



AISKRISTALL

DBE-Vorhaben

„Abdichtung von Wegsamkeiten in Salzformationen mit kristallisierenden Evaporitmineralen“

GRS-Untersuchungen

„Geochemische und geotechnische Arbeiten zur Auswahl und Charakterisierung von geeigneten Salzmischungen“

Abschlussbericht

08/2005

Projektlaufzeit: 7/02 bis 12/2004

Status: Dezember 2004

Bearbeiter: H. Kull

Förderkennzeichen: 02 S 8112

GRS – Vertrags - Nr.: 2671

Abrechnungsnummer: 420300

Vorwort

Zielsetzung des FuE-Projekt 02 S 8112 (AISKRISTALL) der Deutschen Gesellschaft zum Bau und Betrieb von Endlagern /DBE/ war die Entwicklung eines „arteigenen Konstruktionswerkstoffes“ als Alternative zum Salzbeton (M2) für Salzformationen.

Das Arbeitskonzept basiert auf den Erkenntnissen des von der GRS im Rahmen des Projektes FuE-Projektes 02 E 9047 (Selbstverheilender Salzversatz) entwickelten und patentierten Verfahrens.

Die GRS hat die DBE im Projektzeitraum Juli 2002 bis Dezember 2004 bei der Suche nach geeigneten Materialmischungen für einen arteigenen Konstruktionswerkstoff beraten und im Auftrag der DBE Indexuntersuchungen an Baustoffprüfkörpern durchgeführt.

Der vorliegende Bericht gibt einen Überblick über die durchgeführten Untersuchungen. Die Einzelergebnisse der Indexuntersuchungen liegen als gesonderter Anlagenband vor.

Zusammenfassung

Von den untersuchten AISKRISTALL – Materialien erfüllen mehrere Mischungen die praktischen und die technischen Anforderungen, die für Verschlüssen hinsichtlich Dichtigkeit und Festigkeit an einen Konstruktionswerkstoff gestellt werden.

- Gemäß DBE, erfüllen alle Index-Mischungen das Kriterium der Pumpfähigkeit (das Material ist über einen Zeitraum von mindestens fünf Stunden fließfähig);
- Das Kriterium der Dichtigkeit von 10^{-17}m^2 wird von mehreren Mischungen erfüllt;
- Einzelne Salzmischungen weisen hohe Festigkeiten auf, die aber geringer als Steinsalz sind.

Hervorzuheben ist, das die untersuchten Prüfkörper mit Zusätzen von SCHIEFERMEHL und MIKROSILIKA eine hohe Dichtigkeit gegenüber Gas aufweisen. Auch mit Kieserit als Basismaterial wurde eine hohe hydraulische Dichtung erzielt. TALK kann als Zuschlagstoff ausgeschlossen werden.

Fast alle untersuchten AISKRISTALL - Mischungen entwickeln im eingespannten Zustand während der Verfestigung einen anhaltenden positiven Kristallisationsdruck. Die Festigkeit des fertigen Produktes liegt nur unwesentlich unter der von Steinsalz. Damit verfügt AISKRISTALL auch über die Eigenschaften, die von einem mechanischen Widerlager erwartet werden. Ein „Schrumpfungseffekt“ tritt zu Beginn jeder Verfestigung ein.

Die Temperaturentwicklung während des Abbindezeitraumes liegt mit maximal 80°C oberhalb von dem von einem Salzbeton M2.

Die verwendeten Komponenten von Basismaterial und Zuschlagstoff sind handelsüblich und damit ausreichend verfügbar. Bei Verwendung von Haldenmaterial bzw. untertage anfallendem Salzgrus ist der betriebswirtschaftliche Einsatz gewährleistet.

Inhalt

Vorwort	I
Zusammenfassung	II
Abbildungsverzeichnis	V
Tabellenverzeichnis	VIII
Anlagenverzeichnis	IX
1	Einleitung	1
2	Anforderungskriterien / DBE	2
3	Versuchsdurchführung	3
3.1	EQ3/6-Rechnungen	3
3.2	Auswahl von geeigneten Salzmischungen.....	8
3.2.1	Material und Versuchslösungen.....	8
3.2.2	Kennwerte von Ausgangsmaterialien.....	9
3.2.2.1	Siebanalysen.....	10
3.2.2.2	Geochemie und Mineralogie	10
3.2.3	Rezepturen – Probenherstellung / DBE	13
3.2.4	Kalorimetrische Messungen	15
3.3	Permeabilitätsmessungen.....	17
3.3.1	Theorie	20
3.3.2	Ergebnis der Permeabilitätsmessungen.....	21
3.4	Kristallisationsdruckmessungen	24
3.4.1	Messverfahren	24
3.4.2	Versuchsablauf	26
3.4.2.1	Vorgehensweise beim Ausbau der fertigen Prüfkörper.....	28
3.4.2.2	Bilddokumentation vom Ausbau der Prüfkörper M03 und M04.....	29
3.4.3	Ergebnisse der Kristallisationsdruckmessungen.....	32
3.4.3.1	Übersicht (Materialien, Versuchsbedingungen –ergebnissen).....	32

3.4.3.2	Einzelergebnisse	32
3.4.4	Diskussion der Kristallisationsdruckmessungen	42
3.5	Geotechnischen Untersuchungen	44
3.5.1	Probenpräparation	44
3.5.2	Einaxiale Druckfestigkeit	45
3.5.2.1	Ergebnisse	46
3.5.3	Statischer Elastizitätsmodul und Querdehnungszahl (Poissonzahl)	48
3.5.3.1	Ergebnisse	49
3.5.4	Spaltzugfestigkeit	50
3.5.4.1	Ergebnisse	50
3.5.4.2	Triaxiale Festigkeit und Dilatanzgrenze	51
3.5.4.3	Ergebnisse	52
3.5.5	Kriechversuche	53
3.5.6	Tabellarische Zusammenfassung der geotechnischen Ergebnisse	54
4	Interpretation	57
5	Literatur	58
Anlagen	59

Abbildungsverzeichnis

- Abb. 3-1: Berechnung des Wasserverbrauches (in Prozent) in Abhängigkeit von der Zusammensetzung einer $MgSO_4$ -NaCl-KCl-Salzmischung..... 4
- Abb. 3-2: Bindung von NaCl / $MgCl_2$ -gesättigter Lösung bei einem zunehmenden Mischungsverhältnis von Magnesiumsulfat zu Steinsalz..... 5
- Abb. 3-3: Von DBE wurden für die Indexuntersuchungen vorzugsweise Salzmischungen von Magnesiumsulfat, wasserfrei mit Massenanteilen zwischen 30 % und 40 % eingesetzt /ENG/. Halit wurde als inerter Füllstoff und zur Regulierung der beim Abbinden sich entwickelnden hohen Temperaturen in Massenanteilen von 40 bis 60 % zugemischt. Der Lösungsanteil an IP21-Lösung (Magnesiumchloridgesättigte Lösung) lag dabei stets unterhalb eines theoretischen Lösungsüberschusses. 6
- Abb. 3-4: Siebanalyse von Magnesiumsulfat ($MgSO_4$), wasserfrei, von Sylvin (KCl), ohne Zusatz und von Steinsalz (NaCl), Gewerbesalz 10
- Abb. 3-5: Dünnschliffaufnahme einer erhärteten $MgSO_4$ -Mischung (gekreuzte Polarisatoren). In dieser Abbildung sieht man deutlich die Umwandlungsprodukte des $MgSO_4$. In den Umwandlungsprodukten sind Kerne "unreagierten" $MgSO_4$ eingekapselt. Die schwarzen Flächen sind selbstverständlich Halit (Gewerbesalz) und in diesem Fall das Mikrosilica (Quelle ENG). 12
- Abb. 3-6: (links) Anmischen / Homogenisieren der Komponenten und Lösung zu Suspensionen. (rechts) Die fließfähige Salzmischung wird zur Prüfkörperherstellung in Formen gegossen (Fotos DBE). Im Anschluss werden die fertigen Materialmischung über zwei Minuten auf dem Rütteltisch verdichtet bzw. die Luftblasen entfernt..... 13
- Abb. 3-7: Adiabatische Temperaturmessungen an Salzmischungen mit $MgSO_4$ und Kieserit als Bindemittelkomponente im Vergleich zum Salzbeton..... 15
- Abb. 3-8 (links): Prüf-, Messstand für Dichtigkeitstests sowie Gas- und Lösungs-Permeabilitätsmessungen. (rechts) Eingesetzte Reaktionszelle vom Typ HEINEMANN..... 17

Abb. 3-9 Schematischer Aufbau einer eingesetzte Reaktionszelle (Typ Heinemann).
17

Abb. 3-10: Verfahren I. Links; Skizze von der Messzelle mit Druckaufnehmern in der Bodenplatte (4/2)) und im Mantel (4/7). Rechts oben; vereinfachtes Schema der Versuchskonfiguration zur Messung des Kristallisationsdruckes während des Abbindens der angemischten Salzmischungen..... 25

Abb. 3-11: Explosionsansicht der Teile der Kristallisationsdruckmesszelle. 26

Abb. 3-12: Verfahren II; Position des Kraftaufnehmers in der Messzelle (F). Der Sensor (C) wird auf der gehärteten Platte (D) auf dem Kolben (E) positioniert, der direkten Kontakt zum Material hat..... 26

Abb. 3-13 Konfigurierte OEDOMETER-Zelle im Wärmeschrank. 27

Abb. 3-14: 1. Schritt; Einrichtung der Presse und der Steuerung, die zum Ausbau „Punsch-Test“ der Prüfkörper eingesetzt wurde..... 29

Abb. 3-15: 2. Schritt; Lösen der obere Verschraubung der Messzelle..... 29

Abb. 3-16: 3. Schritt; Bemusterung der Stirnfäche des Prüfkörpers hinsichtlich Schrumpfungerscheinungen; danach Ermittlung des „Los-Brech-Momentes“. ... 30

Abb. 3-17: 4. Schritt Ausdrücken der Probe nachdem das „Los-Brech-Moment“ bestimmt wurde. 30

Abb. 3-18: 5. Schritt; Bemusterung des gesamten Prüfkörpers und Ermittlung der Ausbaudichte..... 30

Abb. 3-19: 6. Schritt; Oben - Kontrolle der Funktionsfähigkeit der Systeme. Unten - Feststellung von Besonderheiten (Feuchtfilm , Korrosion)..... 31

Abb. 3-20: 7. Schritt; Vorbereitung der Prüfkörper für nachfolgende Untersuchungen. 31

Abb. 3-21: Proben M01 und M02 – Links; Kristallisationsdrücke von M01 gefiltert. Rechts; Kristallisationsdrücke von M02 gefiltert. 33

Abb. 3-22:	Proben M01 und M02 – axiale und radiale Kristallisationsdrücke ungefiltert.	35
Abb. 3-23:	Proben M03 - Kristallisationsdruckkurve.	35
Abb. 3-24:	Proben M04 - Kristallisationsdruckkurve.	36
Abb. 3-25:	: Proben M05 - Kristallisationsdruckkurve.	36
Abb. 3-26:	: Proben M06 - Kristallisationsdruckkurve.	37
Abb. 3-27:	Proben M07 - Kristallisationsdruckkurve.	39
Abb. 3-28:	Proben M08a – Kristallisationsdruckkurve; Probe geflutet.	39
Abb. 3-29:	Proben M08b – Kristallisationsdruckkurve; Probe geflutet.	40
Abb. 3-30:	Proben M09 - Kristallisationsdruckkurve.	40
Abb. 3-31:	Proben M10 - Kristallisationsdruckkurve.	41
Abb. 3-32:	Proben M11 - Kristallisationsdruckkurve.	41
Abb. 3-33	Die Präparation der Prüfkörper erfolgte auf der Drehbank (Foto links). Der Durchmesser wird durch Abdrehen der Länge der angelieferten Probe angepasst (Foto rechts).....	44
Abb. 3-34:	Foto eines Prüfkörpers von der Referenzmischung mit Kieserit (DBE P1010018m.jpg).....	45

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1: Zusammensetzung, Dichte, molare Masse und molares Volumen ausgewählter Evaporitminerale (Dichte und molares Volumen bei Raumtemperatur und Atmosphärendruck); (Quelle ENG / DBE).	7
Tabelle 3-2: Eingesetzte Materialkomponenten und Lösungen.....	9
Tabelle 3-3: Permeabilitäten k_s	23
Tabelle 3-4: Kristallisationsdruckversuche - Versuchsbedingungen	32
Tabelle 3-5: Ergebnisse der Kristallisationsdruckmessungen	42
Tabelle 3-6: Ergebnisse der Bruchfestigsuntersuchungen.....	46
Tabelle 3-7: Zusammenstellung der Ergebnisse zum statischen E-Modul und Poissonzahl.....	49
Tabelle 3-8: Spaltzugfestigkeit.....	50
Tabelle 3-9: Zusammenstellung der Ergebnisse zum statischen E-Modul mit Belastungspfad.....	52
Tabelle 3-10: Zusammenstellung der Ergebnisse zum Dilatanzverhalten.....	52
Tabelle 3-11: Dynamische Parameter Probe AIS-3.....	53

Anlagenverzeichnis

Anlage 1-	Kalibrationsprotokolle der verwendeten BURSTER - Kraftaufnehmer.....	60
Anlage 2-	Kristallisationsdruck (p) eines Einkristalls in Pascal (Pa) nach Winkler (1975) (Mitteilung ENG).....	62
Anlage 3:	Technisches Merkblatt ESTA Kieserit ‚fein‘ (Mitteilung ENG).....	64
Anlage 4:	Technisches Merkblatt MgSO ₄ -wasserfrei calciniert	65
Anlage 5:	Technisches Datenblatt Tonmehl Capsil 804-D100.....	66
Anlage 6:	Sicherheitsdatenblatt Tonmehl Capsil 804-D 100.....	67
Anlage 7:	Technisches Datenblatt Schiefermehl VTS Typ B0.09	68
Anlage 8:	Sicherheitsdatenblatt Schiefermehl VTS Typ B0.09	69

1 Einleitung

Für die Errichtung von geotechnischen Barrieren in Salzformationen liegen umfangreiche Kenntnisse zum chemischen, hydraulischen und mechanischen Verhalten von so unterschiedlichen Werkstoffen wie z. B. quellfähige Tone, Salzbeton, Salzgrus und Mg- und Ca-Gelen vor. Diese Stoffe müssen mit dem Salzgebirge chemisch kompatibel sein und zur Abdichtung und mechanischen Stabilisierung führen. Eine für alle Belastungsfälle ausgelegte Sicherung von so unterschiedlichen Bereichen wie Steinsalz und Carnallit ist z. Z. noch nicht verfügbar, aber in der Entwicklung. Neuentwickelte Baustoffe wie Selbstverheilende Salzversatzmischungen (SVV) und ASIKRISTALL scheinen dafür besonders geeignet zu sein. Die hervorragende Eigenschaft beider Materialien ist die Volumenzunahme und der Wasserverbrauch bei Lösungszutritt, was automatisch zur Abdichtung führt. Der sofortige Verbrauch zutretenden Wassers schützt zudem die extrem löslichen Kalisalze zuverlässig vor Auflösung und damit die Integrität eines Dichtbauwerkes.

Im Rahmen des DBE F+E - Programms ASIKRISTALL wird ein arteigenes Verschlussmaterial auf der Basis von Magnesiumsulfat für Deponien im Salzgestein entwickelt, das im Sinne eines Konstruktionswerkstoffes als Alternative zum Salzbeton verwendet werden kann. Es baut auf den im Rahmen des vom BMBF geförderten GRS F+E - Projektes „Entwicklung eines selbstverheilenden Versatzes- SVV“ 02 C 0830 Erkenntnissen auf, in dem Magnesiumsulfat (wasserfrei) als eine viel versprechende Komponente für die Herstellung einer langzeitsicheren festen Salzabdichtung gegenüber Lauge ermittelt wurde.

Im Rahmen des Arbeitsauftrages hat die GRS die DBE bei der Auswahl alternativer Mineralmischungen beraten und begleitende Indexuntersuchungen zur Ermittlung der Materialeigenschaften durchgeführt.

Im vorliegenden Bericht werden die Ergebnisse der petrophysikalischen und mechanischen Festigkeitsuntersuchungen vorgestellt.

2 Anforderungskriterien / DBE

Die Materialmischungen, die in Salzformationen zur Errichtung von Verschlüssen als Konstruktionswerkstoff eingesetzt werden sollen, müssen sowohl praktischen als auch technischen Anforderungen genügen. Im vorliegenden Fall waren folgende gewichtete Kriterien gefordert, die das AISKRISTALL-Material erfüllen sollte:

- Förderbarkeit bzw. Pumpfähigkeit

- Dichtigkeit

- Festigkeit

- Optimierungsmöglichkeiten

Als wesentliche praktische Anforderung muss die Förderfähigkeit bei Raumtemperatur deutlich über 5 h liegen, um die Materialmischungen untertage über längere Strecken verpumpen zu können. Dies kann durch die Bestimmung des Setzfließmaßes, der Fließzeit und der Messungen der relativen Fließgrenze sowie der Viskosität kontrolliert werden. Gewünscht wird ein niedriger Fließwinkel und ein homogener Kornaufbau der Suspension (Suspensions- bzw. Sedimentationsstabilität) und der erhärteten Mischung (keine Entmischungserscheinungen). Die Temperaturentwicklung (-erhöhung) während des Erhärtungsprozesses muss in einer vertretbaren Größenordnung (vgl. mit Salzbeton M2) liegen. Die Bildung von Überschusslösung sollte vernachlässigbar und die Erhärtungszeiten vertretbar sein.

Als technischer Aspekt wurde eine hydraulische Durchlässigkeit des Materials gegenüber Magnesiumgesättigter Lauge gefordert, die vergleichbar mit Salzbeton und kleiner als 10^{-17}m^2 betragen sein sollte. Gleichmaßen sollte das erhärtete Material eine ausreichende Festigkeit (vergleichbar mit Steinsalz bzw. K-Mg-Evaporitgesteine) erreichen.

Unter dem Gesichtspunkt der Optimierung sind insbesondere die Hinführung der mechanischen Materialparameter zu den Kenngrößen von Steinsalz und die zeitliche Reduzierung des Schrumpfungsprozesses zu sehen. Auch sollte die Verfügbarkeit von Basismaterial und Zuschlagstoff gesichert sein und die Kosten für ihre Beschaffung betriebswirtschaftlich vertretbar sein.

3 Versuchsdurchführung

Aufbauend auf vorhandenen Erfahrungen und Erkenntnissen aus der Entwicklung von selbstverheilenden Salzmaterialien / 1 /, / 2 /, / 3 /, / 4 / hat die GRS die DBE fachtechnisch bei der Auswahl von geeigneten AISKRISTALL-Salzmischungen beraten und indikative Berechnungen mit dem Programm EQ3/6 durchgeführt. In Abstimmung mit der DBE wurden vorgesehene kalorimetrische Messungen zur Ermittlung der Hydratationseigenschaften beim IBMB durchgeführt.

Die Zusammenstellung von Salzmischungen und die Herstellung von entsprechenden Prüfkörpern für Indexuntersuchungen erfolgten durch die DBE nach den derzeitigen Richtlinien der Qualitätsprüfung von Salzbeton / 5 /.

Im Rahmen der Indexuntersuchungen an den Prüfkörpern durch die GRS wurden ausgewählte petrophysikalische, geochemische und geotechnische Kennwerte in Laborversuche ermittelt.

3.1 EQ3/6-Rechnungen

Für die Abschätzung des Wasserverbrauches in $MgSO_4$ -Salzmischungen in Anwesenheit von IP21-Lösung oder NaCl-Lösungen wurden orientierende geochemische Berechnungen von GRS und DBE durchgeführt.

Eine Übersicht über die Zusammensetzung, Dichte, molare Masse und molares Volumen ausgewählter Evaporitminerale (Dichte und molares Volumen bei Raumtemperatur und Atmosphärendruck) ist in **Tabelle 3-1** dargestellt (Quelle ENG / DBE).

Die Modellrechnungen bei der GRS wurden mit dem Rechenprogrammpaket EQ3/6 durchgeführt, das auch eine Bilanzierung des im System enthaltenen Wassers (freies Wasser und Kristallwasser) berücksichtigt. Dies ist insbesondere bei den verschiedenen Mineralphasen des Magnesiumsulfats erforderlich, die unterschiedlich Kristallwasseranteile aufweisen. Erreicht ein solches Mineral die Sättigung in der Lösung und wird ausgeschieden, wird der Lösung dadurch Wasser entzogen. Damit erhöht sich die Konzentration der übrigen Lösungsbestandteile, die allgemein in mol/kg H_2O angegeben werden.

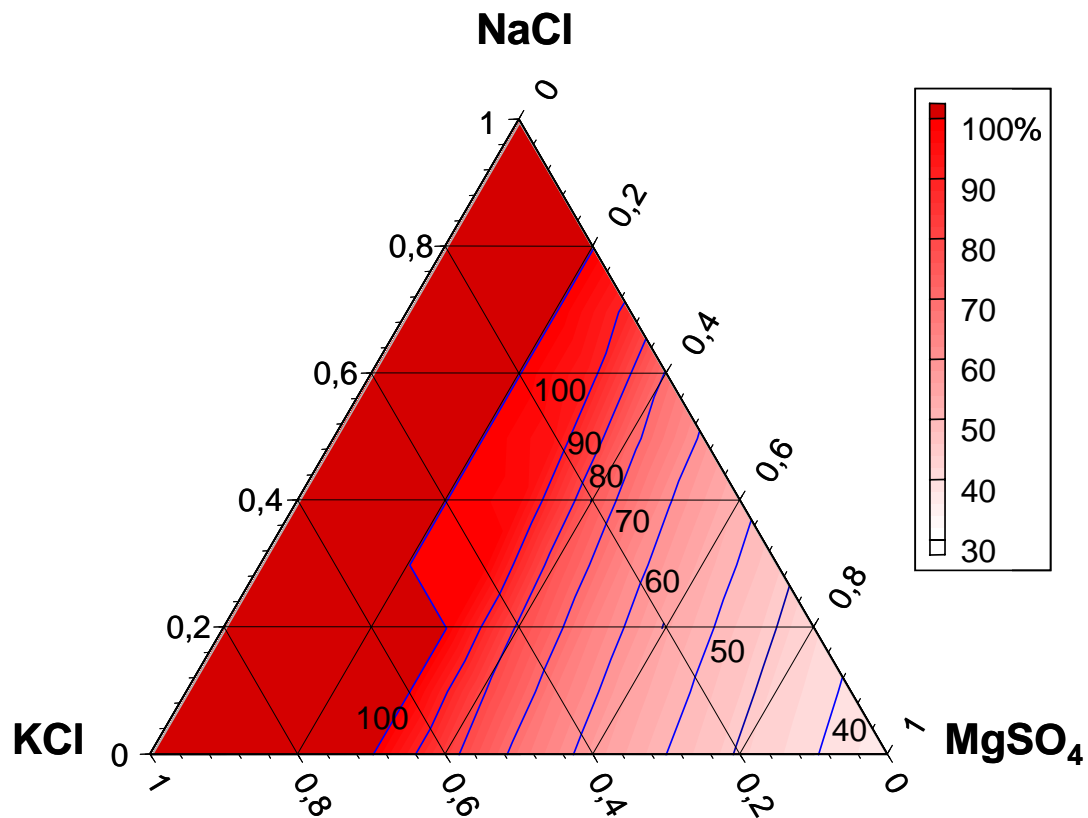


Abb. 3-1: Berechnung des Wasserverbrauches (in Prozent) in Abhängigkeit von der Zusammensetzung einer MgSO_4 -NaCl-KCl-Salzmischung.

In Abb. 3-1 wurde beispielhaft der Wasserverbrauch in einem System einer Salzmischung von Magnesiumsulfat, wasserfrei (MgSO_4) – Halit (NaCl) und Sylvit (KCl) berechnet, in der die Bildung der Mineralphasen Epsomit, Kainit und Kieserit unterdrückt wurde.

Der dunkelrote Bereich mit der 100% Linie für den Wasserverbrauch verdeutlicht, dass bei vollständiger Vermischung das Lösungswasser vollständig gebunden werden kann und der unverbrauchte Anteil an MgSO_4 eine Reaktionsreserve bildet. Die absolute Masse an gebundenem Wasser ist dabei abhängig von der Masse des eingesetzten MgSO_4 und der Masse der Zuschlagstoffe sowie von der Art der zugegebenen Lösung, die die Bildung weiterer metastabiler Mineralphasen beeinflussen würden.

In Fällen mit vollständigem Wasserverbrauch beträgt die Volumenabnahme (Schrumpfung) des geschlossenen Systems einheitlich 4,2%.

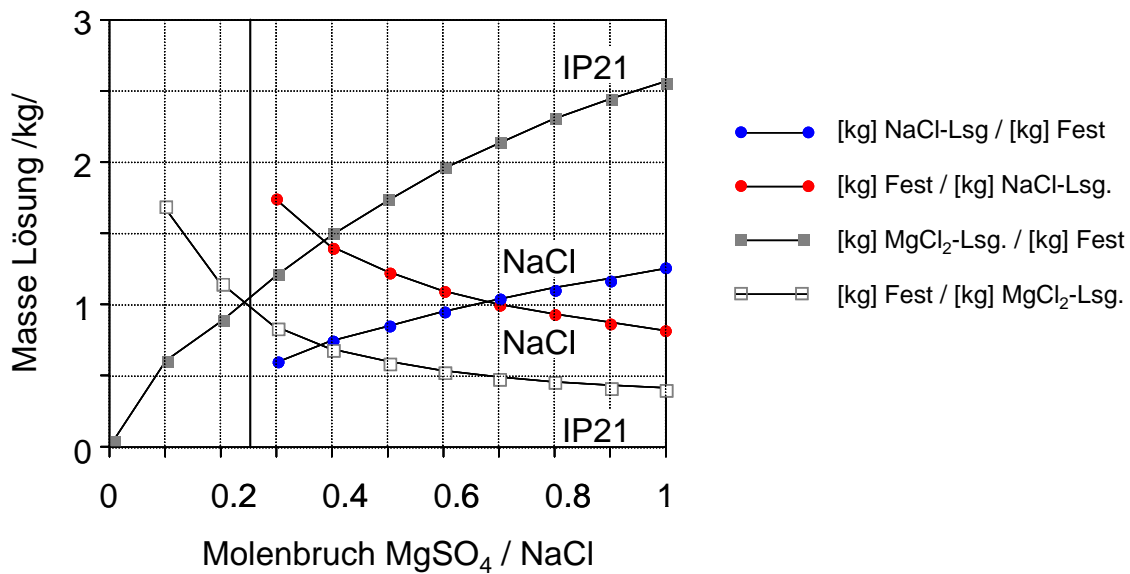


Abb. 3-2: Bindung von NaCl / MgCl₂-gesättigter Lösung bei einem zunehmenden Mischungsverhältnis von Magnesiumsulfat zu Steinsalz

Abb. 3-2 zeigt die Entwicklung der Masse an Ausgangslösung (IP21 und NaCl-Lsg.), die von einem kg einer Magnesiumsulfat – Steinsalzmischung gebunden wird und im Vergleich dazu die Masse an Feststoff, die benötigt wird um 1 kg Ausgangslösung zu binden. Für die Berechnung vorgegeben ist ein Porenvolumen von 50%, das mit Lösung gesättigt ist. Die sich bei einem Mischungsverhältnis (angegeben als Molenbruch der Feststoffe) von 0,25 sich kreuzenden Graphen für IP21 weisen daraufhin, dass bei kleineren Mischungsverhältnis, d. h. bei zu wenig Magnesiumsulfat, die Lösung nicht mehr vollständig gebunden werden kann. Für NaCl-Lösung verschiebt sich dieser Grenzwert in Richtung höherer Mischungsverhältnisse, d. h. es wird mehr Magnesiumsulfat für die vollständige Bindung des Wassers benötigt. Hinsichtlich der Pumpfähigkeit bzw. der Förderbarkeit einer entsprechenden Salzmischung sind die Graphen dahingehend zu interpretieren, dass diese mit höheren Mischungsverhältnissen stark verringert wird.

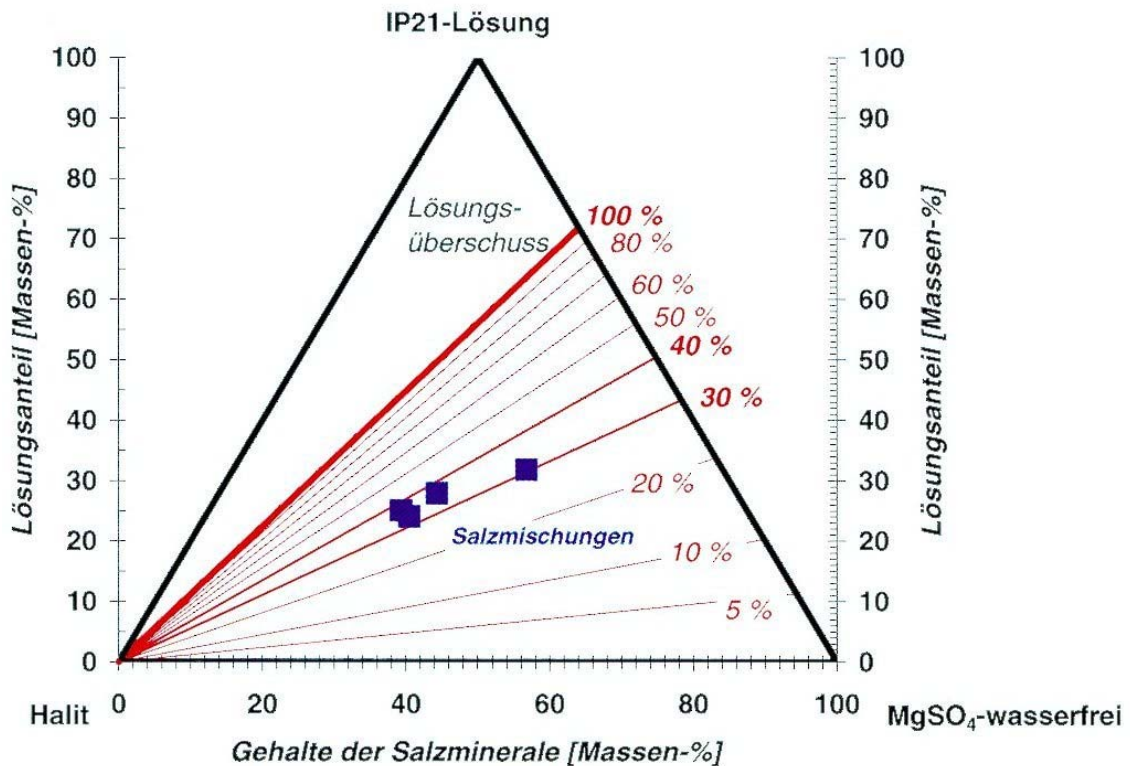


Abb. 3-3: Von DBE wurden für die Indexuntersuchungen vorzugsweise Salzmischungen von Magnesiumsulfat, wasserfrei mit Massenanteilen zwischen 30 % und 40 % eingesetzt /ENG/. Halit wurde als inerter Füllstoff und zur Regulierung der beim Abbinden sich entwickelnden hohen Temperaturen in Massenanteilen von 40 bis 60 % zugemischt. Der Lösungsanteil an IP21-Lösung (Magnesiumchloridgesättigte Lösung) lag dabei stets unterhalb eines theoretischen Lösungsüberschusses.

Die theoretischen Berechnungen von GRS (Abb. 3-2) und DBE (Abb. 3-3) zeigen in Übereinstimmung, dass bei einem Magnesiumsulfatgehalt von 30 Massenprozenten nur ein Teil des MgSO_4 -wasserfrei während des Erhärtungsprozesses verbraucht wird.

Tabelle 3-1: Zusammensetzung, Dichte, molare Masse und molares Volumen ausgewählter Evaporitminerale (Dichte und molares Volumen bei Raumtemperatur und Atmosphärendruck); (Quelle ENG / DBE).

Mineral	Chemische Zusammensetzung		Dichte	Molare Masse	Molares Volumen
			[g/cm ³]	[g/mol]	[cm ³ /mol]
<i>Chloride</i>					
Bischofit	MgCl ₂ ·6H ₂ O		1,604	203,302	129,570
Carnallit	KMgCl ₃ ·6H ₂ O	KCl·MgCl ₂ ·6H ₂ O	1,609	322,456	172,580
			1,602		173,442
Halit	NaCl		2,164 2,168	58,442	27,015
Sylvin	KCl		1,990	74,551	37,524
Tachyhydrit	CaMg ₂ Cl ₆ ·12H ₂ O	CaCl ₂ ·2MgCl ₂ ·12H ₂ O	1,667	517,588	203,780
<i>Mg-Sulfate</i>					
Kieserit	MgSO ₄ ·H ₂ O		2,571	138,384	56,600
	MgSO ₄ ⁵ / ₄ H ₂ O*		2,424	142,888	58,947
	MgSO ₄ ·3H ₂ O*		2,060	174,414	83,853
			2,080		84,667
Leonhardt / Starkeyit	MgSO ₄ ·4H ₂ O		1,960	192,429	98,203**
Pentahydrit	MgSO ₄ ·5H ₂ O		1,900	210,445	110,760
Hexahydrit	MgSO ₄ ·6H ₂ O		1,723	228,460	132,580
			1,76		
Epsomit	MgSO ₄ ·7H ₂ O		1,677	246,476	146,800
<i>Na-Mg-Doppelsalz</i>					
Blödit / Astrakhanit	Na ₂ Mg(SO ₄) ₂ ·4H ₂ O	Na ₂ SO ₄ ·MgSO ₄ ·4H ₂ O	2,230	334,473	149,980
<i>K-Mg-Doppelsalze</i>					
Kainit	KMgClSO ₄ ·2,75H ₂ O	KCl·MgSO ₄ ·2,75H ₂ O	2,159	248,965	115,300
Leonit	K ₂ Mg(SO ₄) ₂ ·4H ₂ O	K ₂ SO ₄ ·MgSO ₄ ·4H ₂ O	2,200	366,690	166,300
Schönit / Picromerit	K ₂ SO ₄ ·MgSO ₄ ·6H ₂ O		2,030	402,720	197,500
<i>Weitere Sulfate</i>					
Anhydrit	CaSO ₄		2,963	136,142	45,940
			2,965		
Gips	CaSO ₄ ·2H ₂ O		2,317	172,172	74,690
Polyhalit	K ₂ MgCa ₂ (SO ₄) ₄ ·2H ₂ O		2,765	602,943	218,100
	K ₂ SO ₄ ·MgSO ₄ ·2CaSO ₄ ·2H ₂ O		2,78		
Syngenit	K ₂ Ca(SO ₄) ₂ ·H ₂ O	K ₂ SO ₄ ·CaSO ₄ ·H ₂ O	2,59	328,417	124,200
			2,644		

3.2 Auswahl von geeigneten Salzmischungen

3.2.1 Material und Versuchslösungen

Für AISKRISTALL wurde ein System von Materialkomponenten zusammengestellt, welches in der praktischen Anwendung vergleichbare Eigenschaften wie der Salzbeton M2 /.../ aufweisen sollte und sich weitgehend aus -in Salzformationen natürlich vorkommenden Materialien- zusammensetzt (vgl. Tabelle 3-2).

In den durchgeführten Indexuntersuchungen bildet Magnesiumsulfat (MgSO_4) in seinen verschiedenen Hydratstufen (z. B: Kieserit) die Basiskomponente, die als **Zement** oder Bindemittel bei Wasserzugabe eine feste Kornmatrix bilden kann.

Als volumenfüllender **1. Zuschlagstoff**, wurde Steinsalz (NaCl) gewählt, da dieses in großen Mengen als Salzgrus bei der Auffahrung von untertägigen Strecken anfällt und bei Zutritt von gesättigten Lösungen ein geringes Lösungspotential aufweist. Letzteres ist ein Aspekt, der im Hinblick auf die Langzeitstabilität noch näher zu betrachten ist. Als Alternative zum reinen Steinsalz wurden Salzgrus, Anhydrit ($\text{MgCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), Sylvin (KCl) und Carnallit ($\text{MgKCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$) eingesetzt.

Entsprechend den Betonzuschlagstoffen vom Typ 1 kamen zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften handelsübliche nicht - saline Füllstoffe wie Mikrosilica, Schiefermehl, Capsil und Talk dem Gesamtsystem als stabilisierender **2. Zuschlagstoff** zur Anwendung.

Den Basiskomponenten wurden im Einzelfall **Additive** (z. B. Glauberit [$\text{MgNa} \cdot \text{H}_2\text{O}$], Epsomite [$\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$]) zugesetzt, um deren Abbindeverhalten gezielt zu beeinflussen.

Organische Chemikalien oder Filteraschen waren bis auf Einzelversuche von der Anwendung in den bisherigen Indexuntersuchungen ausgeschlossen.

Zusätzlich zur Variation von Komponenten und deren Massenanteile, wurden diese fraktioniert eingesetzt. Durch Siebung wurden bestimmte Kornfraktionen ausgesondert, die - wie die Additive- das Abbindeverhalten beeinflussen.

Als ‚Anmischlösungen‘ wurden repräsentative natürliche Magnesium- und/oder Natriumchloridgesättigte Laugen von der Schachtanlage ASSE / Remlingen verwendet. Gesondert wurde der Einfluss von Kaliumchloridgesättigten Lösungen und nicht mineralisiertem Wasser untersucht.

Tabelle 3-2: Eingesetzte Materialkomponenten und Lösungen

Bindemittel / Zement	1. Zuschlagstoff salinar	2. Zuschlagstoff nicht salinar	Additive	Lösungen
Magnesiumsulfat, (wasserfrei)	Halit-Gewerbesalz Halit-Salzgrus Halit-Haldensalz	Schiefermehl Mikrosilica Capsil	Glauberit Epsomit	MgCl ₂ – (IP21) gesättigte Lsg.
Kieserit; (1xKristallwasser)	Anhydrit Sylvin Carnallit	Talk Flugaschen		NaCl – gesättigte Lsg.

3.2.2 Kennwerte von Ausgangsmaterialien

- Kieserit, entwässert (Magnesiumsulfat, wasserfrei, calciniert, 98%)
Lieferant: K+S Werk WE/Wintershall, 36266 Heringen
Bestellung: Kali und Salz GmbH, Friedrich-Ebert-Str.160, 34119 Kassel
- Elkem Mikrosilica Grade 940 U-S,
- Schiefermehl der VTS **und** Schiefermehl der Stephan Schmidt Gruppe(Capsil 804-D 100)

3.2.2.1 Siebanalysen

Siebanalysen wurden an den von GRS der DBE gestellten Ausgangsmaterialien Magnesiumsulfat (wasserfrei), Sylvin und Steinsalz (Gewerbesalz) durchgeführt.

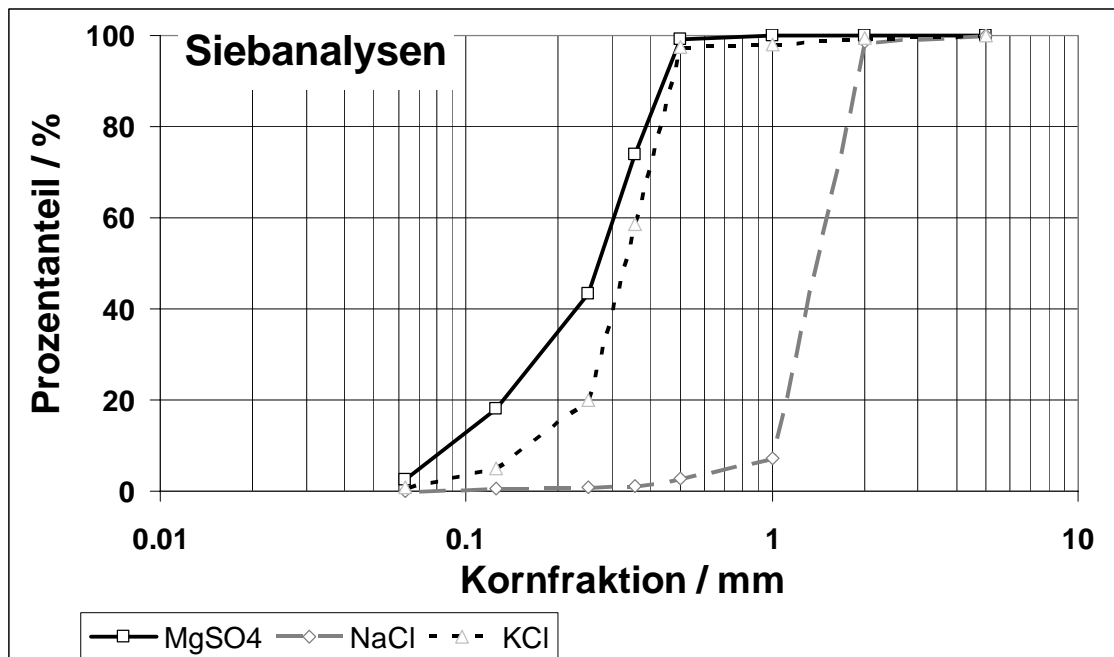


Abb. 3-4: Siebanalyse von Magnesiumsulfat ($MgSO_4$), wasserfrei, von Sylvin (KCl), ohne Zusatz und von Steinsalz (NaCl), Gewerbesalz

Anmerkung: Prüfkörper mit einer größeren Kornfraktion (Korn > 0,5mm $MgSO_4$) benötigen längere Zeiten, um auszuhärten, als kleiner Kornfraktionen (Korn > 0,2mm $MgSO_4$). Daraus wird die Notwendigkeit der Siebung/Fraktionierung abgeleitet.

3.2.2.2 Geochemie und Mineralogie

Die **chemische Analytik** wurde im Geochemielabor der GRS mittels ICP-OES (Ion Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer) des Typs JY 50 P von ISA JOBIN YVON durchgeführt. Analysiert wurden die Elemente Ca, Fe, K, Mg und Na. Chlorid wurde argentometrisch durch potentiometrische Titration nach DIN 38405 bestimmt.

Die **Viskositäten** der eingesetzten Lösungen wurden mit einem Viskosimeter der Firma Thermo-Haake MicroVisko 2 bestimmt. Die **Dichtebestimmung** erfolgte mit einem Dichteschwinger.

Für ausgewählte Proben wurde der Mineralbestand durch röntgenographische Phasenanalyse mit einem Diffraktometer des Typs X'Pert-MPD / Firma Phillips ermittelt. Die Messung wurde an trockenen gemahlene Pulverpräparaten im 2 θ -Winkelbereich zwischen maximal 5° und 75° unter Verwendung einer Cu-K α -Kathode durchgeführt. Die Auswertung erfolgte mit der integrierten Auswertesoftware X'Pert für Windows 1.0 auf Basis des ASTM-Standards. Bei der PC-gestützten Phasenanalyse wird die Peaklage eines Reflexes mit Standardmessungen aus der ASTM-Datei verglichen und bei Übereinstimmung als Mineralphase identifiziert.

Dünnschliffanalysen an ausreagiertem Material wurden von der DBE im eigenen Labor durchgeführt.

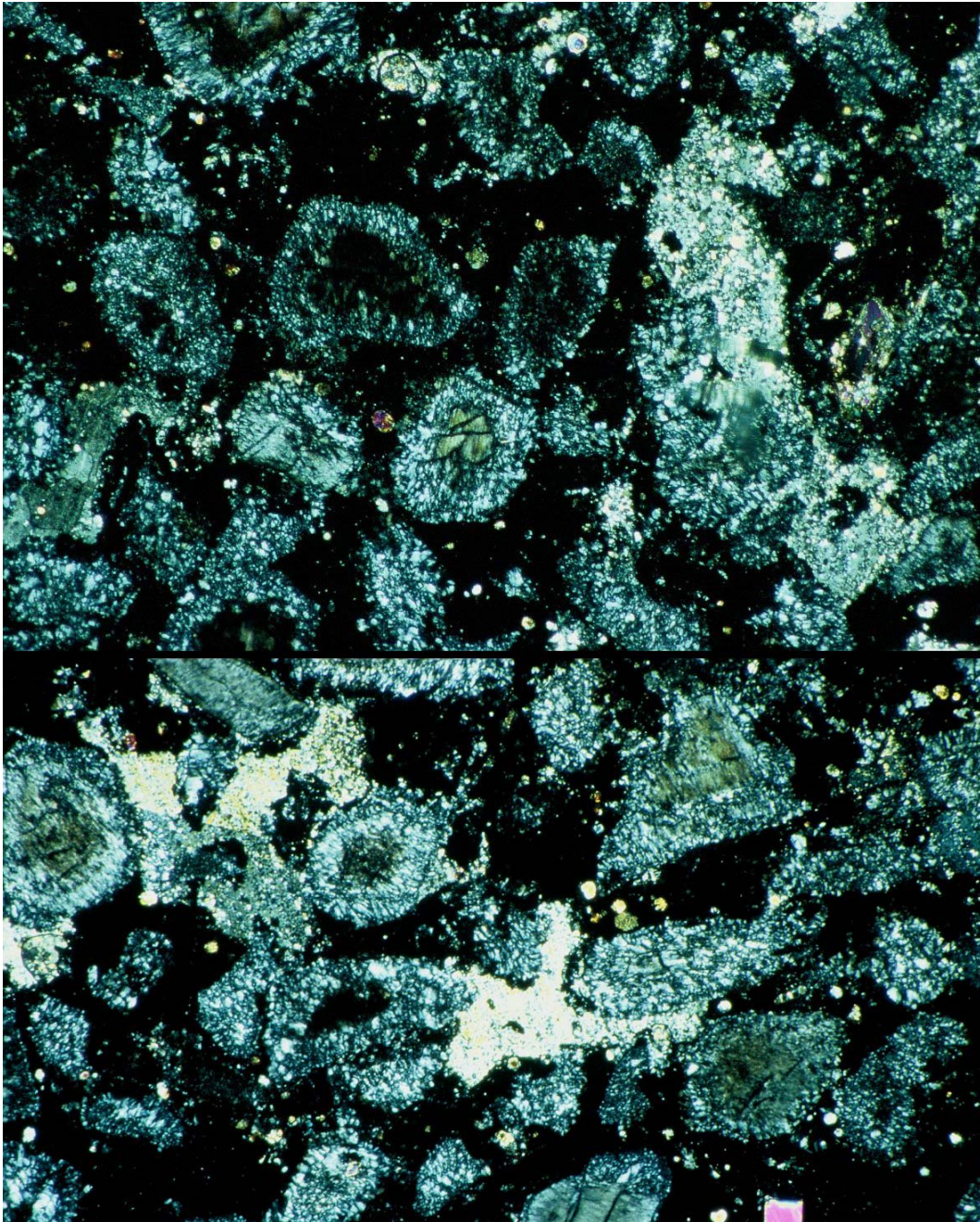


Abb. 3-5: Dünnschliffaufnahme einer erhärteten MgSO_4 -Mischung (gekreuzte Polarisatoren). In dieser Abbildung sieht man deutlich die Umwandlungsprodukte des MgSO_4 . In den Umwandlungsprodukten sind Kerne "unreagierten" MgSO_4 eingekapselt. Die schwarzen Flächen sind selbstverständlich Halit (Gewerbesalz) und in diesem Fall das Mikrosilica (Quelle ENG).

3.2.3 Rezepturen – Probenherstellung / DBE

Die Zusammenstellung der in Tabelle 3-2 aufgeführten Komponenten zu Rezepturen wurde von DBE durchgeführt und wird im diesem Bericht nicht im Einzelnen ausgeführt.

Für die Indexuntersuchungen wurden in den Rezepturen die Kombination der Komponenten und deren Massenverhältnisse variiert. Beim qualitativen Vergleich der Untersuchungsergebnisse und deren quantitativen Einstufen sind die jeweiligen spezifischen Rezepturen zu berücksichtigen.



Abb. 3-6: (links) Anmischen / Homogenisieren der Komponenten und Lösung zu Suspensionen. (rechts) Die fließfähige Salzmischung wird zur Prüfkörperherstellung in Formen gegossen (Fotos DBE). Im Anschluss werden die fertigen Materialmischung über zwei Minuten auf dem Rütteltisch verdichtet bzw. die Luftblasen entfernt.

Das Anmischen der Komponenten einer Rezeptur erfolgte schrittweise:

1. Schritt Vermischen des 2. Zuschlagstoffes mit der Lösung, bis eine homogene einfache Suspension entsteht.
2. Schritt Vermischen des 1. Zuschlagstoffes und ggf. von Additiven mit der einfachen Suspension.

3. Schritt Zugabe des Bindemittels zur erweiterten einsatzfähigen Suspension.

Für den Mischvorgang wurde ein Labormischer mit Flügelrad verwendet. Der Mischvorgang erfolgte bei jedem Schritt über eine Zeitdauer von zwei bis drei Minuten.

Die fließfähige Mischung wurde anschließend in spezielle Formen für nachfolgende Permeabilitäts-, Kristallisationsdruck- und Festigkeitsuntersuchungen gegossen und entsprechend der Empfehlungen für die Qualitätsprüfung für Beton über 28 Tage vor den Messungen gelagert.

3.2.4 Kalorimetrische Messungen

Kalorimetrische Untersuchungen wurden an verschiedenen repräsentativen Salzmischungen und im Vergleich dazu an Salzbeton M2 beim IBMB durchgeführt. Die nachfolgend aufgeführten Ergebnisse entstammen Mitteilungen der DBE /ENG/, die im Rahmen der gemeinsamen Projektgespräche ausgetauscht wurden.

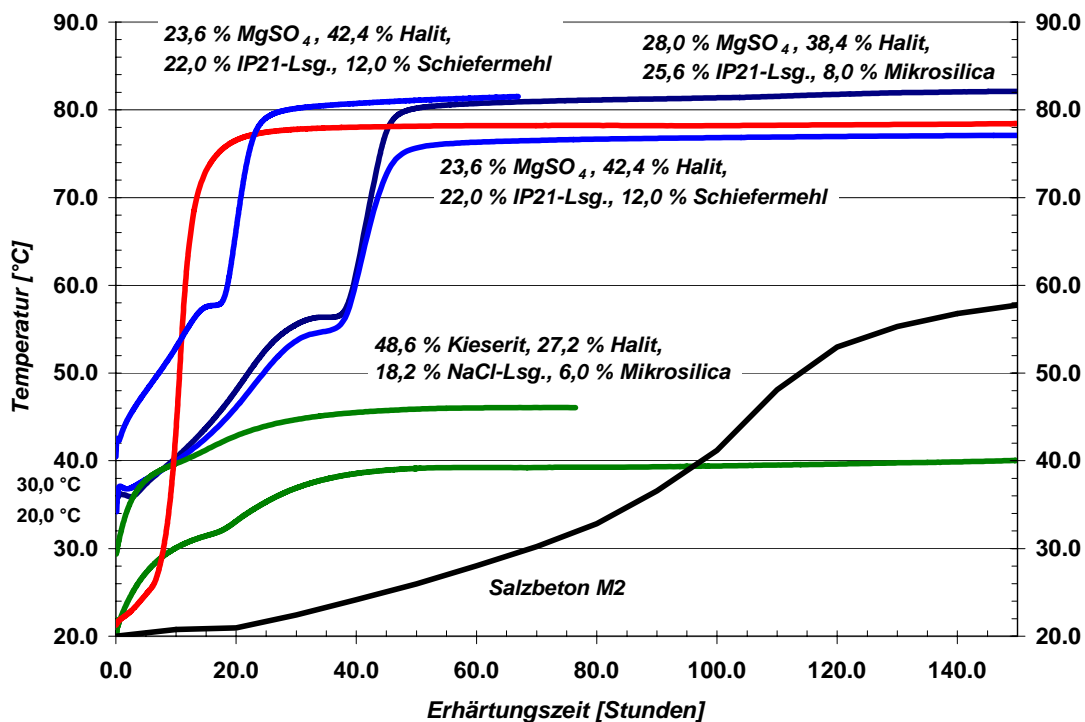


Abb. 3-7: Adiabatische Temperaturmessungen an Salzmischungen mit MgSO₄ und Kieserit als Bindemittelkomponente im Vergleich zum Salzbeton.

Abb. 3-7 zeigt die ersten Ergebnisse über die zu erwartende adiabatische Temperaturentwicklung in AISKRISTALL-Material. In den Salzmischungen mit einem relativ geringen Magnesiumsulfatanteil von ca. 23% steigen in den ersten 60 Stunden des Erhärtungsprozesses die Temperaturen auf annähernd 80°C auf. Unregelmäßigkeiten im Kurvenverlauf zu Beginn dieser Messungen, sind auf die sofort nach dem Anmischen auftretende Temperaturentwicklung zurückzuführen. Im Vergleich zum Salzbeton M2 liegen die Temperaturen ca. 20°C höher. Die Temperaturen von Salzmischungen mit Kieserit als Zementbasis liegen nach 100 Stunden dagegen unterhalb der Temperaturen vom Salzbeton M2. Bei einer

weitergehenden Interpretation der Kurven ist zu berücksichtigen, dass die Starttemperatur zwischen 20°C und 30°C schwankte.

3.3 Permeabilitätsmessungen

Die Prüfkörper für die Permeabilitätsmessungen wurden von der DBE nach demselben Verfahren hergestellt, das zur Herstellung der mechanischen Prüfkörper angewendet wurde. Als Probenbehälter kamen Reaktionsbehälter vom Typ HEINEMANN zum Einsatz, wie sie im Rahmen von GRS Kaskaden-Auslaugversuchen an Salzbetonproben eingesetzt wurden /GRS-A-3170/ (Korrosion von Salzbeton durch saline Lösungen).

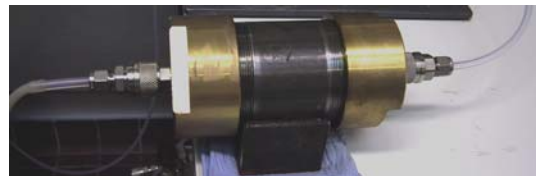
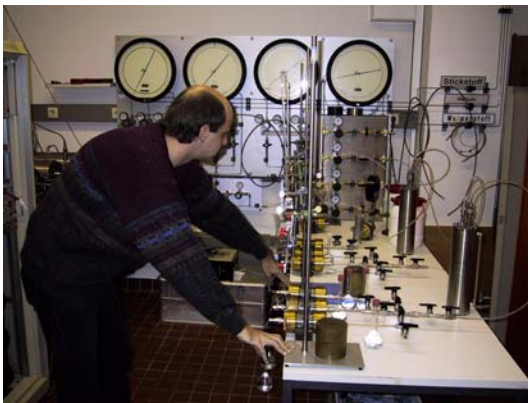


Abb. 3-8 (links): Prüf-, Messstand für Dichtigkeitstests sowie Gas- und Lösungs-Permeabilitätsmessungen. (rechts) Eingesetzte Reaktionszelle vom Typ HEINEMANN.

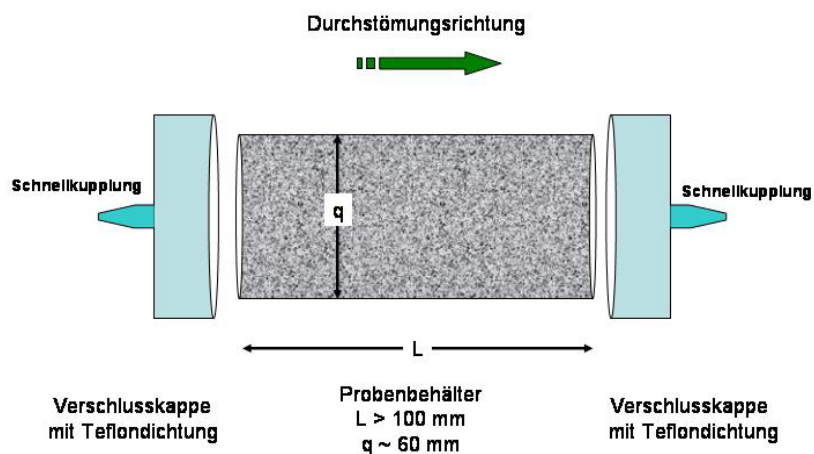


Abb. 3-9 Schematischer Aufbau einer eingesetzten Reaktionszelle (Typ Heinemann).

Die Auswertung der Permeabilitätsmessungen erfolgte nach dem verallgemeinerten Fließgesetz von DARCY, das für den Einphasenfluss in porösen Gesteinen gilt. Nach dem DARCY'schen Fließgesetz ist die Permeabilität (Proportionalitätsfaktor /k/) der Theorie nach ausschließlich eine Eigenschaft der Gesteinsmatrix und unabhängig vom strömenden Fluid.

Zur Ermittlung der Einphasenpermeabilität wird eine Probe einer definierten Geometrie mit einem Fluid durchströmt. Aus der Druckdifferenz am Probeneingang und -ausgang, der Fließrate, der Probengeometrie sowie der Dichte / Viskosität des Fluids wurde die Permeabilität berechnet.

Die Berechnungsvorschrift für kompressible Fluide unterscheidet sich dabei von der Berechnung der Permeabilität von inkompressiblen Phasen.

Die Gleichung für die Berechnung der Permeabilität von stationären Durchströmungsversuchen mit Lauge (inkompressible Phase) lautet:

$$k_{Lsg.} = \frac{q \cdot \mu \cdot l}{A \cdot \Delta p} k_{Lsg.} \quad \text{Lösungspermeabilität, m}^2$$

- q Fließrate, $\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
- μ dynamische Viskosität, Pa s
- l Probenlänge, m
- A Probenquerschnittsfläche, m^2
- Δp Differenzdruck, Pa

Die Auswertung der mit Gas durchgeführten Durchströmungsversuche erfolgt mit dem für kompressible Phase erweiterten Gesetz von DARCY:

$$k_s = \frac{2 \cdot q \cdot \mu \cdot l}{A} \cdot \frac{p_{atm}}{(p_1^2 - p_{atm}^2)} \quad k_{s,scheinbare}$$

- Gaspermeabilität, m^2
- q Fließrate, $\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
- μ dynamische Viskosität, Pa s
- l Probenlänge, m
- A Probenquerschnittsfläche, m^2
- p_1 Injektionsdruck, Pa
- p_{atm} Atmosphärendruck, Pa

Auftretende druckabhängige Gleitströmungseffekte in der Gasphase, die zu Abweichungen vom reinen Darcy-Fluß führen (scheinbare Permeabilität k_s), werden durch die Klinkenberg-Korrektur berücksichtigt.

$$k_g = k_\infty \left(1 + \frac{\alpha}{p_m}\right)$$

α	Klinkenberg-Konstante, Pa
p_m	mittlerer Druck $(p_1 + p_2) / 2$, Pa
$p_1; p_2$	Porendrücke (Probeneingang, -ausgang), Pa
k_∞	Klinkenberg Permeabilität, m^2
k_g	Klinkenberg korrigierte Permeabilität für kompressible Medien, m^2 .

Aus den stationären Durchströmungsversuchen mit Gas werden die zugehörigen Permeabilitäten berechnet. Die so bestimmten scheinbaren Gaspermeabilitäten werden gegen den reziproken Wert des mittleren Drucks aufgetragen. Zur Ermittlung der Klinkenberg korrigierten Permeabilität werden die gemessenen scheinbaren Gaspermeabilitäten auf einen unendlichen mittleren Druck interpoliert. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Permeabilitätsachse bei $1/p_m$ ergibt dann die Klinkenberg korrigierte Permeabilität für kompressible Medien.

Von einer Klinkenberg-Korrektur wurde in den durchgeführten Indexversuchen abgesehen, da

- (A) in den verwendeten Reaktionszellen der Manteldruck nicht variiert werden konnte,
- (B) eine Veränderung der Probe nicht ausgeschlossen werden kann,
- (C) die Vergleichbarkeit zwischen den untersuchten Prüfkörpern gewährleistet ist
- (D) die ermittelte scheinbare Permeabilität den konservativen (höheren) Wert darstellt.

Im Rahmen der durchgeführten Indexuntersuchungen an den verschiedenen AISKRISTALL-Mischungen ist die Permeabilität ein wichtiger Kennwert zur Berechnung und Beurteilung der hydraulischen Durchlässigkeit zukünftiger Dichtbauwerke für Fluide. Zur besseren Vergleichbarkeit mit anderen Index-Proben, wurden die zu prüfenden Probekörper nach demselben Verfahren wie die mechanischen Prüfkörper hergestellt. Als Probenbehälter kamen Reaktionsbehälter vom Typ HEINEMANN zum Einsatz, wie sie im Rahmen von GRS Kaskaden-

Auslaugversuchen an Salzbetonproben eingesetzt wurden /GRS-A-3170/ (Korrosion von Salzbeton durch saline Lösungen)

3.3.1 Theorie

Im verallgemeinerten Fließgesetz nach DARCY, das für den Einphasenfluss in porösen Gesteinen gilt, wird die Permeabilität als Proportionalitätsfaktor $/k/$ dargestellt. Nach dem DARCY'schen Fließgesetz ist die Permeabilität der Theorie nach ausschließlich eine Eigenschaft der Gesteinsmatrix und unabhängig vom strömenden Fluid.

Im Labor wird zur Ermittlung der Einphasenpermeabilität eine Probe einer definierten Geometrie mit einem Fluid durchströmt. Aus der Druckdifferenz am Probeneingang und -ausgang, der Fließrate, der Probengeometrie sowie der Dichte / Viskosität des Fluids kann die Permeabilität berechnet werden.

Die Berechnungsvorschrift für kompressible Fluide unterscheiden sich dabei von der Berechnung der Permeabilität von inkompressiblen Phasen.

Die Gleichung für die Berechnung der Permeabilität von stationären Durchströmungsversuchen mit Lauge (**inkompressible Phase**) lautet:

$$k_{Lsg.} = \frac{q \cdot \mu \cdot l}{A \cdot \Delta p} \text{ wobei}$$

$k_{Lsg.}$	Lösungspermeabilität,	m^2
q	Fließrate,	$m^3 s^{-1}$
μ	dynamische Viskosität,	Pa s
l	Probenlänge,	m
A	Probenquerschnittsfläche,	m^2
Δp	Differenzdruck,	Pa

Die Auswertung der mit Gas durchgeführten Durchströmungsversuche erfolgt mit dem für **kompressible Phase** erweiterten Gesetz von DARCY:

$$k_s = \frac{2 \cdot q \cdot \mu \cdot l}{A} \cdot \frac{p_{atm}}{(p_1^2 - p_{atm}^2)} \text{ wobei}$$

k_s	scheinbare Gaspermeabilität,	m^2
q	Fließrate,	$m^3 s^{-1}$
μ	dynamische Viskosität,	Pa s
l	Probenlänge,	m
A	Probenquerschnittsfläche,	m^2
p_1	Injektionsdruck,	Pa
p_{atm}	Atmosphärendruck,	Pa

Auftretende druckabhängige Gleitströmungseffekte in der Gasphase, die zu Abweichungen vom reinen Darcy-Fluß führen (scheinbare Permeabilität k_s), werden durch die Klinkenberg-Korrektur berücksichtigt.

$$k_g = k_\infty \left(1 + \frac{\alpha}{p_m}\right)$$

α	Klinkenberg-Konstante,	Pa
p_m	mittlerer Druck $(p_1 + p_2) / 2$,	Pa
$p_1; p_2$	Porendrücke (Probeneingang, -ausgang),	Pa
k_∞	Klinkenberg Permeabilität,	m^2
k_g	Klinkenberg korrigierte Permeabilität für kompressible Medien,	m^2 .

Aus den stationären Durchströmungsversuchen mit Gas werden die zugehörigen Permeabilitäten berechnet. Die so bestimmten scheinbaren Gaspermeabilitäten werden gegen den reziproken Wert des mittleren Drucks aufgetragen. Zur Ermittlung der Klinkenberg korrigierten Permeabilität werden die gemessenen scheinbaren Gaspermeabilitäten auf einen unendlichen mittleren Druck interpoliert. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Permeabilitätsachse bei $1/p_m$ ergibt dann die Klinkenberg korrigierte Permeabilität für kompressible Medien.

3.3.2 Ergebnis der Permeabilitätsmessungen

Die Dichtigkeitsprüfung mit Gas als Eingangsprüfung wurden zur Ermittlung von eventuellen Randläufigkeiten in den Reaktionszellen und als orientierende Permeabilitätsmessung durchgeführt. Aus der Einzelmessung wird orientierend die

scheinbare Permeabilität berechnen, die in der Regel, größer ist als die Klinkenberg korrigierte Permeabilität. Die Dichtigkeitsprüfung erfolgt jeweils mit Stickstoff bei einem Injektionsdrucks von 2 bar.

Die Ergebnisse der Permeabilitätsuntersuchungen sind Tabelle 3-3 in aufgeführt. Unter Berücksichtigung der vereinfachten Versuchsrandbedingungen (Kurzzeitversuche, Wertermittlung aus vier Einzelwerten) geben die Ergebnisse auch Hinweise auf den möglichen Einfluss der nachträglichen Schrumpfung auf die Durchlässigkeit.

Mit Ausnahme der Probe 2 erfolgte die erste Durchlässigkeitsmessung nach der 28-Tage Abbindefrist und die Nachmessung zweieinhalb Monate später.

Die mit Mikrosilica angemischten Proben weisen eine uneinheitliche Tendenz auf. Während die Größenordnung der Durchlässigkeit mit $k_s=10^{-17}m^2$ gleich geblieben ist, zeigt insbesondere die Probe 2, dass die Durchlässigkeit mit der Zeit leicht zunimmt. Der erste niedrige Wert von $k_s=10^{-19}m^2$ wurde ca. eine Woche nach der Anmischung ermittelt. Hinweis: Die Probe 2 wurde nicht wie die anderen Proben auf dem Rütteltisch verdichtet. Die zeitliche Durchlässigkeitsentwicklung der Proben 3 und 4 gibt keine direkten Hinweise auf Schrumpfungseffekte.

Die mit Schiefermehl angemischten Proben unterscheiden sich in der Durchlässigkeit um zwei Größenordnungen. Eine zeitliche Zunahme der Durchlässigkeit ist nicht erkennbar. Bei der Probe 5 wurde ein konservativer Wert angegeben, da während des Kurzzeitversuches keine Durchströmung gemessen wurde.

Tabelle 3-3: Permeabilitäten k_s

Probe Nr.	MgSO ₄ , wasserfrei + Halit + ...	(k_s) / m ² /
Probe 01	Mikrosilika	5E-16 Fläche+Rand
Probe 02	Mikrosilika	6E-19; 2E-17; 2E-17
Probe 03	Mikrosilika	3E-16; 2E-17 Fläche+Rand
Probe 04	Mikrosilika	5E-17; 1E-16
Probe 05	Schiefermehl	3E-18; 2E-19
Probe 06	Schiefermehl	3E-17; 3E-17
Probe 07	Talk	> E10-15 Durchfluss zu hoch für das Messsystem
Probe 08	Talk	> E10-15 Durchfluss zu hoch für das Messsystem
Probe 09	Mikrosilika	3E-18
Probe 10	Mikrosilika	9E-17
	Kieserit + Halit + ...	
Probe 11	Mikrosilika	2E-20; 1E-20
Probe 12	Mikrosilika	2E-18; 1E-21
Probe 13		7E-21
Probe 14		4E-21
Probe 47		1E-16
Probe 48		3E-17; 3E-17
Probe 50		1E-16
Probe 52		9E-17
Probe 54		9E-17; 8E-17
Probe 55		9.8E-17
Probe 58		4E-18

Lösungspermeabilitäten

Probe 11	Mikrosilika	1E-19
----------	-------------	-------

3.4 Kristallisationsdruckmessungen

3.4.1 Messverfahren

Die messtechnische Ermittlung von Kristallisationsdrücken bzw. von Quelldrücken ist im Hinblick auf bautechnische Materialprüfungen zurzeit nicht normiert. Für die durchgeführten Messungen wurden von der GRS weiterentwickelte baugleiche ODOMETER-Zellen eingesetzt, die sich aber grundsätzlich vom Messverfahren bzw. in den Messaufnehmern unterscheiden.

- Verfahren I – Druckaufnehmer
- Verfahren II – Kraftaufnehmer

Im Verfahren I wird mit Druckaufnehmern (Absolutdruck; Typ KELLER) der integralwirkende hydraulische Druck gemessen, der im Idealfall dem Kristallisationsdruck entspricht. Voraussetzung ist, dass die Messmembran des Aufnehmers, die im direkten Kontakt mit dem Messgut steht, nicht nur punktuell druckbeaufschlagt wird. Was bei Flüssigkeiten weitgehend unkritisch ist, kann bei Feststoffreaktionen, wie der Kristallisation von Mineralphasen, problematisch werden.

Im Verfahren II wird die, durch die Volumenvergrößerung hervorgerufene axial, auf eine definierte Fläche wirkende Kraft (Typ BURSTER) gemessen und in einen Druck umgerechnet (vgl. Kalibrationsprotokolle). Für die Ableitung eines Kristallisationsdruckes aus dem axialen Kraftvektor ist es wichtig, dass die Verfestigung des Messgutes gleichmäßig erfolgt und sich nicht innerhalb der ODOMETER-Zelle radial versteift.

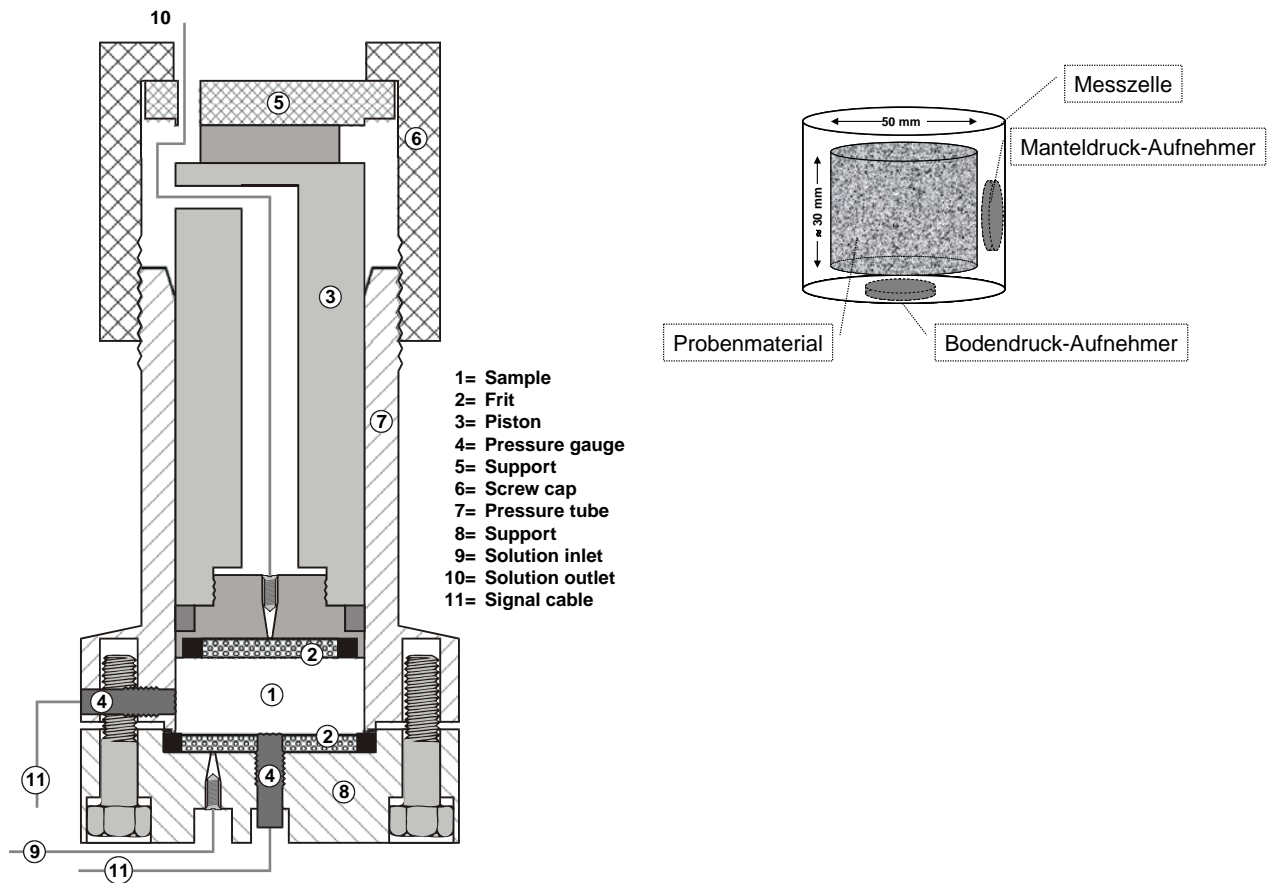


Abb. 3-10: Verfahren I. Links; Skizze von der Messzelle mit Druckaufnehmern in der Bodenplatte (4/2) und im Mantel (4/7). Rechts oben; vereinfachtes Schema der Versuchskonfiguration zur Messung des Kristallisationsdruckes während des Abbindens der angemischten Salzmischungen.

Die nachstehende Abbildung zeigt die einzelnen Komponenten der Messzelle für das Verfahren II. (A) Schraubkappe, (B) Halterung für Kraftaufnehmer, (C) Kraftaufnehmer/Stecker, (D) gehärtete Platte zur verbesserten Kraftübertragung auf den Aufnehmer, (E) Stempel mit Abstreif-/Gleitring, (F) Messzelle –Ansicht von unten- mit O-Ringdichtung und Verschraubungen für die Bodenplatte mit Fritte (G). Im Gegensatz zum Verfahren I kann bei dieser Konfiguration aufgrund der fehlenden Fritte im Stempel der Prüfkörper nicht durchströmt werden.

Die bevorzugte Höhe für das Messgut beträgt 50 mm. Abb. zeigt die zusammengebaute Messzelle.

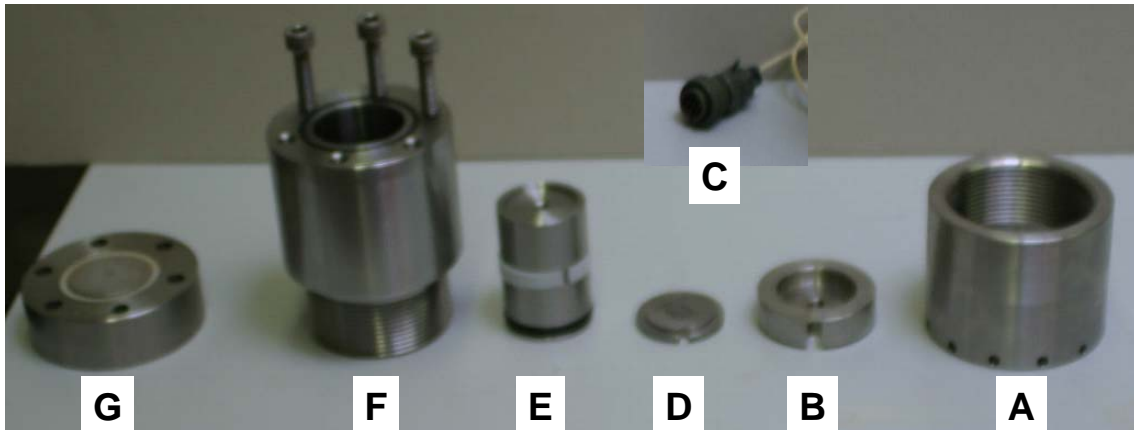


Abb. 3-11: Explosionsansicht der Teile der Kristallisationsdruckmesszelle.



Abb. 3-12: Verfahren II; Position des Kraftaufnehmers in der Messzelle (F). Der Sensor (C) wird auf der gehärteten Platte (D) auf dem Kolben (E) positioniert, der direkten Kontakt zum Material hat.

3.4.2 Versuchsablauf

Die Versuche wurden an 11 verschiedenen re-kristallisierenden Materialmischungen durchgeführt, deren Rezepturen von DBE bereitgestellt bzw. geliefert wurden (Tab.).

In der Abfolge wurde zunächst eine Suspension aus dem jeweiligen inert Stoff (z. B. Schiefermehl) und Lösung hergestellt, die mit dem Zuschlagstoff (z. B. Gewerbesalz) vermengt wurde. Anschließend wurde das konditionierte Basismaterial (z. B. Kieserit)

zugeben. Die vorbereiteten feuchten Materialmischungen wurden in die konfigurierte Messzelle eingerüttelt (2 min) und ohne Vorspannung -aber steif- eingeschlossen.

Schritte beim Einbau des Materials

- das Probenmaterial wird eingefüllt;
- die Zelle mit dem Material wird dann 2min gerüttelt (Luftblasen werden entfernt);
- Planziehen der Material und anbringen der Bodenplatte (G) – die Schrauben werden über Kreuz angezogen

Entsprechend der Einbaugeometrie (Höhe 50 mm; Durchmesser 49,5 mm) der Messkammern betrug das Volumen $96,2 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$.

Die Messwerterfassung erfolgte kontinuierlich (getaktet 10-60 Minuten) über einen Zeitraum von mindestens 28 Tagen (Abbindefrist).

Erfasst wurden der nach Einschluss der Materialmischung sich entwickelnde Kristallisationsdruck. Mit Ausnahme von Probe M1 und M2 wurden alle Kristallisationsdruckmessungen unter definierten Temperaturenbedingungen im Labor oder im Wärmeschrank durchgeführt.



Abb. 3-13 Konfigurierte OEDOMETER-Zelle im Wärmeschrank.

Nach Abschluss der Messungen wurden die Prüfkörper ausgebaut und hinsichtlich Schrumpfungerscheinungen und Feuchtigkeitsrückständen bemustert.

Aufgrund der festen Verspannung der Prüfkörper in der Zelle erfolgte der Ausbau durch mechanisches Auspressen. Dieser Vorgang wurde unter definierter Kraftsteuerung durchgeführt. Mit dem so genannten „Punch-Test- wurde das „Los-Brech-Moment“ bestimmt, das ein wesentlicher semi-quantitativer Hinweis auf das Ausdehnungs- und Verfestigungsverhalten des Materials gewertet werden kann. Als Das „Los-Brech-Moment“ ist die Kraft, die notwendig ist, um den Prüfkörper vom Zellenmantel abzureissen bzw. um die Haftung des Prüfkörpers am Zellenmantel zu überwinden. An einzelnen ausgepressten Prüfkörpern wurde zudem die Bruchfestigkeit bestimmt.

Für den Ausbau der Proben wurde als Presse eine Druckprüfmaschine der Firma Walter + Bai AG Schweiz, Typ D100-DIG, Nr. 562 eingesetzt. Die Maschine verfügt zur Druckanzeige über einen geeichten Druckaufnehmer, Typ P8AP 200 bar, Nr. 51/98. und zur Längenbestimmung einen ebenfalls geeichten Wegaufnehmer, Typ Novotechnik TS 100, Nr. 045139/A. Die Ansteuerung erfolgt entweder Druck- oder Weg gesteuert. Die maximale Prüfkraft der Presse beträgt 100 KN.

3.4.2.1 Vorgehensweise beim Ausbau der fertigen Prüfkörper

Schritt 1 – 3; vergleiche nachfolgendes Kapitel:

- 6 Schrauben der Halterungen der Bodenplatte (G) überkreuz lösen;
- Bodenplatte abheben;
- Begutachtung der Stirnfläche des Prüfkörpers (Struktur, Ritzhärte, Morphologie, Feuchtigkeit,..);
- obere Verschraubung mit dem Kraftaufnehmer mit der Hand abschrauben; der Stempel lässt sich bei keine Probe manuell mit der Hand herausziehen;

Schritt 4

- der Stempel und der Probekörper werden in der Presse herausgedrückt; Kraftsteuerung 0,5kN/s Beginn <2kN → Bestimmung des Los-Brech-Momentes;

Schritt 5 -6

- Bemusterung des Prüfkörpers. Im Einzelfall ist die Weiterverwendung des Prüfkörpers für nachfolgende Messungen möglich.

3.4.2.2 Bilddokumentation vom Ausbau der Prüfkörper M03 und M04



Abb. 3-14: 1. Schritt; Einrichtung der Presse und der Steuerung, die zum Ausbau „Punsch-Test“ der Prüfkörper eingesetzt wurde.



Abb. 3-15: 2. Schritt; Lösen der obere Verschraubung der Messzelle.

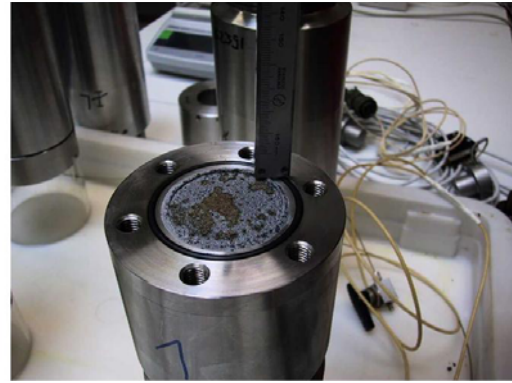


Abb. 3-16: 3. Schritt; Bemusterung der Stirnfäche des Prüfkörpers hinsichtlich Schrumpfungerscheinungen; danach Ermittlung des „Los-Brech-Momentes“.



Abb. 3-17: 4. Schritt Ausdrücken der Probe nachdem das „Los-Brech-Moment“ bestimmt wurde.



Abb. 3-18: 5. Schritt; Bemusterung des gesamten Prüfkörpers und Ermittlung der Ausbaudichte.

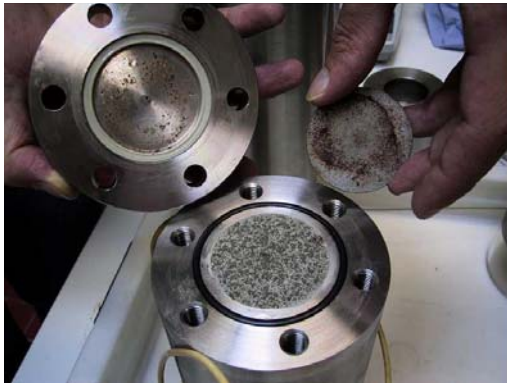
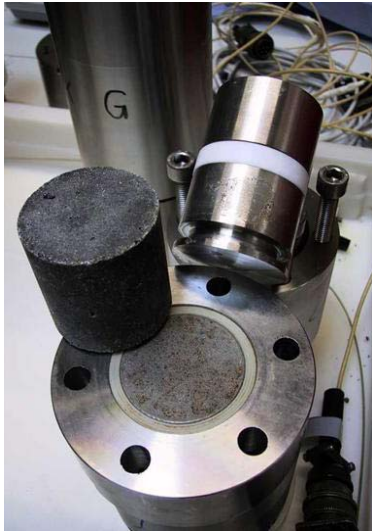


Abb. 3-19: 6. Schritt;
Oben - Kontrolle der Funktionsfähigkeit der Systeme.
Unten - Feststellung von Besonderheiten (Feuchtfilm , Korrosion).



Abb. 3-20: 7. Schritt; Vorbereitung der Prüfkörper für nachfolgende Untersuchungen.

3.4.3 Ergebnisse der Kristallisationsdruckmessungen

3.4.3.1 Übersicht (Materialien, Versuchsbedingungen –ergebnissen)

Eine Übersicht über die durchgeführten Kristallisationsdruckmessungen und den Versuchsbedingungen ist in der nachfolgenden Tabelle dargestellt. Die Einzelergebnisse der Messungen sind in zusammengefasst.

Tabelle 3-4: Kristallisationsdruckversuche - Versuchsbedingungen

Probe Nr.	Messzeitraum Datum	System	T °C	Sensor ¹⁾ Nr	Bemerkungen
M01	18-02-2002 15-01.2003	MgSO ₄ , wasserfrei; Gewerbesalz; VTS	25	SN49441 SN46264	Unverdichtet, gerüttelt
M02	18-02-2002 15-01.2003	MgSO ₄ , wasserfrei; Gewerbesalz; VTS	25	SN52777 SN49440	Unverdichtet, gerüttelt
M03	26-03-2003 14-05-2003	MgSO ₄ , wasserfrei; Gewerbesalz; VTS	25	182236	Unverdichtet, gerüttelt
M04	26-03-2003 14-05-2003	MgSO ₄ , wasserfrei ASSE Frässalz ; Capsil	25	162391	Unverdichtet, gerüttelt
M05	06-06-2003 05-08-2003	Kieserit; Ronnenberg Haldensalz; VTS	25	182236	Unverdichtet, gerüttelt
M06	06-06-2003 05-08-2003	Kieserit, Anhydrit; ASSE Frässalz; Capsil	25	162391	Unverdichtet, gerüttelt
M07	29-08-2003 23-09-2003	MgSO ₄ , wasserfrei Gewerbesalz, VTS	37	182236	Unverdichtet, gerüttelt
M08a	29-08-2003 09-09-2003	MgSO ₄ , wasserfrei Gewerbesalz VTS	37	SN46264 SN46266	Trocken eingebaut, gerüttelt $\rho = 1,52 \text{ g cm}^{-3}$, geflutet mit Q-Lösung mit 25 bar; $\rho = 1,3014 \text{ g cm}^{-3}$
M08b	10-09-2003 23-09-2003	Analog zu M08a		SN46264 SN46266	Analog zu M08a
M09	11-09-2003 23-09-2003	Epsomit, Anhydrit, Na ₂ SO ₄ , Gewerbesalz; VTS	37	162391	Unverdichtet, gerüttelt
M10	20-11-2003 02-02-2004	Kieserit, Gewerbesalz Capsil	37	162391	Unverdichtet, gerüttelt
M11	20-11-2003 02-02-2004	Kieserit; Gewerbesalz, Mikrosilica	37	182236	Unverdichtet, gerüttelt

3.4.3.2 Einzelergebnisse

3.4.3.2.1 Kristallisationsdruckmessungen bei 25°C

Der Kristallisationsdruck der Materialmischungen von Probe M01 und M02 wurde nach dem Verfahren I ermittelt. Die Messkurven sind von starken Schwankungen

gekennzeichnet, die auf Temperaturänderungen während des Versuches zurückgeführt werden können (Ausfall der Klimaanlage).

Die Materialmischungen der Probe M01 und M02 unterscheiden sich allein durch den Zuschlagstoff (M01; VTS-Schiefermehl und M02; Mikrosilica). Die Basiskomponenten sind in beiden Proben Magnesiumsulfat, wasserfrei und fraktioniertes Gewerbesalz.

Tendenziell zeigen beide Materialmischungen einen gleichförmigen Verlauf des Kristallisationsdruckes, der nach dem verfügbaren Daten unabhängig von den Materialkomponenten ist.

Nach einer Anlaufzeit von einigen Tagen steigen zunächst die in der Bodenplatte gemessenen axialen Drücke an, was einer bevorzugten Ausdehnung des Materials in axialer Richtung entspricht. Die radial im Zellenmantel gemessenen Drücke steigen nach ca. 10 Tagen gleichmäßig an. Nach ca. 3 Wochen entspricht das Druckniveau der radial gemessenen Drücke dem axial gemessenen Druck.

In Abb. sind die Druckverläufe von M01 und M02 gefiltert dargestellt. Diese Darstellung verdeutlicht die Entwicklung eines positiven Kristallisationsdruckes während des Abindezeitraumes. Die Höhe des gemessenen absoluten Druckes lag über 10 bar. Es ist nicht auszuschließen, dass der anhaltende Anstieg der Drücke nach 4 Wochen durch das Messsystem bedingt ist. Die Tatsache, dass die Messmembranen nach Beendigung teilweise zerstört waren, deutet daraufhin, dass der Druckanstieg möglicherweise durch die Ausdehnung einzelner Minerale beeinflusst wurde.

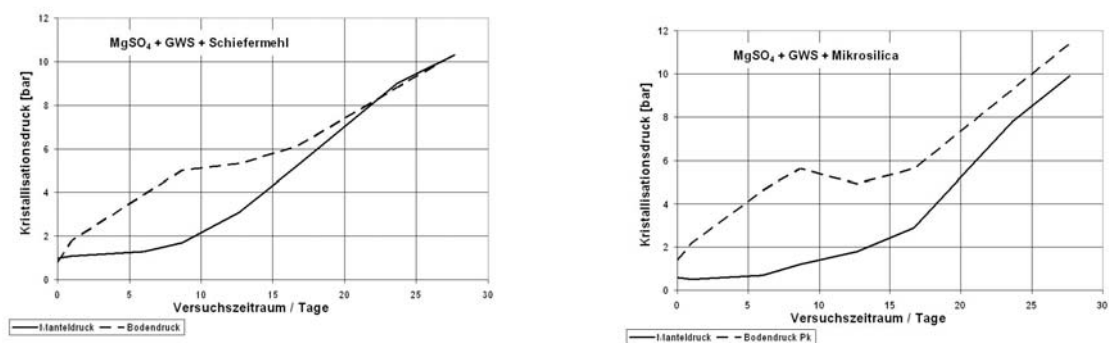


Abb. 3-21: Proben M01 und M02 – Links; Kristallisationsdrücke von M01 gefiltert. Rechts; Kristallisationsdrücke von M02 gefiltert.

Der für dieselbe Materialmischung wie M01 nach dem Verfahren II ermittelte Kristallisationsdruck von M03 ist in ...dargestellt. Unmittelbar nach Beginn der Messung kommt es zu einer Verringerung des Druckes in der nicht vorgespannten Probe. Dieser phänomenologisch als Schrumpfung zu interpretierende Effekt hält mehrere Tage an. Nach ca. 2 Tagen kehrt der Prozess um und es entwickelt sich ein positiver Kristallisationsdruck. Ein Maximaldruck von 2 bar wird nach 20 Tagen erreicht. Nach 30 Tage verringert sich der Druck auf ein gleichbleibendes Plateau von 1 bar. Aufgrund des aufgezeichneten Temperaturverlaufes können etwaige Einflüsse ausgeschlossen werden.

Einen ähnlichen Verlauf wie Probe M03 nimmt die Entwicklung des Kristallisationsdruckes in der Probe M04. Im Gegensatz zur Probe M03 befindet sich das Druckniveau zum Ende des Versuches aber unterhalb des Ausgangsdruckes, was auf einen ausgeprägteren Schrumpfungsprozess zurückgeführt wird. Der Druckabfall tritt nach der als „normal“ anzusetzenden Abbindefrist von 28 Tagen ein. Möglicherweise ist das Verhalten durch Capsil -als andersartige Komponente- bedingt.

In Probe M05 wurde anstelle konditioniertem Magnesiumsulfat, wasserfrei Kieserit eingesetzt. Wie schon in den Proben M03 und M04, zeigt sich zunächst eine über wenige Tage anhaltende Verringerung des Druckes. Dieses wird als Schrumpfungsprozess interpretiert. Im weiteren Verlauf erreicht der Kristallisationsdruck einen maximalen Wert von ca. 11 bar. Im Gegensatz zu den Vergleichsproben fällt der Druck nach 4 Wochen nicht wieder ab.

Der Probe M06 wurde als Zuschlagstoff Capsil zugegeben. Die bei 25 °C durchgeführte Messung zeigt nach der typischen einleitenden Druckerniedrigung einen Anstieg des Kristallisationsdruckes aus etwa 2,5 bar. Im Beobachtungszeitraum von 60 Tagen verringert sich der Druck geringfügig ohne in den negativen Druck abzusinken.

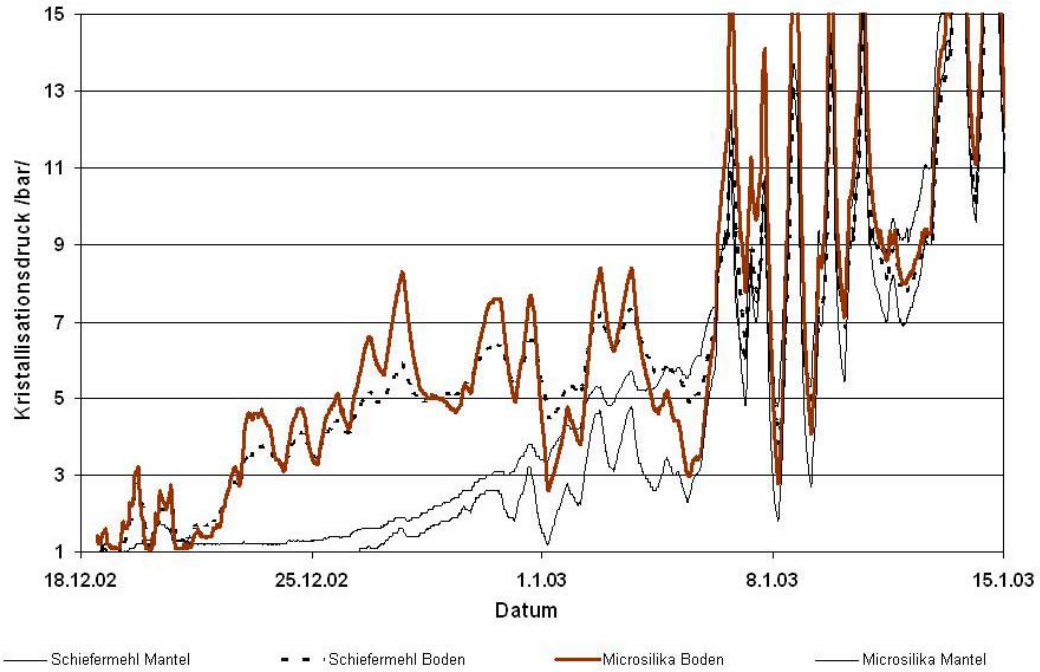


Abb. 3-22: Proben M01 und M02 – axiale und radiale Kristallisationsdrücke ungefiltert.

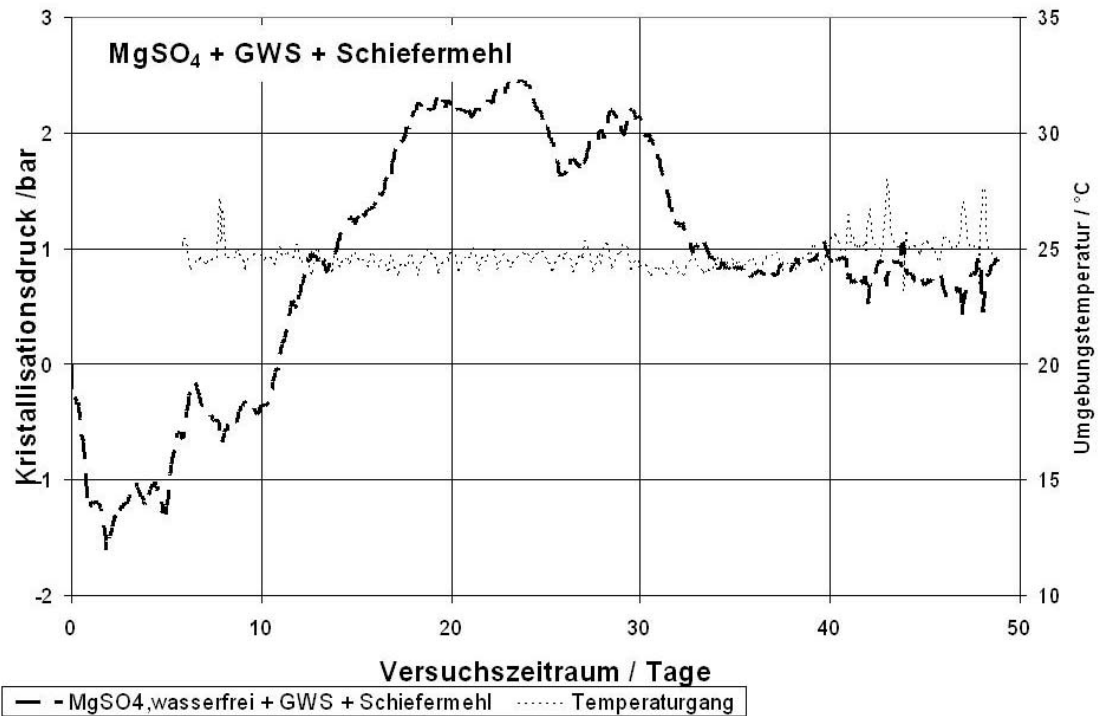


Abb. 3-23: Proben M03 - Kristallisationsdruckkurve.

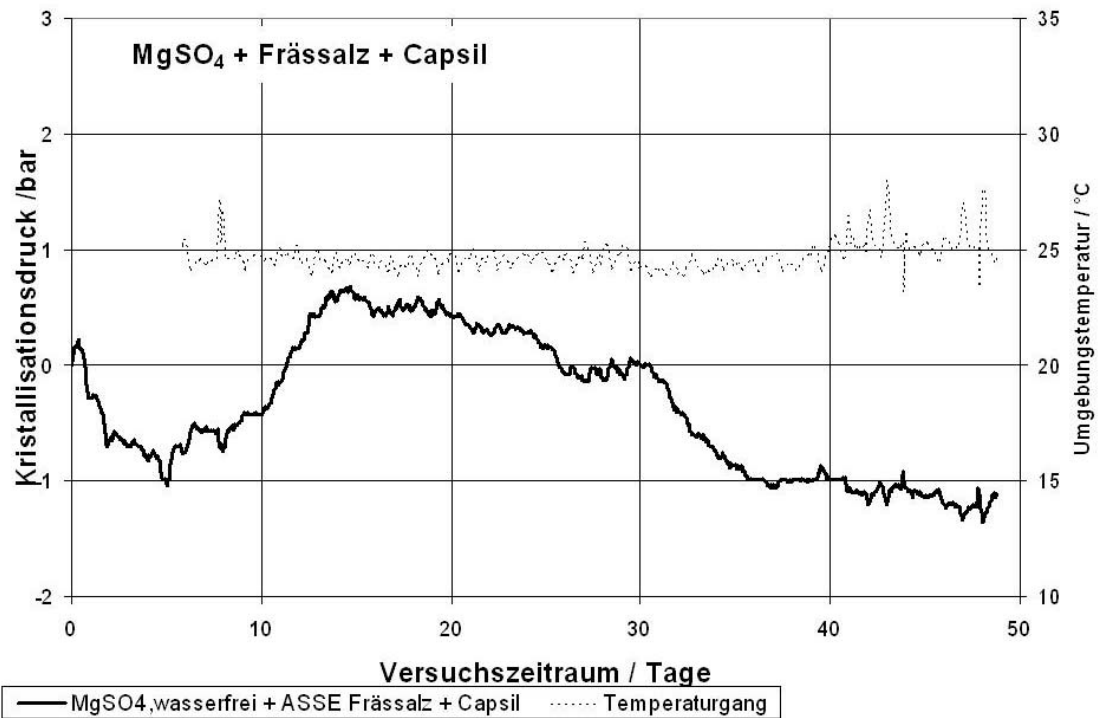


Abb. 3-24: Proben M04 - Kristallisationsdruckkurve.

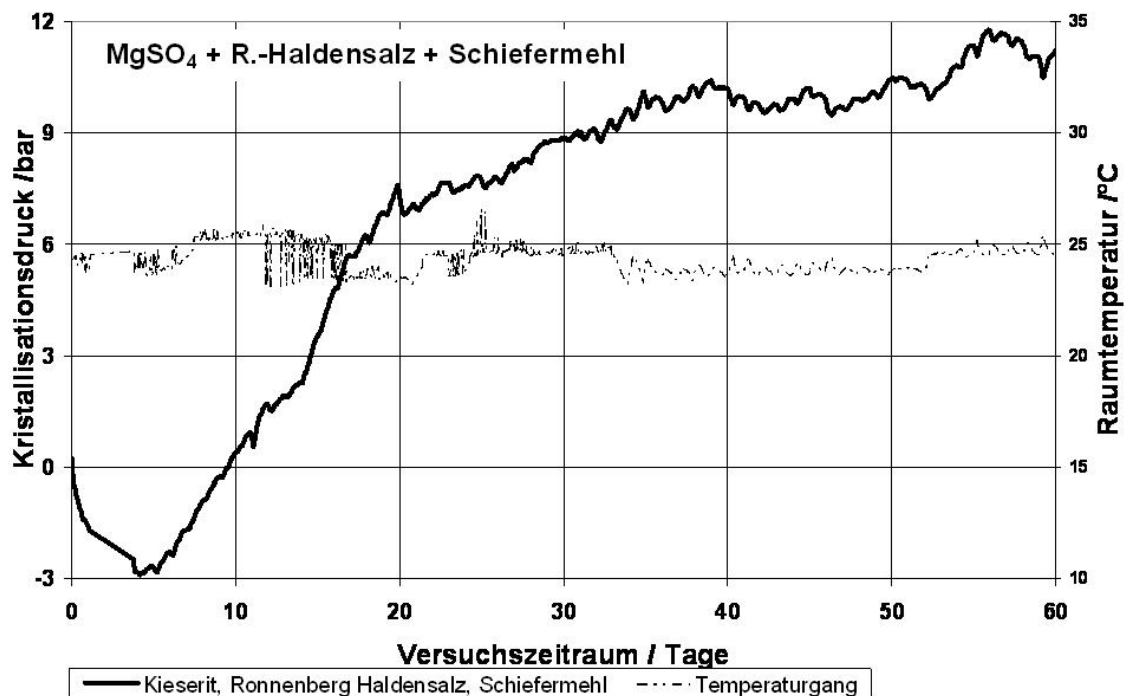


Abb. 3-25: Proben M05 - Kristallisationsdruckkurve.

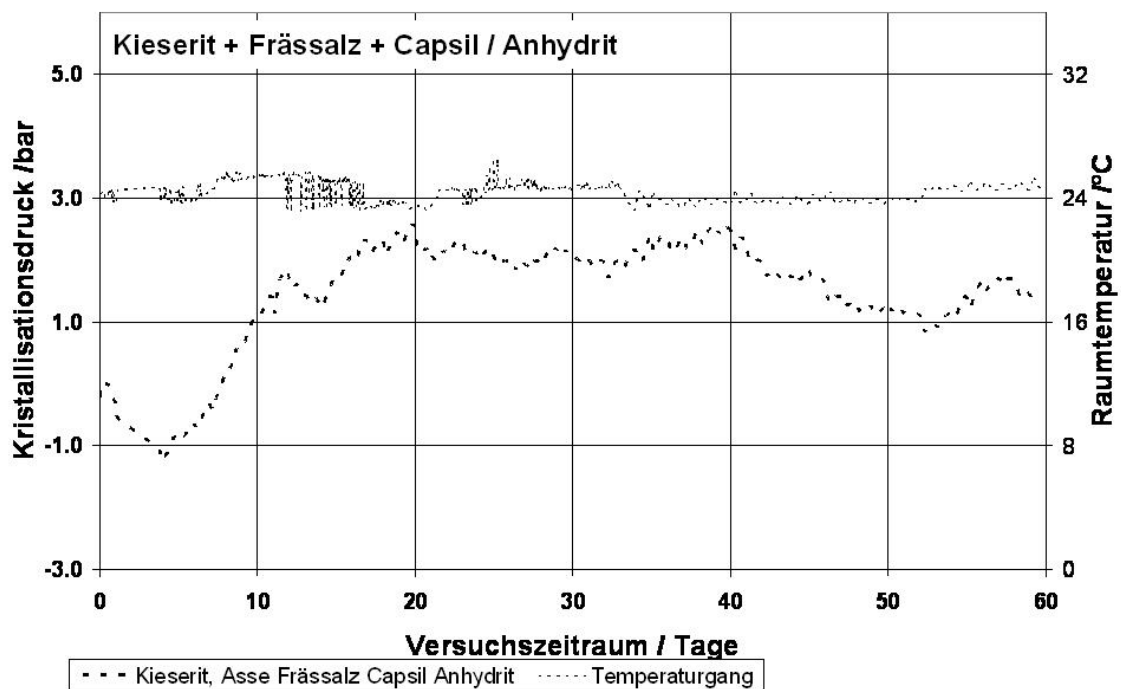


Abb. 3-26: :Proben M06 - Kristallisationsdruckkurve.

3.4.3.2.2 Kristallisationsdruckmessungen bei 37°C

Der Kurvenverlauf des Kristallisationsdruckes der Probe M07 –ermittelt für eine Umgebungstemperatur von 37 °C im Verfahren - zeigt einen bis dahin atypischen Verlauf. Zum einen fehlt der „Schrumpfungseffekt“ zu Beginn der Messung und zum anderen kommt es zu keinem erkennbaren Druckaufbau wie in der vergleichbaren Mischung der Probe M03. Ein Einfluß der höheren Umgebungstemperatur kann an dieser Stelle nicht ausgeschlossen werden.

Die Proben M08a und M08b hatten wie M07 als Referenzmischung Magnesiumsulfat, wasserfrei – Gewerbesalz – Schiefermehl als Materialbasis. Die Kristallisationsdruckmessung wurde aber nach dem Verfahren II dynamisch d. h. durch Flutung durchgeführt. Die Zuführung von Q-Lauge zur trockenen, nicht verdichteten Materialmischung erfolgte mit einem Überdruck von 25 bar. Der Überdruck wurde für 2 bis 3 Tage aufrecht gehalten. Nach kurzzeitiger Druckentlastung, bei der z. T. nicht verbrauchte Lösung austrat, wurden die Proben wieder eingeschlossen und die langfristige Druckentwicklung abgewartet.

In der Probe M08a stiegen in dem Beobachtungszeitraum von 10 Tagen der axiale und der radiale Druck nur schwach um ca. 1 bar an. In der Probe M08b erreichte der radiale Druck ein Maximum von 9 bar während der axiale Druck um 1.5 bar anstieg.

Beide Kurvenverläufe (M08a,b) geben keine Hinweise auf „Schrumpfungseffekte“.

In Probe M09 wurde die Materialmischung variiert. Der nach dem Verfahren II gemessene Kristallisationsdruck bei 37 °C zeigt in den ersten vier Tagen einen linearen Anstieg auf ein Druckniveau unterhalb von 3 bar, das über den folgenden Zeitraum gleich bleibt. Ein „Schrumpfungseffekt“ tritt nur kurzzeitig und nicht ausgeprägt zu Beginn der Messung auf.

Der Einfluß der Temperaturniedrigung auf den Kristallisationsdruck nach dem Ende des Abbindezeitraumes wurde in den Proben M10 und M11 nach Verfahren II bei 37 °C Ausgangstemperatur untersucht.

Der Kurvenverlauf von Probe M10 zeigt einen eher typischen Verlauf mit einem ausgeprägten „Schrumpfungseffekt“ zu Beginn der Messung und einen Anstieg des axialen Kristallisationsdruckes nach 40 Tagen auf ca. 2,5 bar. Die spontane Änderung der Umgebungstemperatur von 37 auf 25°C bewirkt einen kurzzeitigen Druckanstieg, der auf das Angleichen der Temperatur des Messsystems zurückgeführt wird. Entsprechend ist der Druckabfall bei der anschließenden Temperaturerhöhung von 25 auf 37 °C zu interpretieren.

Der Kurvenverlauf der Probe M11 zeigt die selbe Druckentwicklung wie Versuch M10.

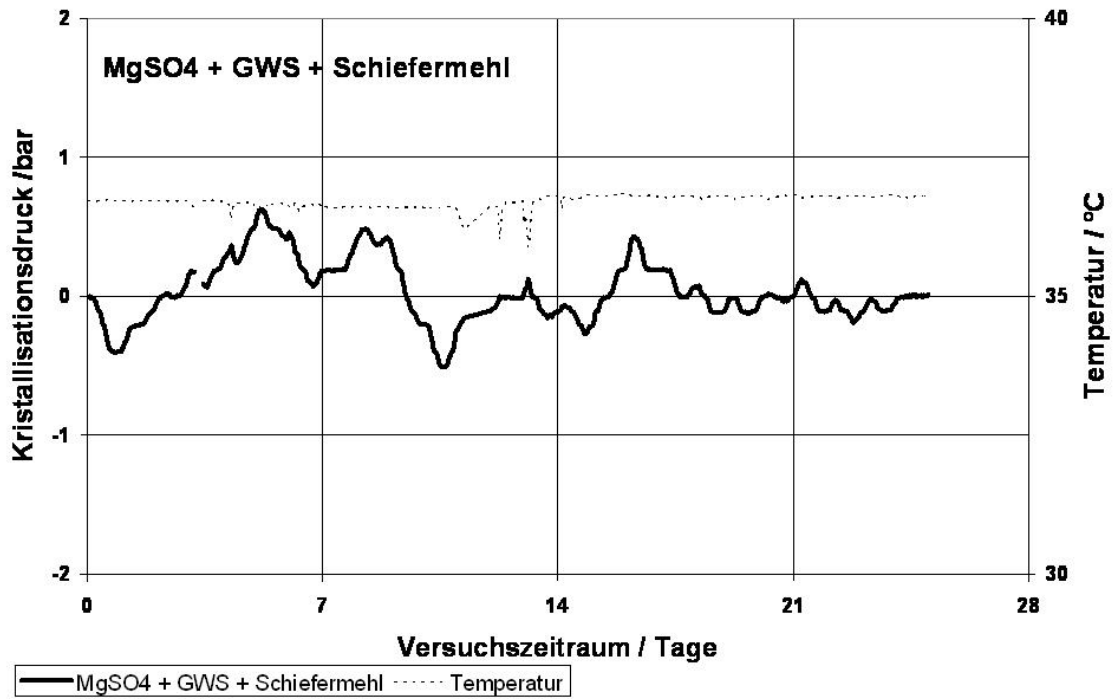


Abb. 3-27: Proben M07 - Kristallisationsdruckkurve.

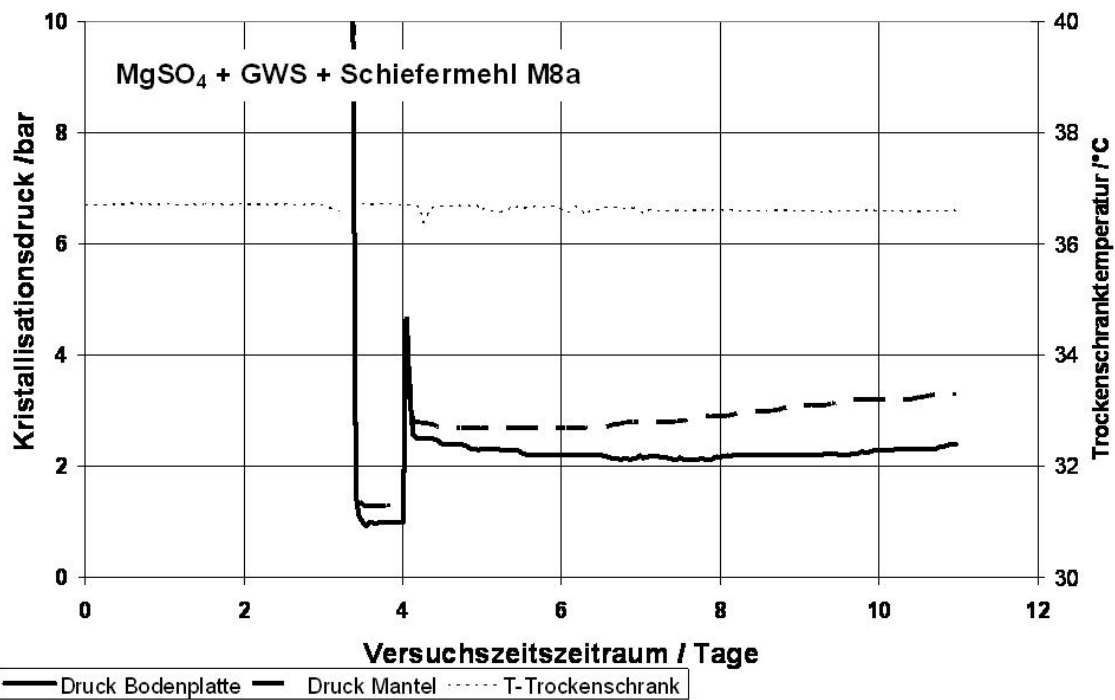


Abb. 3-28: Proben M08a – Kristallisationsdruckkurve; Probe geflutet.

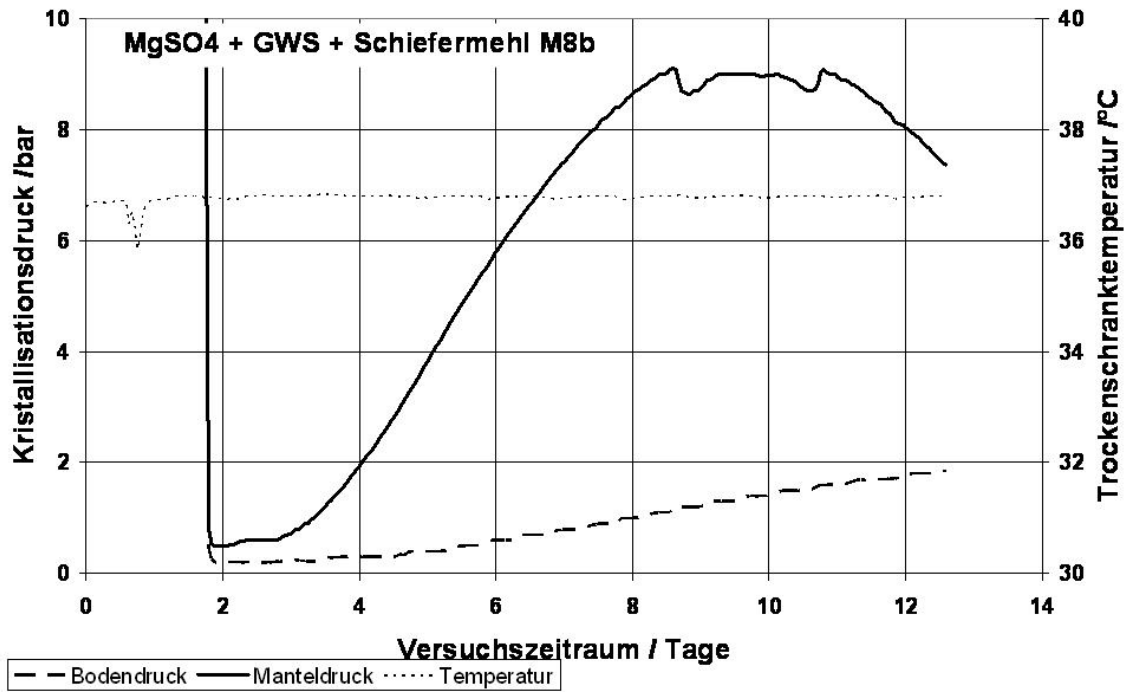


Abb. 3-29: Proben M08b – Kristallisationsdruckkurve; Probe geflutet.

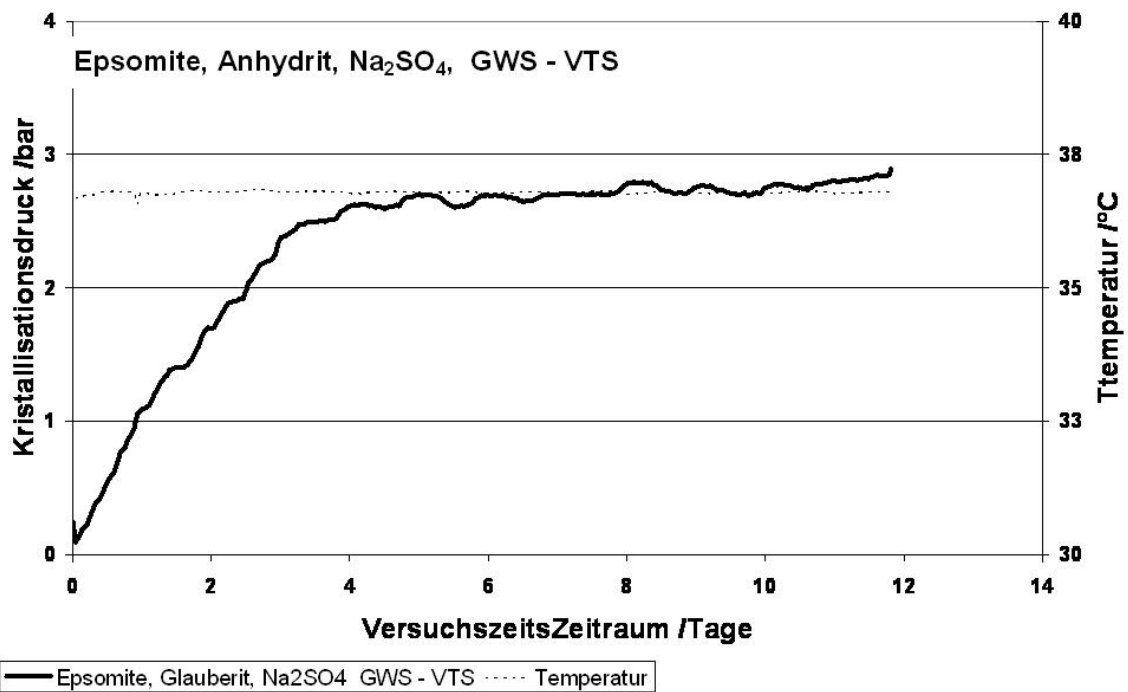


Abb. 3-30: Proben M09 - Kristallisationsdruckkurve.

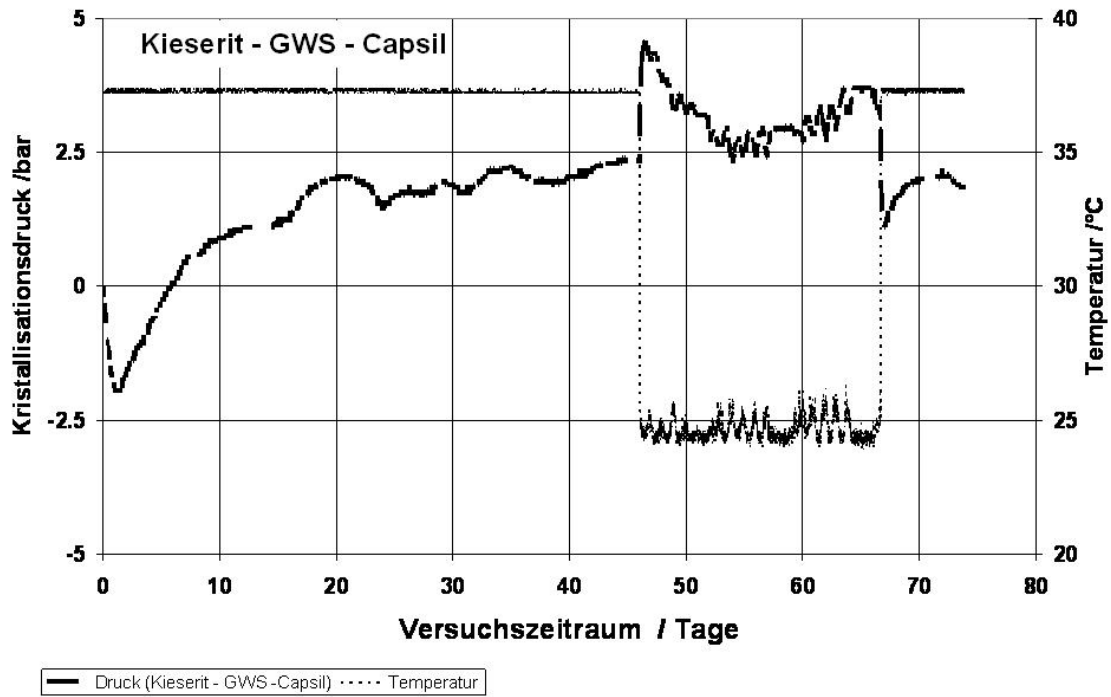


Abb. 3-31: Proben M10 - Kristallisationsdruckkurve.

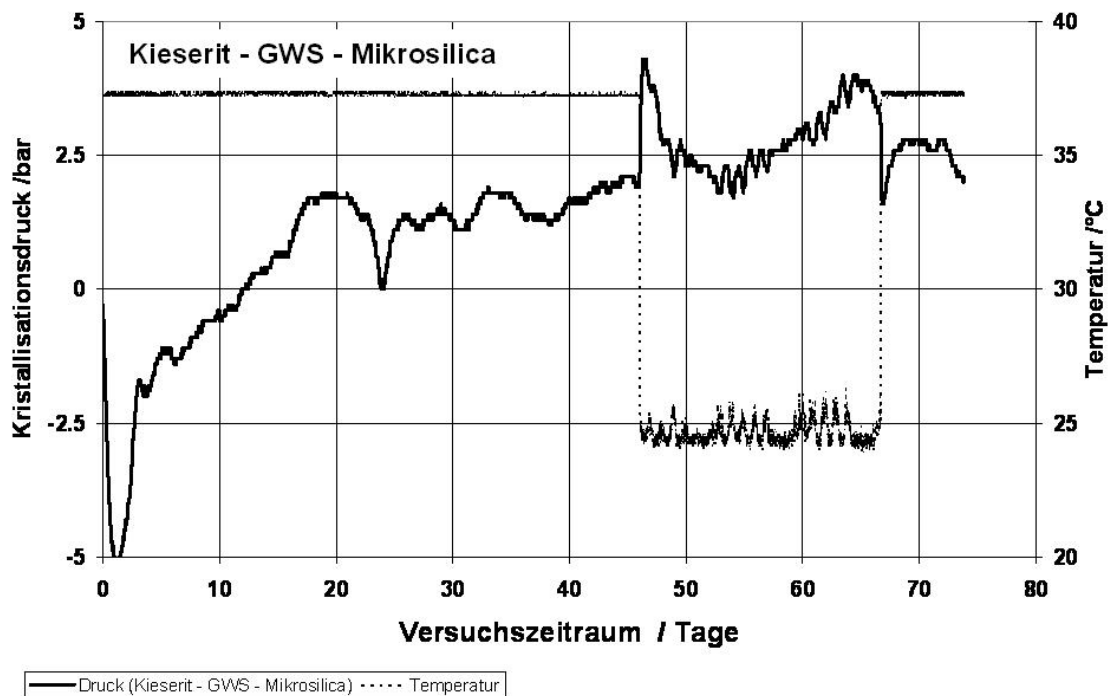


Abb. 3-32: Proben M11 - Kristallisationsdruckkurve.

3.4.4 Diskussion der Kristallisationsdruckmessungen

Die Messergebnisse der durchgeführten Kristallisationsdruckmessungen sind in Tabelle 3-5 dargestellt.

Tabelle 3-5: Ergebnisse der Kristallisationsdruckmessungen

Probe	A)	B)	C)	D)	E)	F)	G)	Bemerkungen
Nr.		°C		bar	g cm ⁻³	kN	MPa	
M01	I	25	-/-	<10	-/-	-/-		-/-
M02	I	25	-/-	<11	-/-	-/-		-/-
M03	II	25	Ja	~2,5	1,917	30,0	-/-	Keine Hinweise auf Schrumpfung
M04	II	25	Ja	~1,0	1,841	20,5	-/-	Keine Hinweise auf Schrumpfung; aber auf Poren
M05	II	25	Ja	<12	2,046	14,0	37,99	Keine Hinweise auf Schrumpfung
M06	II	25	Ja	<3,0	1,985	5,0	21,18	Keine Hinweise auf Schrumpfung; aber auf Poren
M07	II	37	Ja	~0,5	1,995	3,9	15,14	Hinweise auf Schrumpfung
M08a	I	37	-/-	<3,0	-/-	-/-	-/-	Probe geflutet
M08b	I		-/-)	~9,0	-/-	-/-	-/-	Probe geflutet
M09	II	37	Ja	<3,0	2,028	10,8	9,71	Hinweise auf Schrumpfung
M10	II	37	Ja	<2,5	1,981	2,1	-/-	Hinweise auf Schrumpfung
M11	II	37	Ja	<2,5	2,028	2,6	-/-	Hinweise auf Schrumpfung

A) Messverfahren; B) Umgebungstemperatur, C) „Schrumpfungseffekt“ zu Beginn der Messung, D) maximaler Kristallisationsdruck, E) Dichte der Probe nach Ausbau; F) „Los-Brech-Moment“, G) Bruchfestigkeit, 1a) nicht bestimmt-; 2) nach Ausbau bestimmt

Mit wenigen Ausnahmen zeigen alle Kristallisationsdruckkurven einen ähnlichen d. h. typischen Verlauf, aus denen zwei Zyklen (A + B) abgeleitet werden können.

A) negativer Druck zu Beginn der Messung

Grund: Volumenverringern; Folge: „Schrumpfungseffekt“

B) positiver Druck im Verlauf der Messung

Grund: Volumenvergrößerung; Folge: Formschluss mit der Messzelle

Im ersten Zyklus (A) wird freies Wasser in die Mineralstrukturen / Kristallgitter eingebaut. Die Minerale „wachsen“ bevorzugt nach „innen“ in die Porenräume hinein. Dabei bildet sich ein festes Korngerüst mit festen belastbaren Stützstellen zwischen den einzelnen Mineralen. Dieser Prozess verbraucht Volumen und ist als „Schrumpfungseffekt“ eindeutig durch die Messkurven belegt.

Im zweiten Zyklus (B) „wächst“ das verfestigte Korngerüst bevorzugt nach „ausen“. In der Volumenbilanz ist dieser Prozess positiv. Es baut sich ein Kristallisationsdruck auf. Die Größe des Druckes ist aber abhängig von der Güte und der Verteilung der

Verfestigung des Korngerüsts innerhalb der Messkammer. Die an einzelnen ausgebauten Proben ermittelte hohe Bruchfestigkeit, ist ein zusätzlicher Indikator für ein kompakt verfestigtes Korngerüst.

Die gemessenen „Los-Brech-Momente“ weisen auf einen ausgeprägten radialen Formschluss mit der Messkammer hin. Schrumpfungerscheinungen wurden dagegen bevorzugt an den Stirnflächen der Proben beobachtet.

Bezogen auf die Referenzmischung (Magnesiumsulfat, wasserfrei, Gewerbesalz und Schiefermehl), scheint der Einfluss der untersuchten Materialmischungen auf die Höhe des Kristallisationsdruck vorhanden aber nicht ausschlaggebend zu sein. Die nach dem Ausbau ermittelten praktisch identischen Materialdichten der Proben deuten eine relativ gute Reproduzierbarkeit hin.

Einen signifikanten Einfluß auf die Zyklen, scheint dagegen die Umgebungstemperatur und das Messverfahren zu haben. Für eine abschließende Einschätzung dieser Faktoren ist die vorliegende Datenbasis aber nicht ausreichend.

Allgemein kann für ein eingespanntes AISKRISTALL-Material im Mittel von einem minimalen Kristallisationsdruck von 1 bar und einem maximalen Druck kleiner 10 bar ausgegangen werden.

3.5 Geotechnischen Untersuchungen

Zur Ermittlung der geomechanischen Eigenschaften der Salzmischungen wurden an Prüfkörpern, die von DBE hergestellt worden sind und von GRS präpariert wurden, Festigkeitsuntersuchungen durchgeführt. Neben dem statischen Elastizitätsmodul, der Zugfestigkeit und dem Dilatanzverhalten wurden schwerpunktmäßig die einaxiale Druckfestigkeit ermittelt. Die Einzelergebnisse der Untersuchungen sind im Anlagenband dokumentiert.

Die Untersuchungen erfolgen an Proben, die mindestens 28 Tage ausgehärtet waren. Vor und nach der Probenpräparation wurden die Proben in Folie eingeschweißt, damit sie keine Luftfeuchtigkeit aufnehmen konnten.

3.5.1 Probenpräparation



Abb. 3-33 Die Präparation der Prüfkörper erfolgte auf der Drehbank (Foto links). Der Durchmesser wird durch Abdrehen der Länge der angelieferten Probe angepasst (Foto rechts).

Für die mechanischen Festigkeitsuntersuchungen wurden die Druckflächen (Stirnflächen) der Prüfkörper auf der Drehbank plan-parallel abgedreht und der Durchmesser im Verhältnis 1:2 der Länge des Probekörpers angepasst.

Das Auftragen einer Ausgleichsmasse auf die Stirnfläche entfällt durch das plan-parallel abdrehen der Proben. Die Druckflächen der Probekörper können so zwischen den Druckplatten eingebaut werden, dass die Last senkrecht auf die Stirnflächen aufgebracht werden kann.

3.5.2 Einaxiale Druckfestigkeit

Die Untersuchungen der Druckfestigkeit (Bruchspannung) erfolgte in Anlehnung an die DIN 1048, Teil 5: Prüfverfahren für Beton, Festbeton, gesondert hergestellte Betonkörper Abschnitt 7.2 und 7.5.

Die Messungen wurden an zylindrischen Prüfkörper mit einem Durchmesser zu Längen Verhältnis von 1:2 durchgeführt. Die Prüfkörper wurden kraftgesteuert mit $0,5 \text{ N/mm}^2 \pm 0,2 \text{ N/mm}^2$ pro Sekunde zu Bruch gefahren (Ausnahme Probe P16 und P17, diese wurden weggesteuert mit einer Deformationsgeschwindigkeit von 1 mm/min zu Bruch gefahren).

Die einaxiale Druckfestigkeit β_D ergab sich aus der erreichten Höchstlast F , die zum Bruch führte und der Druckfläche A gemäß:

$$\beta_D = \frac{F}{A}$$

β_D Druckfestigkeit, Pa

F Höchstlast, N

A Druckfläche, m.

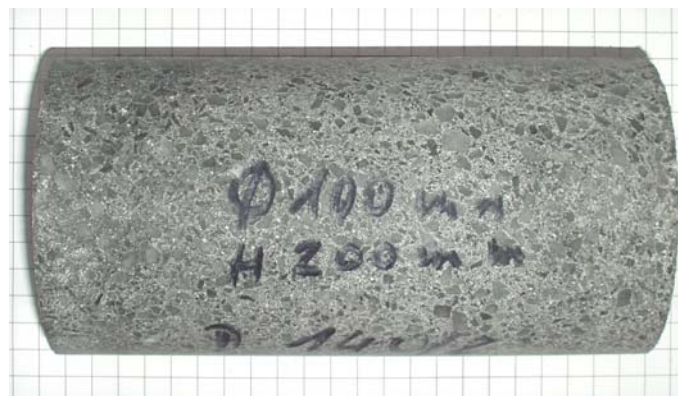


Abb. 3-34: Foto eines Prüfkörpers von der Referenzmischung mit Kieserit (DBE P1010018m.jpg).

3.5.2.1 Ergebnisse

Tabelle 3-6: Ergebnisse der Bruchfestigsuntersuchungen.

Datum der Messung	Probe-Nr.	Geometrie	Gewicht	Durchmesser	Höhe	Dichte	Bruch- stauchung	Bruch- spannung
			[g]	[mm]	[mm]	[g cm ⁻³]	[-]	[MPa]
27.02.03	P15	Zylinder	10352.0	150.5	303.0	1.921	0.0147	8.94
10.02.03	P16	Zylinder	9328.0	147.2	287.0	1.910	0.01	32.05
10.02.03	P17	Würfel	6357.0	46.2*146.7*154		1.925	0.01	14.96
27.02.03	P18	Zylinder	10149.0	151.5	312.0	1.804	0.0068	7.44
02.04.03	P19	Zylinder	10025	151.3	317.9	1.754	0.0045	8.60
02.04.03	P20	Zylinder	10269	154.0	327.4	1.684	0.0043	8.04
02.04.03	P21	Zylinder	3503	106.2	210.0	1.885	0.0077	18.36
02.04.03	P22	Zylinder	10177	149.3	314.8	1.847	0.0048	8.25
02.04.03	P23	Zylinder	9579	150.5	291.1	1.850	0.0019	1.93
02.04.03	P24	Zylinder	6486	130.3	260.7	1.866	0.0056	3.56
02.04.03	P25	Zylinder	10401	149.4	326.3	1.818	0.0091	2.88
26.05.03	P28	Zylinder	9857	147.0	314.5	1.847	0.0056	3.08
26.05.03	P29	Zylinder	9925	147.0	317.0	1.845	0.0058	1.81
26.05.03	P31	Zylinder	9311	147.7	301.5	1.802	0.0082	22.14
26.05.03	P36	Zylinder	9247	148.0	321.0	1.674	0.0047	13.60
24.07.03	P 37b	Zylinder	3449	105.0	199.0	2.002	0.0057	22.98
02.04.03	P38	Zylinder	3569	105.7	209.8	1.940	0.0040	10.65
24.07.03	P 39	Zylinder	3328	105.0	200.5	1.917	0.0042	5.51
02.06.03	P39	Zylinder	3401	105.0	200.0	1.964	0.0029	8.75
02.04.03	P40	Zylinder	3544	105.0	209.6	1.953	0.0126	19.21
02.04.03	P41	Zylinder	3565	104.7	210.5	1.967	0.0046	11.24
26.05.03	P49	Zylinder	10334	151.0	337.0	1.712	0.0063	6.42
26.05.03	P56	Zylinder	9258	152.0	305.5	1.670	0.0064	8.21
26.05.03	P59	Zylinder	10193	154.5	345.0	1.576	0.0047	5.72
26.05.03	P60	Zylinder	10145	150.5	327.0	1.744	0.0063	10.97
26.05.03	P63	Zylinder	3240	105.0	200.0	1.871	0.0086	16.96
26.05.03	P64	Zylinder	3228	105.0	200.0	1.864	0.0086	19.55
26.05.03	P65	Zylinder	3232	105.0	200.0	1.866	0.0084	19.07
02.06.03	P66	Zylinder	3256	105.0	200.5	1.875	0.0070	9.25
02.06.03	P67	Zylinder	3239	105.0	199.5	1.875	0.0059	5.52
02.06.03	P69	Zylinder	3276	105.0	200.0	1.892	0.0056	25.64
26.05.03	P70	Zylinder	3460	105.0	200.0	1.998	0.0042	10.90
02.06.03	P71	Zylinder	3487	105.0	200.0	2.014	0.0032	10.98
26.05.03	P72	Zylinder	3383	105.0	200.0	1.953	0.0034	2.55
26.05.03	P73	Zylinder	3439	105.0	200.0	1.986	0.0027	2.22
26.05.03	P74	Zylinder	3505	105.0	200.0	2.024	0.0042	4.24
26.05.03	P75	Zylinder	3435	105.0	200.0	1.983	0.0031	3.79
26.05.03	P76	Zylinder	3469	105.0	200.0	2.003	0.0030	3.92
02.06.03	P77	Zylinder	3466	105.0	200.0	2.001	0.0031	5.23
26.05.03	P78	Zylinder	3446	105.0	200.0	1.990	Fehlversuch	
02.06.03	P79	Zylinder	3493	105.0	200.0	2.017	0.0035	5.21
02.06.03	P80	Zylinder	3449	105.0	200.0	1.992	0.0064	3.09
26.05.03	P82	Zylinder	3472	105.0	200.0	2.005	0.0034	4.05
26.05.03	P83	Zylinder	3478	105.0	200.0	2.008	0.0056	2.87
02.06.03	P84	Zylinder	3274	105.0	191.0	1.980	0.0035	3.70
02.06.03	P85	Zylinder	3429	105.0	199.8	1.982	0.0039	8.94
02.06.03	P86	Zylinder	3486	105.0	201.0	2.003	0.0027	5.50
02.06.03	P87	Zylinder	3423	105.0	201.5	1.962	0.0028	5.38
02.06.03	P88	Zylinder	3307	105.0	200.0	1.910	0.0027	5.05

Datum der Messung	Probe-Nr.	Geometrie	Gewicht	Durchmesser	Höhe	Dichte
			[g]	[mm]	[mm]	[g cm ⁻³]
24.07.03	P 107	Zylinder	3282	105.0	200.0	1.895
08.07.03	P109	Zylinder	2862	100.0	201.0	1.813
08.07.03	P111	Zylinder	2809	100.0	201.0	1.779
25.06.03	P113	Zylinder	3314	98.5	199.5	2.180
08.07.03	P115 a	Zylinder	1555	71.0	190.5	2.062
08.07.03	P115 b	Zylinder	1577	71.0	196.0	2.032
08.07.03	P115 c	Zylinder	1496	71.0	186.5	2.026
25.11.03	P130	Zylinder	3448	106.0	200.0	1.954
25.11.03	P131	Zylinder	3452	107.0	200.0	1.919
25.11.03	P132	Zylinder	3424	106.0	200.0	1.940
25.11.03	P133	Zylinder	1064	70.0	140.0	1.975
25.11.03	P134	Zylinder	3187	101.0	200.0	1.989
25.11.03	P135	Zylinder	1050	70.0	140.0	1.949
25.11.03	P136	Zylinder	1030	70.0	140.0	1.912
25.11.03	P137	Zylinder	1052	70.0	140.0	1.953
15.01.04	P138-2 Bruch	Zylinder	2680	95.0	190.4	1.986
08.11.03	P139-2 E-Mod	Zylinder	3113	100.0	200.0	1.982
08.11.03	P139-3	Zylinder	1094	70.5	140.0	2.002
08.11.03	P139-4	Zylinder	1092	70.5	140.0	1.998
08.11.03	P139-5	Zylinder	1101	70.5	140.0	2.015
08.11.03	P139-6	Zylinder	1094	70.5	140.0	2.002
25.11.03	P140-3	Zylinder	1096	70.0	140.0	2.034
25.11.03	P140-4	Zylinder	1072	70.0	140.0	1.990
25.11.03	P140-5	Zylinder	1090	70.0	140.0	2.023
25.11.03	P140-6	Zylinder	1086	70.0	140.0	2.016
14.01.04	P144	Zylinder	3191	100.0	200.0	2.031
14.01.04	P145	Zylinder	3174	100.0	200.0	2.021
14.01.04	P146	Zylinder	3466	105.6	200.0	1.979
14.01.04	P148	Zylinder	1072	70.0	140.0	1.990
14.01.04	P149	Zylinder	413	51.8	100.0	1.960
14.01.04	P150	Zylinder	671	80.0	71.0	1.880
02.06.03	P68 I	Zylinder	3339	105.0	200.0	1.928
20.08.03	Xa	Zylinder	1132	70.0	140.0	2.101
20.08.03	Xb	Zylinder	1130	70.0	140.0	2.097
20.08.03	Xc	Zylinder	276	45.0	90.0	1.928
20.08.03	Xd	Zylinder	202	40.0	80.0	2.009
20.08.03	Xe	Zylinder	131	35.0	70.0	1.945
20.08.03	Xf	Zylinder	82	30.0	60.0	1.933
20.08.03	Xg	Zylinder	199	40.0	80.0	1.979
27.11.02	AIS 1	Zylinder	1002.6	71.5	125.1	1.996
27.11.02	AIS 2	Zylinder	1004.7	71.6	125.0	1.999
27.11.02	AIS 3	Zylinder	1004.8	71.9	125.0	1.983
14.01.04	M5	Zylinder	186	49.5	48.5	1.993
14.01.04	M6	Zylinder	128	49.5	33.4	1.991
14.01.04	M7	Zylinder	185	51.0	50.1	1.808
14.01.04	M9	Zylinder	183	50.0	49.6	1.879
02.06.03	MV 103	Zylinder	136	35.0	70.0	2.019
02.06.03	MV 104	Zylinder	195	39.5	80.0	1.989
02.06.03	MV 107	Zylinder	374	50.0	99.9	1.907
02.06.03	MV 27	Zylinder	183	40.0	80.3	1.814
02.06.03	MV 3	Zylinder	48	25.0	50.0	1.956
02.06.03	MV 86	Zylinder	196	40.0	80.0	1.950
02.06.03	MV 89	Zylinder	205	39.9	80.1	2.047
02.06.03	MV 92	Zylinder	271	45.0	90.1	1.891
02.06.03	MV 94	Zylinder	195	40.0	80.0	1.940

Bruch- stauchung	Bruch- spannung
[-]	[MPa]
0.0073	11.58
0.0225	0.76
0.0042	0.43
0.0019	7.70
0.0075	8.10
0.0056	9.62
0.0048	9.20
0.0024	10.53
0.0024	10.60
0.0031	17.02
0.0028	7.96
0.0039	13.24
0.0018	2.67
0.0055	6.00
0.0048	7.99
0.0081	31.54
0.0073	31.60
0.0088	31.34
0.0082	32.28
0.0078	32.70
0.0086	32.78
0.0083	31.46
0.0086	27.88
0.0079	29.52
0.0084	29.99
0.0047	28.79
0.0055	28.69
0.0035	9.52
0.0034	12.75
0.0053	20.34
0.0010	1.70
0.0042	5.64
0.0056	26.63
0.0053	23.44
0.0093	20.91
0.0117	32.36
0.0091	19.83
0.0070	22.03
0.0090	26.50
0.0132	27.65
0.0128	28.38
0.0114	27.21
0.0130	37.99
0.0112	21.18
0.0092	15.14
0.0108	9.71
0.0029	22.46
0.0042	16.92
0.0032	14.03
Fehlversuch	
0.0070	18.71
0.0014	13.70
0.0044	23.56
0.0036	24.05
0.0055	28.00

3.5.3 Statischer Elastizitätsmodul und Querdehnungszahl (Poissonzahl)

Der statische Elastizitätsmodul E_b errechnete sich aus der gemessenen Spannungsdifferenz $\Delta\sigma$ zwischen der oberen und der unteren Spannung der letzten Belastung und der zugehörigen Längsdehnungsänderung $\Delta\varepsilon_l$ (DIN 1048, Teil 5, Abschnitt 7.5).

Zur Bestimmung des statischen Elastizitätsmoduls und der Querdehnungszahl wurden die Prüfkörper mit einer Last unterhalb der Bruchspannung in 3 Be- und Entlastungszyklen belastet. Anschließend wurde die einaxiale Bruchspannung ermittelt. Hierzu wurde die Last bis zum Bruch des Prüfkörpers erhöht. Die Längenänderung der Proben wurde mittels Wegaufnehmer gemessen. Zur Bestimmung der Durchmesser-Änderung wurden Dehnungsmessstreifen (DMS) auf die Mantelfläche der Prüfkörper angebracht.

$$E_b = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon_l} = \frac{\sigma_o - \sigma_u}{\varepsilon_o - \varepsilon_u}$$

E_b Elastizitätsmodul, Pa

σ_o obere Prüfspannung bei der 3. Belastung, Pa

σ_u untere Prüfspannung bei der 3. Belastung, Pa

ε_o die bei σ_o gemessene bzw. errechnete Dehnung

ε_u die bei σ_u gemessene bzw. errechnete Dehnung.

Die Querdehnung ε_d ergab sich aus dem Quotienten zwischen der Änderung des Probendurchmessers Δd und des Anfangsdurchmessers d des Prüfkörpers (Gartung, E.: Empfehlung Nr. 1: Einaxiale Druckversuche an Gesteinsproben.- Empfehlung für die Versuchstechnik im Fels., Die Bautechnik 56 (1979), Heft 7, S. 217-220). Die statische Querdehnungszahl (Poisson-Zahl) μ ergab sich aus dem Quotienten der Querdehnungsänderung $\Delta\varepsilon_d$ zur Längsdehnungsänderung $\Delta\varepsilon_l$

$$\varepsilon_d = \frac{\Delta d}{d} \qquad \mu = \frac{\Delta\varepsilon_d}{\Delta\varepsilon_l}$$

ε_d Querdehnung

Δd Durchmesseränderung, m

d Ausgangsdurchmesser, m.

3.5.3.1 Ergebnisse

Tabelle 3-7: Zusammenstellung der Ergebnisse zum statischen E-Modul und Poissonzahl.

Datum der Messung	Proben-Nr	Pfad	E-Modul [MPa]	Poisson Zahl [-]	sigma U [MPa]	sigma O [MPa]
15.01.04	P138-2/0	P138-2 E-Mod	9576	0.107	2.50	8.50
15.01.04	P138-2/1E	Entlastungspfad	16547	0.075	2.50	8.50
15.01.04	P138-2/1B	Belastungspfad	14146	0.119	3.50	11.00
15.01.04	P138-2/2E	Entlastungspfad	16730	0.094	3.50	11.00
15.01.04	P138-2/2B	Belastungspfad	13760	0.145	4.00	14.00
15.01.04	P138-2/3E	Entlastungspfad	17817	0.097	4.00	14.00
15.01.04	P138-2/3B	Belastungspfad	13864	0.166	6.00	17.00
15.01.04	P138-2/4E	Entlastungspfad	17410	0.123	6.00	16.00
15.01.04	P138-2/4B	Belastungspfad	14050	0.191	7.00	19.00
15.01.04	P138-2/5E	Entlastungspfad	19120	0.111	9.00	19.00
15.01.04	P138-2/5B	Belastungspfad	12080	0.229	9.00	22.00
15.01.04	P138-2/6E	Entlastungspfad	19861	0.104	11.00	22.00
15.01.04	P138-2/6B	Belastungspfad	11454	0.261	14.00	25.00
15.01.04	P138-2/7E	Entlastungspfad	20413	0.086	15.00	23.00
08.11.03	P139-2/1B	E bei Belastung	12968	0.144	2.75	6.25
08.11.03	P139-2/2E	E bei Entlastung	18009	0.108	2.60	6.00
08.11.03	P139-2/2B	E bei Belastung	17960	0.088	1.67	6.60
08.11.03	P139-2/3E	E bei Entlastung	19517	0.124	2.40	6.40
08.11.03	P139-2/3B	E bei Belastung	20513	0.157	3.00	7.90
08.11.03	P139-2/4E	E bei Entlastung	20137	0.133	1.85	7.50
08.11.03	P139-2/4B	E bei Belastung	19750	0.163	1.65	9.00
08.11.03	P139-2/5E	E bei Entlastung	20922	0.158	2.00	8.85
08.11.03	P139-2/5B	E bei Belastung	17297	0.198	2.07	12.50
08.11.03	P139-2/6E	E bei Entlastung	21080	0.187	1.94	12.00
08.11.03	P139-2/6B	E bei Belastung	20059	0.195	2.05	12.63
08.11.03	P139-2/7E	E bei Entlastung	21203	0.189	2.06	12.29
08.11.03	P139-2/7B	E bei Belastung	18178		1.97	12.87
01.12.03	P140-2/0	P140-2 E-Mod	13990	0.187	1.75	9.50
01.12.03	P140-2/1E	Entlastungspfad	26521	0.192	3.50	9.50
01.12.03	P140-2/1B	Belastungspfad	19765	0.213	3.50	11.40
01.12.03	P140-2/2E	Entlastungspfad	24447	0.210	3.65	11.00
01.12.03	P140-2/2B	Belastungspfad	22331	0.199	4.00	11.50
01.12.03	P140-2/3E	Entlastungspfad	24347	0.199	3.60	11.40
01.12.03	P140-2/3B	Belastungspfad	20380	0.215	3.20	13.00
01.12.03	P140-2/4E	Entlastungspfad	23751	0.214	3.00	13.00
01.12.03	P140-2/4B	Belastungspfad	21841	0.209	3.00	13.00
01.12.03	P140-2/5E	Entlastungspfad	23826	0.205	3.00	13.00
01.12.03	P140-2/5B	Belastungspfad	15300	0.269	3.00	18.00
01.12.03	P140-2/6E	Entlastungspfad	22357	0.239	3.00	17.00

3.5.4 Spaltzugfestigkeit

Die Ermittlung der Zugfestigkeit erfolgte in Anlehnung an die DIN 1048 Teil 5: Prüfverfahren für Beton, Festbeton, gesondert hergestellte Betonkörper, Abschnitt 7.4 –Spaltzugfestigkeit - 7.4.1-Prüfung von Zylindern.

Der Prüfkörper wurde in einer Druckprüfmaschine längs zweier gegenüberliegender gerader Mantellinien belastet. Zwischen den Druckplatten und dem Prüfkörper wurden Lastverteilungstreifen gelegt (Siehe DIN 1048 Teil 5, Abschn. 7.4.1). Das Aufbringen der Last erfolgte erst, nachdem durch langsames Anfahren die Druckplatten, die Lastverteilungstreifen und der Prüfkörper gleichmäßig aneinander anlagen. Aus der erreichten Höchstlast ergab sich die Spaltzugfestigkeit gemäß:

$$\beta_{BZ} = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot d \cdot l}$$

- β_{BZ} Spaltzugfestigkeit, Pa
- F Höchstlast, N
- d Durchmesser des Prüfkörpers, m
- l Länge des Prüfkörpers, m

3.5.4.1 Ergebnisse

Tabelle 3-8: Spaltzugfestigkeit

Datum der Messung	Proben-Nr	Dichte	Spaltzugfestigkeit
		[g cm ⁻³]	[MPa]
24.07.03	P37a	1.962	-2.41
24.07.03	P40a	1.949	-2.95
24.07.03	P40b	1.949	-2.85
24.07.03	P41a	1.966	-2.54
24.07.03	P41b	1.969	-2.64
25.06.03	P114	2.107	-0.70
14.01.04	P138-1a	1.906	-2.76
14.01.04	P138-1b	1.974	-3.16
14.01.04	P138-1c	1.965	-2.79
08.11.03	P139-1a	1.958	-3.62
08.11.03	P139-1b	1.998	-3.97
08.11.03	P139-1c	2.005	-3.51
01.12.03	P140-1a	1.922	-2.73
01.12.03	P140-1b	2.007	-3.66
01.12.03	P140-1c	1.985	-3.51

3.5.4.2 Triaxiale Festigkeit und Dilatanzgrenze

Diese Untersuchungen erfolgten in einer Triaxialprüfanlage (Karman-Prinzip) an zylindrischen Prüfkörpern mit einer Länge von 200 mm und einem Durchmesser von 100 mm.

Die Dilatanzversuche wurden mit einer Lastzunahme von 2,5 MPa pro Minute durchgeführt.

Bei jeweils konstantem Manteldruck wurde die Axialkraft in Wegregelung bis zum Bruch gesteigert. Die Längenänderung der Prüfkörper wurde mit Wegaufnehmern bestimmt. Während der mechanischen Beanspruchung wurde die Volumenänderung der Prüfkörper mit Hilfe der Messung der Öl-Volumenänderung in der Triaxialzelle gemessen. Aus den triaxialen Versuchen wurden die Dilatanz und Druckfestigkeit der Materialien in Abhängigkeit vom Manteldruck bestimmt.

Während bei der Kompression einer Probe das Schließen von Poren und Mikrorissen und daraus resultierend eine Volumenabnahme überwiegt, ist das dilatante Verhalten durch eine Volumenzunahme infolge der vermehrten Entstehung und Ausbreitung von Mikrorissen gekennzeichnet. Der Anfangspunkt der Volumenzunahme ist als Dilatanzgrenze σ_D definiert.

Als Spitzenfestigkeit σ_B ist das Maximum der erreichten Spannungsdifferenz

$$\Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_3$$

zu betrachten,

$$\sigma_B = \Delta\sigma \quad \text{Spitzenfestigkeit, Pa}$$

$$\sigma_1 \quad \text{Axialspannung, Pa}$$

$$\sigma_3 \quad \text{Mantelspannung, Pa}$$

Die Untersuchungen erfolgen an 28 Tage erhärteten Proben. Vor und nach der Probenpräparation waren die Proben in Folie eingeschweißt, damit sie keine Luftfeuchtigkeit aufnehmen können.

3.5.4.3 Ergebnisse

Tabelle 3-9: Zusammenstellung der Ergebnisse zum statischen E-Modul mit Belastungspfad.

Datum der Messung	Probe-Nr.	Dichte	E-Modul	sigma U	sigma O	E-Modul	sigma U	sigma O	E-Modul	sigma U	sigma O
		[g cm ⁻³]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]
24.07.03	P 37b	2.002	7263	2.0	6.5	16573	2	7	14146	2.0	6.5
24.07.03	P 39	1.917	2055	1.5	3.0	6265	1.5	3	4028	1.4	2.8
27.11.02	AIS 1	1.996	4972	4	21	14020	5	22	13355	6	20
27.11.02	AIS 2	1.999	7339	5	16	14391	5	16	12788	4	15
27.11.02	AIS 3	1.983	9814	4	16	15307	4	16	14128	4	17

Tabelle 3-10: Zusammenstellung der Ergebnisse zum Dilatanzverhalten.

Datum der Messung	Proben-Nr	Dichte	Axial-Verformung	Sig1	Sig2=Sig3	Radial-Verformung	Volumen-Verformung	Axial-Verformung	Sig1	Sig2=Sig3	Radial-Verformung	Volumen-Verformung
		[g cm ⁻³]	[-]	[MPa]	[MPa]	[-]	[-]	[-]	[MPa]	[MPa]	[-]	[-]
15.01.04	P138-2	1.986	-0.00530	27.10	0.00	0.00157	-0.00218	-0.00815	31.54	0.00	0.00393	-0.00033
01.12.03	P140-2	1.970	-0.00408	25.16	0.00	0.00129	-0.00151	-0.00658	28.41	0.00	0.00317	-0.00027
30.01.04	P143-a	2.058	-0.00581	27.56	2.06	0.00136	-0.00311	-0.00961	30.81	2.06	0.00392	-0.00183
04.02.04	P143-b	2.070	-0.00657	35.99	4.83	0.00159	-0.00340	-0.03523	48.15	4.84	0.02304	0.00974
10.02.04	P143-c	2.061	-0.02178	55.57	10.29	0.00731	-0.00742	-0.05258	60.88	10.30	0.02893	0.00302

3.5.5 Kriechversuche

Die Kriechversuche wurden zurückgestellt und nur Versuche zum Dilatanzverhalten durchgeführt. Vorgesehen waren Indexuntersuchungen an 3 Mischungen mit je 1 Probe bei 3 Belastungsstufen von 10, 15 und 20 MPa, wobei jede Belastungsstufe 2 – 3 Wochen dauert. Danach sollten Messungen an 3 Proben einer ausgewählten Mischung bei 4 Belastungsstufen von 5, 10, 15 und 20 MPa vorgenommen werden.

Zur Ermittlung des Kriechverhaltens werden einaxiale Kriechversuche vorgenommen. Die Untersuchungen erfolgen in Anlehnung an die Empfehlung Nr. 16 des Arbeitskreises 19 Versuchstechnik Fels der Deutschen Gesellschaft für Geotechnik e.V.: Hunsche, U.: Ein- und dreiaxiale Kriechversuche an Gesteinsproben- Bautechnik 71 (1994), Heft 8, S. 500-505. Die zylindrischen Proben haben eine Länge von 200 mm und einen Durchmesser von 100 mm. Für diese Untersuchungen werden die Proben mit einer konstanten Last beaufschlagt. Die Längenänderung wird mittels Wegaufnehmern registriert.

Die Ergebnisse werden in Form eines Dehnungs-Zeit-Diagramms ($\varepsilon_{l,w} = f(t)$) und als Kriechraten-Zeit-Diagramm ($\dot{\varepsilon}_{l,w} = f(t)$) dargestellt.

Tabelle 3-11: Dynamische Parameter Probe AIS-3

Schallgeschwindigkeit; longitudinal	4440	m sec ⁻¹
Schallgeschwindigkeit; transversal	2537	m sec ⁻¹
Dichte	1996	kg m ³
Querdehnungszahl	0,258	-/-
Dynamischer E-Modul	32	GPa

¹⁾zum Vergleich Steinsalz 25-30 GPa

3.5.6 Tabellarische Zusammenfassung der geotechnischen Ergebnisse

Bindemittel	Zuschlag	Materialbasis	Proben	σ	Q-Lauge + Lsg.	Mischungsverhältnis B-Z-M /g/
MgSO ₄ , wasserfrei	VTS-Schiefermehl			MPa		
		Halit-Gewerbesalz	AIS01 AIS02 AIS03 P59	27,65 28,38 27,21 5,72	220 220 220 235	170:245:305 170:245:305 170:245:305 140:???:305
	Mikrosilica					
		Halit-Gewerbesalz	P16 P18 P31	32,05 7,44 22,14	210 260 210	175:???:240 175:???:325 175:75:240
		Halit-Gewerbesalz Grasleben	P36	13,6	245	240:???:240
	Capsil 804					
		Halit-Gewerbesalz	P40 P41	19,21 11,24	235 235	155:110?:305 125:110?:305
		Frässalz ASSE (verschiedene Körnungen)	P28 P29 P49 P56 P59 P60 P63 P64 P65 P66	3,08 1,81 6,42 8,21 5,72 10,97 16,96 19,55 19,07 9,25	235 235 230 235 235 235 235 235 235 235	115:105:305 115:105:305 100:105:305 115:105:305 115:100:305 140:100:300 140:100:305 135:95:300 115:105:315 115:105:315

Bindemittel	Zuschlag	Materialbasis	Proben	σ	Q-Lauge + Lsg.	Mischungsverhältnis B-Z-M /g/
			P67	5,52	235	115:105:315 115:105:315 90:105:300
		Frässalz ASSE + Sylvin	P69	25,64	235	135:95:290
	Talk		keine			
Kieserit						
	VTS-Schiefermehl					
		Halit-Gewerbesalz	P19 P20 P21 M089	8,60 8,04 18,36 23,56	240 240 240 150 NaCl-Lsg	255:???:250 255:???:250 255:???:250 322:40:260
		Frässalz ASSE (verschiedene Körnungen)	M103	22,46	190	300:110:380
		Halit-Halde Ronneberg	M094	28	240 NaCl-Lsg	320:120:300
		Halit-Halde Ronneberg + Sylvin	M ₂₇₋₁₁₋₀₂	Keine Last	220 KCl-Lsg	260:140:320
	Mikrosilica					
		Halit-Gewerbesalz, (komplett)	P15 P17	9,94 14,96	160 160	322:???:180 322:???:180
		Halit-Halde Ronneberg	M092	24,05	240 NaCl-Lsg.	320:80:220
	Capsil					
		Halit-Gewerbesalz, (komplett)	P22 P23	8,25 1,93	190 180	300:???:340 300:???:340

Bindemittel	Zuschlag	Materialbasis	Proben	σ	Q-Lauge + Lsg.	Mischungsverhältnis B-Z-M /g/
			P24 P25 P38 P70 P71	3,56 2,88 10,65 10,9 10,98	160 150 160 160 160	300:???:340 300:???:340 300:???:340 300:110:360 300:110:360
		Halit-Gewerbesalz + Sylvin P76 mit Rohmagnesit	P72 P73 P74 P75 P76 P80 P82 P83 P84 P85	2,55 2,22 4,24 3,79 3,92 3,09 4,05 2,87 3,70 8,94	160 160 160 160 160 171 171 171 171 171	300:110:312 300:110:312 300:110:350 300:110:350 300:110:365 300:130:350 300:130:350 300:130:350 300:130:350 300:130:350
		Halit-Gewerbesalz + Sylvin + Frässalz ASSE	P77 P78 P79	5,23 fehl 5,21	160 160 160	300:110:362 300:110:362 300:110:362
		Frässalz ASSE (verschiedene Körnungen)	P39 P68 M104 M107	8,75 4,6 16,92 14,03	160 160 190 180	300:110:340 300:110:340 300:110:380 300:110:380
		Frässalz ASSE + Sylvin	P86 P87 P88	5,50 5,38 5,05	171 171 171	300:130:350 300:131:350 300:132:350
	Talk		M086	13,70	171 KCl-Lsg.	322:40:220

4 Interpretation

Basis MgSO₄, wasserfrei; **Schiefermehl**, verdichtet

- AIS01-03 gleichwertige Herstellung gleiche Größenordnung

σ von 27,21 bis 28,38 MPa

Basis MgSO₄, wasserfrei; **Mikrosilica**, nicht verdichtet

- P16 gleiche Größenordnung wie mit Schiefermehl
- P16 gegen P18 P18 mehr Füllstoff und geringere Festigkeit

σ 32,05 und 7,44 MPa

Basis Kieserit; **Schiefermehl**, nicht verdichtet, unterschiedliche Lagerungstemperatur

- P19 – P21 gleichwertige Herstellung
P21 höhere Festigkeit (Lagerungstemperatur 35°C)
Hinweis: Massenangaben vom Zuschlagstoff fehlen

σ von 8,04 bis 18,36 MPa

Basis Kieserit; **Mikrosilica**, nicht verdichtet

- P15 und P17 gleichwertige Herstellung gleiche Größenordnung
P17 (Würfel)

σ 9,94 und 14,96 MPa

Basis Kieserit; **Capsil**, nicht verdichtet

- P22 – P25 und P38 gleichwertige Herstellung gleiche Größenordnung
Hinweis: Massenangaben vom Zuschlagstoff fehlen

von 1,93 bis 10,65 MPa

Basis Magnesiumsulfat, wasserfrei; **Capsil**, nicht verdichtet

- P40 und P41 P41 weniger Bindemittel

σ 19,21 und 11,24 MPa

gewährleistet.

5 Literatur

- / 1 / Sander, W. and Herbert, H.-J. (2000): A new hydraulic barrier – Performance of a self-sealing salt backfill material. In Proceedings DisTec 2000, Disposal Technologies and Concepts 2000, Kontec Gesellschaft für technische Kommunikation mbH, Hamburg. ISBN 3-9806415-3-8
- / 2 / SANDER, W. & HERBERT, H.-J. (2002): Wirksamkeit der Abdichtung von Versatzmaterialien.- Geochemische Untersuchungen zum Langzeitverhalten von Salzversatz mit Zuschlagstoffen.- GRS-Bericht-180, ISBN 3-931995-48-8, Köln.
- / 3 / Herbert, H.-J. (2000): Zur Geochemie und geochemischen Modellierung hoch salinärer Lösungen – Geologisches Jahrbuch, Sonderhefte, Reihe D, Heft SD1, 329 pp.
- / 4 / Europäische Patentanmeldung Nr. 00 120 249.8-2307 “Verfahren zum Verhindern des Eindringens einer Salzlösung in einen Hohlraum einer Salzlagerstätte”. Anmelder: Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit (GRS) mbH, Erfinder: W. Sander.
- / 5 / S.15 Salzbeton M2 /...//
- / 6 / Mitteilungen der DBE /ENG/
- / 7 / / 1 / Anlagenband; Geotechnische Anlage zum GRS-Abschlussbericht Dezember 2004
- / 8 / Winkler, E.M. (1975)
- / 9 / Stone – Properties, durability in man’s environment. Springer-Verlag, New York.
- / 10 / Knoblauch, H. & Schneider, U. (2001)
- / 11 / Bauchemie. Werner Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf.

Anlagen

Kristallisationsdruckmessungen

Messzelle	I	
Kraftaufnehmer Nr.	182236	KMA
Messstelle	0.41	(Messsignal in Volt)
Messkanal	80.6	(Umrechnung in bar)

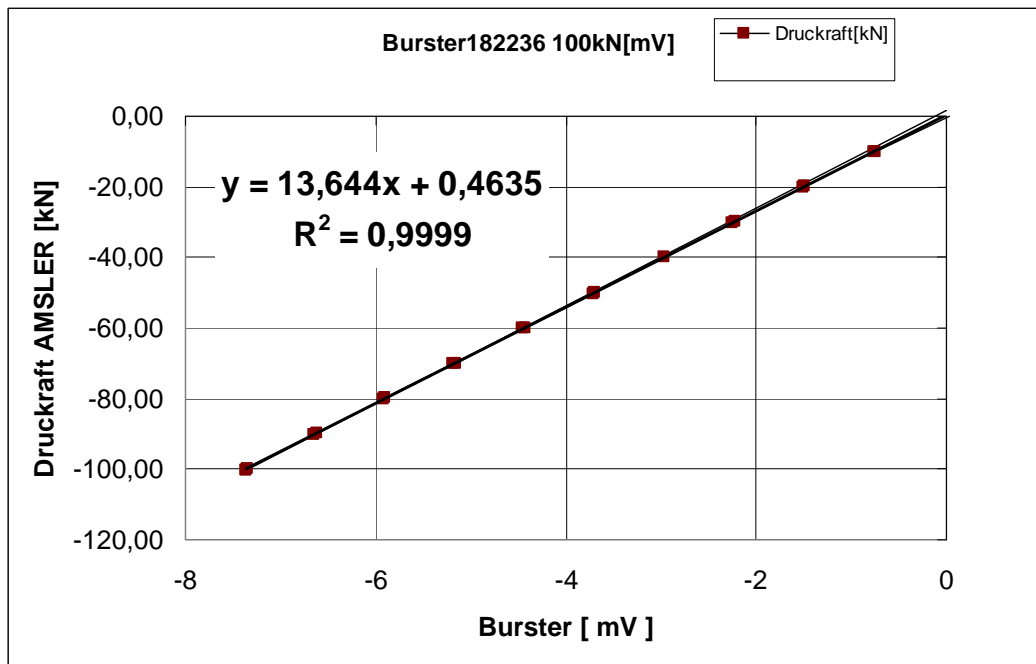
Formel zur Berechnung des Druckes:

$$((m(0.41) * 13.644) + 0.4635) * (-1000) / 1924.42) * 10$$

mit

- m(0.41) Messsignal in Volt (0 bis 2Volt \cong 0 bis 100 KN)
- * 13.644 Steigung aus der Kalibrationskurve vom KMA
- + 0.4635 Offset vom KMA (**entfällt; bei Messbeginn NULL**)
- * (-1000) Angabe als Kraft in N
- / 1924.24 Stempelfläche in mm² Angabe als Druck in MPa
- * 10 Umrechnung von MPa in bar

- **Kalibrationskurve KMA 182236**



Kristallisationsdruckmessungen

Messzelle	II	
Kraftaufnehmer Nr.	162391	KMA
Messstelle	0.42	(Messsignal in Volt)
Messkanal	80.7	(Umrechnung in bar)

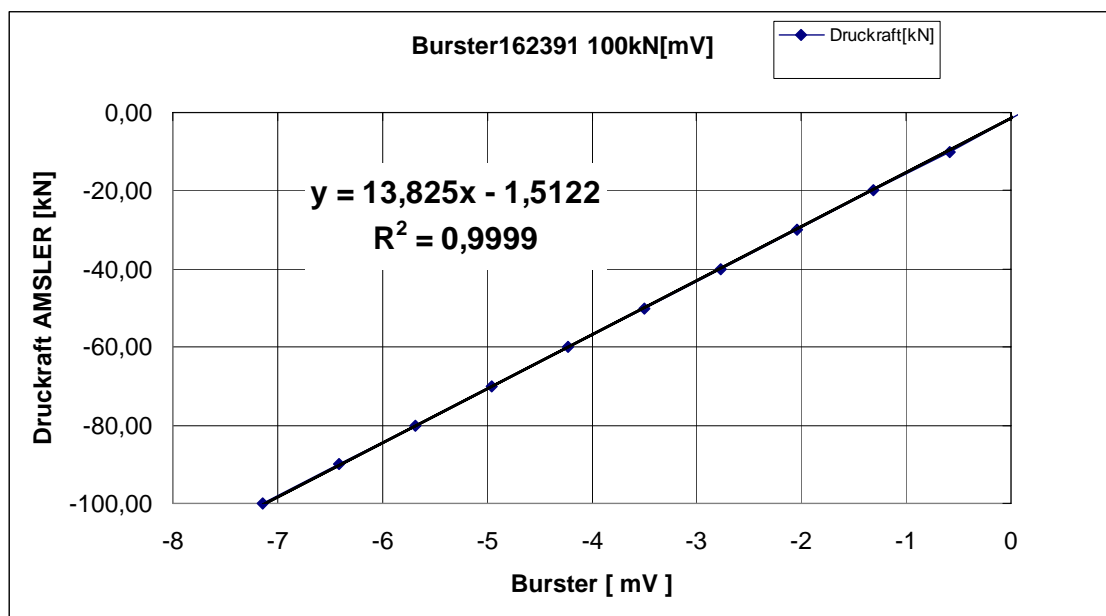
Formel zur Berechnung des Druckes:

$$((m(0.41) * 13.825) - 1,5122) * (-1000) / 1924.42) * 10$$

mit

m(0.41)	Messsignal in Volt	(0 bis 2Volt \cong 0 bis 100 KN)
* 13.825	Steigung aus der Kalibrationskurve vom KMA	
- 1.5122	Offset vom KMA (entfällt; bei Messbeginn NULL)	
* (-1000)		Angabe als Kraft in N
/ 1924.24	Stempelfläche in mm ²	Angabe als Druck in MPa
* 10	Umrechnung	von MPa in bar

- **Kalibrationskurve KMA 162391**



Anlage 2- Kristallisationsdruck (p) eines Einkristalls in Pascal (Pa) nach Winkler (1975) (Mitteilung ENG)

$$p = R T / V_m \cdot \ln C / C_{sat}$$

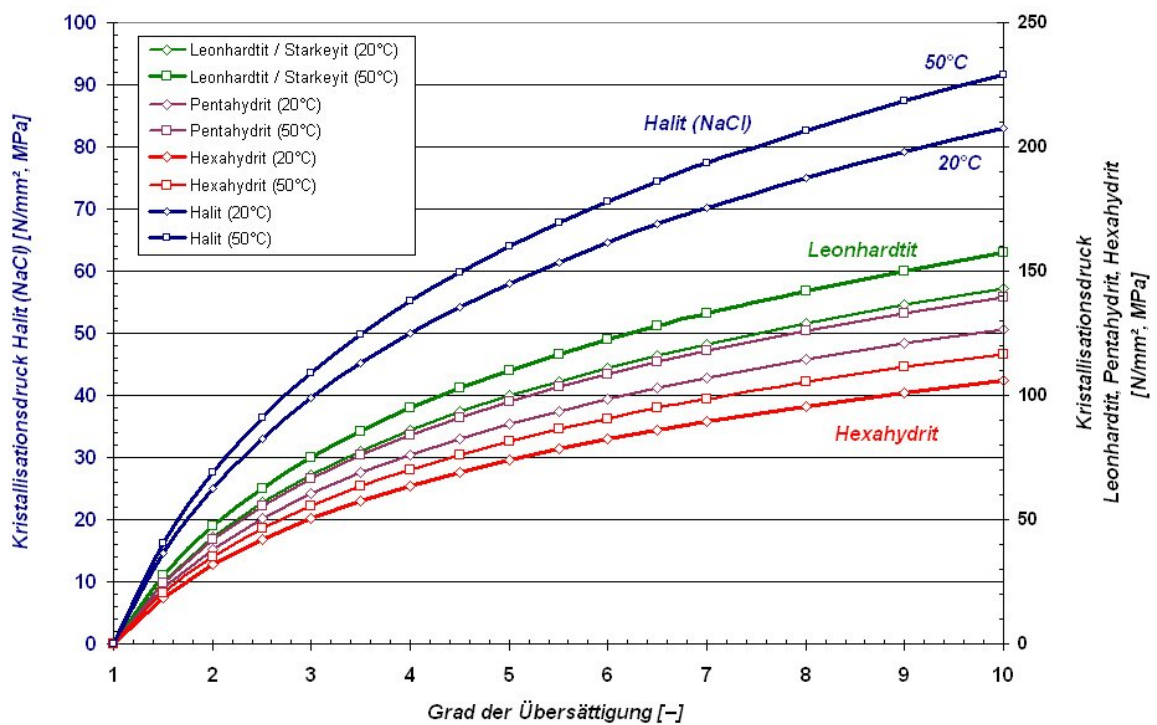
R molare oder universelle Gaskonstante (8,314472 J/mol bzw. Pa·m³·mol⁻¹·K⁻¹),
 T thermodynamische Temperatur [K],

V_m molares Volumen [m³/mol],

c Konzentration in der Lösung,

c_{sat} Gleichgewichts-Sättigungskonzentration,

c/c_{sat} Wert für die Übersättigung der Lösung.



Abhängigkeit des Kristallisationsdruckes von Halit sowie den Magnesiumsulfat-Hydraten Leonhardtit, Pentahydrat und Hexahydrat vom Grad der Übersättigung der Lösung bei einer Temperatur von 20°C und 50°C. (aus Winkler, E.M. (1975): Stone – Properties, durability in man's environment. Springer-Verlag, New York.)

Kristallisationsdruck ausgewählter Salzminerale in Anlehnung an Knoblauch & Schneider (2001). Index*: Werte wurden aufgrund der Abhängigkeit des Kristallisationsdruckes vom Kristallwasseranteil der Mg-Sulfate extrapoliert.

Mineralname	Chemische Zusammensetzung	Kristallisationsdruck [N/mm ²]			
		c/c _{sat} = 2		c/c _{sat} = 10	
		0°C	50°C	0°C	50°C
Bassanit	CaSO ₄ ·0,5H ₂ O	33,5	39,8	112	132,5
Gips	CaSO ₄ ·2H ₂ O	28,2	33,4	93,8	111
Epsomit	MgSO ₄ ·7H ₂ O	10,5	12,5	35,0	41,5
Hexahydrat	MgSO ₄ ·6H ₂ O	11,8	14,1	39,5	49,5
Pentahydrat*	MgSO ₄ ·5H ₂ O	13,7	16,3	46,3	57,3
Kieserit	MgSO ₄ ·H ₂ O	27,2	32,4	91,0	107,9
MgSO ₄ *	MgSO ₄	32,1	38,1	106,9	124,3
Mirabilit	Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O	7,2	8,3	23,4	27,7
Thenardit	Na ₂ SO ₄	29,2	34,5	97,0	115
Halit	NaCl	55,4	65,4	184,5	219
Kristallsoda	Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O	7,8	9,2	25,9	30,8
	Na ₂ CO ₃ ·7H ₂ O	10,0	11,9	33,4	36,5
	Na ₂ CO ₃ ·H ₂ O	28,0	33,3	93,5	110,9

Referenz: Knoblauch, H. & Schneider, U. (2001); Bauchemie. Werner Verlag GmbH & Co. KG, Düsseldorf.

Technisches Merkblatt

ESTA® Kieserit 'fein' EG-DÜNGEMITTEL

Kieserit mit S 27

27 % MgO, wasserlösliches Magnesiumoxid
22 % S, wasserlöslicher Schwefel



Kali und Salz GmbH
Postfach 10 20 29
34111 Kassel
Telefon (05 61) 3 01-0
<http://www.kalisalz.de>

Chemische Analyse

MgSO ₄	typische Werte	
Sonstige Sulfate (K ₂ SO ₄ , CaSO ₄)	81,0 %	
Chloride (KCl, NaCl)	5,0 %	
Sonstiges (vorwiegend Kristallwasser)	2,5 %	
Cl	11,5 %	
	max. 3,0 %	

Korngrößenverteilung

+ 0,8 mm	8 %
0,8 – 0,09 mm	90 %
– 0,09 mm	2 %
d ₅₀	0,38

Lagerung

Schüttdichte:	1,380 kg/m ³
Schüttwinkel:	34°

Trocken lagern und vor Einwirkung von Feuchtigkeit schützen. Bei der Lose-lagerung Boden und Wände am besten mit einem Bitumenanstrich versehen. Eisenträger und Stützen sollten gegen Korrosion einen Schutzanstrich erhalten. Als besonders beständig haben sich Wände und Dachträger aus Holz erwiesen. Zum Schutz gegen hohe Luftfeuchtigkeit ist das Abdecken mit einer Kunststoffplane zu empfehlen.

*) Registriertes Warenzeichen der Kali und Salz GmbH.
Vorsichtliche Angaben sind die Ergebnisse unserer Güteuntersuchung. Sie ersetzen den Käufer nicht von einer Eingangskontrolle und haben nicht die Bedeutung der Eingangskontrolle durch den Empfänger zu ersetzen.

Technical Data Sheet

ESTA® Kieserite 'fine'

EC-FERTILISER
Kieserite with S 27
27 % MgO, water-soluble magnesium oxide
55 % SO₃, water-soluble sulphur trioxide (= 22 % S)



Version 1

print date: 2002.10.14

Chemical Analysis:

- Magnesium Sulphate (MgSO₄)
- Other Sulphates (K₂SO₄, CaSO₄)
- Chlorides (KCl, NaCl)
- Others, mainly Water of Crystallization

Granulometry:

• > 0,8 mm	typical	w
• 0,09 - 0,8 mm	8	%
• < 0,09 mm	90	%
• d ₅₀ [mm]	2	%
	0,38	%

Storage:

- Bulk Density
 - Bulk Density (packed)
 - Angle of Repose
- Keep in a dry place and protect from moisture. A bituminous coating is recommended for the floor and walls of bulk stores. Metal surfaces should receive a corrosion resistant coating. Wooden walls and roof trusses are ideal. It is recommended to cover bulk-stored product with a plastic tarpaulin especially in case of high atmospheric humidity.

Application:

Adequate magnesium and sulphur nutrition is essential to obtain maximum yield and quality. ESTA® Kieserite 'fine' contains magnesium and sulphur as water soluble sulphate, which is readily available to the plant. ESTA® Kieserite 'fine' can be applied to all crops and soil types - regardless of pH-value and is immediately available with long-lasting effect. ESTA® Kieserite 'fine' can be applied as a "straight" or can be used in a manufacture of compound fertilizers.

Our product is made from naturally occurring crude potassium salt and in accordance with European Commission Regulations EC 2092/91 and 1073/2000 is permitted for use in organic farming.

*) is registered trademark of K+S group.
The data shown above are based on our continuous quality monitoring system. They do not exempt the user from their obligation to make an incoming control of the delivered product. The data are for information purposes only and are not to be taken as a guarantee. It is the responsibility of the user to determine the product's suitability for its intended use.

K+S KALI GmbH

P.O. Box 102029, 34111 Kassel, Germany

+49-(0)561-8301-2351, 18 -1744

www.kali-gmbh.com

marketing@kali-gmbh.com

Anlage 4: Technisches Merkblatt MgSO₄-wasserfrei calciniert



Postfach 3202 Frauenkappelen Tel 031 926 60 00 Fax 031 925 60 01 info@kali.ch

Magnesiumsulfat wasserfrei

Durchschnittsanalyse

Formel	MgSO ₄	
Magnesiumsulfat	MgSO ₄	98.4 % (= 19.9% Mg)
Kaliumsulfat	K ₂ SO ₄	0.6 %
Calciumsulfat	CaSO ₄	0.5 %
Sonstiges vorwiegend H ₂ O		0.5 %
Garantierter Gehalt		
Magnesiumsulfat	MgSO ₄	98 %
Granulometrie		
Kristallin: Korngrenzen zwischen 0.1 und 1mm		
Physikalische Eigenschaften		
Farbe	fast weiss	
Schüttdichte	1'300 – 1'500 kg/m ³	
Dichte	2'700 kg/m ³	
Molare Masse	120.37 g/mol	
Schüttwinkel	31°	
Schmelzpunkt	1'130 °C	
Löslichkeit	In Wasser leicht, wenn Verklumpungen vermieden werden. Daher sollte stets das Salz in Wasser eingerührt werden.	
Sättigungspunkt bei 20 °C	25.8 Gew. % MgSO ₄	
Verpackung		
Säcke	25 kg Säcke auf 1'000 kg Paletten 50 kg Säcke auf 1'050 kg Paletten	
Big-Bags	500 kg	

Verwendung

- Landwirtschaft als Düngemittel, als Mineralstoff in der Tierernährung
- In der chemischen, keramischen, Textil- und Baustoffindustrie zur Herstellung anderer Mg-Verbindungen oder reinen Magnesiumsulfatlösungen.
- In der Zellstoffindustrie als Nachschubquelle für Mg(H₂SO₄)₂ im Magnaflit- und ähnlichen Verfahren sowie als Stabilisierungsmittel in der O₂-Bleiche
- Weitere Anwendungen: Abwasserreinigung, Färberei, Metallurgie, Kunstseide, Waschmittelherstellung (schaumhemmende Wirkung, Blanc-fixe), Feuerlöschmittel, Glühphosphate, Leichtbauplatten, Leim.

Hersteller

K+S

www.kali.ch

16.12.2002

Technisches Merkblatt

Magnesiumsulfat wasserfrei (Kiesent calciniert), min. 98 % MgSO₄

Druckdatum: 2002.05.14

Kombinierte Nomenklatur: 25.309.098

Beschaffenheit:

- fast weißes Salz, hygroskopisch

Chemische Zusammensetzung:

- Magnesiumsulfat (MgSO₄)
- Kaliumsulfat (K₂SO₄)
- Calciumsulfat (CaSO₄)
- Sonstiges, vorwiegend H₂O

Korngrößenverteilung:

- 0,1 – 1,0 mm
- d₅₀ [mm]

Physikalische Eigenschaften:

- Schüttdichte
 - Schüttwinkel
 - Molare Masse
 - Dichte
 - Schmelzpunkt
 - Löslichkeit in Wasser
- w (MgSO₄) = 25,8 % bei 20 °C
- leicht löslich, um Verklumpungen zu vermeiden, sollte stets das Salz in Wasser eingerührt werden und nicht umgekehrt

Verpackung:

- 25 kg- oder 50 kg-Säcke
- Big-Bags
- lose

Anwendung:

Zur Erhöhung des Mg- und S-Anteils in Düngemitteln, in der Zellstoffindustrie, zur Waschmittelherstellung, speziell für schaumgebremste Maschinenwaschmittel, ABS-Kunststoff, in der chemischen Industrie, zur Herstellung anderer Mg-Verbindungen oder reiner Magnesiumsulfatlösungen, als Zusatz in Futtermitteln (Mineralstoffgemische), in der Abwasserreinigung, Färberei, Tonerdeproduktion, Kunstseide-, Textilindustrie, Bau- und Feuerfestindustrie (z. B. Leichtbauplatten), Feuerlöschmittel, Leim.

K+S KALI GmbH

Postfach 102029, 34111 Kassel, Deutschland

☎ +49-(0)561-9301-2329, ☎ -1624

www.kali-gmbh.com

marketing@kali-gmbh.com

Technisches Merkblatt

Anlage 5: Technisches Datenblatt Tonmehl Capsil 804-D100

Stephan Schmidt KG	Sicherheitsdatenblatt gemäß EG-Richtlinie 2001/58/EEC	Seite 1 von 3
--------------------	---	---------------

EG - Sicherheitsdatenblatt

Datum: 01.07.2005 überarbeitet am 18.09.2001

1. Stoff / Zubereitungs- und Firmenbezeichnung
 Bezeichnung des Stoffes oder der Zubereitung
 Handelsname: **Capsil 804 D - 100** Artikelnummer: **10370006**

1.2. Firmenbezeichnung
 Stephan Schmidt KG
 Bahnhofstraße 92, D-65599 Dornburg - Langenderbach
 Tel.: 06436 / 609-0, Fax: 06436 / 609-49
 Notrufnummer: 06436 / 609-0

2. Zusammensetzung / Angaben zu Bestandteilen
 Chemische Charakterisierung
 Aluminiumsilikat (Tonmineral), Mischung aus Kaolin, Illit, Quarz

Bezeichnung	CAS-Nr.
Kaolin	1318-74-7
Illit	106958-53-6
Quarz	14808-60-7

2.2. Gefährliche Inhaltsstoffe
 n. a. (gemäß GefStoffV)

3. Mögliche Gefahren
 Produkt enthält bei pulvriger Konsistenz Quarzstaub (Staubentwicklung vermeiden). Längfristiges Einatmen bei erhöhten Konzentrationen kann zu Gesundheitsschädigungen der Atemwege führen.

4. Erste Hilfe Maßnahmen
 Nach Einatmen: abhusten, an die frische Luft bringen
 Nach Hautkontakt: gelegentlich mit Wasser reinigen
 Nach Augenkontakt: mit reinem Wasser ausspülen, evtl. Arzt aufsuchen
 Nach Verschlucken: keine besonderen Maßnahmen erforderlich

5. Maßnahmen zur Brandbekämpfung
 keine Einschränkung, nicht brennbar

6. Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung
 Personenbezogene Vorsichtsmaßnahmen: nicht zutreffend
 Umweltschutzmaßnahmen: nicht zutreffend
 Verfahren zur Reinigung: mechanisch aufnehmen, Rest mit Wasser entfernen, bei Wasserzugabe Rutschgefahr

7. Lagerung und Handhabung
 7.1. Handhabung: Staubentwicklung vermeiden

TECHNISCHES DATENBLATT
Stephan Schmidt
 gruppe
 Bahnhofstr. 92, 65599 Dornburg Tel. 06436.609-0

Capsil® 804-D 100

Artikelnummer: Basis G085000

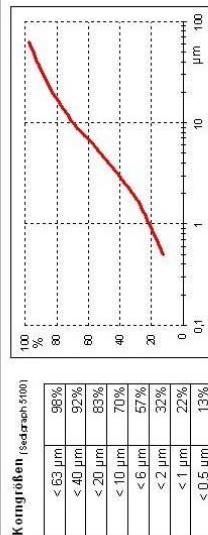
Eigenschaften:
 Glimmerreiches Mineralmehl, ausgezeichnete Verstärkung durch hohes Aspektverhältnis, wärmeformbeständig, graue Farbe.
 Gute mechanische Verarbeitbarkeit, hohe Kornhärte

Einsatz:
 Spezialfüllstoff für Dickschichtgrundierungen, auch im Korrosionsschutz.

Chemische Analyse, geblüht Mineralzusammensetzung

SiO ₂	59,6%	Kaolinite	ca.	10 %
TiO ₂	1,0%	Glimmer	ca.	45 %
Al ₂ O ₃	21,7%	Chlorit	ca.	15 %
Fe ₂ O ₃	9,0%	freie Silica	ca.	30 %
K ₂ O	4,5%			
CaO	0,3%			
MgO	2,5%			
Na ₂ O	0,2%			
Glühverlust	5,0%			

Spez. Oberfläche (BET)	[m ² / g]	ca. 8
Ölzahl	[ml / 100 g]	29
Flüchtige Bestandteile (105° C)	[%]	<0,5
Schulungsgewicht	[g/l]	800
Fahrlott (DIN 51551)	[-]	71; -0,1; 4,9
Kornhärtdichte	[g/cm ³]	2,92
Staubdruckstand nass (< 63 µm, > 40 µm)	[%]	0,6; 13,4



Die angegebenen Daten sind Richtwerte, aus denen keine Ansprüche abgeleitet werden können. mp/vh.01.2003

Anlage 6: Sicherheitsdatenblatt Tonmehl Capsil 804-D 100

Stephan Schmidt KG	Sicherheitsdatenblatt gemäß EG-Richtlinie 2001/58/EEC	Seite 2 von 3
7.2.	Lagerung: für trockene Tonmehle glattwandige Silos mit steilem Auslauf zu empfehlen ("Vermeidung von Erucktenbildung"), trocken lagern	Ökotoxische Wirkungen: nicht toxisch
8.	Expositionsbegrenzung und persönliche Schutzausrüstung	Weitere ökologische Hinweise: im Wasser leichte Trübung möglich
8.1.	Zusätzliche Hinweise zur Gestaltung technischer Anlagen n. a.	Hinweise zur Entsorgung Tone können als nichtgiftige Stoffe entsorgt werden in einem genehmigten Verfüllungsgelände mit den entsprechenden Bestimmungen
8.2.	Bestandteile mit arbeitsplatzbezogenen, zu überwachenden Grenzwerten Quarz CAS No. 14808-60-7 MAK 0,15 mg/m ³ Allgemeiner Staubgrenzwert MAK 6,0 mg/m ³ Die Angaben beziehen sich auf die aktuell gültige MAK-Liste. In Ländern außerhalb von Deutschland sind die dort gültigen Vorschriften hinsichtlich arbeitsplatzbezogener Grenzwerte anzuwenden.	ungereinigte Verpackung: Verpackungsmaterial wird durch die Firma REPA-Sack (Ges. f. Verwertung gebrauchter Papiersäcke mbH) zurückgenommen, übliche Entsorgung in Übereinstimmung mit den bestehenden Bestimmungen
8.3.	Persönliche Schutzausrüstung Atemschutz: bei Staubentwicklung Filtergeräte gegen Partikel (z.B.: Partikelfilterklasse P2) verwenden Handschutz: nicht zutreffend Augenschutz: nicht zutreffend Körperschutz: nicht zutreffend Schutz- und Hygienemaßnahmen: Korperteile mit Wasser reinigen, Kleidung ausbürsten	14. Angaben zum Transport ADR/RID-GGVS/GGVE n. a. ADN/ADR n. a. IMDG/GGVS n. a. ICAO-TI/IATA-GRR n. a. Beim Transport als nicht gefährlich eingestuft
9.	Physikalische und chemische Eigenschaften Aussehen, gemahlen Farbe: hell Geruch: neutral	15. Vorschriften 15.1. Kennzeichnung: nicht zutreffend 15.2. nationale Vorschrift: Wassergefährdungsklasse: „nicht wassergefährdend“ (gemäß VwVwS, Anhang I) TA-Luft: Allgemeiner Staubgrenzwert 20 mg/m ³ sonstige Vorschriften: EIA-Liste
9.1.	Sicherheitsrelevante Daten Siedepunkt: entfällt Schmelzpunkt/Schmelzbereich: ca. 1350 °C Flammpunkt: nicht entzündlich Selbstentzündlichkeit: nicht explosiv Explosionsgefahr: nicht explosiv Dichte: 2,6 g/cm ³ Löslichkeit: unlöslich ph-Wert (bei 100 g/l Wasser): 7 - 8	16. Sonstige Angaben Natürlicher Rohstoff, hergestellt durch selektive bergbauliche Gewinnung. Tone und Keramische Massen werden nicht im Europäischen Altstoffverzeichnis (EINECS) gesondert geführt, sondern als "natürlich erscheinende Substanz" klassifiziert. Die EINECS-Nr. ist 3101276 und die CAS-Nr. ist 999 999-4. Gemäß geltenden Vorschriften müssen Mitarbeiter über die Anwesenheit von kristallinen Quarz in Kenntnis gesetzt werden und in dem Gebrauch und der Handhabung des Produktes ausgebildet sein.
10.	Stabilität und Reaktivität keine Besonderheiten	17. Haftung Diese Informationen sind nach bestem Wissen zum angegebenen Bearbeitungsdatum in unseren Unternehmen ermittelt worden. Hinsichtlich ihrer Richtigkeit und Vollständigkeit werden keine Garantien gegeben. Es ist in der Verantwortung des Verbrauchers, die Richtigkeit und Vollständigkeit hinsichtlich seiner anwendungstechnischen Bedürfnisse zu überprüfen.
11.	Angaben zur Toxikologie nicht toxisch (bei sachgemäßem Verwendung keine gesundheitlichen Wirkungen bekannt)	Datenblatt ausstellender Bereich: Qualitätswesen und Umweltschutz Dr. W. Fiebig, Tel.: 06436 / 609-0
12.	Angaben zur Ökologie	Anspruchspartner:
12.1.	Angaben zur Elimination (Persistenz und Abbaubarkeit): nicht biologisch abbaubar	Anspruchspartner:
12.2.	Verhalten in Umweltkompartimenten: nicht assimilierbar	Seite 3 von 3

Anlage 7: Technisches Datenblatt Schiefermehl VTS Typ B0.09



Vereinigte Thüringische
Schiefergruben GmbH & Co. KG
Postfach 440
99517 Unterloquitz

SCHIEFER – MEHL DATENBLATT 2002

Basis: Schiefermehl B 0,09

1. Kornzusammensetzung:

- Naßsiebung:	< 0,5 mm	100 %
	< 0,25 mm	99,9 %
	< 0,09 mm	87,2 %
	< 0,071 mm	78,0 %
	< 0,063 mm	76,0 %
	< 0,045 mm	66,8 %
- Cilas:	Korndurchmesser bei 10 % Durchgang:	2,36 µm
	Korndurchmesser bei 50 % Durchgang: (mittlerer Korndurchmesser)	12,09 µm
	Korndurchmesser bei 90 % Durchgang:	58,00 µm

2. Chemische Eigenschaften:

- Glühverlust (1000 °C , 2 h)	5,43 Masse-%
- pH-Wert (wäßriger Auszug)	8,7
- Säurebeständigkeit gegenüber 1 %-iger HCL , 24 h bis 20 °C	96,5 Masse-%
- Laugenbeständigkeit gegenüber 1 %-iger NaOH, 24 h bei 20 °C	99,2 Masse-%
- wasserlöslicher Anteil	0,11 Masse-%
- salzsäurelöslicher Anteil (DIN 55920-13)	15,0 Masse-%

3. Physikalische Eigenschaften:

- Trockenrohddichte	2,71 g/cm ³
- Schüttdichte nach DIN 53194	680 - 700 g/l
- Stampfgewicht nach DIN 53194	1,13 g/cm ³
- Stampfvolumen nach DIN 53194	0,88 cm ³ /g
- Restfeuchte	< 0,2 % (max.0,5 %)
- Ölzahl nach DIN 53199 (g Öl/100 g Mehl)	26,7

4. weitere Eigenschaften

Härte nach Mohs	3 - 4
Farbe	loquitzblau B
Weißgrad (weiß 100 %, schwarz 0 %)	ca. 44 %
Anteil frei SiO ₂ < 0,005 mm	8 - 11 %
Kornform	plattig

Alle Daten sind Richtwerte mit vorkommens-und produktionsbezogenen Toleranzen. Sie dienen nur zur Beschreibung und stellen keine zugesicherten Eigenschaften dar. Dem Benutzer obliegt es, die Tauglichkeit für seinen Verwendungszweck zu prüfen.

Vereinigte Thüringische Schiefergruben GmbH & Co.KG . 07330 Unterloquitz
Telefon: (03 67 31) 25 293 Fax: (03 67 31) 25 214

Anlage 8: Sicherheitsdatenblatt Schiefermehl VTS Typ B0.09

Schiefermehl VTS Typ B 0.09 – Sicherheitsdatenblatt gemäß 91/155/EWG „EG-Sicherheitsdatenblatt“

Datum: 24.11.1995

Überarbeitet am: 10.03.1998

1. Stoff-/Zubereitungs- und Firmenbezeichnung

Hersteller/Lieferant: Vereinigte Thüringische Schiefergruben GmbH & Co. KG
Ortsstraße 44 b, D-07330 Unterloquitz

Telefon/Fax: (036731) 250 / (036731) 25-214
Telefon auskunftsgewebender Bereich: (036731) 25-290

2. Zusammensetzung / Angaben zu Bestandteilen

Reines Naturprodukt (Schiefer). Ohne Schaden für Luft, Boden, Wasser.

3. Mögliche Gefahren

Kein Gefahrgut.

4. Erste-Hilfe-Maßnahmen

Allgemeine Hinweise: mit warmen Wasser abwaschen
Nach Hautkontakt: keine Hautschädigung
Nach Augenkontakt: mit warmen Wasser ausspülen
Nach Verschlucken: entfällt
Nach Einatmen: frische Luft und gut durchlüftete Räume aufsuchen
Hinweise für den Arzt: Material ist inert.

5. Maßnahmen zur Bandbekämpfung

Entfällt, da Material nicht brennbar. Keine Löschmitteleinschränkung bei Umgebungsbrand.

6. Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung

Staubentwicklung vermeiden. Material mechanisch aufnehmen.

7. Handhabung und Lagerung

Kein Gefahrgut.

Handhabung: Staubentwicklung vermeiden.

Lagerung: Loses Material in geschlossenen Silos.

Verpacktes Material in trockenen Räumen.

8. Expositionsbegrenzung und persönliche Schutzausrüstungen

Zusätzliche Hinweise zur Gestaltung technischer Anlagen: Staubentwicklung vermeiden. Bestandteile mit arbeitsplatzbezogenen zu überwachenden Grenzwerten: quarzhaltiger Feinstaub.

Persönliche Schutzausrüstung:

Bei ständiger starker offener Staubentwicklung Staubmaske und Schutzbrille empfohlen.

9. Physikalische und chemische Eigenschaften

Form / Farbe / Geruch: feines Mehl / grau / geruchlos
Dichte: ca. 2,7 g/cm³ (ca. 2,7 kg/dm³, ca. 2.700 kg/m³)
Löslichkeit: in Wasser unlöslich
Schmelzbereich: > 1.100 °C
Schüttdichte: 0,5 bis 0,8 kg/dm³

10. Stabilität und Reaktivität

Inertes Material. Keine Zersetzungsprodukte.

11. Angaben zur Toxikologie

Nicht toxisch.

12. Angaben zur Ökologie

Keine Schädigung von Luft, Wasser und Boden.

13. Hinweise zur Entsorgung

Produkt: Unter Beachtung der örtlichen Gegebenheiten einer geordneten Deponte zuführen.
Ungereinigte Verpackungen: Nach Restentleerung getrennt nach Säcken und Folien gewerblichen Verwertern zuführen.

14. Angaben zum Transport

Entfällt.

15. Vorschriften

Kennzeichnung nach EG-Richtlinien: Nicht kennzeichnungspflichtig.
Nationale Vorschriften: Keine.

16. Sonstige Angaben

Keine.