischen Prallstrahl und Oberflächenanordnung wird der sich einstellende Wärmeübergangskoeffizient durch eine Vielzahl von Parametern bestimmt, die sich wiederum wechselseitig beeinflussen können. Durch die Strömungsumlenkung und die sich ausbildende Wandströmung ist der Wärmeübergangskoeffizient vom radialen Abstand zum Staupunkt abhängig und wird mit zunehmendem Abstand geringer [63]. Neben den temperaturabhängigen Stoffdaten, die sich aus dem Zustand des Fluids und der Körperoberfläche ergeben, wird der Wärmeübergang durch die geometrischen Bedingungen, die aus der Form, Größe und Position der Düse zur Oberfläche resultieren, sowie durch den Fluidvolumenstrom bestimmt. So gilt:

$$\alpha = f\left(\frac{H}{D}; \frac{r}{D}; \text{Re}; \dot{V}_{\text{Fl}}; T_{\text{Fl}}\right) \quad (3.94)$$

Für eine einzelne Runddüse ist folgende, auf Untersuchungen von Schlünder und Gnielinski [52] zurückgehende Beziehung, für einen radialen Abstand vom Staupunkt zwischen $0 < r/D < 10$ und einem Düsenabstand zwischen $1 < H/D < 12$ gültig:

$$\frac{\bar{Nu}}{\text{Pr}^{0,42}} = F(\text{Re}; r/D) \cdot k(r/D; H/D) \quad (3.95)$$

Die Werte für die Funktion F sind für einen festen relativen Düsenabstand von $H/D = 7,5$ in Abhängigkeit der Reynoldszahl im Bereich von 2.000 bis 400.000 und dem radialen Staupunkt Abstand in Abbildung 3.63 dargestellt.

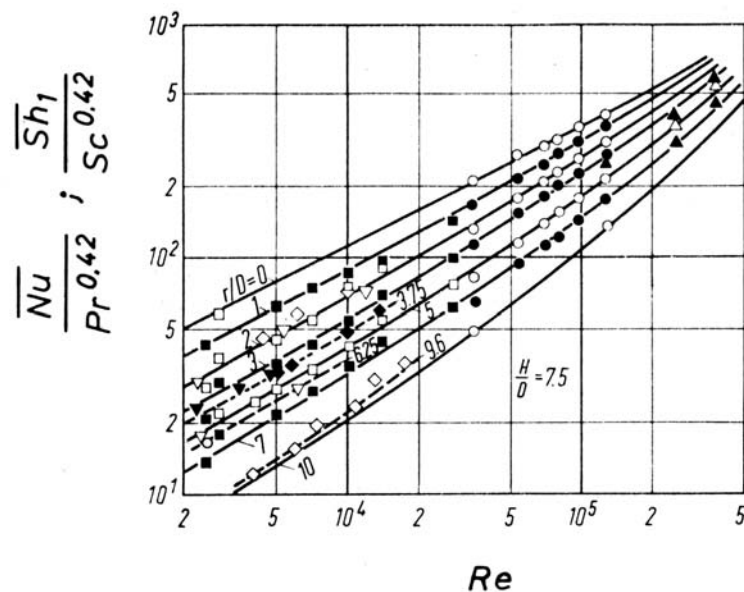


Abbildung 3.63: Wärme- und Stoffübergang für einen Prallstrahl aus einer Einzeldüse für $H/D = 7,5$ in Abhängigkeit von r/D [52]

Zur Bestimmung der Nusseltzahlen für andere Düsenabstände von H/D muss die Funktion F mit einem Korrekturfaktor $k(r/D; H/D)$ multipliziert werden (siehe Abbildung 3.64). Dieser Korrekturfaktor kann Werte zwischen 0,85 und 1,15 annehmen und hat für den Düsenabstand $H/D = 7,5$ den Wert von $k(r/D; H/D = 7,5) \equiv 1$.

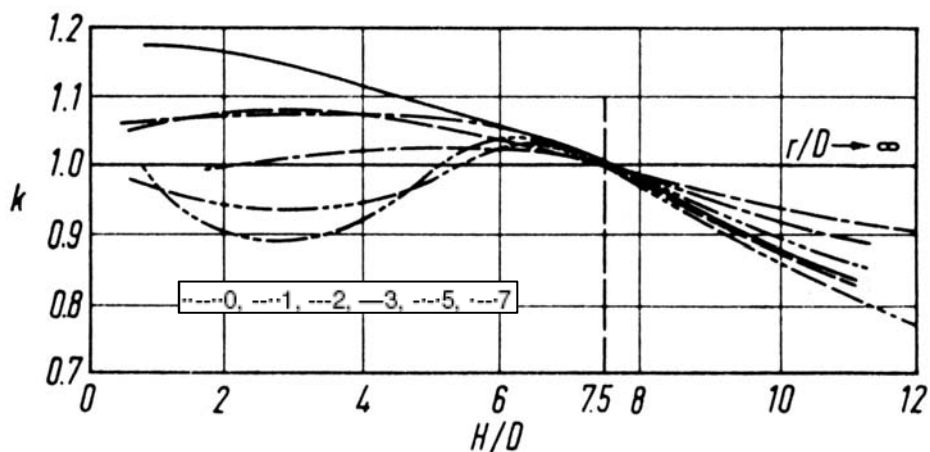


Abbildung 3.64: Korrekturfaktor für Düsenabstände $H/D \neq 7,5$ in Abhängigkeit von r/D [52]

Die Reynoldszahl wird mit der mittleren Strömungsgeschwindigkeit und den Stoffdaten des Fluids am Düsenaustritt berechnet. Als charakteristische Länge in der Reynoldszahl sowie in der Nusseltzahl wird der hydraulische Durchmesser der Düse eingesetzt, der für Runddüsen

dem geometrischen Durchmesser entspricht. Die Umrechnung der Nusseltzahl (Abbildung 3.63 und Abbildung 3.64) in den Wärmeübergangskoeffizienten α erfolgt über die Wärmeleitfähigkeit des Fluids k_{Fl} .

$$\alpha = \frac{k_{Fl}}{D} \cdot \bar{Nu} \quad (3.96)$$

Bei einem Abkühl- bzw. Aufwärmvorgang durch einen Prallstrahl wird aufgrund der thermischen Bedingungen die Wärmeleitfähigkeit k_{Fl} bei einer gemittelten Temperatur aus der Fluidtemperatur am Düsenaustritt und der Oberflächentemperatur bestimmt. Im Falle eines Abkühlungsprozesses wurde der Wärmeübergangskoeffizient basierend auf den hier dargestellten Zusammenhängen für verschiedene Reynoldszahlen berechnet und ist in Abbildung 3.65 gezeigt.

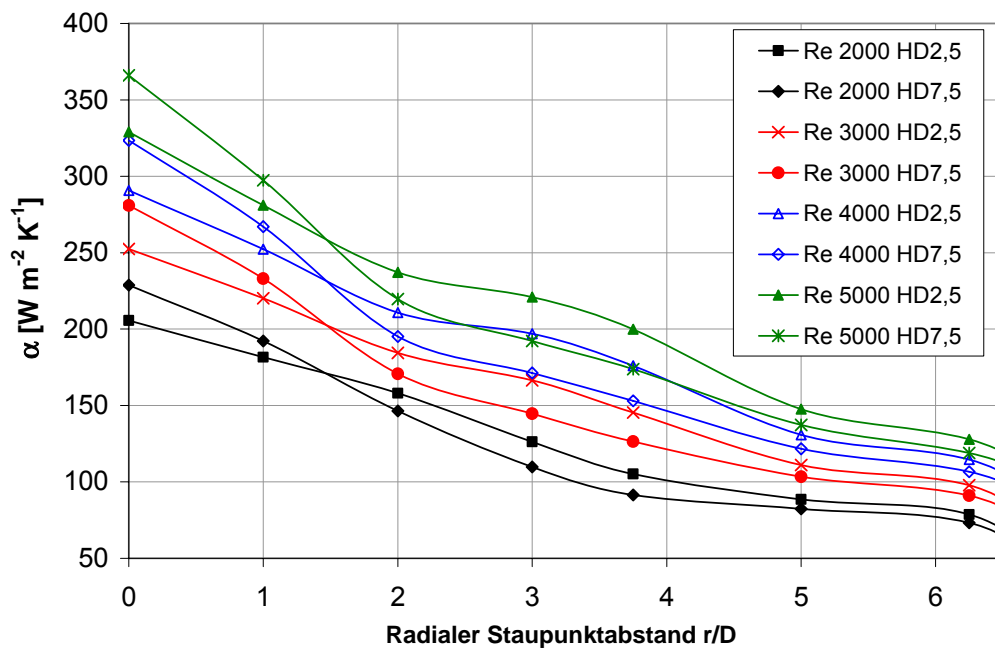


Abbildung 3.65: Wärmeübergangskoeffizienten für $T_{Fl} = 220^\circ\text{C}$ und $T_{Oberfl.} = 1000^\circ\text{C}$

3.2.6.3 Wärmeabfuhr durch Prallstrahlkühlung

Ausgehend von den experimentellen Bedingungen in der Versuchapparatur wird der sich bei der Prallstrahlkühlung einstellende Wärmeübergangskoeffizient α basierend auf den in Abschnitt 3.2.6.2 beschriebenen Zusammenhängen bestimmt. Die Wärmeabfuhr durch einen Prallstrahl ist von der geometrischen Anordnung und von den Materialeigenschaften des Kühlmediums sowie des Probenkörpers abhängig. Als Kühlmedium wird bei der Leitfähigkeitsmessung Stickstoff unter atmosphärischen Bedingungen mit einem Volumenstrom von $2,4 \text{ m}^3/\text{s}$ in die Lanze, die einen Durchmesser von 10 mm hat, geleitet. Die Austrittsöffnung der 400 mm langen Lanze ist in einem Abstand von 25 mm zur Probenunterseite positioniert. Zur Bestimmung des Wärmeübergangskoeffizienten α aus der Abbildung 3.63 zusammen mit Abbildung 3.64 in Abhängigkeit des radialen Staupunktabstandes r/D muss die Reynoldszahl mit den Stoffdaten am Düsenaustritt berechnet werden.

Zu Beginn einer Leitfähigkeitsmessung sind die Probe sowie ein Teil der Lanze ($L = 200 \text{ mm}$) auf Messtemperatur erhitzt. Der Stickstoff, der am Rotameter eine Temperatur von ca. 20°C hat, wird beim Durchströmen der Lanze aufgewärmt. Über die Gleichung (3.97) nach Baehr [62] kann eine Fluidtemperatur T_{Fl} an einer Stelle x in einem Rohr in Abhängigkeit der Eintrittstemperatur T_{E} und der über die Rohrlänge konstanten Wandtemperatur T_{W} ermittelt werden.

$$\frac{T_{\text{Fl}}(x) - T_{\text{W}}}{T_{\text{E}} - T_{\text{W}}} = \exp\left(-\frac{\alpha_{\text{R}} \cdot \pi \cdot D \cdot x}{c_{\text{P}} \cdot \rho \cdot \dot{V}_{\text{Fl}}}\right) \quad (3.97)$$

Für $x = 200 \text{ mm}$ kann so eine mittlere Stickstofftemperatur am Lanzenaustritt bestimmt werden. Der in der Formel auftretende Wärmeübergangskoeffizient α_{R} muss über die Nusseltzahl nach Gleichung (3.98) ermittelt werden. Für Innenseiten von durchströmten glatten Rohren gilt nach [32, 64]:

$$\text{Nu}_{\text{R}} = (1 - \gamma) \cdot \text{Nu}_{\text{L},2300} + \gamma \cdot \text{Nu}_{\text{T},10^4} \quad (3.98)$$

mit
$$\gamma = \frac{\text{Re} - 2300}{10^4 - 2300} \quad (3.99)$$

und für einen Gültigkeitsbereich:

$$2300 \leq \text{Re} \leq 10^4$$

$$0,6 \leq \text{Re} \leq 1000$$

$$D/L \leq 1$$

Der in der Gleichung (3.98) auftretende so genannte Intermittenzfaktor γ ist eine Art Gewichtungsfaktor, um den Strömungszustand im Übergangsbereich von laminarer bis zu vollständig turbulenter Strömung zu charakterisieren. Rohrströmungen mit $Re \geq 2300$ beginnen gerade von laminar auf turbulent umzuschlagen und erreichen erst ab $Re \geq 10^4$ einen vollständig ausgebildeten turbulenten Strömungszustand. [64, 90, 91]

Der Anteil $Nu_{L,2300}$ in Gleichung (3.98) beschreibt den laminaren Strömungszustand innerhalb des Übergangsbereichs bei einer Reynoldszahl von $Re = 2300$ während $Nu_{T,10^4}$ den turbulenten Strömungszustand berücksichtigt.

$$Nu_{L,2300} = 49,371 + \left[1,615 \cdot \left(2300 Pr \frac{D}{L} \right)^{1/3} - 0,7 \right]^3 + \left[\left(\frac{2}{1 + 22 Pr} \right)^{1/6} \cdot \left(2300 Pr \frac{D}{L} \right)^{1/2} \right]^3 \quad (3.100)$$

$$Nu_{T,10^4} = \frac{(0,0308/8) \cdot 10^4 \cdot Pr}{1 + 12,7 \cdot \sqrt{0,0308/8} \cdot (Pr^{2/3} - 1)} \cdot \left[1 + \left(\frac{D}{L} \right)^{2/3} \right] \quad (3.101)$$

Die Nusseltzahl, die nach Gleichung (3.98) bestimmt werden kann, ist somit eine Funktion der Reynoldszahl, der Prandtlzahl sowie des dimensionslosen Düsendurchmessers D/L und muss zur Ermittlung des Wärmeübergangskoeffizienten α_R über die Gleichung (3.96) umgerechnet werden. Die zur Berechnung notwendigen Stoffwerte werden auf die arithmetisch gemittelte Temperatur zwischen Lanzenein- und -austritt bezogen und erfordern aufgrund der anfangs unbekanntem Austrittstemperatur ein iteratives Vorgehen. Die auf diesem Weg berechneten Werte sind für verschiedene Probenstemperaturen in Tabelle 3.6 dargestellt.

Tabelle 3.6: Berechnete Stickstofftemperaturen am Lanzenaustritt bei einem relativen Düsenabstand H/D von 2,5 und für $\dot{V}_{N_2} = 2,4 \text{ m}^3/\text{s}$

$T_{\text{Probe}}(t = t_0)$ [°C]	Re [-]	Nu_R [-]	α_R [µm]	$T_{Fi}(x = L)$ [°C]
500	4612	16.93	52.11	181
600	4468	16.39	52.14	215
700	4336	15.89	52.18	248
800	4213	15.43	52.22	282
900	4099	15.01	52.27	315
1000	3993	14.61	52.32	349
1100	3893	14.24	52.37	382
1200	3800	13.89	52.43	415

Für die Prallstrahlkühlung mit einer Reynoldszahl von 4000 sowie von 4700 werden die radialen Profile des Wärmeübergangskoeffizienten exemplarisch berechnet. Die dabei verwendeten Stoffwerte des Kühlmediums werden auf die arithmetisch gemittelte Temperatur zwischen der berechneten Fluidtemperatur am Lanzenaustritt und der gemessenen Proben­temperatur zum Zeitpunkt $t = t_0$ bezogen. Aus der Abbildung 3.63 ergeben sich in Verbindung mit Abbildung 3.64 die Werte für das Verhältnis von $Nu/Pr^{0,42}$ bei einem relativen Düsenabstand H/D von 2,5. Sie sind in Abhängigkeit des radialen Staupunkt­abstandes r/D in Tabelle 3.7 aufgeführt. Die daraus resultierenden Nusseltzahlen sowie Wärmeübergangskoeffizienten sind ebenfalls aufgelistet. Diese Berechnung zeigt, dass mit der Prallstrahlkühlung lokal ein maximaler Wärmeübergangskoeffizient von ca. $400 \text{ W m}^{-2}\text{K}^{-1}$ erreicht werden kann. Aufgrund der eingesetzten Probengröße sind nur die Koeffizienten für die Staupunkt­abstände r/D im Bereich von 0 bis 3 relevant. In Abhängigkeit der thermischen Bedingungen kann in diesem Bereich der Übergangskoeffizient einen radialen Gradienten von 80 bis $130 \text{ W m}^{-2}\text{K}^{-1}$ aufweisen.

Tabelle 3.7: Wärmeübergangskoeffizient α bei H/D von 2,5 und $\dot{V}_{N_2} = 2,4 \text{ m}^3/\text{s}$

r/D [-]	Re = 4000			Re = 4700		
	$Nu/Pr^{0,42}$ [-]	Nu [-]	α [W m ⁻² K ⁻¹]	$Nu/Pr^{0,42}$ [-]	Nu [-]	α [W m ⁻² K ⁻¹]
0	64	56	352	69	60	270
1	55	48	302	59	51	230
2	46	41	257	50	44	198
3	43	37	236	47	41	185
5	29	26	161	31	27	122

3.2.6.4 Methoden zur Messung thermischer Leitfähigkeiten

Eine Übersicht der Methoden zur Messung der Leitfähigkeit finden sich bei DeWitt [16], Maglic [87] und Tye [17, 18] und werden kategorisch unterteilt in stationäre und instationäre Verfahren. Bei den stationären Messverfahren wird in einem Messkörper ein zeitkonstanter Temperaturgradient erzeugt, aus dem nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes durch direkte Messung des Wärmeflusses pro Fläche und der Temperaturdifferenz, die Wärmeleitfähigkeit bestimmt wird. Bei den instationären Verfahren ändert sich das Temperaturfeld im Messkörper mit der Zeit. Durch die zeitliche und räumliche Messung der Temperaturänderungen innerhalb des Körpers wird in der Regel die Temperaturleitfähigkeit erfasst, mit der bei Kenntnis der Dichte sowie der Wärmekapazität die Wärmeleitfähigkeit nach Gleichung (3.32) bestimmt werden kann.

Bei den stationären Verfahren werden gezielt Wärmesenken und Wärmequelle zur Einstellung des konstanten Temperaturgradienten in dem Probenkörper abgestimmt. Der Wärmestrom wird in den meist zylindrisch aufgebauten Probenkörpern entweder in axialer oder radialer Richtung erzeugt, so dass eine eindimensionale Wärmeleitfähigkeit bestimmt werden kann. Zur Vermeidung von Wärmeverlusten und zur Verwirklichung eines gerichteten Wärmeflusses werden Schutzheizier eingesetzt, mit deren Hilfe die Wärmeströme, die nicht in Messrichtung fließen, unterbunden werden. Zur radialen Wärmeleitfähigkeitsmessung wird der Messkörper als Hohlzylinder ausgeführt. Auf der Mittelachse der Probe verläuft ein zylindrischer Heizstab über die gesamte Länge des Probenkörpers. Die äußere Mantelfläche des Probenkörpers ist zur Einstellung des Temperaturniveaus von einem Rohrofen umschlossen. Die Räume zwischen Heizstab, Probe und Rohrofen sind mit Isolationspulver bestehend aus Al_2O_3 oder MgO verfüllt. Über den elektrisch beheizten Heizstab kann der radiale Wärmefluss, der sich konstant über die Länge der Probe radial ausbreitet, ermittelt werden. Der sich zwischen dem Heizstab und dem Rohrofen einstellende radiale Temperaturgradient wird mit Thermoelementen auf mindestens zwei Probenradien nahe der Probenmittelachse gemessen. Damit kann die Wärmeleitfähigkeit k_{eff} bestimmt werden zu:

$$k_{\text{eff}} = \dot{Q}_{\text{el}} \cdot \frac{\ln(r_2/r_1)}{2 \cdot \pi \cdot (T_2 - T_1)} \quad (3.102)$$

Eine hohe Messgenauigkeit wird bei dieser Anordnung für Proben mit einem großen Längen zu Durchmesser Verhältnis erreicht, bei denen auf der Probenmittelachse von einem reinen radialen Wärmefluss ausgegangen werden kann. Zur gezielten Unterdrückung der axialen Wärmeflüsse können an den axialen Enden Schutzheizier eingesetzt werden.

Zur Messung einer axialen Wärmeleitfähigkeit wird der Messaufbau so ausgelegt, dass sich der Wärmefluss innerhalb des Probenkörpers nur in axialer Richtung ausbreiten kann. Die

radialen Wärmeflüsse in der Probe werden unterdrückt oder minimiert und in der Auswertung evaluiert. Messungen bei hohen Temperaturen führen zu Anstiegen der axialen als auch radialen Wärmeflüsse in der Probe. Zur Reduzierung der radialen Wärmeflüsse müssen die Proben mit möglichst kleinem Längen zu Durchmesser Verhältnis, als flache, zylindrische Scheiben ausgeführt werden. Daher kann die Probengröße je nach Material zwischen Durchmessern von 10 mm für zum Beispiel Halbleiter und 300 mm für zum Beispiel Feuerfestmaterialien variieren [87]. Bei einer absoluten Messung der axialen Wärmeleitfähigkeit befindet sich der Probenkörper zwischen einer Wärmequelle, die oft als elektrischer Heizer ausgeführt ist, und einer Wärmesenke, für die zum Beispiel ein wassergekühltes Kalorimeter verwendet werden kann. Die axiale Temperaturdifferenz der Probe wird mit Thermoelementen gemessen, die entweder in Bohrungen innerhalb der Probe oder in Nuten auf der Probenoberfläche stecken. Können die radialen Wärmeverluste trotz der auf die Wärmeleitfähigkeit des Materials abgestimmten Probengeometrie nicht auf ein erforderliches Maß reduziert werden, wird der komplette Messaufbau mit einem beheizten Schutzrohr umschlossen. Der Zwischenraum zwischen Probe und Schutzrohr wird zusätzlich mit Isolationspulver gefüllt, so dass sich über den Probenquerschnitt konstante thermische Bedingungen einstellen. Im thermischen Gleichgewichtszustand kann mit dem erfassten axialen Wärmestrom die Wärmeleitfähigkeit bestimmt werden zu:

$$k_{\text{eff}} = \frac{\dot{Q} \cdot (x_2 - x_1)}{A \cdot (T_2 - T_1)} \quad (3.103)$$

Die Wärmeleitfähigkeit kann auch relativ über den Vergleich mit Referenzmaterialien, deren thermische Eigenschaften bekannt sind, bestimmt werden. Gegenüber dem absoluten Verfahren wird dafür zwischen Wärmequelle und Probe sowie zwischen Probe und Wärmesenke jeweils einer von zwei identischen Referenzkörpern mit gleichem Probenquerschnitt positioniert. Für eine hohe Messgenauigkeit muss die Leitfähigkeit des Referenzmaterials im Bereich des Probenmaterials liegen. Durch Messung des axialen Temperaturgradienten in beiden Referenzkörpern können die jeweiligen Wärmeflüsse erfasst werden. Bei Übereinstimmung kann vom gleichen Wärmefluss durch die Probe ausgegangen und schließlich die Wärmeleitfähigkeit nach Gleichung (3.103) bestimmt werden. Apparaturen, die nach dem Prinzip des Leitfähigkeitsvergleichs arbeiten, können sehr verschieden aufgebaut sein. Die Nachteile dieser Verfahren, die zu erhöhten Messunsicherheiten führen, liegen in der zusätzlich erforderlichen Temperaturmessung in den Referenzmaterialien, in der Genauigkeit der Wärmeleitfähigkeit der Referenzmaterialien und dem Ungleichgewicht zwischen Probenleitfähigkeit und Referenzleitfähigkeit.

Bei den instationären Messverfahren wird die Wärmeleitfähigkeit über die Temperaturleitfähigkeit ermittelt. [88, 89] Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit setzt dabei die Kenntnis

der Dichte ρ und der spezifischen Wärmekapazität c_p und ihrer Abhängigkeit von der Temperatur voraus.

Als instationäres Messverfahren wird primär die so genannte Flash-Methode eingesetzt. Die zylindrischen Proben haben einen Durchmesser von 6 bis 15 mm bei einer Länge von 3 bis 6 mm je nach Leitfähigkeit des Materials. Eine Probenscheibe, die zu Beginn auf konstanter Messtemperatur geregelt ist, wird durch einen definierten Energieimpuls erwärmt. Die eingeleitete Wärmefront wandert daraufhin durch die Probe und der zeitliche Temperaturverlauf wird auf der Rückseite gemessen. Aus dem gemessenen Temperaturverlauf, der Probendicke l und der spezifischen Zeit $t_{1/2}$, bei der die Temperatur die halbe Maximaltemperatur erreicht, kann die Temperaturleitfähigkeit bestimmt werden zu:

$$a = 1,37 \cdot \frac{l^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} \quad (3.104)$$

Das Heißdrahtverfahren ist das einzige instationäre Messverfahren, bei dem die gemessene zeitliche Temperaturänderung eines Heißdrahtes nach Einschalten des Heizstromes als direktes Maß für die Wärmeleitfähigkeit des Messprobekörpers [5, 22] genutzt wird.

Das Heizdrahtverfahren basiert auf der Annahme einer unendlichen, linienförmigen Wärmequelle in einem unendlich ausgedehnten, homogenen, isotropen Medium. Diese Wärmequelle erzeugt ein zylindrisches Temperaturfeld. Der Temperaturanstieg an jedem Punkt im Probenmaterial hängt von der Wärmeleitfähigkeit λ ab:

$$\Theta = \frac{\dot{q}}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \cdot \left(0,57726 + \ln \left(\frac{r^2}{4 \cdot a \cdot t} \right) \right) \quad (3.105)$$

In (3.105) kommt zu der Wärmeleitfähigkeit λ noch die unbekannte Temperaturleitfähigkeit a hinzu. Um diese zu eliminieren wird die Temperatur Θ zu zwei bestimmten Zeiten t_1 und t_2 betrachtet:

$$\Theta_1 = \frac{\dot{q}}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \cdot \left(0,57726 + \ln \left(\frac{r^2}{4 \cdot a \cdot t_1} \right) \right) \quad (3.106)$$

$$\Theta_2 = \frac{\dot{q}}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \cdot \left(0,57726 + \ln \left(\frac{r^2}{4 \cdot a \cdot t_2} \right) \right) \quad (3.107)$$

Somit lässt sich für die Temperaturdifferenz schreiben:

$$\Theta_2 - \Theta_1 = \frac{\dot{q}}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \cdot \left(0,57726 + \ln\left(\frac{r^2}{4 \cdot a \cdot t_2}\right) - 0,57726 - \ln\left(\frac{r^2}{4 \cdot a \cdot t_1}\right) \right)$$

$$\Theta_2 - \Theta_1 = \frac{\dot{q}}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} \cdot \ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right) \quad (3.108)$$

Daraus kann die Wärmeleitfähigkeit λ berechnet werden zu:

$$\lambda = \frac{\dot{q}}{4\pi} \cdot \frac{\ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right)}{\Theta_2 - \Theta_1} \quad (3.109)$$

Aus Gleichung (3.109) ist zu erkennen, dass die Temperaturmessung unabhängig vom Radius ist. Allerdings muss die Bedingung $r^2/4 \cdot a \cdot t \ll 1$ erfüllt sein.

3.2.6.5 Faseroptische Temperaturmessung

Bei der Entwicklung des Messsystems sollten zur Erfassung der Temperaturverläufe zunächst optische Verfahren zum Einsatz kommen, da sie berührungslos arbeiten und kurze Reaktionszeiten aufweisen. Diese Vorgehensweise wurde im Rahmen des Projektes auch untersucht. Die wesentlichen Ergebnisse sind an dieser Stelle zusammengefasst und die Gründe werden erläutert, warum letztendlich auf eine optische Temperaturmessung verzichtet wurde. Gewöhnlich werden zur Temperaturmessung Thermoelemente eingesetzt. Allerdings benötigen diese aufgrund ihres Messprinzips für eine genaue Temperaturmessung direkten Kontakt zum Messobjekt und je nach Ausführung eine gewisse Zeit, um die Temperatur des Objektes anzunehmen. Außerdem üben sie aufgrund des Kontaktes mechanischen und thermischen Einfluss auf die Probe aus und können so eine Messunsicherheit darstellen. Die optische Temperaturmessung basiert auf der Messung elektromagnetischer Strahlung, die von jedem Körper mit einer Temperatur über dem maximalen Nullpunkt (0°K) abgegeben wird. Zur Strahlungsmessung können faseroptische Spektrometer verwendet werden. Mit zunehmender Temperatur eines Körpers erhöht sich die Strahlungsintensität und zusätzlich verschiebt sich die spektrale Verteilung zu kurzwelliger Strahlung. Das Planck'sche Gesetz (Gleichung (3.110)) beschreibt die spektrale Strahldichte eines schwarzen Körpers als Funktion der Temperatur und Wellenlänge. Als Näherung mit einem Fehler von unter 1% für Werte $\lambda T < 3125 \mu\text{m K}$

kann die Wiensche Näherung für die spektrale Strahldichte (siehe Gleichung 3.12) verwendet werden:

$$L_s(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^5 \cdot \exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right)} \quad (3.110)$$

Bei monochromatischen Pyrometern kann das optische Signal $S(\lambda, T)$ eines Messkörpers mit der Definition des Emissionskoeffizienten des Messkörpers bestimmt werden:

$$S(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) \cdot K(\lambda) \cdot L_s(\lambda, T) = \frac{\varepsilon(\lambda, T) \cdot K(\lambda) \cdot c_1}{\lambda^5 \cdot \exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right)} \quad (3.111)$$

In Gleichung (3.111) ist ε der Emissionsgrad der Probe und K eine zusammengefasste Konstante, die von geometrischen Faktoren des Versuchsaufbaus, der Pyrometeroptik und des Detektors abhängt und über einen Kalibrierstandard (Schwarzkörper oder Wolframbandlampe) bestimmt wird. Für die Ermittlung der Temperatur aus dem Messsignal muss der spektrale Emissionsgrad bekannt sein, der wiederum durch eine weitere Kalibrierung an der Messobjekt Oberfläche bestimmt wird. Anstelle der Messung von Absolutwerten kann das Verhältnis zweier, bei unterschiedlichen Wellenlängen gemessenen, Strahlungssignale zur Temperaturbestimmung genutzt werden. Der Vorteil dieses Konzeptes beruht darauf, dass Störeinflüsse bei der Messung, wie zum Beispiel Änderungen in den Oberflächeneigenschaften oder Hindernisse im Sichtkegel zur Messprobe, von beiden Wellenlängen wahrgenommen werden und das Verhältnis der Messsignale gleich bleibt. Bei den so genannten Zwei-Farben- oder Verhältnispyrometern können die Messsignale wie folgt angegeben werden:

$$S_1(\lambda_1, T) = \varepsilon_1(\lambda_1, T) \cdot K_1(\lambda_1) \cdot L_{s,1}(\lambda_1, T) = \frac{\varepsilon_1(\lambda_1, T) \cdot K_1(\lambda_1) \cdot c_1}{\lambda_1^5 \cdot \exp\left(\frac{c_2}{\lambda_1 T}\right)} \quad (3.112)$$

und

$$S_2(\lambda_2, T) = \varepsilon_2(\lambda_2, T) \cdot K_2(\lambda_2) \cdot L_{s,2}(\lambda_2, T) = \frac{\varepsilon_2(\lambda_2, T) \cdot K_2(\lambda_2) \cdot c_1}{\lambda_2^5 \cdot \exp\left(\frac{c_2}{\lambda_2 T}\right)} \quad (3.113)$$

Aus dem Verhältnis der gemessenen Strahlungssignale S_i kann unter Verwendung der Gleichungen (3.112) und (3.113) die gemessene Temperatur bestimmt werden zu:

$$T = \frac{c_2 \cdot \left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1} \right)}{\ln\left(\frac{S_1}{S_2}\right) - \ln\left(\frac{\epsilon_1}{\epsilon_2}\right) - \ln\left(\frac{K_1 \cdot \lambda_2^5}{K_2 \cdot \lambda_1^5}\right)} \quad (3.114)$$

Für Messproben, die als graue Strahler betrachtet werden, gilt $\epsilon_1 = \epsilon_2 = \epsilon = \text{konstant}$ und Gleichung (3.114) wird emissionsgradunabhängig. Bei unterschiedlichen spektralen Emissionsgraden an den Messwellenlängen des Pyrometers entsteht ein Messfehler, falls bei der Auswertung aufgrund fehlender Informationen bezüglich der spektralen Oberflächenemissionsgrade von einem grauen Strahler ausgegangen werden muss. Wenn der Abstand zwischen den Pyrometerwellenlängen klein ist, bewegt sich das Emissionsgradverhältnis gegen 1 und der Messfehler reduziert sich. Eine Abschätzung für den resultierenden Fehler kann durch Einführung einer scheinbaren Temperatur T_S erfolgen, für die die Gleichheit der Emissionsgrade gelten soll. Dabei wird das gemessene Strahlungsverhältnis bei der scheinbaren Temperatur T_S mit dem Verhältnis bei der wahren Temperatur T gleichgesetzt:

$$\frac{S_{1,S}(\lambda_1, T_S)}{S_{2,S}(\lambda_2, T_S)} = \frac{S_1(\lambda_1, T)}{S_2(\lambda_2, T)} \quad (3.115)$$

Daraus folgt:

$$\frac{1}{T} - \frac{1}{T_S} = \left(\frac{\lambda_1 \cdot \lambda_2}{c_2 \cdot (\lambda_2 - \lambda_1)} \ln\left(\frac{\epsilon_1}{\epsilon_2}\right) \right) \quad (3.116)$$

Bei einer wahren Temperatur von 1000°K und den Emissionsgraden von ϵ_1 (1500 nm) = 0,25 und ϵ_2 (1600 nm) = 0,27 folgt nach Gleichung (3.116) eine scheinbare Temperatur T_S von 886°K, das einer Temperaturabweichung von 114°C oder einer relativen Abweichung von ca. 11% entspricht.

Untersuchungen zur optischen Temperaturmessung mit dem Faseroptik-Spektrometer an dem neuen Schwarzkörper zeigen im Wellenlängenband von 650 bis 750 nm eine Ungenauigkeit von unter 10% bei Temperaturen von 1400 und 1600°K. In Abbildung 3.66 ist dazu der Verlauf der berechneten Temperaturen und die zugehörige relative Abweichung zur gemessenen Schwarzkörpertemperatur aufgetragen. Die Genauigkeit der Messung nimmt mit höheren Temperaturen zu. Dies ist durch die Empfindlichkeit des Spektrometers im kurzwelligen Bereich bedingt, da sich das Strahlungsmaximum nach dem Planck'schen Gesetz (Gleichung (3.110)) mit zunehmender Temperatur zu niedrigen Wellenlängen verschiebt.

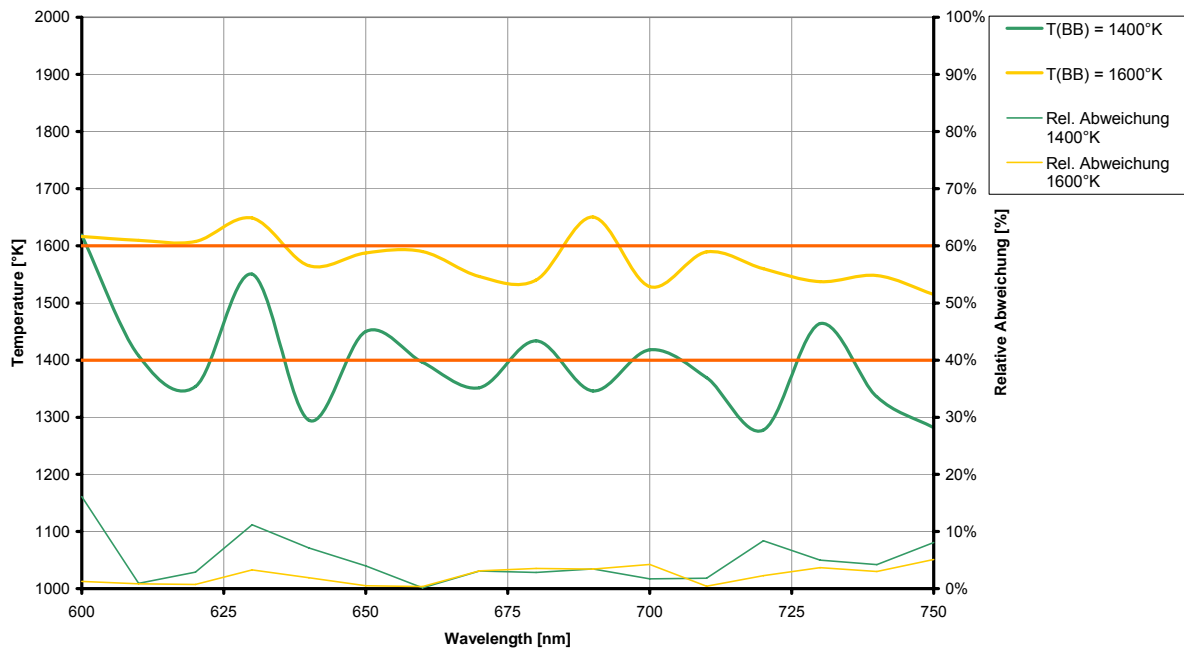


Abbildung 3.66: Temperaturbestimmung über optische Spektroskopie am neuen Referenzkörper im Vergleich zur gemittelten Thermoelementtemperatur

Die optische Temperaturmessung wurde bei der realisierten Messmethode zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit nicht eingesetzt. Mit dieser Methode können zwar Oberflächentemperaturen rückwirkungsfrei ermittelt werden, allerdings ist sie für lokale Messungen auf der axialen Symmetrieachse innerhalb eines zylindrischen Probenkörpers ungeeignet. Die Integration in den Messaufbau ist prinzipiell möglich, erfordert aber einen erheblichen apparativen Aufwand, der die Messgenauigkeit nicht deutlich erhöht. Um bei den Leitfähigkeitsmessungen einen einheitlichen Einfluss auf alle Temperaturmessstellen zu erreichen, wurden daher alle Temperaturen über Thermoelemente bestimmt.

3.3 Literatur

- [1] Schleiermacher, A. L.: Wiedemann Ann. Phys. N. F. 34, 1888.
- [2] Held, E. F. M.: Physika 15, S. 865, 1949.
- [3] Mittenbühler, A.: Apparatur zur Messung der Wärmeleitfähigkeit von feuerfesten Steinen, Körnungen und Pulvern; Ber. Dt. keram. Ges. 39, S. 387, 1962.
- [4] Schulle, W.: Die Eignung der dynamischen Heißdrahtmethode zur Bestimmung der Wärmeleitzahl von feuerfesten Baustoffen bei Raumtemperatur und bei höheren Temperaturen; Diss., Bergakademie Freiburg, 1962.
- [5] Dohm, K. D.: Wärmeleitfähigkeitsmessungen mit dem Heißdrahtverfahren an feuerfesten Baustoffen unter Berücksichtigung des Einflusses von Gasatmosphäre und Unterdruck auf die Wärmeleitfähigkeit; Dissertation, RWTH Aachen, 1968.
- [6] Zausinger: Entwicklung einer Apparatur zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mit einer instationären Hitzdrahtmethode; Verfahrenstechnik 8, S. 150, 1974.
- [7] Bauer, W.; Steinhardt, R.: Die Berechnung temperaturabhängiger integraler und Gesamtemissionsgrade feuerfester Baustoffe; Energieanwendung 30, Heft 3, Mai 1981.
- [8] Bauer, W.; Steinhardt, R.: Stoffwertsammlung der Emissionsgrade feuerfester Baustoffe und keramischer Materialien; Freiburger Forschungshefte Nr. A 681, Leipzig, 1983.
- [9] Bauer, W.; Oertel, H.; Kirchhoff, R.: Meßplatz zur Bestimmung von spektralen Emissionsgraden feuerfester Baustoffe; Preprints zum 36. Internationalen Feuerfest-Kolloquium, Aachen, 1993.
- [10] Bauer, W.; Kirchhoff, R.; Oertel, H.: Ermittlung der Strahlungseigenschaften von Hochemissions-Coatings in Abhängigkeit von verschiedenen Einflussfaktoren; Gas-Wärme International, Band 42, Nr. 12, S. 571-578, 1993.
- [11] Hottel, H.C.; Sarofim, A.F.: Radiative Transfer; McGraw-Hill, New York, 1967.
- [12] Schack, K.: Berechnung der Strahlung von Wasserdampf und Kohlendioxid; Chem. Ing. Tech., 2, S. 53-104, 1970.

- [13] Lallemand, N.; Weber, R.: Evaluation of Seven Approximate Emissivity Models for CFD-Modelling of Non-Luminous Flames; EURO THERM-Seminar, ENEA Research Centre, Saluggia, Italy, Okt. 1994.
- [14] Leckner, B.: Spectral and Total Emissivity of Water Vapor and Carbon dioxide; Combustion and Flame, 19, S. 33-48, 1972.
- [15] Goody, R.M.: A Statistical Model for Water-Vapour Absorption; Quarterly Journal of the Royal Meteorological Society, 78, S. 165-169, 1952.
- [16] DeWitt, D. P.; Nutter, G. D.: Theory and Practice of Radiation Thermometry; New York, Wiley, 1988.
- [17] Tye, R. P.: Thermal Conductivity – Volume 1; New York, Academic Press, 1969.
- [18] Tye, R. P.: Thermal Conductivity – Volume 2; New York, Academic Press, 1969.
- [19] Dusza, L.: Wärmetransport-Modelle zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von Werkstoffen mit der instationären Laser-Flash-Methode; Diss., Karlsruhe, 1996.
- [20] Sölter, H. J.: Das Laserpulsverfahren zur simultanen Bestimmung der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von Zweischichtsystemen: Vergleich von Auswerteformalismen und Untersuchungen an plasmagespritzten Schichten; Diss., Stuttgart, 1989.
- [21] DIN 51046: Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe. Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit bei Temperaturen bis 1600°C nach dem Heißdraht-Verfahren.
- [22] Warnke, K.: Anwendung des Heißdrahtverfahrens zur Messung der Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit an festen Stoffen, Schüttungen und Flüssigkeiten, Dissertation, RWTH Aachen, 1975.
- [23] Vljacic, T.: Ein instationäres Verfahren zur Bestimmung der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von festen Stoffen; Diss., Aachen, 1976.
- [24] Kremer, H.; May, F.: Mathematische und physikalische Modellierung der Brennraumgeometrie von U-Flammenwannen im Hinblick auf die Stickoxydreduzierung; Abschlußbericht AiF 10504N/1, 1998.
- [25] Rothman, L.S. et al: The Hitran Database; Applied Optics, 26, S. 4085-4097, 1987
- [26] Scherer, V.; Linka, S.; Wirtz, S.: Untersuchungen der Eigenschaften von Schlacken und Schmelzen in technischen Feuerungen; Abschlussbericht AiF 12597 N, 2003.

- [27] Linka, S.; Wirtz, S.; Scherer, V.: Experimentelle Untersuchung der spektralen Strahlungseigenschaften von Kohleschlacken; Druckflamm-Statusseminar, Essen, 2002.
- [28] Linka, S.; Wirtz, S.; Scherer, V.: Investigations on Thermal Radiation Characteristics of Coal Ashes and Slags; Technologies and Combustion for a Clean Environment, Clean Air 7, Lisbon, 2003.
- [29] Linka, S.; Wirtz, S.; Scherer, V.: Spectral Thermal Radiation Characteristics of Coal Ashes and Slags: Influence of Chemical Composition and Temperature; ASME Summer Heat Transfer Conference, Las Vegas, 2003.
- [30] Verein Deutscher Eisenhüttenleute VDEh: Slag Atlas; Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, 1995.
- [31] Burau, F.: Optimierung der wärme- und strömungstechnischen Eigenschaften permeabler Strahlungswände in Industrieöfen; Diss., Bochum 1993.
- [32] VDI-Wärmeatlas, 8. Auflage, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 1997.
- [33] Zehner, P.; Schlünder, E. U.: Einfluß der Wärmestrahlung und des Druckes auf den Wärmetransport in nicht durchströmten Schüttungen; Chem.-Ing.-Tech., 44, S. 1303ff, 1972.
- [34] Bauer, R.; Schlünder, E. U.: Effective Radial Thermal Conductivity of Packings in Gas Flow. Part II: Thermal Conductivity of the Packing Fraction without Gas Flow; Int. Chem. Eng., 18, S. 189-204, 1978.
- [35] Krischer, O.: Die wissenschaftlichen Grundlagen der Trocknungstechnik; Springer Verlag Berlin, 1956.
- [36] Baxter, L. L.; Fletcher, T. H.; Ottesen, D. K.: Spectral Emittance Measurements of Coal Particles; Energy & Fuels, 2, S. 423-430, 1988.
- [37] Mills, K. C.; Rhine, J. M.: The Measurement and Estimation of the Physical Properties of Slags Formed during Coal Gasification; Fuel, 68, S. 904-910, 1989.
- [38] Milne, C. R.; Silcox, G. D.; Pershing, D. W.; Kirchgessner, D. A.: High-Temperature, Short-Time Sulfation of Calcium-Based Sorbents 2. Experimental Data and Theoretical Model Predictions; Ind. Eng. Chem. Res., 29, S. 2201-2214, 1990.

- [39] Kainer, H.: Kopplung von Wärme- und Stoffaustausch mit chemischer Kinetik bei der Zersetzung von natürlichen Karbonaten; Diss., Clausthal, 1982.
- [40] Mastorakos, E.; Massias, A.; Tsakiroglou, C. D.; Goussis, D. A.; Burganos, V. N.; Payatakes, A. C.: CFD Predictions for Cement Kilns Including Flame Modelling, Heat Transfer and Clinker Chemistry; Applied Mathematical Modelling, 23, S. 55-76, 1999.
- [41] Krüll, F.; Kremer, H.; Wirtz, S.: Strömungsberechnung zur Bestimmung der Bereiche erhöhter Verschlackungs- und Erosionsgefahr im Kessel einer MVA; 19. Deutscher Flammentag, VDI-Berichte 1492, 1999.
- [42] Hecken, M.; Renz, U.: Druckverbrennung: Modellierung des Schlackefilms in einer Schmelzkammerfeuerung; Drittes Statusseminar "Druckflam", 06.11.2002, Essen.
- [43] Verweyen, N.: Über die Berechnung des Strahlungswärmetransportes bei der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von transparenten Stoffen; Diss., Aachen, 1987.
- [44] Bauer, G.: Reflexionsmessungen an offenen Hohlräumen. Optik 18, S. 603-622, 1961.
- [45] Bedford, R. E.; Ma, C. K.: Emissivities of diffuse cavities: Isothermal and nonisothermal cones and cylinders. Journal of the Optical Society of America, Vol. 64, S. 339-349, 1974.
- [46] Bedford, R. E.; Ma, C. K.: Emissivities of diffuse cavities, II: Isothermal and nonisothermal cylindro-cones. Journal of the Optical Society of America, Vol. 65, S. 565-572, 1975.
- [47] Chu, Z.; Chen, S.; Chen, H.: Radiant emission characteristics of isothermal diffuse cylindrical-inner-cone cavities. Journal of the Optical Society of America, Vol. 70, S. 1270-1274, 1980.
- [48] Chu, Z.; Bedford, R. E.; Xu, W.; Liu, X.: General formulation for the integrated effective emissivity of axisymmetric diffuse blackbody cavity. Applied Optics 28, S. 1826-1829, 1989.
- [49] Lohrengel, J.: Gesamtemissionsgrad von Schwärzen. Wärme- und Stoffübertragung 21, S. 311-315, 1987.
- [50] Touloukian, Y.S.; Powell, R.W.; Ho, C.Y.; Klemens, P.G.: Thermophysical Properties of Matter, Volume 7: Thermal Radiative Properties, Metallic Elements and Alloys, IFI/Plenum, New-York-Washington, 1970

- [51] Martin, H.: Heat and Mass Transfer between Impinging Gas Jets and Solid Sur-faces, *Advances in Heat Transfer*, 13, 1, 1977
- [52] Schlünder, E. U.; Gnielinski, V.: Wärme- und Stoffübertragung zwischen Gut und aufprallendem Düsenstrahl, *Chemie-Ing.-Technik*, 39. Jahrgang, Heft 9/10, 1967
- [53] Stutzenberger, W.: Konvektiver Wärmeübergang von Brenngas-Sauerstoff-Flammen an gekühlte und sich erwärmende Metalloberflächen, *Dissertation, Ruhr-Universität-Bochum*, 1987
- [54] Linka, S., 2003, *Untersuchung der Eigenschaften von Schlacken und Schmelzen in technischen Feuerungen*, *Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, Bochum*.
- [55] Enders, M. A.: Mineralogisch/Chemische Untersuchungen an Kornfraktionen von Braunkohlenfilteraschen aus dem Leipziger Revier, *Dissertation, Wilhelms-Universität Münster, Münster*.
- [56] Harringer, N.A., Presslinger, H., Klepp, K.O.: *Crystal Structure of a Mixed Dicalcium Ferrite*, Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 219, München, 2004.
- [57] Sicherheitsdatenblatt gemäß EG-Richtlinie 91/155/EWG: Artikelbezeichnung: Natriumsulfat wasserfrei, Na₂SO₄, CAS-Nr.: 7757-82-6, Merck, 2006.
- [58] Sicherheitsdatenblatt gemäß EG-Richtlinie 91/155/EWG: Artikelbezeichnung: Natriumsulfat, Na₂SO₄, CAS-Nr.: 7757-82-6, Ross Chemie, 2002.
- [59] Sicherheitsdatenblatt gemäß EG-Richtlinie 91/155/EWG: Artikelbezeichnung: Calciumoxid, CaO, CAS-Nr.: 1305-78-8, Merck, 2005.
- [60] Machin, G.; Ibrahim, M.: Size of Source Effect and Temperature Uncertainty: I., *High Temperature Systems Proc. 7th, Int. Symp. on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science (TEMPMEKO 1999) (Delft), Vol. 2, pp 681–6, 1999*.
- [61] Abramowitz, M.; Stegun, I. A.: *Handbook of Mathematical Functions with Formulas, Graphs and Mathematical Tables*, Washington: U.S. Government Printing, 1964.
- [62] Baehr, H. D.; Stephan, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1994.
- [63] Brauer, H.; Mewes, D.: Gesetze für den Stoff- und den Wärmeübergang an senkrecht angeströmten Platten, *Chemie-Ingenieur-Technik* 44 (1972).

- [64] Gnielinski, V.: Ein neues Berechnungsverfahren für die Wärmeübertragung im Übergangsbereich zwischen laminarer und turbulenter Rohrströmung, *Forschung im Ingenieur-Wesen* 61 (1995).
- [65] Gröber, H.; Erk, S.; Grigull, U.: *Grundgesetze der Wärmeübertragung*, Berlin Heidelberg: Springer Verlag, 1961.
- [66] Gubareff, G. G.; Janssen, J. E.; Torborg, R. H.: *Thermal Radiation Properties Survey*, 2nd ed., Minneapolis, 1960.
- [67] Incropera, F. P.; DeWitt, D. P.: *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*, New York: John Wiley & Sons, 1996.
- [68] Jahnke, E.; Emde, F.; Lösch, F.: *Tafeln höherer Funktionen*, 7. Auflage, Stuttgart: Teubner, 1966.
- [69] Prokhorov, A. V.; Hanssen, L. M.; Mekhontsev, S. N.: *Radiation Properties of IR Calibrators with V-grooved Surfaces*, *Thermosense 28*, *Proceedings of SPIE Volume: 6205* (2006).
- [70] Spanier, J.; Oldham, K. B.: *An Atlas of Functions*, Washington: Hemisphere Publishing Corporation, 1987.
- [71] Sparrow, E. M.; Albers, L. U.; Eckert, E. R. G.: *Thermal Radiation Characteristics of Cylindrical Enclosures*, *Journal of Heat Transfer* 84 (1962), S. 73-81.
- [72] Tautz, H.: *Wärmeleitung und Temperaturlausgleich*, Weinheim: Verlag Chemie, 1971.
- [73] Touloukian, Y. S.; Powel, R. W.; Ho, C. Y.; Nicolaou, M. C.: *Thermal Diffusivity, Thermophysical Properties of Matter*, Volume 10, 1973.
- [74] Carslaw, H. S.; Jaeger, J. C.: *Conduction of Heat in Solids*, 2nd Edition, Oxford: Clarendon Press, 1959.
- [75] www.bentham.co.uk
- [76] Rösler, H. J.: *Lehrbuch der Mineralogie*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 5. Auflage, 1979
- [77] Tank, V.: *Infrarottemperaturmessung mit selbsttätiger Berücksichtigung des Emissionsgrades*, Forschungsbericht, DFVLR, 1988

- [78] Siegel, R.; Howell, J. R.; Lohrengel, J.: Wärmeübertragung durch Strahlung, Springer-Verlag, Berlin, 1988
- [79] Leuenberger, H.; Person, R. A.: Compilation of Radiation Shape Factors for Cylindrical Assemblies, ASME, 56- A- 144, 1956
- [80] Cagran, C. P.; Hanssen, L. M.; Noorma, M.; Gura, A. V.; Mekhontsev, S. N.: Temperature-resolved Infrared Spectral Directional Emissivity of SiC and PT-10Rh at Normal Incidence for Temperatures up to 900°C, International Journal of Thermophysics, 28, 2007
- [81] Hanssen, L.; Mekhontsev, S.; Khromchenko, V.: Infrared Spectral Emissivity Characterization Facility at NIST, Thermosense 16, Bellingham, USA 2004
- [82] www.korth.de
- [83] Clark, J.; Tye, R.: Thermophysical Properties Reference Data for some Key Engineering Alloys, High Temperatures – High Pressures, Vol. 35/36, 2003/2004
- [84] Boow, J.; Goard, P. R. C.: Fireside Deposits and their Effect on Heat Transfer in a Pulverized-fuel-fired Boiler Part 3: The Influence of the Physical Characteristics of the Deposit on its Radiant Emittance and Effective Thermal Conductance, Journal of the Institute of Fuel 42 (1969), S. 412-419
- [85] Wall, T. F.; Bhattacharya, S. P.; Zhang, D. K.; Gupta, R. P.; He, X.: The Properties and Thermal Effects of Ash Deposits in Coal-Fired Furnaces, Progress in Energy Combustion Science 19 (1993), S. 487-504
- [86] www.bibusmetals.de
- [87] Maglić, K. D.; Cezairliyan, A.; Peletsky, V. E.: Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods, Vol. 2, Plenum Press, 1992
- [88] Lehmann, H.; Gatzke, E.: Entwicklung einer Methode zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Roh- und Fertigprodukten der Steine- und Erden-Industrie bei hohen Temperaturen, Tonindustrie-Zeitung, 81, H. 13/14, 1957
- [89] Schmidt, H. E.; van den Berg, M.; van der Hoek, L.: Zur Messung der Temperaturleitfähigkeit nach der Methode des modulierten Elektronenstrahls, High Temperatures – High Pressures, Vol. 1, 1969

- [90] Gnielinski, V.: Zur Wärmeübertragung bei laminarer Rohrströmung und konstanter Wandtemperatur, Chemie-Ingenieur Technik, 61, 1989
- [91] Böckh, von P.: Wärmeübertragung – Grundlagen und Praxis, Springer-Verlag, Berlin, 2004

4 Wirtschaftliche Bedeutung des Projekts für kleinere und mittlere KMU

4.1 Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse

Die im Rahmen des beantragten Vorhabens entwickelte Messtechnik und die damit gewonnenen Daten zu den wärmetechnischen Eigenschaften von Ansätzen und Belägen können dazu genutzt werden,

- die Neuauslegung von Hochtemperaturprozessen und Feuerungen zu verbessern,
- in Betrieb befindliche Anlagen bezüglich Prozessführung und Brennstoffeinsatz zu optimieren
- sowie kostengünstige und schnelle Messungen der Wärmeleitfähigkeit und der spektralen Emissivität durchzuführen.

Die Emissivität der Wände und die Strahlungseigenschaften der Gase, der Brennstoff- und Aschepartikel zusammen mit den Gas- und Wandtemperaturen legen die zur Wärmeübertragung notwendige Fläche fest. Ist die Emissivität nicht ausreichend bekannt, sind kostenintensive Flächen-Sicherheitszuschläge notwendig, oder es ergeben sich unerwünschte Verschiebungen im Wärmehaushalt von Feuerungen oder Dampferzeugern. Bei der Neuauslegung solcher Anlagen wird heutzutage die numerische Simulation als zeitsparendes Werkzeug eingesetzt. Da ein großer Teil der Wärme in Hochtemperaturprozessen über Strahlung übertragen wird, ist die Modellierung der Strahlung hierbei von besonderer Bedeutung. Die Strahlungseigenschaften der relevanten Gase, meist CO₂ und H₂O, sind ausreichend bekannt, jedoch liegen nur wenig spektrale Informationen zu Ansätzen und Belägen vor. Die Bereitstellung spektral aufgelöster Emissivitäten von Oberflächen erlaubt auch eine spektrale Abbildung des Strahlungstransports in der numerischen Simulation. Hierzu wurde beispielsweise der Strahlungswärmetransport im LEAT-eigenen CFD-Code Lora in drei charakteristische Wellenlängenbereiche unterteilt, in denen der Wärmeaustausch berechnet wird. Dies ermöglicht eine deutlich verbesserte Auslegung solcher Prozesse. Darüber hinaus kann mit Hilfe moderner CFD-Werkzeuge über ein Partikeltracking die zeitabhängige Ansatz- und Belagbildung untersucht werden [41, 42]. Bei bekannter Wärmeleitfähigkeit und Emissivität kann damit der Einfluss der Ansatzbildung auf die Wärmeübertragung berechnet werden. Dies gibt wichtige Hinweise auf das Verhalten der Anlage während des späteren Betriebs bis hin zur Abschätzung der zeitlichen Folge notwendiger Abreinigungszyklen.

Durch die Kenntnis der Emissivität in Abhängigkeit der wichtigsten reinen Mineralphasen kann evtl. auch langfristig abgeschätzt werden, welches Brennstoffband in der konzipierten Anlage unter Einhaltung der wärmetechnischen Auslegungsrandbedingungen genutzt werden kann.

Bei in Betrieb befindlichen Anlagen spielt die Brennstoffflexibilität heute eine wichtige Rolle. So wird die heimische Steinkohle immer mehr von Exportkohle unterschiedlicher Provenienzen verdrängt. Aber auch beim Einsatz deutscher Braunkohle können die Brennstoffqualität und die Brennstoffeigenschaften von Flöz zu Flöz schwanken. Ähnliche Qualitätsschwankungen ergeben sich beim Einsatz von Sekundär- und Ersatzbrennstoffen oder beim Einsatz von Biomasse. Hier wäre eine Prognose, welchen Einfluss wechselnde Brennstoffqualitäten auf den Wärmeübertragungshaushalt haben, äußerst hilfreich. Damit wäre eine weitere Grundlage für einen vorausschauenden Brennstoffeinsatz gegeben.

Ein langfristiges Entwicklungsziel könnte auch sein, aufgrund der gemessenen spektralen Emission von Brennkammerwänden auf die stoffliche Zusammensetzung der Ansätze und Beläge zu schließen. Hierzu sind umfangreiche Kenntnisse über den Einfluss der stofflichen Zusammensetzung auf die Emissivität notwendig. Eine erste Datenbasis für solche Analysen stellt das beantragte Projekt bereit.

Ein wesentliches Forschungsergebnis des beantragten Projektes wird die Bereitstellung eines Messsystems sein, das die kostengünstige und zeitsparende Möglichkeit bietet, die spektrale Emissivität und die Wärmeleitfähigkeit von Belägen, Ansätzen und Schlacken zu bestimmen. Wie die obigen Ausführungen gezeigt haben, ist diese Information von hohem Nutzen für Hersteller, Betreiber und Planer von Hochtemperaturanlagen. Das entwickelte Messsystem könnte auch die Grundlage einer Produktinnovation in Form eines kommerziellen Messgerätes sein.

Die zu erwartenden Forschungsergebnisse liefern wichtige Kenntnisse für verschiedene Fachgebiete. So können die erhaltenen Informationen sowohl auf dem Sektor der Verfahrenstechnik als auch auf dem Gebiet der Werkstoffe und Materialien genutzt werden. Außerdem können sie in dem wichtigen Bereich der Mess-, Regel- und Automatisierungstechnik angewendet werden.

Eine Betrachtung der Wirtschaftszweige, für welche die angestrebten Forschungsergebnisse von Nutzen sind, ergibt neben dem großen Bereich der Energieversorgung auch eine wichtige Bedeutung für das Glas- und Keramikgewerbe, die Feuerfestindustrie sowie die Unternehmen der Metallerzeugung. Denn auch in diesen Wirtschaftszweigen werden Hochtemperaturprozesse eingesetzt, so dass sich Teile der Ergebnisse übertragen lassen. Auch der Sektor der

Ingenieurdienstleistungen im Bereich der Auslegung von Industrieöfen, Feuerungen oder Dampferzeugern profitiert von den Ergebnissen.

4.2 Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit der KMU

Hochtemperaturanlagen zur thermischen Umsetzung fester Brennstoffe werden von Großunternehmen ebenso wie von kleinen und mittleren Unternehmen betrieben und hergestellt. Beispiele sind fossil gefeuerte Kraftwerkskessel, Heißgaserzeuger für die Prozessindustrie oder Schachtofen im Industrieofenbau. Insbesondere kommt kleineren, dezentralen Anlagen im Zuge einer verstärkten Biomassenutzung in Form von Rostfeuerungen, Wirbelschichtfeuerung oder Vergasungsanlagen immer größere Bedeutung zu. Im Bereich der Biomassenutzung ist insbesondere ein Geschäftsfeld für kleinere und mittlere Anlagenbauer und Betreiber zu sehen. Zur Auslegung solcher Anlagen muss der Wärmehaushalt des Feuerraums möglichst genau bekannt sein, um Sicherheitsreserven zu optimieren und damit Kosten zu sparen. Gleichzeitig ist es wichtig, das einsetzbare Brennstoffportfolio für die Anlage vorab einschätzen zu können. Mit Hilfe der im Rahmen dieses Vorhabens zu erstellenden Datenbasis wird eine effizienzoptimierte Auslegung solcher Anlagen möglich sein. Ebenso wird der Einfluss des jeweiligen Brennstoffs auf das Betriebs- und Wärmeübertragungsverhalten besser abschätzbar sein und einen vorausschauenden Brennstoffeinsatz ermöglichen.

Die Entwicklung und Herstellung von Feuerfestmaterialien für den Industrieofenbau ist ebenfalls ein stark mittelständisch geprägter Bereich. Für diese Unternehmen ist die Kenntnis der wärmetechnischen Eigenschaften von Verschmutzungen und Schlacken von grundsätzlicher Bedeutung. Die Kenntnis der Auswirkungen einer Ablagerung an der Ofenwand gibt wertvolle Hinweise für die Weiterentwicklung ihrer Produkte. Mit den Ergebnissen dieses Vorhabens kann das geänderte Wärmeübertragungsverhalten an die Brennkammerwände aufgezeigt werden. Dies ist der Ausgangspunkt für eine angepasste Feuerraumauskleidung.

Auch für die Hersteller von Rußbläsern und Abreinigungssystemen sind die wärmetechnischen Eigenschaften von Belägen und Ansätzen von Bedeutung, da damit die Grundinformation für eine gezielte Optimierung der Funktion und des Einsatzes von Reinigungssystemen vorliegt. Darüber hinaus werden durch die Untersuchung realer Ansätze aus laufenden Anlagen auch Informationen über Struktur- und Gefügeeigenschaften von Ansatzbildungen verfügbar sein, die für die Hersteller solcher Anlagen hilfreich sind.

Verschärfte Umweltauflagen erfordern eine optimierte Steuerung und Überwachung der Anlagen. Die hierzu erforderlichen Messsysteme werden meist von kleinen, spezialisierten Unternehmen entwickelt. Die Ermittlung und Quantifizierung der spektralen Emission von Feu-

erräumen bilden eine mögliche Grundlage der optischen Überwachung solcher Anlagen. Auch hier sind Kenntnisse über die spektralen Eigenschaften von Ansätzen und Belägen eine Grundvoraussetzung für weitere innovative Entwicklungen.

Die Auslegung von Hochtemperaturprozessen wird heute zunehmend von kleinen oder mittelständischen Ingenieurbüros durchgeführt. Dabei stellt die numerische Simulation der Vorgänge in solchen Anlagen eine effiziente Möglichkeit dar, Energieeinsparpotentiale und emissionsmindernde Maßnahmen zu ermitteln. Allerdings sind hierzu, wie auch für die Entwicklung und Konstruktion, detaillierte Kenntnisse des Prozesses erforderlich. Hierzu fehlen jedoch bisher fundierte Angaben bezüglich der spektralen optischen Eigenschaften und der Wärmeleitfähigkeit von Ansätzen und Belägen.

5 Beabsichtigte Umsetzung der angestrebten Forschungsergebnisse

Die erzielten Ergebnisse stellen eine bisher nicht verfügbare Datenbasis zu den wärmetechnischen Eigenschaften von Ansätzen und Belägen in Hochtemperaturprozessen dar. Neben der Veröffentlichung der Forschungsergebnisse und der Information der am projektbegleitenden Ausschuss beteiligten Unternehmen hinaus, werden weitere Maßnahmen zum Transfer der Ergebnisse in die industrielle Praxis ergriffen. Die Ergebnisse werden allen Interessenten in tabellierter Form auf einer CD-Rom zur Verfügung gestellt und auf der Homepage des Lehrstuhls zum Download bereitgestellt. Die erstellte CD soll darüber hinaus gezielt an Firmen aus dem Bereich des Kesselbaus, des Industrieofenbaus sowie der Feuerfestindustrie versandt werden, um so die Verbreitung und Umsetzung der Ergebnisse zu fördern. Zusätzlich werden die spektral aufgelösten Emissionseigenschaften in den lehrstuhleigenen CFD Code LORA implementiert, womit interessierten Unternehmen auch ein erweitertes Auslegungswerkzeug für Hochtemperaturprozesse zur Verfügung steht.

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens werden in Lehrveranstaltungen des Antragstellers aufgenommen und finden so eine Verbreitung bei möglichen Arbeitnehmern der interessierten Industriezweige.

Im Sinne einer Beratung mittelständischer Unternehmen wird die Nutzung des entwickelten Messplatzes durch interessierte Unternehmen einen Transfer der erzielten Forschungsergebnisse in die Praxis fördern.

Das entwickelte Messverfahren kann zudem Grundlage für ein neues Produkt sein, das insbesondere für Firmen aus der Mess- und Regeltechnik von Interesse ist.

6 Durchführende Forschungsstellen

Forschungsstelle, Anschrift:

Ruhr-Universität Bochum
Lehrstuhl für Energieanlagen und Energieprozesstechnik
Universitätsstr. 150
44801 Bochum

6.1 Leiter der Forschungsstellen

Prof. Dr.-Ing. Viktor Scherer

6.2 Projektleiter

Dr.-Ing. Siegmund Wirtz