

# Planfeststellungsverfahren zur Stilllegung des Endlagers für radioaktive Abfälle Morsleben

## Verfahrensunterlage

**Titel:** Verfüllen untertägiger Bohrungen mit Magnesiabinder  
**Autor:** Krauke, W.; Klimpke, A. & Laske, D.  
**Erscheinungsjahr:** 1999  
**Unterlagen-Nr.:** P 174  
**Revision:** 00  
**Unterlagenteil:**



## Zusammenfassung

Kali-Umwelttechnik GmbH, Sondershausen

Verfällen untertägiger Bohrungen mit Magnesiabinder

Bohrlochverfüllmörtel, Magnesiabinder, Füllstoffe, Fließmaß, Druckfestigkeit, Dichtheit

Vom Bundesamt für Strahlenschutz (BfS) werden für den langzeitsicheren Abschluß des Grubengebäudes ERAM Maßnahmen geplant, bestimmte Grubenbereiche gegen das restliche Grubengebäude abzudichten und Umlösungsvorgänge durch ungesättigte Lösungen auf ein sicherheitstechnisch akzeptierbares Maß zu begrenzen. Das dafür zu entwickelnde Verfüllmaterial muß definierten Anforderungen (Versatzkonzept) genügen, um die von ihm erwarteten Funktionen im Rahmen eines Verfüll- und Verschlusskonzeptes erbringen zu können.

Basierend auf orientierenden Laborversuchen wurden die möglichen Ausgangsstoffe charakterisiert, ausgetestet und vier Grundrezepturen entwickelt. Die Auswahl der Vorzugsvariante erfolgte unter Berücksichtigung der erreichten Kennwerte und der Materialkosten. Der Bohrlochverfüllmörtel wurde zur Sicherung einer hohen Qualität sowohl im Hinblick auf die Verarbeitungseigenschaften (Fließfähigkeit) als auch auf die Festkörpereigenschaften (mechanische Eigenschaften, kf-Wert) als Trockenstoffmischung konzipiert, der definierte Mengen an Anmischflüssigkeit zuzusetzen sind.

Die Vorzugsvariante mit der internen Kenn-Nr. 12.1 weist folgende Zusammensetzung auf:

*Trockenmischung:* 10 % MgO, 55 % Anhydritmehl, 30 % Siedesalz,  
5 % Schiefermehl

*Bohrlochverfüllmasse:* auf 1 kg Trockenmischung werden 338 g hochkonzentrierte MgCl<sub>2</sub>-Lösung (Q-Lösung) zugesetzt

Für die Vorzugsvariante 12.1 wurden folgende Kennwerte ermittelt:

- Einaxiale Druckfestigkeit: 21 MPa (> 15)
- E-Modul: 8.800 MPa (> 5.000 < 25.000)
- Einaxiale zentrische Zugfestigkeit: 1,89 MPa (> 1 MPa)
- Kriechverformungsbereich Auflast 4,5 MPa: 2,0 % (-)  
Auflast 11 MPa: 2,5-4,5 %
- Fließmaß - Fließrinne nach DIN 1048/1: > 550 mm/> 60 cm,  
schätzungsweise 75-79 cm  
(53 - 75 cm)

- kf-Wert:  $3,01 \times 10^{-11}$  ( $10^{-8}$  -  $10^{-12}$ ) m/s
- Wärmeentwicklung beim Abbinden: max. Abbinde-temp.  $37,0 \text{ }^\circ\text{C}^*$   
nach 16 Std. Reaktionszeit (-)
- Wärmedehnungskoeffizient:  $0,026 \text{ mm/m} \cdot \text{K}$  (-)
- Wärmeleitfähigkeit  $(n_{10,tr})$ :  $1,37 \text{ W/m} \cdot \text{K}$  (-)
- Wärmekapazität:  $801 \text{ Ws/kg} \cdot \text{K}$  (-)
- Porosität:  $19,2 \%$  (-)

- bei einer Basistemperatur von  $20 \text{ }^\circ\text{C}$

Die Forderungswerte (Klammerwerte) wurden eingehalten

Die verfestigten Bohrlochverfüllkörper sind als duktil einzustufen und binden kraftschlüssig an das Wirtsgestein an.

Die Verarbeitungszeit der Verfüllmörtel beträgt bei  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  sicher 2 h, sie weisen eine hohe Fließfähigkeit auf und sind als fluidablauffrei ausgelegt.

Die Gehalte an umweltrelevanten Bestandteilen der eingesetzten Ausgangskomponenten (Naturprodukte bzw. deren Umwandlungsprodukte) sind vergleichsweise gering. Die Elutionswerte der festen Bohrlochverfüllmasse gegen Wasser überschreiten mit Ausnahme der Leitfähigkeit, des Thallium- und Quecksilberwertes sowie des pH-Wertes die Zuordnungswerte VOb der Technischen Regeln für den Einsatz bergbaufremder Abfälle als Versatz nicht.

Der vorliegende Bericht enthält Untersuchungsergebnisse zur Qualitätssicherung der Verfüllmasse.

## Gliederung

	<u>Seite</u>
Zusammenfassung	2
1.0 Aufgabenstellung	5
2.0 Versuchsdurchführung, Versuchsergebnisse	6
2.1 Planung der orientierenden Laborversuche	6
2.1.1 Auswahl und chemisch-physikalische Bewertung der Ausgangsmaterialien	6
2.1.2 Orientierende Versuche für die Festlegung der Bindemittel und der zu gewährleistenden Lösungszusammensetzungen	6
2.1.3 Rezepturenentwicklung	7
2.1.4 Herstellung von Prüfkörpern und Ermittlung der geforderten Kennwerte der entwickelten Rezepturen	7
2.2 Ergebnisse der Vorversuche	8
2.3 Charakterisierung der Ausgangskomponenten	9
2.4 Eigenschaften der Bohrlochverfüllmörtel	11
2.4.1 Frischmörteleigenschaften	11
2.4.2 Festkörpereigenschaften	12
3.0 Auswahl der Vorzugsvariante	13
3.1 Kennwerte der Vorzugsvariante	14
4.0 Maßnahmen zur Qualitätssicherung des Bohrlochverfüllmaterials	15
Verzeichnis der Tabellen	16
Verzeichnis der Abbildungen	32
Verzeichnis der Anhänge	74

Der Bericht umfasst 96 Seiten.

## 1.0 Aufgabenstellung

Für den langzeitsicheren Abschluß des Grubengebäudes ERAM ist es erforderlich, die langfristige Standsicherheit der Grube zu gewährleisten, bestimmte Grubenbereiche gegen das restliche Grubengebäude abzudichten und gegebenenfalls Umlösungsvorgänge durch ungesättigte Lösungen auf ein sicherheitstechnisch akzeptierbares Maß zu begrenzen. Zu diesem Verfüll- und Stabilisierungskonzept gehört auch das Verfallen von Bohrungen mit unterschiedlichen Längen (bis zu 350 m), Durchmessern (40 - 120 mm), Richtungen sowie unter Berücksichtigung von verlorenem Bohrgestänge. Darüber hinaus ist die mögliche Schwankungsbreite geologischer und geometrischer Gegebenheiten zu berücksichtigen.

Das Ziel der Untersuchungen ist die Entwicklung eines Magnesiabinders mit Füllstoffen, die keine salzfreien Schadstoffe enthalten. Bei der Entwicklung des Bohrloch-Verchlussmörtels ist auf eine kraftschlüssige Anbindung an das anstehende Gestein, auf die Vermeidung von Umlösungsvorgängen an der Bohrlochwandung sowie von Überschussfluiden zu achten. Die durch das Abbinden entstehende Wärmeentwicklung soll zu keiner durchgängigen hydraulisch wirksamen Auflockerung des Materials z. B. durch Dehnung und Schrumpfung führen.

Folgende Anforderungen werden an das Verfüllmaterial gestellt:

- E-Modul:  $> 5.000 \text{ MPa} < 25.000 \text{ MPa}$
- Einaxiale Druckfestigkeit:  $> 15 \text{ MPa}$  (z. Z. keine Obergrenze)
- Einaxiale zentrische Zugfestigkeit:  $> 1 \text{ MPa}$
- Kriechverhalten: stationäre Kriechrate möglichst wie Steinsalz
- Pumpfähigkeit über längere Strecken und sehr gute Fließeigenschaften
- kf-Werte zwischen  $10^{-8}$  bis  $10^{-12} \text{ m/s}$
- Temperaturbeständigkeit  $< 80 \text{ °C}$

Nachfolgende zusätzliche Kennwerte sind zu ermitteln;

- Ermittlung der Wärmeentwicklung beim Abbinden
- Ermittlung des Wärmeausdehnungskoeffizienten  $\alpha_x$  nach  $> 56$  Tagen, Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität
- Ermittlung der Porosität

## **2.0 Versuchsdurchführung, Versuchsergebnisse**

### **2.1 Planung der orientierenden Laborversuche**

#### **2.1.1 Auswahl und chemisch-physikalische Bewertung der Ausgangsmaterialien**

Zur Darstellung der Verfüllmassen für Bohrungen wurde folgende Stoffpalette berücksichtigt:

- Lösung: Q-Lösung
- Bindemittel: 2 MgO-Typen, Halbbranntdolomit, Dolomitkalkhydrat
- Zuschlagstoffe: Anhydrit, Schiefermehl, Dolomitstäube

Nachfolgende physikalisch-chemische Kennwerte der Ausgangsmaterialien werden ermittelt:

- Chemische Zusammensetzung (Hauptkomponenten, umweltrelevante Schwermetalle)
- Reaktivität der Bindemittel nach internem Verfahren
- Korngrößenverteilung mittels Master-Sizer nach internem Verfahren
- Spezifische Oberfläche nach DIN 66131
- Dichtekennwerte
  - Reindichte mittels Ultrapyknometer 1000 T
  - Schüttdichte in Anlehnung an DIN ISO 3944
  - Stampfdichte nach DIN ISO 787

#### **2.1.2 Orientierende Versuche für die Festlegung der Bindemittel und der zu gewährleistenden Lösungszusammensetzungen**

- Ermittlung der Arbeitsbereiche für die ausgewählten Bindemittel bei Einsatz von hoch MgCl<sub>2</sub>-haltiger Lösung (Q-Lösung) als Anmischflüssigkeit
- Kombination verschiedener Bindemittel zur Optimierung der Mörtel Eigenschaften und unter Berücksichtigung wirtschaftlicher Aspekte
- Bestimmung folgender Kennwerte an jeweils 3 Proben bzw. Prüfkörpern einer Mischung
  - Bestimmung vom Abbindebeginn und Abbindeende nach VICAT in Anlehnung an DIN 1164 Teil 5
  - Temperaturverlauf während des Abbindevorgangs nach internem Verfahren
  - Fließmaß mittels Fließrinne
  - Einaxiale Druckfestigkeit in Anlehnung an DIN 18555 Teil 3
- Festlegung von 4 Basisrezepturen für die Folgeuntersuchungen

### 2.1.3 Rezepturentwicklung

- Einbau von funktionalen Zuschlagstoffen in die Basisrezepturen
- Variierung des Trockenstoff-/Lösungsverhältnisses zur Gewährleistung der Verarbeitbarkeit
- Feinabstimmung der Komponenten in Hinblick auf die Temperaturbeständigkeit und die Volumenkonstanz
- Ermittlung der verarbeitungstechnischen Kennwerte
  - Rheologische Parameter
    - Fließmaß mittels Fließrinne
    - Viskosität nach DIN 53109
  - Untersuchungen zum Abbindeverhalten und zur Wärmeentwicklung beim Abbinden
    - Bestimmung vom Abbindebeginn und Abbindeende nach VICAT in Anlehnung an DIN 1164, Teil 5
    - Ermittlung des Temperaturverlaufs während des Abbindevorgangs unter quasi adiabatischen Bedingungen nach internem Verfahren
  - Einaxiale Druckfestigkeit in Anlehnung an DIN 18555 Teil 3

Die ermittelten Kennwerte werden als Mittelwerte aus jeweils 3 Messungen bestimmt.

### 2.1.4 Herstellung von Prüfkörpern und Ermittlung der geforderten Kennwerte der entwickelten Rezepturen

- Versuchsbedingungen
  - Temperatur: 25 °C
  - Luftfeuchtigkeit: 70 %
  - Geometrie der Prüfkörper: prismatisch
  - Ermittlung der Meßwerte: als Mittelwert aus 5 Messungen
- Druckfestigkeit
  - Einaxiale Druckfestigkeit (7 und 28 d-Werte) bei einer Laststeigerungsrate von 0,5 N/s in Anlehnung an DIN 18555 Teil 3
  - E-Modul in Anlehnung an DIN 18555 Teil 4
  - Zentrische Zugfestigkeit nach 56 d in Anlehnung an DIN 18555 Teil 6
  - Kriechverhalten in 2 Stufen nach internem Verfahren:
    - a) mit einer konstanten Belastung von 11 MPa
    - b) mit einer konstanten Belastung von 30 % der einaxialen Druckfestigkeit, entspricht bei einem Vorgabewert von 15 MPa einer statischen Auflast von 4,5 MPa

kf-Werte in Anlehnung an DIN 18130 E Teil 1

- Wärmedehnungskoeffizienten  $\alpha$  nach > 56 Tagen nach internem Verfahren  
Wärmeleitfähigkeit nach DIN 52613
- und Wärmekapazität mittels DSC-Untersuchungen
- Volumen- und Temperaturbeständigkeit
  - Dehnung und Schrumpfung im Temperaturbereich von 25 - 80 °C
  - DTG-Untersuchungen im Temperaturbereich von 25 - 200 °C nach DIN 51006 und DIN 51007
- Porosität in Anlehnung an DIN 18126

## 2.2 Ergebnisse der Vorversuche

Im Ergebnis der Vorversuche (Tab. 1 und 2) zur Ermittlung der Arbeitsbereiche und der Kombinationsmöglichkeiten für die 4 ausgewählten Bindemittel sind unter Anwendung der Füllstoffe Anhydritmehl und Schiefermehl folgende Feststellungen zu treffen:

- Der Einsatz von Dolomithalbbrennt und Dolomitkalkhydrat, als zwei vergleichsweise kostengünstige Bindemittel, führt nicht zu den erforderlichen Festigkeiten.
- Unter Berücksichtigung der zu erwartenden Bohrlochverfüllmengen, des erhöhten Fertigungsaufwandes für die Trockenmischung bei Einsatz von Mehrkomponenten-Bindemitteln und möglicher zusätzlicher Fehlerquellen bei der Dosierung wird ausschließlich auf MgO-Binder orientiert.
- Aufgrund der in vergleichbaren Mischungen erreichten deutlich höheren Festigkeiten (ca. 25 - 45 %) und des vergleichsweise geringeren Anmischflüssigkeitsbedarfs wurde zugunsten des MgO-Binders F 4-200 orientiert.

Zusätzlich zum geplanten Untersuchungsprogramm wurde Siedesalz (NaCl-Korn) als gefugestabilisierendes Element in das Untersuchungskonzept aufgenommen.

Im Ergebnis der umfangreichen Untersuchungen wurden 4 Grundrezepturen mit folgender Zusammensetzung entwickelt:



**Tab. 3 - Zusammensetzung der Grundrezepturen**

<i>Rezeptur-Nr. (interne Bezeichnung)</i>	<i>Zusammensetzung [Ma-%]</i>
10.2	10 % MgO F 4-200 + 63 % Anhydritmehl + 27 % Siedesalz (NaCl) + 353 g Q-Lösung auf 1 kg Feststoffmischung
10.4	15 % MgO F 4-200 + 85 % Anhydritmehl + 470 g Q-Lösung auf 1 kg Feststoffmischung
10.5	15 % MgO F 4-200 + 80 % Anhydritmehl + 5 % Schiefermehl + 457 g Q-Lösung auf 1 kg Feststoffmischung
12.1	10 % MgO F 4-200 + 55 % Anhydritmehl + 30 % Siedesalz + 5 % Schiefermehl + 338 g Q-Lösung auf 1 kg Feststoff-1 gemisch

Von diesen 4 Grundrezepturen wurde eine umfangreiche Parameterbestimmung durchgeführt und eine unter Berücksichtigung der Kennwerte und der Materialkosten optimierte Rezeptur mit der internen Kenn-Nr. 12.1 ausgewählt und zur Prüfung der Materialforschungs- und -prüfanstalt an der Bauhausuniversität Weimar übergeben. Ausschlaggebend für die Auswahl der Rezeptur 12.1 waren bei vergleichbaren Kennwerten die vergleichsweise geringeren Bindemittelkosten und der geringe Anmischflüssigkeitsbedarf.

### 2.3 Charakterisierung der Ausgangskomponenten

Die Analysenergebnisse der Ausgangskomponenten für die entwickelten 4 Grundrezepturen sind in den Tabellen 4.1 und 4.3 zusammengefaßt.

Das Bindemittel und die Füllstoffe stellen Naturprodukte (Anhydritmehl, Schiefermehl) bzw. Umwandlungsprodukte (MgO, Siedesalz) aus Naturprodukten dar (Tab. 4.1 und 4.2).

Die verwendete, konzentrierte MgCl<sub>2</sub>-Lösung (Q-Lösung) wurde synthetisch, unter Verwendung von MgCl<sub>2</sub>-Lösung aus dem Carnallit-Solprozeß der DEUSA GmbH, Bleicherode, hergestellt (Tab. 4.3).

Die Ausgangskomponenten erfüllen in dem Bohrlochverfüllsystem folgende Aufgaben:

- Der MgO-Binder und die konzentrierte MgCl<sub>2</sub>-Lösung (Q-Lösung) repräsentieren das Bindemittelsystem.

- Das feinkörnige Siedesalz hat die gerüstbildende Funktion.
- Das Anhydritmehl dient der Ausfüllung der Zwickelräume des Stützgerüsts und verfügt über Suspensionsstabilisierende Eigenschaften.
- Das Schiefermehl dient der Suspensionsstabilisierung und wird zur Einstellung der Fließfähigkeit genutzt.

Die von den Firmen erstellten Produktdatenblätter werden als Anhänge 1.1 bis 1.4 dargestellt und durch K-UTEC Korngrößenverteilungsanalysen ergänzt. Die verfügbaren DIN-Sicherheitsdatenblätter für MgO und Schiefermehl sind als Anhänge 1.5 und 1.6 beigelegt. Auffällig sind bei den Naturprodukten verstärkt anzutreffende Gehalte an Chrom, Zink, Kupfer und im Falle des Schiefermehl auch von Blei (Tab. 4.1). Diese Schwermetallgehalte liegen im Bereich von 15 mg/kg TS bis max. 85 mg/kg TS für Schiefermehl. Das Schiefermehl verfügt vergleichsweise über das höchste Schwermetallpotential, wobei neben den o. g. Schwermetallen auch noch Nickel mit 40 mg/kg TS auffällig ist. Der geringste Schwermetallanteil ist im Siedesalz, das durch Umlösung von Steinsalz und Rekristallisation gewonnen wurde, zu verzeichnen. Mit Ausnahme von Zinn, Blei und Antimon (< 5 mg/kg TS) liegen die übrigen ermittelten Gehalte < 1 mg/kg TS.

Tabelle 4.2 enthält die Elutionsergebnisse der Ausgangskomponenten. Die Eluierbarkeit der umweltrelevanten Bestandteile ist als gering zu bewerten. Die Messwerte liegen im Bereich der Bestimmungsgrenze bzw. darunter. Die DOC-Werte widerspiegeln den Gehalt an natürlichen (fossilen) Kohlenstoff bzw. Kohlenstoffverbindungen.

Die Schwermetallgehalte der eingesetzten Feststoffe liegen überwiegend unter den Zuordnungswerten VO<sub>b</sub> (siehe Tab. 4.4) der Technischen Regeln für den Einsatz bergbaufremder Abfälle im Versatz. Die Eluierbarkeit der Schwermetalle gegen Wasser ist gering, Überschreitungen der Zuordnungswerte liegen für Chrom (Schiefermehl) und für Thallium (Siedesalz) vor. Die Gehalte an umweltrelevanten Schwermetallen in der verwendeten Q-Lösung (MgCl<sub>2</sub>-Lösung am Pkt. Q, Tab. 4.3) sind im Sinne der Auflösung eines natürlichen Evaporiten als vergleichsweise gering einzustufen. Unter Zugrundelegung der Zuordnungswerte VO<sub>b</sub> sind Überschreitungen für Cadmium, Kupfer, Nickel und Zink festzustellen. Inwieweit eine mögliche Beeinflussung der Schwermetallgehalte in der Q-Lösung durch Korrosion der Transport- und Stapelsysteme vorliegt, konnte nicht nachvollzogen werden.

## **2.4 Eigenschaften der Bohrlochverfüllmörtel**

### **2.4.1 Frischmörteleigenschaften**

Die Ergebnisse der 4 ausgewählten Bohrlochverfüllmörtel werden in Tabelle 5.1 bis 5.4 zusammenfassend dargestellt. Die Frischmörtel werden im wesentlichen durch ihr Theologisches Verhalten, durch den Erstarrungsprozess und durch die Reaktionstemperatur charakterisiert. Als weitere Parameter wurden die Suspensionsdichte und der pH-Wert im Anmischzustand bestimmt.

Im nachfolgenden Überblick werden die erzielten Mittelwerte für die einzelnen Parameter dargestellt:

**Tabelle 5.5 - Überblick über die erzielten wesentlichen Frischmörtelkennwerte (Mittelwerte)**

Parameter	Dimension	Rezeptur-Nummer			
		10.2	I 10.4	I 10.5	12.1
Suspensionsdichte	g/cm <sup>3</sup>	2,079	2,055	2,075	2,057
pH-Wert (Anmischzustand)	-	6,59	6,36	6,35	6,66
Fließmaß	mm	576	566	563	550
Erstarrungsbeginn	h, min	10,14	10,42	10,16	8,25
Erstarrungsende	h, min	14,54	15,23	13,20	9,38
max. Reaktionstemperatur bei einer Reaktionszeit von	°C/ h	32,5/ 18,5	35,5/ 17,5	36,5/ 17,5	37,0/ 16,0

Die pH-Werte nach Hydratisierung des MgO im Verfüllmörtel liegen im Bereich von 7,1 - 7,4.

Der Erstarrungsverlauf und die maximale Reaktionstemperatur sind in den Abbildungen 1.1 bis 1.4 bzw. 1.5 bis 1.8 dargestellt. Die maximalen Reaktionstemperaturen mit 32,5-37,0 °C\* unter quasi adiabatischen Bedingungen sind für Sorelssysteme als vergleichsweise gering einzustufen. Unter streng adiabatischen Bedingungen (Verwendung von Dewargefäßen - unter den konkreten Bedingungen aufgrund der Aushärtung und Zerstörung des Gefäßes nicht einsetzbar) ist von einer um 0,5 bis 1 K höheren maximalen Reaktionstemperatur auszugehen.

Als wesentliche rheologische Kenngröße ist das Fließmaß (Fließrinne) anzusprechen. Alle Mischungen wurden prinzipiell auf ein Fließmaß > 550 mm eingestellt. Diese Kenngröße garantiert nach den vorliegenden Erfahrungen die Verpumpbarkeit der Bohrlochverfüllmörtel in der vorgesehenen Verarbeitungszeit und über die geforderten Strecken (Tab.5.5). Das Fließmaß von 550 mm entspricht einem Ausbreitmaß nach DIN 1048/1 von > 60 cm (Schätzwert ca. 75 - 79 cm). Die Verarbeitbarkeit der Bohrlochverfüllmörtel wurde anhand der vorliegenden Viskositätsmessungen (Abb. 2.1.1 bis 2.4.4) abgeleitet. Eine Verarbeitung der Mörtel ist bei einer Temperatur von 25 °C über einen Zeitraum von 2 Stunden nach dem Anmischen möglich. Höhere Verarbeitungstemperaturen führen zwangsläufig zur Verkürzung der Verarbeitungszeit, bei Temperaturen oberhalb 45 °C kann erfahrungsgemäß die Abbindereaktion bereits spontan einsetzen.

bezogen auf eine Basistemperatur von 20 °C

## 2.4.2 Festkörpereigenschaften

Die wesentlichsten Prüfergebnisse zur Charakterisierung der festen Bohrlochverfüllmörtel sind in Tabelle 5.1 bis 5.5 dargestellt.

Die erzielten Ergebnisse sollen anhand der Mittelwerte diskutiert werden:

**Tabelle 5.6 - Kennwerte der Festkörper**

Parameter	Dimension	Rezeptur-Nummer			
		10.2	10.4	10.5	12.1
Rohdichte	g/cm <sup>3</sup>	2,085	2,055	2,075	2,057
einaxiale Druckfestigkeit nach	3 d	20,2	22,0	22,6	17,2
	7d	22,5	24,1	23,6	18,3
	28d	27,2	30,5	30,2	20,0
Zentrische Zugfestigkeit(56d-Wert)	MPa	1,67	1,51	1,74	1,89
Fluiddurchlässigkeitsbeiwert (Prüfmedium Q-Lösung)	m/s	3,85 E-11	3,37 E-11	3,01 E-11	3,87 E-11
Porosität	%	16,35	19,73	19,19	15,69

Die erzielten Rohdichten der Bohrlochverfüllmörtel entsprechen mit 2,055 - 2,085 g/cm<sup>3</sup> nahezu der Dichte des Steinsalzes.

Neben dem Schwerpunkt der Suspensionsstabilität wurde die Mörtelentwicklung auf das sichere Erreichen der geforderten einaxialen Druckfestigkeit von > 15 MPa (Nennfestigkeit) ausgerichtet, orientiert wurde auf Festigkeiten um 20 MPa (Serienfestigkeit). Die vorgestellten Systeme erfüllen diese Anforderung. Der Vorgabewert für die zentrische Zugfestigkeit (> 1 MPa) wird von den vorgestellten Verfüllsystemen erreicht.

Die kf-Werte liegen mit rund  $4 \cdot 10^{-11}$  m/s im Vorzugsbereich (Vorgabewert  $10^{-8} - 10^{-12}$  m/s). Die Temperaturbeständigkeit bis < 80 °C der Verfüllsysteme wurde sowohl als thermische Beständigkeit der Sorelbinding durch Differentialthermogravimetrische Untersuchungen (DTG) als auch durch Nachweis des Dehnungs-/Schrumpfungsverhaltens belegt.

Der aufgetretene Masseverlust bei 80 °C (entsprechend der DTG-Untersuchungen, Abb. 3.1.1 bis 3.4.3) beträgt zwischen  $3,87 \pm 0,20$  und  $4,33 \pm 0,43$  %.

Dieser Masseverlust ist zurückzuführen auf die Abgabe von überschüssigem Wasser aus der nur physikalisch gebundenen Restlösungsphase, was auch ein Vergleich der DTG-Untersuchung von Q-Lösung zeigt (Abb. 3.5).

Um die Auswirkungen des Temperatureinflusses auf die Volumenbeständigkeit der Mörtelsysteme zu untersuchen, wurden prismatische Prüfkörper zwischen 42 und 62 Tagen bei 80 °C gelagert und an markierten Stellen die Maßhaltigkeit geprüft.

Im Ergebnis der Untersuchungen (Tab. 6) sind folgende Feststellungen zu treffen:

- Die Lagerung der Prüfkörper bei 80 °C führt in Abhängigkeit von der Zeit bei allen 4 untersuchten Rezepturen zu einer Volumendehnung, die gleichmäßig in allen 3 Richtungen verläuft.
- Die Volumendehnung bleibt im wesentlichen auch nach der Abkühlung erhalten. Die geringste nach der Abkühlung verbleibende Volumendehnung weist die Rezeptur 12.1 mit 1,44% auf.
- Die nach der Temperaturbehandlung erzielten Druckfestigkeiten wurden gegenüber dem Ausgangswert mehr als verdoppelt, mit Ausnahme der Rezeptur 10.5, die Rißbildungen aufwies.

### 3.0 Auswahl der Vorzugsvariante

Die vier vorgestellten Rezepturen erfüllen vom Grundsatz her die geforderten Kennwerte, sowohl die Frischmörteleigenschaften als auch die Festkörpereigenschaften sind in Größenordnungen vergleichbar.

Die Entscheidung für eine der Rezepturen war daher zunächst unter Berücksichtigung der zu erwartenden Materialkosten zu treffen. Den Hauptkostenfaktor stellt der MgO-Binder dar (Kosten für gesackte Ware etwa 640 DM/t), so dass die Rezepturen 10.4 und 10.5 mit Bindemittelgehalten von 15 % gegenüber den Rezepturen 10.2 und 12.1 mit Bindemittelgehalten von 10 % in der Trockenmischung nicht zum Tragen kommen. Die Rezepturen 10.2 und 12.1 sind als nahezu gleichwertig einzustufen.

Die Entscheidung für die Rezeptur 12.1 als Vorzugsvariante wurde unter den Aspekten getroffen, dass die Festkörper nach dieser Rezeptur die vergleichsweise größte Volumenkonstanz (auch bei erhöhten Temperaturen) und den geringsten Anmischflüssigkeitsbedarf aufweisen.

Die Vorzugsvariante 12.1 weist folgende Zusammensetzung auf:

Trockenmischung: 10 % MgO, 55 % Anhydritmehl, 30 % Siedesalz, 5 % Schiefermehl,  
auf 1 kg Trockenmischung werden 338 g Q-Lösung zugesetzt.

### 3.1 Kennwerte der Vorzugsvariante

Die Rezeptur 12.1 erfüllt alle gestellten Anforderungen an das Verfüllmaterial für Bohrlochverfüllungen. Die Kennwerte, einschließlich der zertifizierten Prüfergebnisse der MFPA Weimar, wurden in Tab. 7 zusammengestellt. Der Prüfbericht Nr. B 21/872-99 der MFPA Weimar wird als Anhang 2 beigefügt.

Die einaxiale Druckfestigkeit wurde mit 21 MPa (K-UTEC-Prüfergebnis 20 MPa) bestätigt, der dazu bestimmte E-Modul beträgt 8.800 MPa.

Die Wärmeleitfähigkeit  $h_{10, tr}$  wurde mit 1,37 W/(m • K) bestimmt, die spezifische Wärmekapazität des Bohrlochverfüllmaterials beträgt 801 Ws/kg • K.

Die Untersuchungen zur Bestimmung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten weisen Unterschiede in der Linearität über den Messbereich auf. Im Bereich von -10 °C bis 40 °C konnte eine strenge Linearität nachgewiesen werden, im Bereich > 40 °C traten diffusionsbedingte Rekristallisationserscheinungen des nur physikalisch gebundenen Anmischflüssigkeitsanteils auf, die die Linearität der Dehnung der Prüfkörper beeinflussten.

Bei der Bewertung dieses Ergebnisses ist jedoch davon auszugehen, daß die Temperaturen im Bereich der Bohrlochverfüllmaßnahmen unter 40 °C liegen und ein mittlerer Längenausdehnungskoeffizient  $\alpha_t = 25,1 \cdot 10^{-3}$  mm/m im Temperaturbereich von 20 bis 70 °C die Verhältnisse ausreichend widerspiegelt.

Zusätzlich zu den bereits unter Pkt. 3.3.1 und 3.3.2 dargestellten Ergebnissen wurden an zylindrischen Prüfkörpern (100 mm  $\varnothing$ , 200 mm Höhe) das Kriechverhalten unter einer statischen Auflast von 4,5 MPa und 11 MPa aufgenommen (Abb. 1). Der Kriechverformungsbereich beträgt bei einer Auflast von 4,5 MPa 2,0 %, bei einer Auflast von 11 MPa 2,5 - 4,5 %.

Das Elutionsverhalten des Festkörpers nach Rezeptur 12.1 wurde sowohl gegen Wasser als auch gegen Q-Lösung untersucht und den Zuordnungswerten VOb gegenübergestellt, die Ergebnisse enthält Tab. 8.

Die Festkörper wurden entsprechend DIN 38414 Teil 4 für den Elutionstest auf eine Einsatzkorngröße von < 10 mm zerkleinert. Dieser Test widerspiegelt nicht die realen Verhältnisse des eingebauten Verfüllsystems in einem Abbauhohlraum.

Im Ergebnis der Elutionsversuche sind folgende Feststellungen zu treffen:

- Die Zuordnungswerte VOb werden bei der Elution der Bohrlochverfüllmasse gegen Wasser mit Ausnahme des pH-Wertes, der Leitfähigkeit, des Quecksilber- und Thalliumwertes eingehalten. Der pH-Wert ist in den alkalischen Bereich verschoben, ein Indiz für die Freisetzung von  $Mg(OH)_2$  durch die beginnende Auflösung der Sorelbindung. Die beginnende Auflösung der Mineralsalzphasen des Festkörpers (NaCl,  $MgCl_2$ ) im Wasser widerspiegelt sich im vergleichsweise hohen elektrischen Leitwert des Eluats.
- Die Elution der Bohrlochverfüllmasse gegen Q-Lösung weist eine Überschreitung des Zinkwertes nach VOb aus.  
Die elektrische Leitfähigkeit entspricht der eines hoch elektrolythaltigen Systems.

#### 4.0 Maßnahmen zur Qualitätssicherung des Bohrlochverfüllmaterials

Bei der Konzipierung des Bohrlochverfüllmaterials auf Basis eines MgO-Bindersystems wurde - analog wie bei der Betonprojektierung - der Festigkeitsansatz in diesem Bereich um 5 MPa höher angesetzt, um den Forderungswert der einaxialen Druckfestigkeit von 15 MPa sicher einhalten zu können. Bei Standardabweichungen der einaxialen Festigkeit von  $< 1$  MPa (bezogen auf den Mittelwert von  $a_D = 20$  MPa) würde selbst bei Wägungengenauigkeiten der Trockenkomponenten von 5 % der Forderungswert der einaxialen Druckfestigkeit eingehalten.

Zu einer dauerhaften Sicherung der Kennwerte - aber auch der Theologischen Eigenschaften - wird empfohlen, den Mörtel als Fertigmischung mit den Komponenten Trockenmischung und Anmischflüssigkeit darzustellen.

Im Idealfall einer vorgefertigten Trockenmischung mit der entsprechend abgefüllten Anmischflüssigkeitsmenge könnten - bei entsprechendem Qualitätsstandard des Herstellers - mögliche Fehlerquellen nahezu vollständig ausgeschaltet werden. Die Eingangsproduktkontrolle für die Mischungskomponenten liegt im Verantwortungsbereich des Trockenmischungsherstellers.

Bei Anwendung vorgefertigter Mischungen und einer Anmischflüssigkeitsdosierung vor Ort sind Dosierfehler möglich, die im Falle einer Unterdosierung an Anmischflüssigkeit ( $> 10$  % der vorgeschriebenen Anmischflüssigkeitsmenge) zu nicht mehr verpumpbaren Massen führt. In Tab. 9 werden die Auswirkungen von Unter- und Überdosierung der Anmischflüssigkeit dargestellt.

Eine Unterdosierung der Anmischflüssigkeit von 5 % führt zur Verkürzung der Verarbeitbarkeit auf  $< 1$  h und zu erheblichen Druckfestigkeitsverlusten (7 d-Wert).

Überdosierungen an Anmischflüssigkeit von 5 und 10 % beeinflussen das System nicht bzw. nur unwesentlich (geringe Fluidabscheidung bei 10 % Überdosierung) und sind tolerabel.

## Tabellenverzeichnis

### Tabelle:

- 1 Ermittlung des Arbeitsbereiches der Bindemittel unter Anwendung von Anhydritmehl
- 2 Ermittlung des Arbeitsbereiches der Bindemittel unter Anwendung von Schiefermehl
- 4.1 Chemisch- physikalische Kennwerte der Ausgangsmaterialien
- 4.2 Elutionsverhalten der Ausgangsmaterialien
- 4.3 Lösungsanalyse (2 Seiten)
- 4.4 Vergleich der Schwermetallgehalte der Einsatzstoffe mit den Zuordnungswerten VO<sub>b</sub> der Technischen Regeln
- 5.1 Prüfergebnisse Rezeptur 10.2
- 5.2 Prüfergebnisse Rezeptur 10.4
- 5.3 Prüfergebnisse Rezeptur 10.5
- 5.4 Prüfergebnisse Rezeptur 12.1
- 6 Volumendehnung der untersuchten Festkörper im Temperaturbereich von 25 bis 80°C in Abhängigkeit von der Zeit
- 7 Prüfergebnisse - Rezeptur 12.1
- 8 Vergleich der Eluate umweltrelevanter Parameter der Bohrlochverfüllmasse nach Rezeptur 12.1 mit den Zuordnungswerten VO<sub>b</sub> der Technischen Regeln für den Einsatz bergbaufremder Abfälle als Versatz
- 9 Variation des Trockenstoff/ Lösungsverhältnisses - Versuche zur Qualitätssicherung



Tabelle 1: Ermittlung des Arbeitsbereich der Bindemittel unter Anwendung von Anhydritmehl

Versuch	MgO F4-200, Lehmann & Voss	MgO 90/120 mesh, Posselt Erzkonzentrat GmbH	Dolomitalbbrannt < 0,5 mm, Werk HH	Dolomitalkhydrat, Werk P	Anhydritmehl, Wildgruber Baustoffwerke	Anmischflüssigkeitsbedarf * [g QL/kg FS]	pH-Wert	Fließrinnenmaß	3 d Rohdichte	3 d Biegezug	3 d einaxiale DF	28 d Biegezug	28 d einaxiale DF	Bemerkungen
	283A	248B	036C	030C	217B			mm	g/cm <sup>3</sup>	MPa	MPa	MPa	MPa	
	%	%	%	%	%									
<b>System: MgO F4-200 / Anhydritmehl</b>														
1.1	10				90	450			2,104		10,39			nicht suspensionsstabil
1.1.1	10				90	425	6,46/22,6°C	500	2,128	4,92	14,47	5,77	20,30	nicht suspensionsstabil
1.2	15				85	483			2,246		22,70			nicht suspensionsstabil
1.2.1	15				85	473	6,59/23,2°C	520	2,103	8,40	23,55	5,37	31,85	nicht suspensionsstabil
1.3	20				80	520			2,067		27,10			nicht suspensionsstabil
1.3.1	20				80	500	6,59/23,0°C	540	2,048	7,12	31,35	12,79	44,20	nicht suspensionsstabil
1.4	25				75	550			2,052		38,40			nicht suspensionsstabil
1.4.1	25				75	529	6,62/22,4°C	560	2,010	10,32	35,75	13,00	56,30	nicht suspensionsstabil
1.5	30				70	583			1,996		38,30			nicht suspensionsstabil
1.5.1	30				70	531	6,71/22,6°C	520	2,007	10,94	49,90	15,15	71,30	nicht suspensionsstabil
<b>System: MgO 90/120 mesh / Anhydritmehl</b>														
5.1		10			90	487	6,68/23,8°C		2,095	3,35	7,70			suspensionsstabil
5.2		15			85	510	6,58/22,8°C		2,097	5,06	13,47			suspensionsstabil
5.3		20			80	531	6,62/22,8°C		2,062	6,28	19,50			suspensionsstabil
5.4		25			75	558	6,59/23,2°C		2,032	6,94	23,60			suspensionsstabil
5.5		30			70	591	6,90/23,5°C		2,015	6,56	26,80			suspensionsstabil
<b>System: Dolomitalbbrannt / Anhydritmehl</b>														
3.1			10		90	393			2,260	0	0			nicht suspensionsstabil
3.1.1			10		90	366	6,46/22,6 °C	500	2,177	0,75	0,00	0,82	0	nicht suspensionsstabil
3.2			15		85	373			2,336		2,64			nicht suspensionsstabil
3.2.1			15		85	368	6,59/23,2 °C	510	2,174	1,32	2,57	1,67	3,21	nicht suspensionsstabil
3.3			20		80	367			2,234		4,57			nicht suspensionsstabil
3.3.1			20		80	365	6,59/23 °C	530	2,162	2,07	4,68	2,21	5,45	nicht suspensionsstabil
3.4			25		75	360			2,250		7,76			nicht suspensionsstabil
3.4.1			25		75	359	6,62/22,4 °C	530	2,156	3,00	8,10	3,03	9,44	nicht suspensionsstabil
3.5			30		70	367			2,226		11,02			nicht suspensionsstabil
3.5.1			30		70	356	6,71/22,6 °C	540	2,136	3,94	11,31	3,90	13,09	nicht suspensionsstabil
<b>System: Dolomitalkhydrat / Anhydritmehl</b>														
5.6				10	90	563	7,08/28,2°C		1,969	1,10	0,78			klumpig, < 30 min verpumpbar, thixotrop, nicht stabil
5.7				15	85	794	7,33/26,6°C		1,829	1,48	1,94			klumpig, < 30 min verpumpbar, thixotrop, nicht stabil
5.8				20	80	1032	6,79/26,2°C		1,737	1,46	1,94			klumpig, < 30 min verpumpbar, thixotrop, nicht stabil
5.9				25	75	1349	6,99/26,6°C		1,672	1,11	0			klumpig, < 30 min verpumpbar, thixotrop, nicht stabil
5.10				30	70	1247	6,86/28,2°C		1,657	2,02	2,55			klumpig, < 30 min verpumpbar, thixotrop

\* Dichte der Q-Lösung 1,288 g/cm<sup>3</sup>

Tabelle 2: Ermittlung des Arbeitsbereich der Bindemittel unter Anwendung von Schiefermehl

Versuch	MgO F4-200, Lehmann & Voss	MgO 90/120 mesh, Possehl Erzkontor GmbH	Dolomitalbbrannt <0,5 mm, Werk HH	Dolomitkalkhydrat, Werk P	Schiefermehl EF trocken, Unterloquit	Anmischflüssigkeitsbedarf * [g QL/kg FS]	pH-Wert	3 d Rohdichte	3 d Biegezug	3 d einaxiale DF	Bemerkungen
	283A	248B	036C	030C	053C						
	%	%	%	%	%			g/cm <sup>3</sup>	MPa	MPa	
<b>System: MgO F4-200/Schiefermehl</b>											
6.1	10				90	634	6,37/22,8°C	1,891	3,29	6,96	suspensionsstabil, thixotrop
6.2	20				80	748	6,39/23,2°C	1,872	5,53	16,19	suspensionsstabil, thixotrop
6.3	30				70	847	6,87/22,5°C	1,838	7,45	25,10	suspensionsstabil, thixotrop
<b>System: MgO Bischofferode/Schiefermehl</b>											
8.1		10			90	674	6,19/22,1°C	1,868	2,29	4,08	suspensionsstabil
8.2		20			80	716	6,90/22,7°C	1,852	3,74	10,40	suspensionsstabil
8.3		30			70	753	6,58/22,6°C	1,842	6,37	17,48	suspensionsstabil
<b>System: Dolomitalbbrannt/ Schiefermehl</b>											
15.18			40		60	496	6,80/23,5°C				
15.19			30		70	492	6,95/24,7°C				
15.20			20		80	512	6,83/23,8°C				
<b>System: Dolomitkalkhydrat/ Schiefermehl</b>											
7.1				10	90	861	7,35/26,5°C	1,781	1,08	0	suspensionsstabil
7.2				20	80	995	7,59/24,3°C	1,711	1,79	2,00	suspensionsstabil
7.3				30	70	1199	7,57/27,5°C	1,668	2,14	2,83	suspensionsstabil

\* Dichte der Q-Lösung 1,288 g/cm<sup>3</sup>

Tabelle 4.1: Chemisch-physikalische Kennwerte der Ausgangsmaterialien

Parameter	Dimension	MgO F4-200, Lehmann & Voss	Anhydritmehl, Wildgruber Baustoffwerke	Siedesalz 0,4/0,13, Bernburg	Schiefermehl, Vereinigte Thüringer Schiefergruben, Unterloquitz
		283A	217B	066C	053C
Schüttdichte	g/ml	0,73	1,23	1,22	0,96
Stampfdichte	g/ml	1,10	1,80	1,34	1,41
Reindichte	g/cm <sup>3</sup>	3,265	2,926	2,172	2,706
d <sub>50</sub> - Wert	µm	15,16	19,42	380,63	18,78
BET spez. Oberfläche	m <sup>2</sup> /g	16,6033	1,2091	0,864	3,3628
Aktivität	s	152			
Trockenverlust 105 °C	%	0,02	0,48	0,15	0,29
Glühverlust 550 °C	% TS	1,95			1,57
Calcium	% TS	1,25	22,29	0,002	3,25
Aluminium	% TS	0,01	0,01		2,3
Eisen gesamt	% TS	0,17	0,01		3,07
Kalium	% TS	< 0,01	< 0,01		0,16
Magnesium	% TS	58,51	< 0,01	0,001	1,22
Natrium	% TS	< 0,01	0,05	39,31	0,11
SiO <sub>2</sub>	% TS	0,93	2,56		55,99
HCl-Unl.	% TS				22,79
Chlorid	% TS	0,01	0,04	60,63	<0,01
Sulfat	% TS	0,18	51,8	0,04	2,12
Carbonat	% TS		0,35		0,15
Chrom	mg/kg TS	15	29	<1	84
Zink	mg/kg TS	15	7	<1	85
Zinn	mg/kg TS	<5	<5	<5	<5
Beryllium	mg/kg TS	0,1	0,1	<0,10	2,6
Cadmium	mg/kg TS	<1	<1	<1	<1
Chromtrioxid	mg/kg TS	<1	<1	<1	3,71
Nickel	mg/kg TS	3	2	1	40
Cobald	mg/kg TS	<1	<1	<1	11
Arsen	mg/kg TS	<1	<0,1	<0,1	15
Antimon	mg/kg TS	5	11	<5	<5
Quecksilber	mg/kg TS	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Thallium	mg/kg TS	0,7	<0,5	<0,5	<0,5
Blei	mg/kg TS	6	<5	<5	25
Kupfer	mg/kg TS	25	<1	<1	48

Tabelle 4.2: Elutionsverhalten der Ausgangsmaterialien

Parameter	Dimension	MgO F4-200, Lehmann & Voss	Anhydritmehl, Wildgruber Baustoffwerke	Siedesalz 0,4/0,13, Bernburg	Schiefermehl, Vereinigte Thüringer Schiefergruben Untertoquitz
		283A	217B	066C	053C
pH-Wert		10,6	7,01	6,84	12,1
Leitfähigkeit	µS/cm	309	2520	128300	5490
Cyanide, gesamt	mg/l	<0,01	<0,01	0,29	<0,01
Cyanide, leicht freisetzbar	mg/l	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
DOC	mg/l	15,3	8,5	9,8	20,3
Fluorid	mg/l	<0,2	<0,2	<0,2	1,5
Chrom	mg/l	<0,01	<0,01	<0,01	0,22
Nitrat	mg/l	<0,10	<0,10	0,11	0,22
Nitrit	mg/l	0,02	<0,01	0,03	0,03
Zink	mg/l	0,043	0,016	<0,005	0,021
Zinn	mg/l	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Beryllium	mg/l	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002
Cadmium	mg/l	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Cr-VI (CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	mg/l	<0,10	<0,10	<0,10	0,48
Cobalt	mg/l	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Nickel	mg/l	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
Arsen	mg/l	0,0012	0,0013	0,0011	0,002
Antimon	mg/l	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1
Quecksilber	mg/l	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001
Thallium	mg/l	0,013	<0,001	0,009	<0,001
Blei	mg/l	0,01	0,02	<0,01	<0,01
Kupfer	mg/l	0,02	0,02	0,01	0,01

TAB 4.3: Seite 1 von 2 Seite(n)  
lab. 4.3: Lösungsanalyse

## Umweltlabor

Duplikat

Kali-Umwelttechnik Sondershausen GmbH  
Am Petersenschacht 7 (Postfach  
99706 (99701) Sondershausen

10)

Tel.: (0 36 32) 61 01 52  
Fax.: (0 36 32) 61 01 05

### Prüfbericht-Nr: 99-0175

Auftrag: Lösungsuntersuchung  
Auftraggeber: K-UTEK, Abt. EVT, Herr Dipl.-Ing.  
Krauke

Probeneingang: 05.02.1999  
Probennahme: Auftraggeber  
Probenanzahl: 1  
Prüfzeitraum: 05.02.99 bis 10.02.99

Proben-Nr. Probenbezeichnung  
99-0175/01 Q-Lauge  $D = 1,288 \text{ g/cm}^3$

Prüfbericht-Nr.: 99-0175  
Auftrag: Lösungsuntersuchung

Seite 2 von 2 Seite(n)

**Salzlösung**

Parameter	Verfahren	Dim	BG	G-Lauge D=1,288 g/cm <sup>3</sup> 99-0175/01
Dichte	DEV-C 9*	g/cm <sup>3</sup>		1,288
CaSO <sub>4</sub>	Verfahren**	g/l	0,01	0,27
MgSO <sub>4</sub>	Verfahren**	g/l	0,01	19,00
MgCl <sub>2</sub>	Verfahren**	g/l	0,01	320,36
KCl	Verfahren**	g/l	0,01	25,28
NaCl	Verfahren**	g/l	0,01	24,06

Sondershausen, den 05.07.1999

  
Dipl.-Chem. Trapp  
Laborleiter

Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Proben. Auszugsweise Veröffentlichung dieses Prüfberichtes nur mit schriftlicher Genehmigung von K-UTEC. Falls nicht anders vereinbart werden die Proben drei Monate aufbewahrt.

\* nicht akkreditierter Parameter

\*\* EN ISO 11885; DIN 38405-D1-2; DIN 38405-D5-2; DIN 38406-E5; DIN EN 1484-H3

< BG = Meßergebnis ist unterhalb Bestimmungsgrenze

Tabelle 4.4: Vergleich der Schwermetallgehalte der Einsatzstoffe mit den Zuordnungswerten VO<sub>6</sub> der Technischen Regeln für den Einsatz bergbaufremder Abfälle als Versatz

• Feststoffwerte

Parameter	Dimension	Zuordnungswert VO <sub>6</sub>	MgO F4-200	Schiefermehl	Anhydritmehl	Siedesalz
Arsen	mg/kg	30	< 1	15	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>
Blei	mg/kg	200	6	25	< 5 <sup>+</sup>	< 5 <sup>+</sup>
Cadmium	mg/kg	1	< 1 <sup>+</sup>	< 1 <sup>+</sup>	< 1 <sup>+</sup>	< 1 <sup>+</sup>
Chrom (ges.)	mg/kg	100	15	84	29	< 1 <sup>+</sup>
Kupfer	mg/kg	100	25	48	< 1	< 1 <sup>+</sup>
Nickel	mg/kg	100	3	40	2	1
Quecksilber	mg/kg	1	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>
Thallium	mg/kg	1	0,7	< 0,5 <sup>+</sup>	< 0,5 <sup>+</sup>	< 0,5 <sup>+</sup>
Zink	mg/kg	300	15	85	7	< 1 <sup>+</sup>
Cyanide (ges.)	mg/kg	10	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>

• Eluatwerte gegen Wasser

Arsen	mg/l	10	1,2	2,0	1,3	1,1
Blei	mg/l	40	11	< 10 <sup>+</sup>	15	< 10 <sup>+</sup>
Cadmium	mg/l	2	< 10 <sup>+</sup>	< 10 <sup>+</sup>	< 10 <sup>+</sup>	< 10 <sup>+</sup>
Chrom (ges.)	mg/l	30	< 8	220	< 10 <sup>+</sup>	< 10 <sup>+</sup>
Kupfer	mg/l	50	17	13	17	10
Nickel	mg/l	50	< 20 <sup>+</sup>	< 20 <sup>+</sup>	< 20 <sup>+</sup>	< 20 <sup>+</sup>
Quecksilber	mg/l	0,2	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>	< 0,1 <sup>+</sup>
Thallium	mg/l	1	13	< 1 <sup>+</sup>	< 1	9
Zink	mg/l	100	43	21	16	< 5 <sup>+</sup>

+ Die Messwerte liegen unter der Bestimmungsgrenze (<-Wert) des angewandten Meßverfahrens

Tabelle 5.1: Prüfergebnisse Rezeptur 10.2

Zusammensetzung der Rezeptur 10.2: 10 % MgO F4-200 + 63 % Anhydritmehl + 27 % Siedesalz  
+ 353 g Q-Lauge / kg Feststoff.

Parameter	Dimension	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5	Ergebnis
Fließmaß (Fließrinne)	mm	570	580	570	580	580	576 ± 5
pH-Wert	-	6,58	6,74	6,59	6,50	6,53	6,59 ± 0,09
Suspensionsdichte	g/cm <sup>3</sup>	2,078	2,087	2,080	2,075	2,076	2,079 ± 0,005
Rohdichte nach 3 Tagen	g/cm <sup>3</sup>	2,090	2,049	2,109	2,097	2,081	2,085 ± 0,023
einaxiale DF nach 3 Tagen	MPa	20,5	20,5	20,2	19,3	20,7	20,2 ± 0,6
einaxiale DF nach 7 Tagen	MPa	22,0	22,6	23,3	21,4	23,3	22,5 ± 0,8
einaxiale DF nach 28 Tagen	MPa	29,3	27,1	27,8	23,2	28,7	27,2 ± 2,4
Biegezugfestigkeit nach 3 Tagen	MPa	6,66	7,06	6,64	4,74	6,93	6,41 ± 0,95
Biegezugfestigkeit nach 7 Tagen	MPa	5,18	4,38	4,29	4,70	4,78	4,67 ± 0,35
Biegezugfestigkeit nach 28 Tagen	MPa	7,69	8,24	7,86	5,19	5,98	6,99 ± 1,33
zentrische Zugfestigkeit nach 56 Tagen	N/mm <sup>2</sup>	1,53	1,59	1,90	-	-	1,67 ± 0,20
Fluiddurchlässigkeitsbeiwert (Medium Q-Lauge)	m/s	4,2E-11	3,84E-11	3,52E-11	-	-	3,85E-11 ± 0,34E-11
Feuchte	%	10,43	10,29	10,10	-	-	10,27 ± 0,166
Reindichte	g/cm <sup>3</sup>	2,454	2,447	2,445	-	-	2,45 ± 0,005
spezifisches Porenvolumen	cm <sup>3</sup> /g	0,084	0,077	0,077	-	-	0,079 ± 0,004
Porosität	%	17,25	15,87	15,93	-	-	16,35 ± 0,780



Tabelle 5.2: Prüfergebnisse Rezeptur 10.4

Zusammensetzung der Rezeptur 10.4: 15 % MgO F4-200 + 85 % Anhydritmehl  
+ 470 g Q-Lauge / kg Feststoff.

Parameter	Dimension	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5	Ergebnis
Fließmaß (Fließrinne)	mm	560	560	560	580	570	566 ± 9
pH-Wert	-	6,26	6,64	6,30	6,28	6,30	6,36 ± 0,16
Suspensionsdichte	g/cm <sup>3</sup>	2,054	2,057	2,056	2,053	2,055	2,055 ± 0,002
Rohdichte nach 3 Tagen	g/cm <sup>3</sup>	2,054	2,037	2,073	2,078	2,094	2,067 ± 0,022
einaxiale DF nach 3 Tagen	MPa	23,0	21,5	23,4	22,0	20,0	22,0 ± 1,3
einaxiale DF nach 7 Tagen	MPa	23,4	23,8	24,2	25,3	23,8	24,1 ± 0,7
einaxiale DF nach 28 Tagen	MPa	32,7	26,3	32,1	26,6	34,8	30,5 ± 3,8
Biegezugfestigkeit nach 3 Tagen	MPa	7,49	6,70	7,42	6,47	6,40	6,90 ± 0,52
Biegezugfestigkeit nach 7 Tagen	MPa	3,93	4,38	4,20	4,20	4,10	4,16 ± 0,16
Biegezugfestigkeit nach 28 Tagen	MPa	7,61	8,29	6,94	4,08	5,44	6,47 ± 1,70
zentrische Zugfestigkeit nach 56 Tagen	N/mm <sup>2</sup>	1,78	1,53	1,23	-	-	1,51 ± 0,28
Fluiddurchlässigkeitsbeiwert (Medium Q-Lauge)	m/s	3,25E-11	3,32E-11	3,55E-11	-	-	3,37E-11 ± 0,16E-11
Feuchte	%	12,90	12,90	13,30	-	-	13,03 ± 0,231
Reindichte	g/cm <sup>3</sup>	2,569	2,550	2,557	-	-	2,56 ± 0,010
spezifisches Porenvolumen	cm <sup>3</sup> /g	0,094	0,098	0,095	-	-	0,096 ± 0,002
Porosität	%	19,51	19,99	19,70	-	-	19,73 ± 0,242

Tabelle 5.3: Prüfergebnisse Rezeptur 10.5

Zusammensetzung der Rezeptur 10.5: 15 % MgO F4-200 + 80 % Anhydritmehl + 5 % Schiefermehl  
+ 457 g Q-Lauge / kg Feststoff.

Parameter	Dimension	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5	Ergebnis
Fließmaß (Fließrinne)	mm	560	550	550	580	575	563 ± 14
pH-Wert	-	6,23	6,46	6,27	6,38	6,42	6,35 ± 0,10
Suspensionsdichte	g/cm <sup>3</sup>	2,083	2,087	2,084	2,061	2,059	2,075 ± 0,014
Rohdichte nach 3 Tagen	g/cm <sup>3</sup>	2,081	2,078	2,077	2,079	2,098	2,083 ± 0,009
einaxiale DF nach 3 Tagen	MPa	24,7	24,6	20,6	22,7	20,4	22,6 ± 2,1
einaxiale DF nach 7 Tagen	MPa	27,6	25,9	22,7	21,2	20,8	23,6 ± 3,0
einaxiale DF nach 28 Tagen	MPa	30,6	27,4	30,4	27,5	35,15	30,2 ± 3,2
Biegezugfestigkeit nach 3 Tagen	MPa	7,50	7,81	7,92	7,04	7,23	7,50 ± 0,37
Biegezugfestigkeit nach 7 Tagen	MPa	6,94	3,61	4,36	4,55	3,53	4,60 ± 1,38
Biegezugfestigkeit nach 28 Tagen	MPa	4,94	5,32	5,13	5,55	6,19	5,43 ± 0,48
E-Modul nach 28 Tagen	N/mm <sup>2</sup>	14700	14100	14500	15000	13300	14320 ± 657
zentrische Zugfestigkeit nach 56 Tagen	N/mm <sup>2</sup>	1,93	1,53	1,75	-	-	1,74 ± 0,20
Fluiddurchlässigkeitsbeiwert (Medium Q-Lauge)	m/s	2,11E-11	3,57E-11	3,35E-11	-	-	3,01E-11 ± 0,79E-11
Feuchte	%	12,70	12,70	12,90	-	-	12,77 ± 0,115
Reindichte	g/cm <sup>3</sup>	2,544	2,572	2,537	-	-	2,55 ± 0,019
spezifisches Porenvolumen	cm <sup>3</sup> /g	0,0985	0,0885	0,094	-	-	0,094 ± 0,005
Porosität	%	20,06	18,16	19,34	-	-	19,19 ± 0,959

Tabelle 5.4: Prüfergebnisse der Rezeptur 12.1

Zusammensetzung der Rezeptur 12.1: 10 % MgO F4-200 + 55 % Anhydritmehl + 30% Siedesalz + 5 % Schiefermehl  
+ 338 g Q-Lauge / kg Feststoff.

Parameter	Dimension	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5	Ergebnis
Fließmaß (Fließrinne)	mm	550	550	550	-	-	550 ± 0
pH-Wert	-	6,71	6,62	6,65	-	-	6,66 ± 0,05
Suspensionsdichte	g/cm <sup>3</sup>	2,062	2,054	2,054	-	-	2,057 ± 0,005
Rohdichte nach 3 Tagen	g/cm <sup>3</sup>	2,044	2,045	2,038	2,046	2,026	2,040 ± 0,008
einaxiale DF nach 4 Tagen	MPa	19,02	16,96	17,96	16,07	16,12	17,2 ± 1,3
einaxiale DF nach 7 Tagen	MPa	18,60	18,33	18,47	18,14	18,00	18,3 ± 0,2
einaxiale DF nach 28 Tagen	MPa	19,35	20,95	20,70	19,60	19,48	20,0 ± 0,7
Biegezugfestigkeit nach 4 Tagen	MPa	3,89	3,74	3,9	3,69	3,45	3,73 ± 0,18
Biegezugfestigkeit nach 7 Tagen	MPa	4,66	4,79	4,71	4,59	4,93	4,74 ± 0,13
Biegezugfestigkeit nach 28 Tagen	MPa	6,66	7,10	6,94	6,92	6,85	6,89 ± 0,16
zentrische Zugfestigkeit nach 56 Tagen	N/mm <sup>2</sup>	2,07	1,56	2,04	-	-	1,89 ± 0,29
Fluiddurchlässigkeitsbeiwert (Medium Q-Lauge)	m/s	4,13E-11	3,53E-11	3,95E-11	-	-	3,87E-11 ± 0,31E-11
Feuchte	%	10,22	10,70	10,60	-	-	10,51 ± 0,253
Reindichte	g/cm <sup>3</sup>	2,415	2,420	2,409	-	-	2,415 ± 0,006
spezifisches Porenvolumen	cm <sup>3</sup> /g	0,072	0,087	0,071	-	-	0,077 ± 0,009
Porosität	%	14,87	17,49	14,71	-	-	15,69 ± 1,561

Tabelle 6: Volumendehnung der untersuchten Festkörper im Temperaturbereich von 25 bis 80 °C in Abhängigkeit von der Zeit

Zeit [Tagen]	Volumendehnung <sup>*)</sup> [Vol-% vom Ausgangsvolumen] für die Rezepturen			
	10.2	10.4	10.5	12.1
0	0	0	0	0
7	4,43 ± 2,18	1,90 ± 0,78	3,59 ± 0,74	1,89 ± 0,28
14	6,25 ± 2,05	1,09 ± 0,31	3,69 ± 0,49	1,04 ± 0,77
21	7,11 ± 1,78	3,14 ± 0,77	6,38 ± 2,37	2,06 ± 0,21
28	5,94 ± 1,83	2,51 ± 0,34	7,03 ± 1,18	1,60 ± 0,30
35	6,44 ± 1,98	1,75 ± 0,76	5,75 ± 0,98	1,42 ± 0,53
42	6,46 ± 1,81	2,55 ± 0,25	5,90 ± 1,64	1,58 ± 0,31
49	6,20 ± 1,69	1,98 ± 0,83	6,38 ± 1,51	
56	5,83 ± 1,22	2,17 ± 0,24	6,47 ± 1,21	
62		2,64 ± 0,22	6,59 ± 1,26	
verbleibende Dehnung nach der Abkühlung	4,67 ± 1,82	2,43 ± 0,94	6,36 ± 1,27	1,44 ± 0,35
Biegezugfestigkeit [MPa]	11,81 ± 1,40	12,80 ± 2,95	9,60 ± 1,25	15,91 ± 0,17
Druckfestigkeit [MPa]	46,93 ± 6,88	60,71 ± 1,18	31,40 ± 2,81	52,70 ± 1,14
Rißbildung	keine	keine	mehrere kleine Risse, 1 cm unter der Oberkante	keine

<sup>\*)</sup> Mittelwert und Standardabweichung von 5 Prüfkörpern

Tabelle 7: Prüfergebnisse - Rezeptur 12.1

physikalischen Parameter	Dimension	Vorgaben des Auftraggebers	ermittelte Kennwerte	
			K-UTEC	MFPA Weimar
Pumpfähigkeit > 2 km (Ausbreitmaß nach DIN 1048)	cm	53-75 cm; 0,7-2,3°	ca. 75 bis 80	
pH-Wert	-	-	6,66 ± 0,05	n.b.
Suspensionsdichte	g/cm <sup>3</sup>	-	2,057 ± 0,005	n.b.
einaxiale DF nach 28 Tagen	MPa	> 15	17,2 ± 1,3	21,0
Biegezugfestigkeit nach 28 Tagen	MPa	-	4,74 ± 0,13	n.b.
E-Modul nach 28 Tagen	Nmm	>5000 bis <25000	11400 ± 298	8.800
zentrische Zugfestigkeit nach 56 Tagen	N/mm <sup>2</sup>	> 1	1,89 ± 0,29	n.b.
Fluiddurchlässigkeitsbeiwert (Medium QL)	m/s	10 <sup>-8</sup> bis 10 <sup>-12</sup>	3,87E-11 ± 0,31E-11	n.b.
Porosität	%	-	15,69 ± 1,561	n.b.
Kriechverhalten - konstante Belastung von 11 MPa	%	-	2,5 - 4,5	n.b.
Kriechverhalten - konstante Belastung von 4,5 MPa	%	-	2,0	n.b.
maximale Reaktionstemperatur	°C	-	37,0 °C nach 16 h	n.b.
Erstarrungsbeginn	h	-	8,25	n.b.
Erstarrungsende	h	-	9,38	n.b.
Wärmeleitfähigkeit $\lambda_{10,r}$	W/(m . K)	-	n.b.	1,37
spezifische Wärmekapazität c	Ws/(kg . K)	-	n.b.	801
Wärmeausdehnungskoeffizient $\alpha_{th}$	mm/(m . K)	-	n.b.	0,026

n.b. = nicht bestimmt

Tabelle 8: Vergleich der Eluate umweltrelevanter Parameter der Bohrlochverfüllmasse nach Rezeptur 12.1 mit den Zuordnungswerten VO<sub>6</sub> der Technischen Regeln für den Einsatz bergbaufremder Abfälle als Versatz

Parameter	Dimension	Bestimmungsgrenze BG	Zuordnungswert VO <sub>6</sub>	Messwert in Wasser	Messwert in Q-Lösung	Blindwert Q-Lösung	Korrigierter Messwert in Q-Lösung
pH-Wert	-	-	6,5 – 9	9,08	6,71	6,51	6,71
Elektr. Leitfähigkeit	µS/cm	3	500	55.300	129.300	130.400	129.300
Cyanid (ges.)	µg/l	2,5	10	< BG	< BG	< BG	< BG
Arsen	µg/l	0,1	10	1,8	4,8	6,1	< BG
Blei	µg/l	1	40	8	32	12	20
Cadmium	µg/l	0,1	2	< BG	0,3	< BG	0,3
Chrom (ges.)	µg/l	5	30	< BG	5	< BG	5
Kupfer	µg/l	1	50	39	242	209	33
Nickel	µg/l	1	50	28	106	88	18
Quecksilber	µg/l	0,1	0,2	0,4	0,4	0,3	0,1
Thallium	µg/l	1	1	3	6	7	< BG
Zink	µg/l	5	100	< BG	1187	1032	155

Tabelle 9: Variation des Trockenstoff-/Lösungsverhältnisses – Versuche zur Qualitätssicherung

Versuch	Anmischflüssigkeitsmenge			Fließmaß [mm]	7 d-Kennwerte			Bemerkungen
	g QL/kg FS	Unterdosierung [%]	Überdosierung [%]		Rohdichte [g/cm <sup>3</sup> ]	$\sigma_{BZ}$ [MPa]	$\sigma_D$ [MPa]	
0	338	-	-	550	2,043	4,78	18,60	Suspensionsstabil, 2 h verarbeitbar
1	321	5	-	545	2,076	3,43	8,93	Suspensionsstabil, < 1 h verarbeitbar
2	355	-	5	632	2,063	6,86	20,55	Suspensionsstabil, 2 h verarbeitbar
3	372	-	10	659	2,030	6,66	20,40	Geringe Fluidabscheidung, 1 mm Laugenüberstand $\hat{=}$ <1 Vol.-%, bezogen auf eine Einbauhöhe von 10 cm)

Trockenmischung: 10 % MgO F 4-200, 55 % Anhydritmehl, 5 % Schiefermehl, 30 % Siedesalz

## Abbildungsverzeichnis

### Abbildung:

- 1.1 Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 10.2
- 1.2 Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 10.4
- 1.3 Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 10.5
- 1.4 Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 12.1
- 1.5 Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 10.2
- 1.6 Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 10.4
- 1.7 Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 10.5
- 1.8 Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 12.1
- 2.1.1 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.2 im Anmischzustand
- 2.1.2 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.2 nach 1h Verweilzeit
- 2.1.3 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.2 nach 2h Verweilzeit
- 2.1.4 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.2 nach 4h Verweilzeit
- 2.2.1 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.4 im Anmischzustand
- 2.2.2 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.4 nach 1h Verweilzeit
- 2.2.3 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.4 nach 2h Verweilzeit
- 2.2.4 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.4 nach 3h Verweilzeit
- 2.3.1 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.5 im Anmischzustand
- 2.3.2 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.5 nach 1h Verweilzeit
- 2.3.3 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.5 nach 2h Verweilzeit
- 2.3.4 Viskositätsverlauf, Rezeptur 10.5 nach 4h Verweilzeit
- 2.4.1 Viskositätsverlauf (rot), Rezeptur 12.1 im Anmischzustand
- 2.4.2 Viskositätsverlauf (rot), Rezeptur 12.1 nach 2h Verweilzeit
- 2.4.3 Viskositätsverlauf (rot), Rezeptur 12.1 nach 3h Verweilzeit
- 2.4.4 Viskositätsverlauf (rot), Rezeptur 12.1 nach 5h Verweilzeit



Abbildung:

- 3.1.1 Thermische Analyse, Rezeptur 10.2/1
- 3.1.2 Thermische Analyse, Rezeptur 10.2/2
- 3.1.3 Thermische Analyse, Rezeptur 10.2/3
- 3.2.1 Thermische Analyse, Rezeptur 10.4/1
- 3.2.2 Thermische Analyse, Rezeptur 10.4/2
- 3.2.3 Thermische Analyse, Rezeptur 10.4/3
- 3.3.1 Thermische Analyse, Rezeptur 10.5/1
- 3.3.2 Thermische Analyse, Rezeptur 10.5/2
- 3.3.3 Thermische Analyse, Rezeptur 10.5/3
- 3.4.1 Thermische Analyse, Rezeptur 12.1/1
- 3.4.2 Thermische Analyse, Rezeptur 12.1/2
- 3.4.3 Thermische Analyse, Rezeptur 12.1/3
- 3.5 Thermische Analyse, Q- Lauge Bleicherode
- 4 Kriechverhalten der Bohrlochverfüllrezeptur 12.1 unter konstanter statischer Druckbelastung

Abb. 1.1: Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 10.2

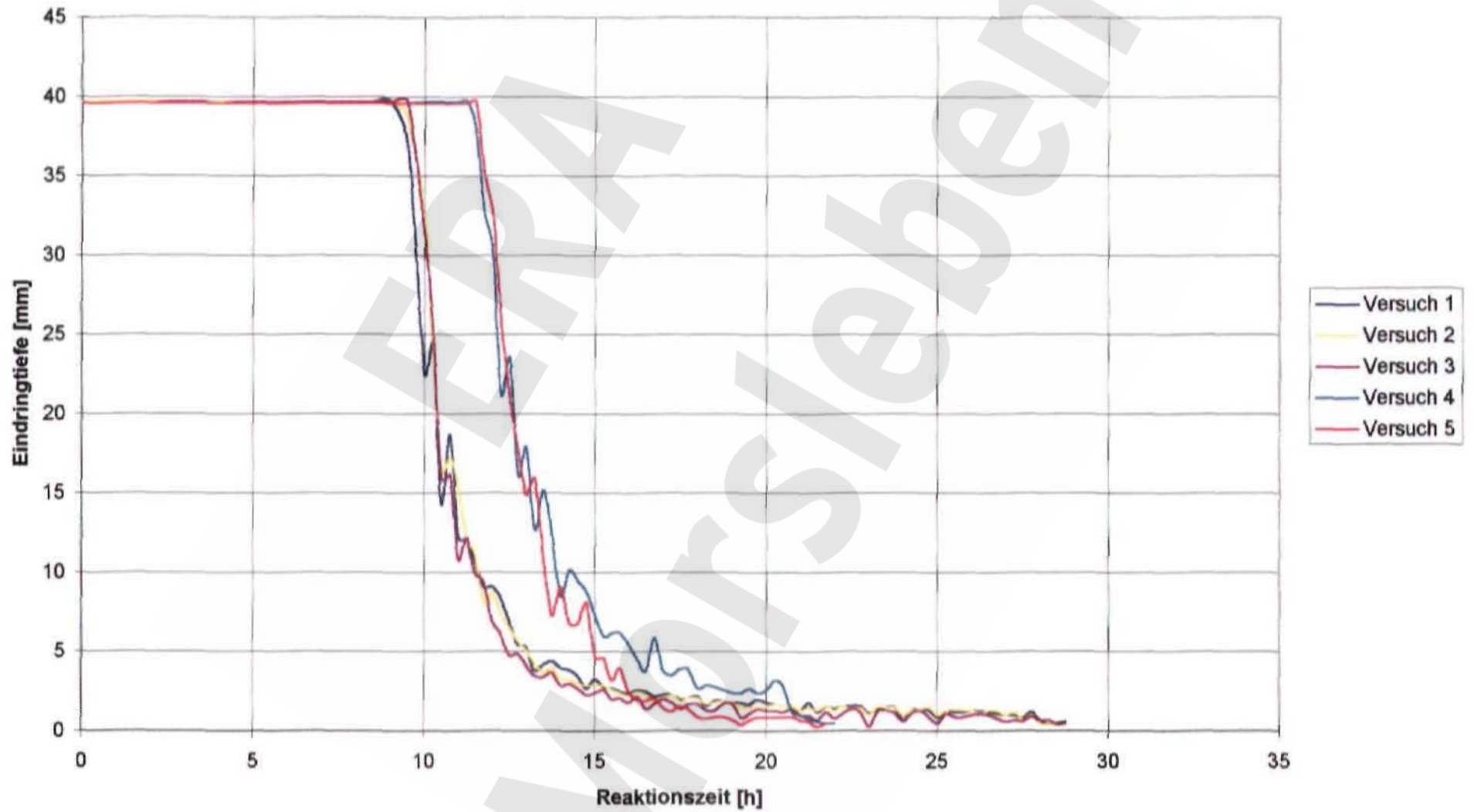


Abb. 1.2: Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 10.4

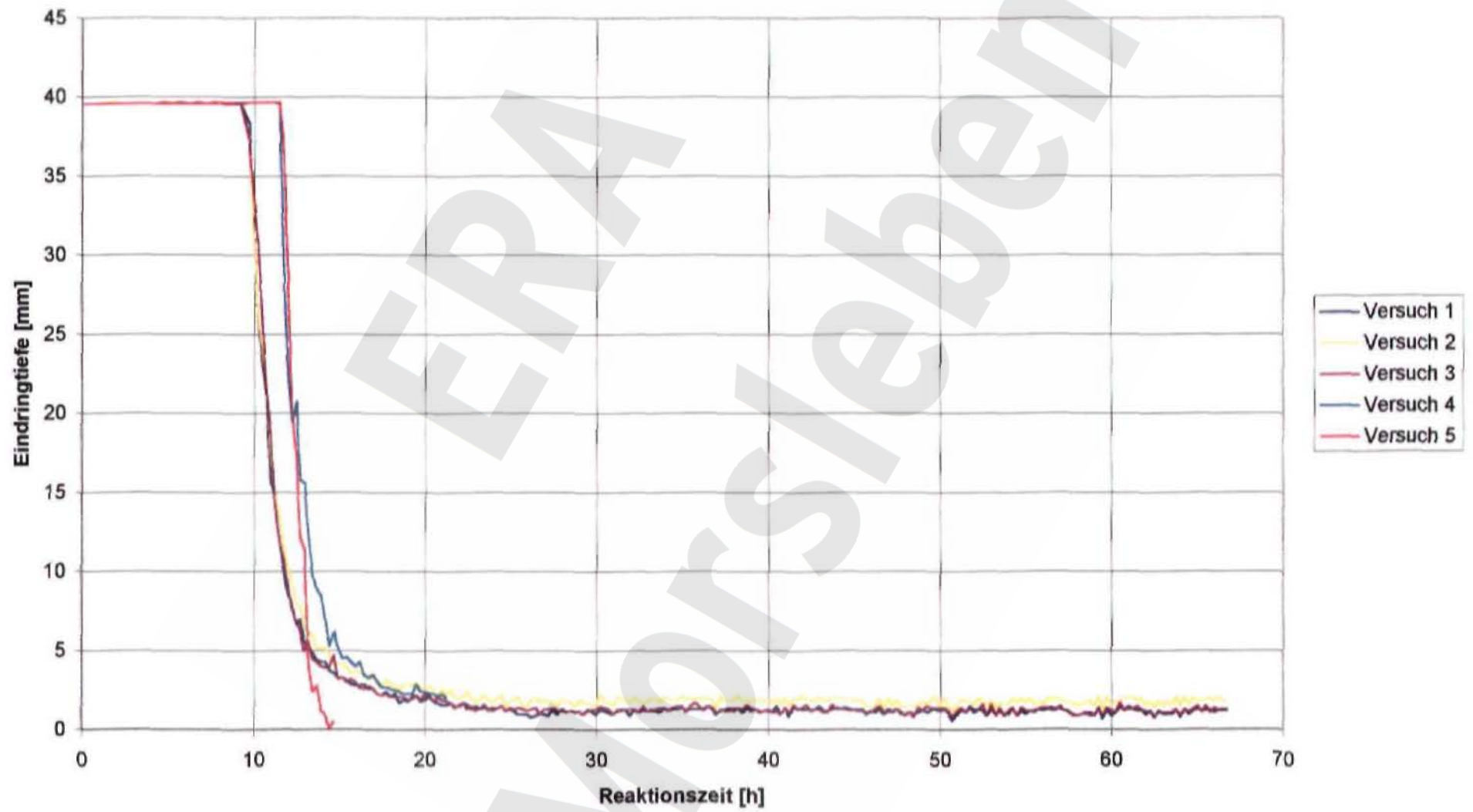


Abb. 1.3: Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 10.5

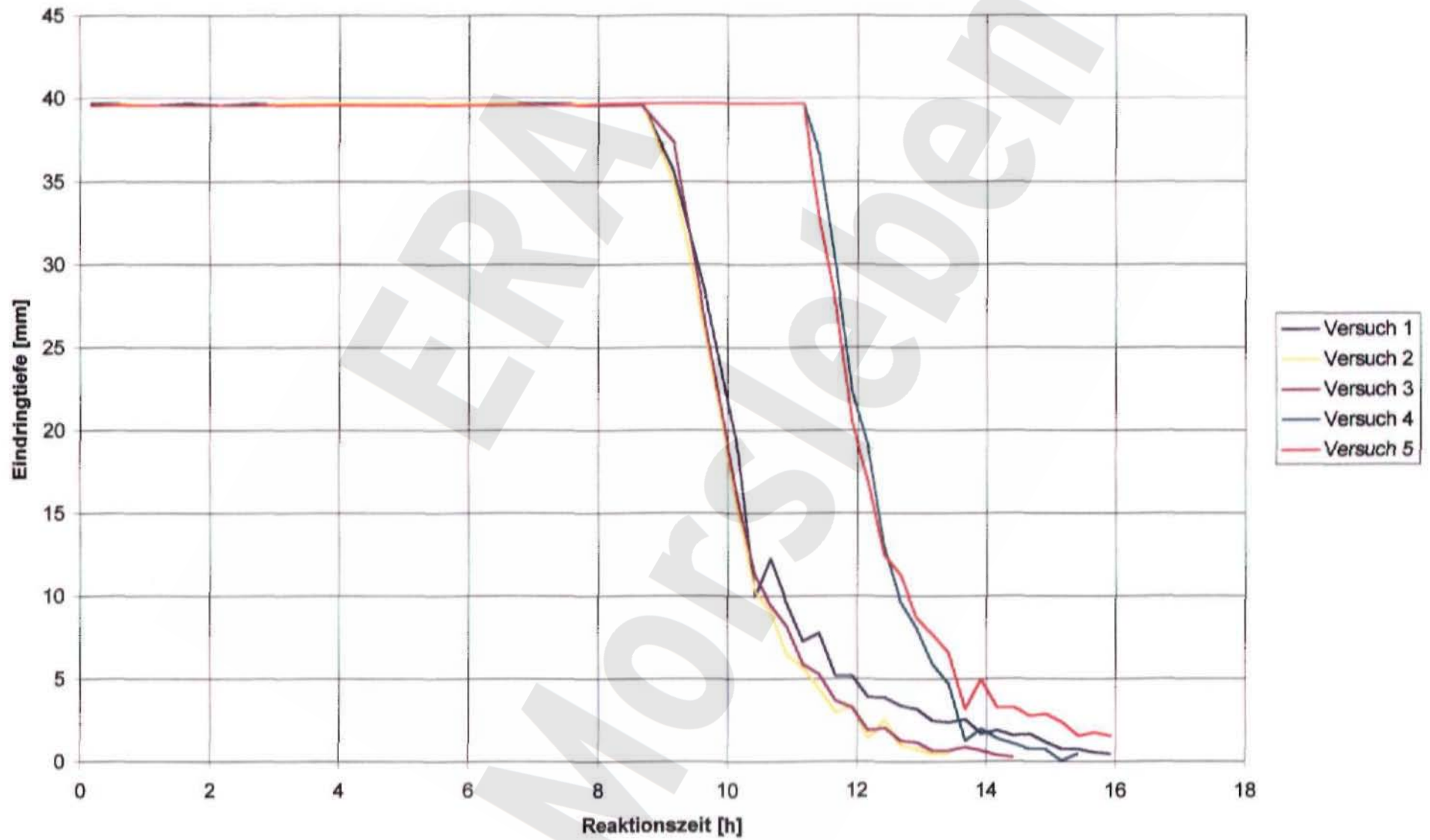


Abb. 1.4: Reproduzierbarkeit des Erstarrungsverhaltens, Rezeptur 12.1

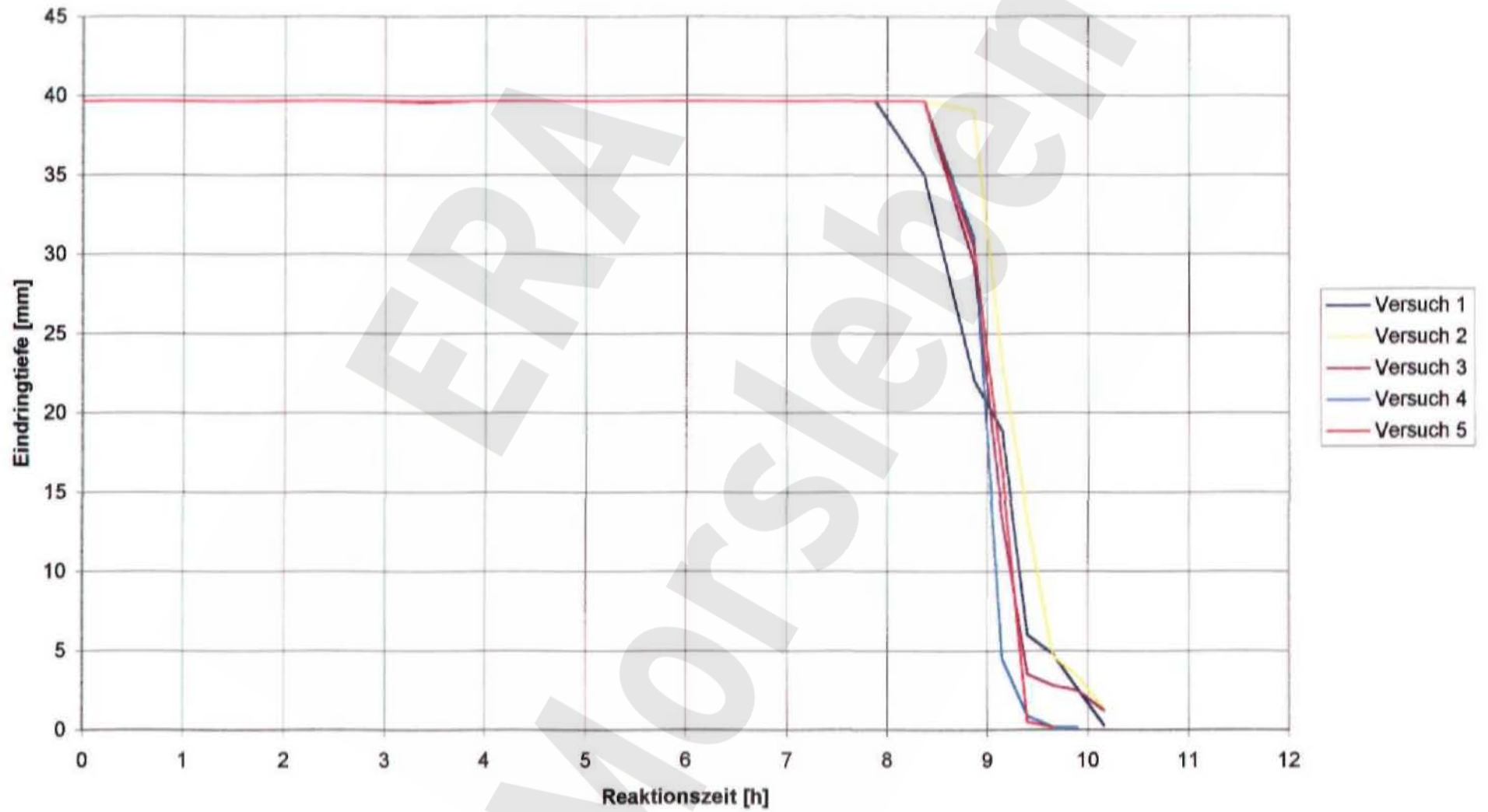


Abb. 1.5: Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 10.2

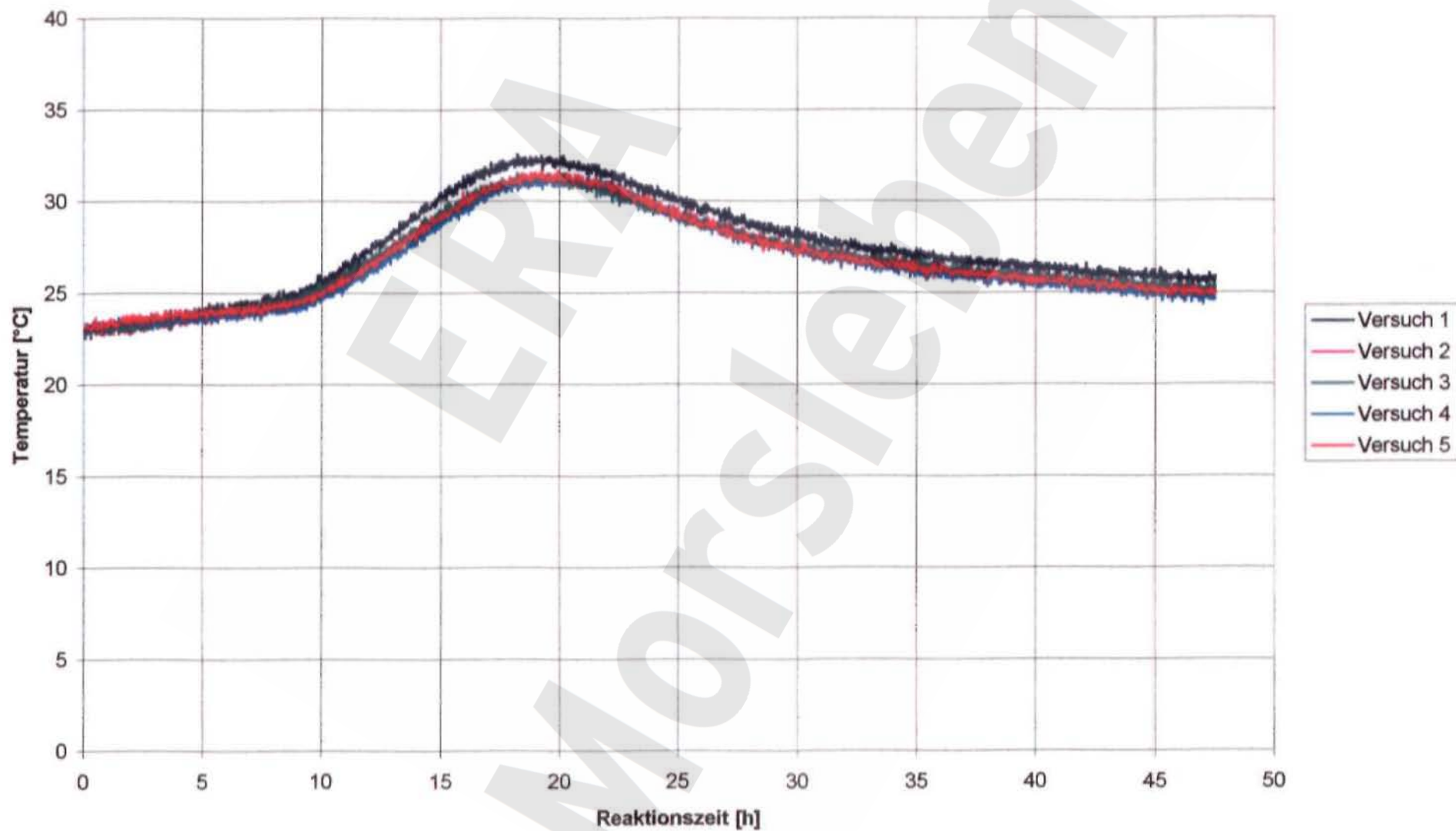


Abb. 1.6: Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 10.4

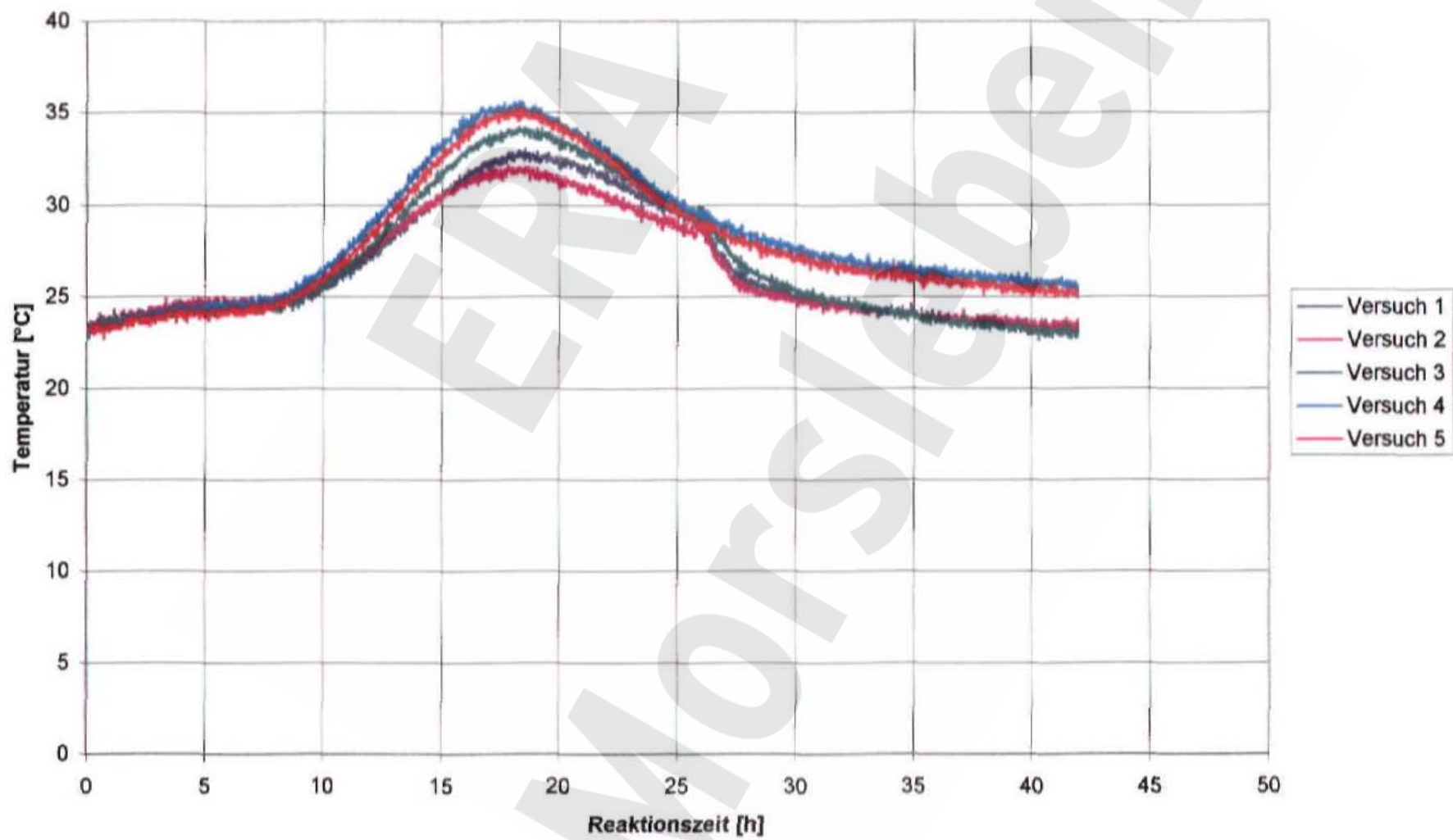


Abb. 1.7: Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 10.5

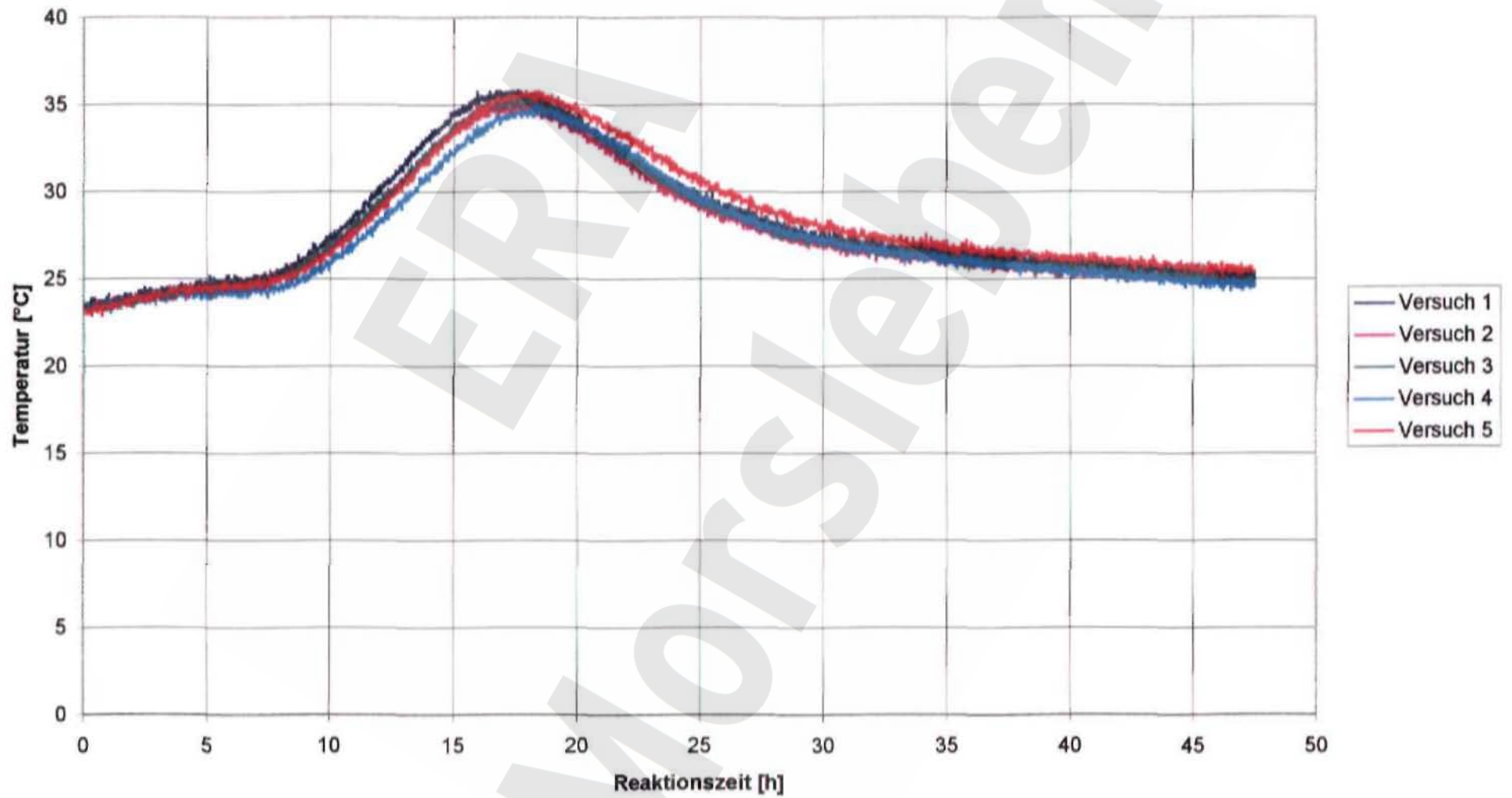
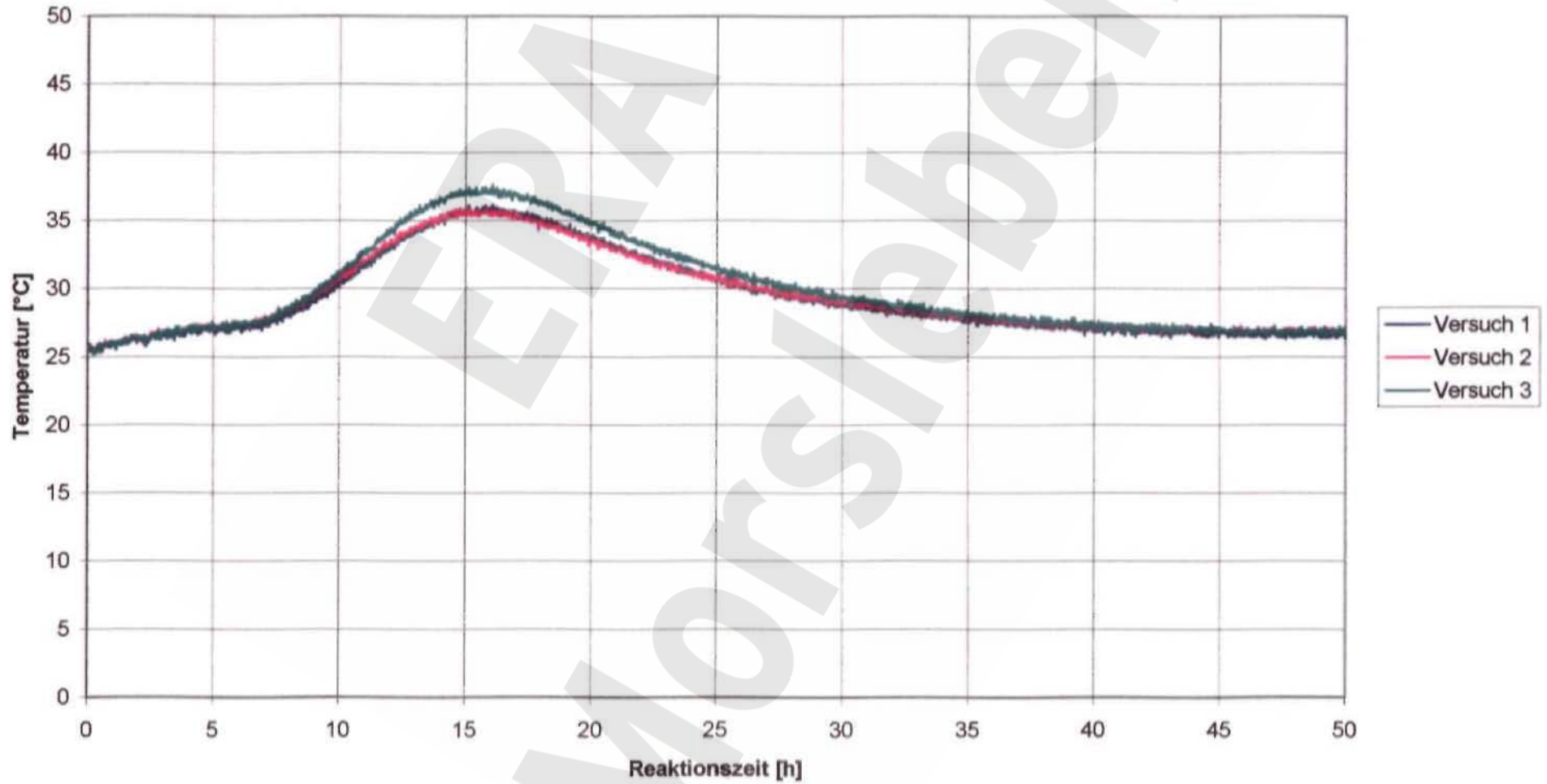




Abb. 1.8: Reproduzierbarkeit des Temperatur-Zeit-Verlaufes unter quasi adiabatischen Bedingungen, Rezeptur 12.1



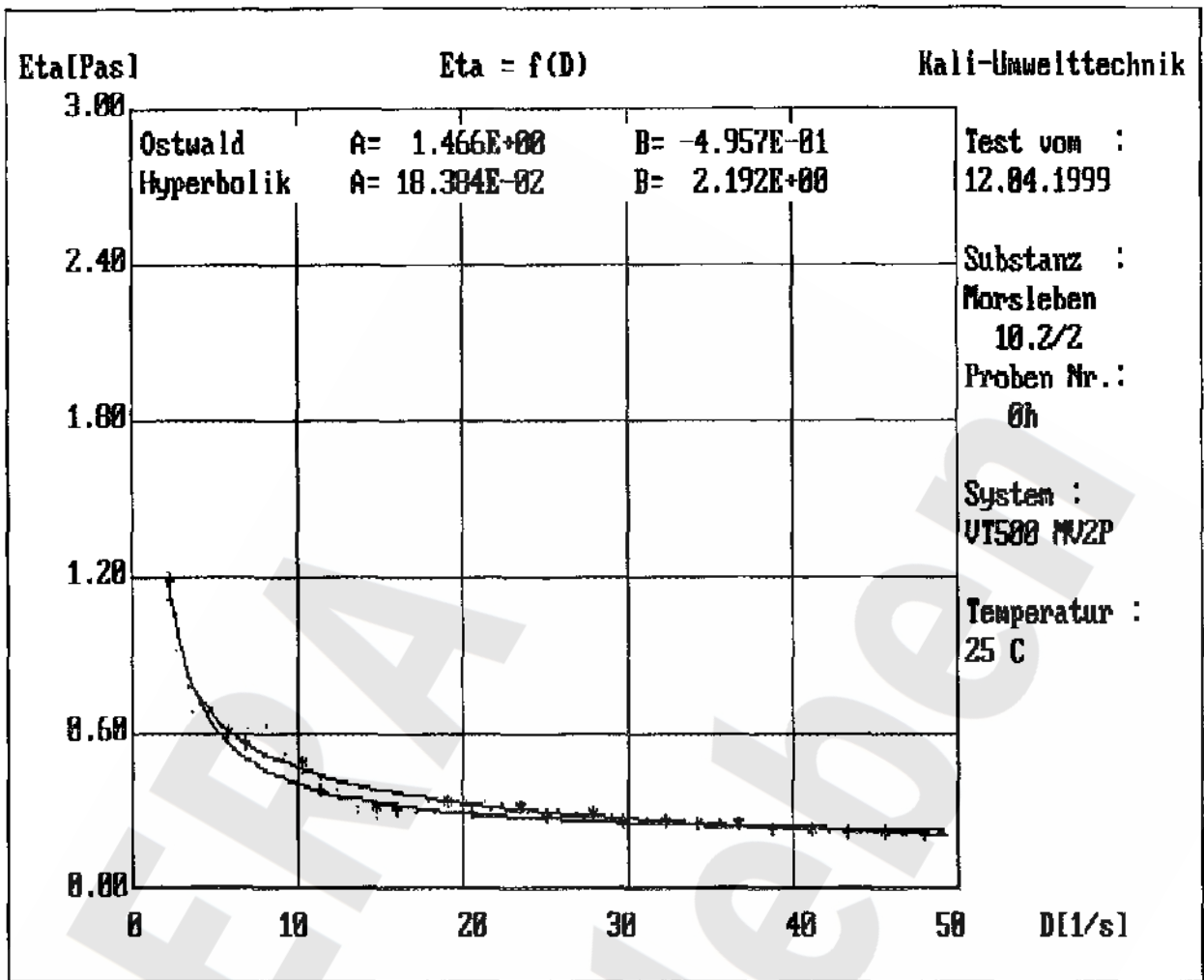


Abb. 2.1.1 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.2  
im Anmischzustand

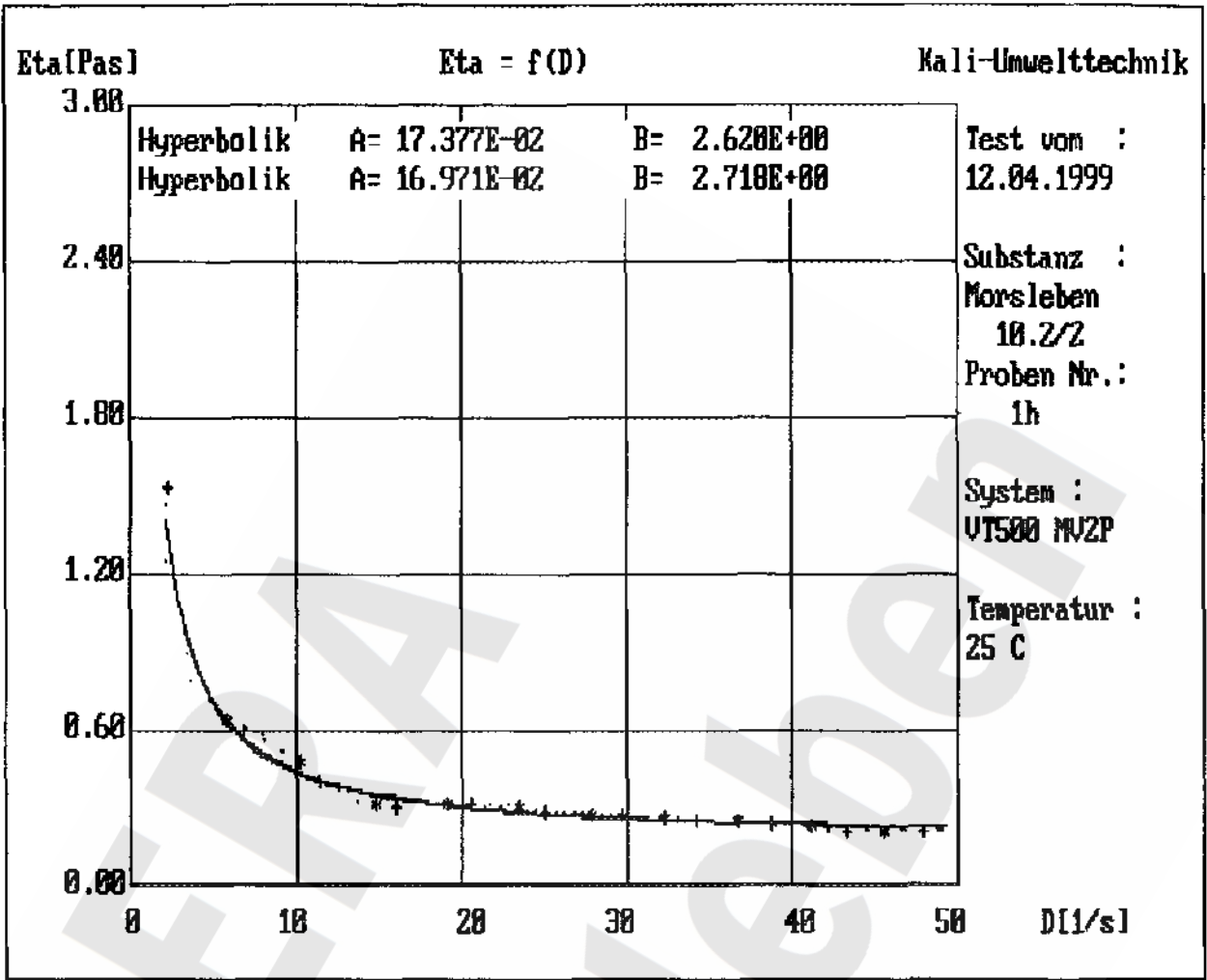


Abb. 2.1.2 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.2 nach 1 h Verweilzeit

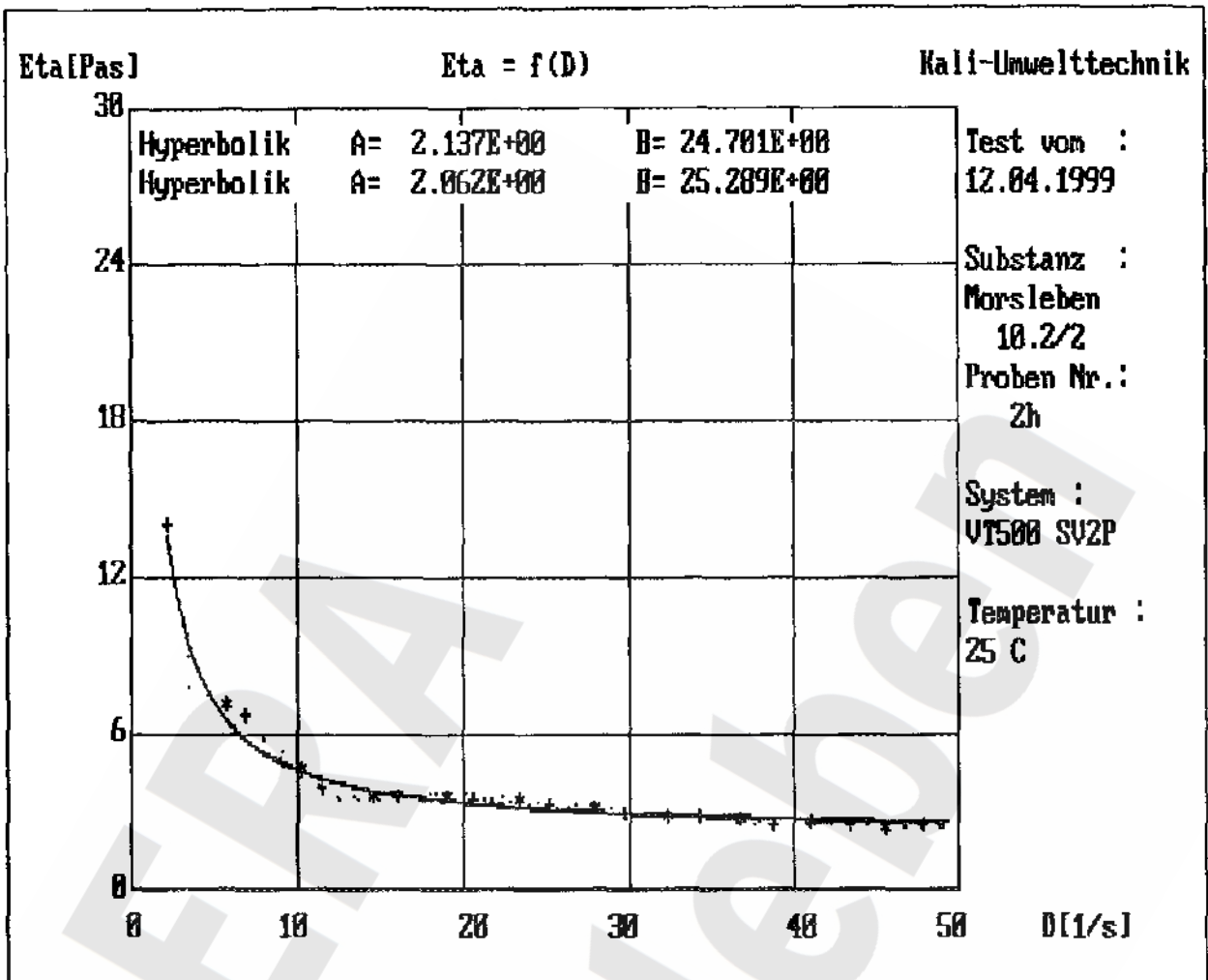


Abb. 2.1.3 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.2  
nach 2 h Verweilzeit

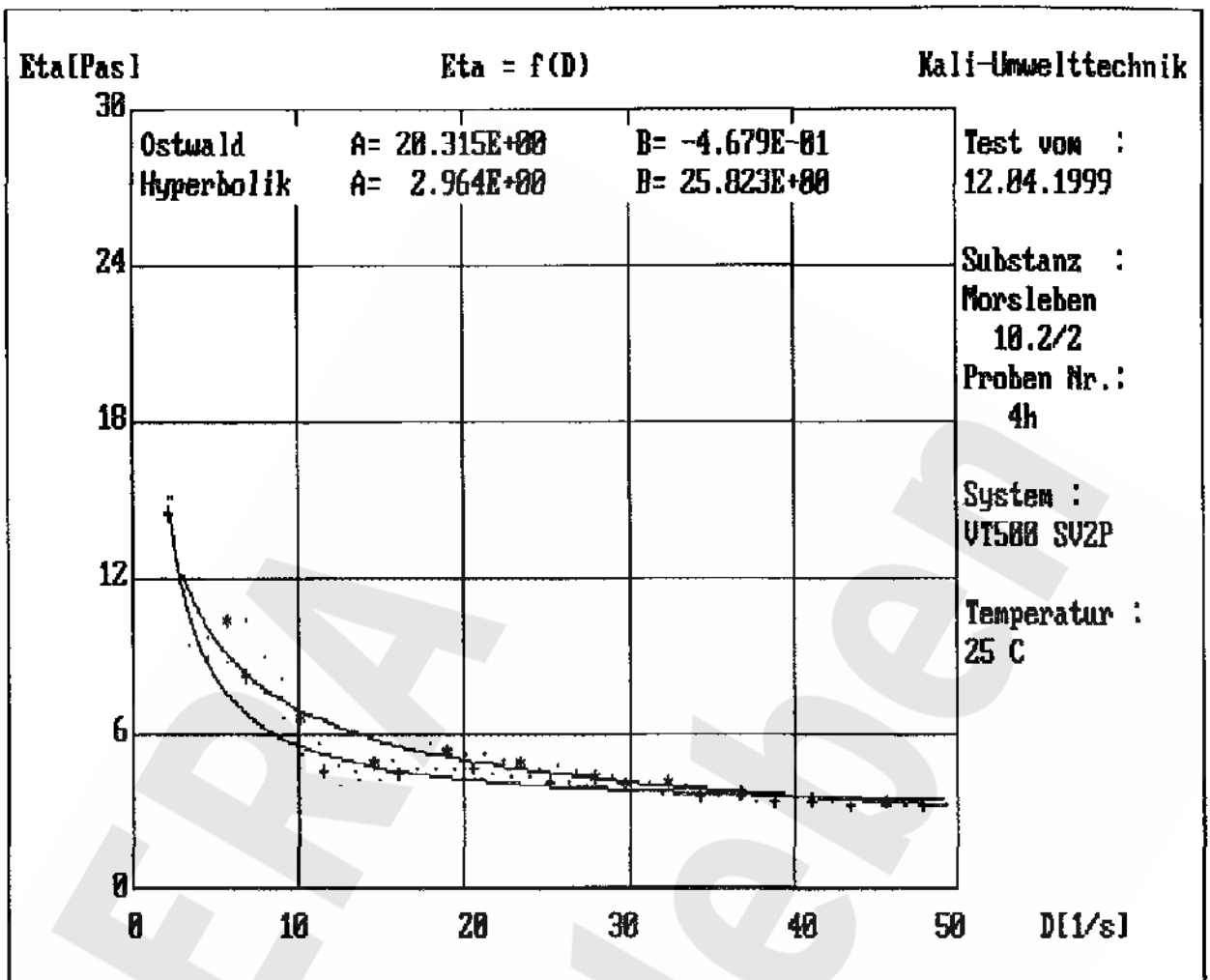


Abb. 2.1.4 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.2 nach 4 h Verweilzeit

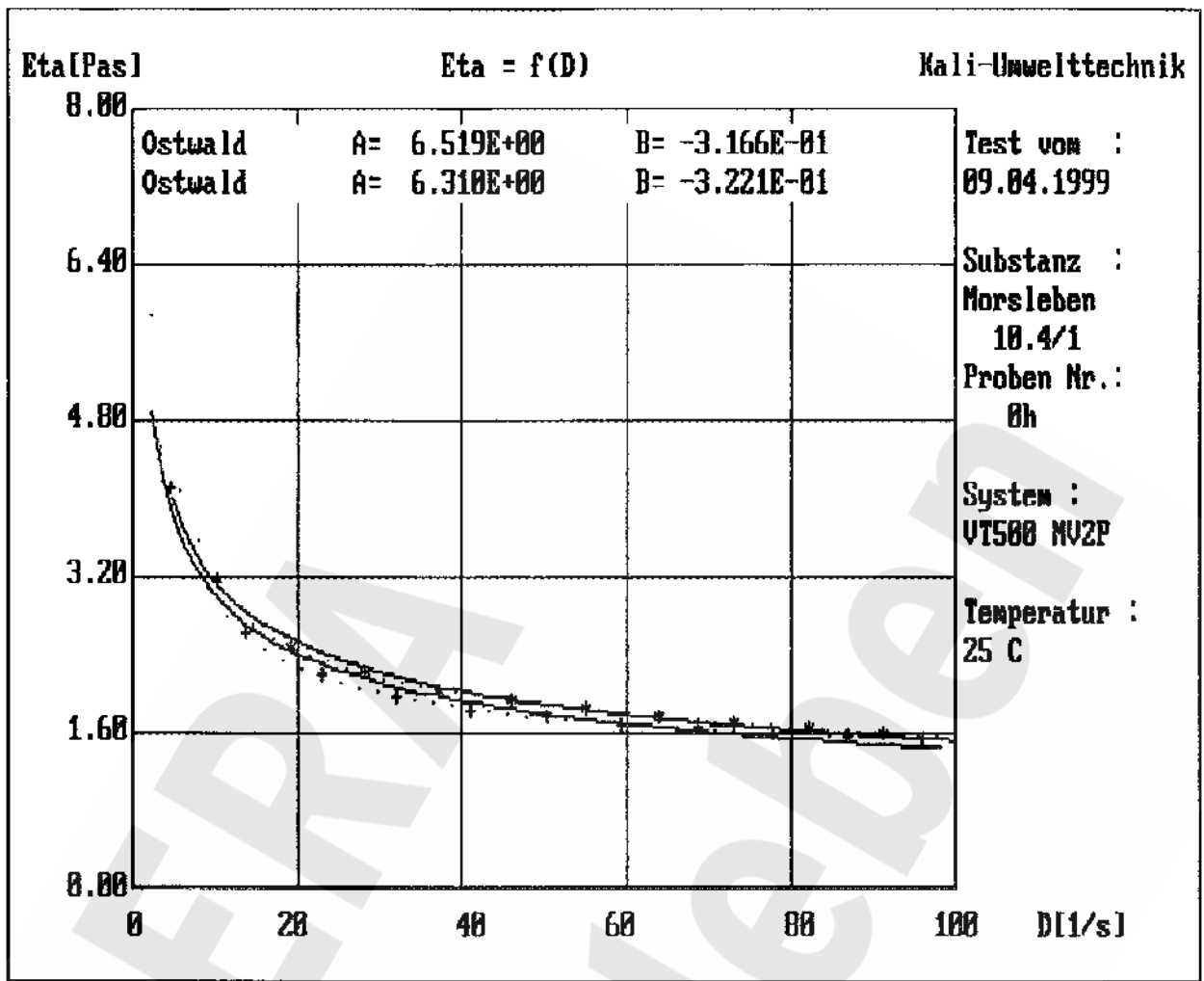


Abb. 2.2.1 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.4 im Anmischzustand

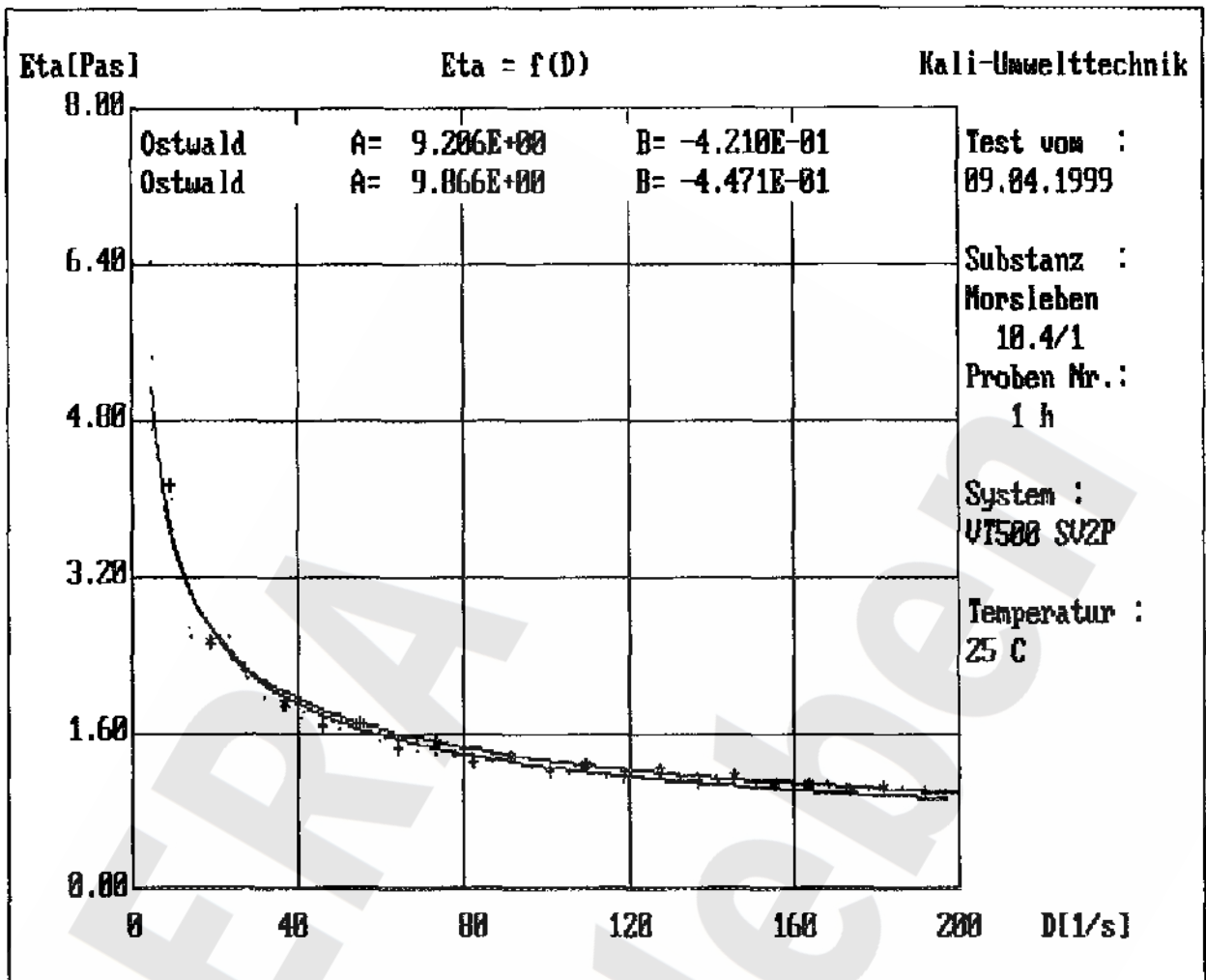


Abb. 2.2.2 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.4 nach 1 h Verweilzeit

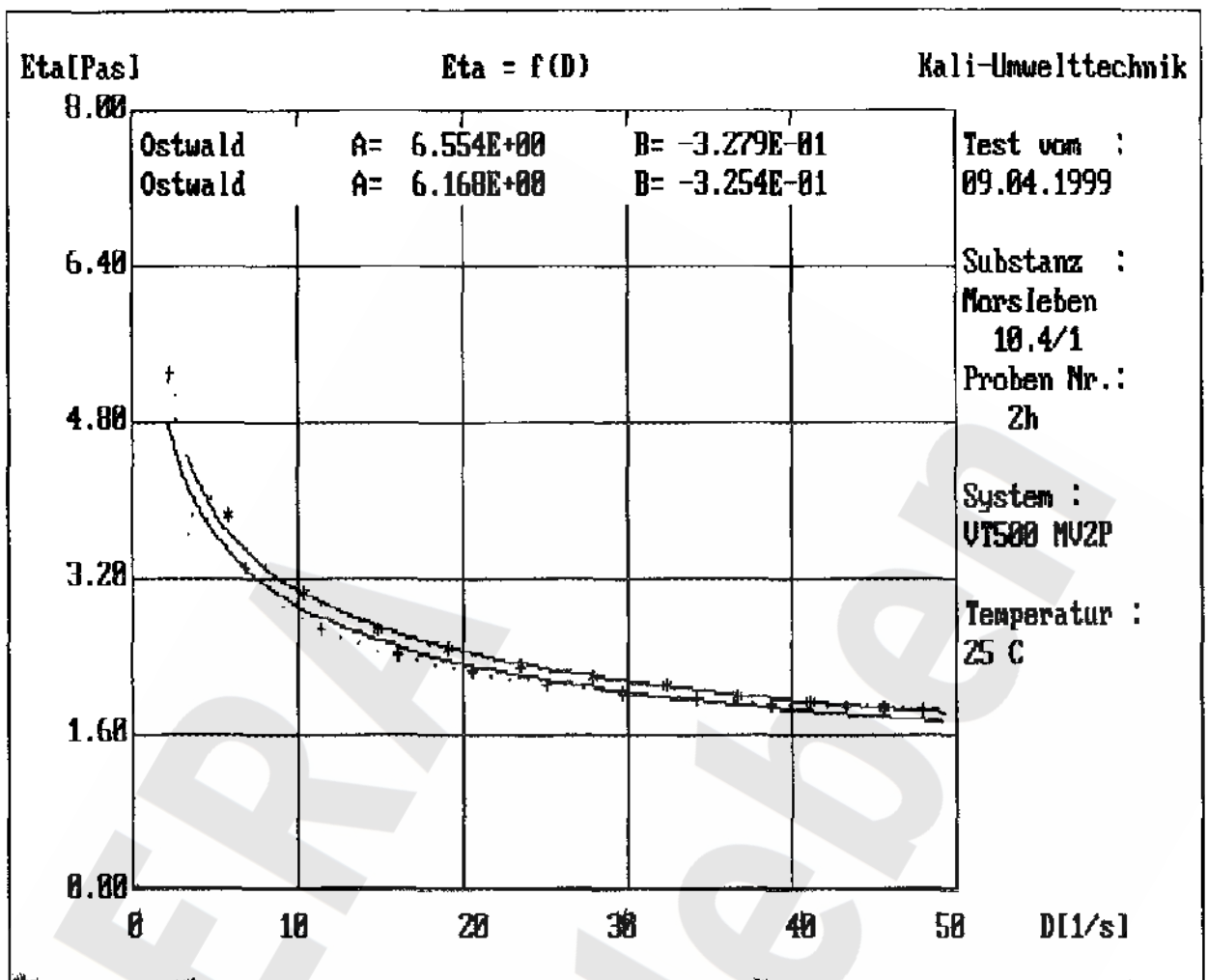


Abb. 2.2.3 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.4 nach 2 h Verweilzeit



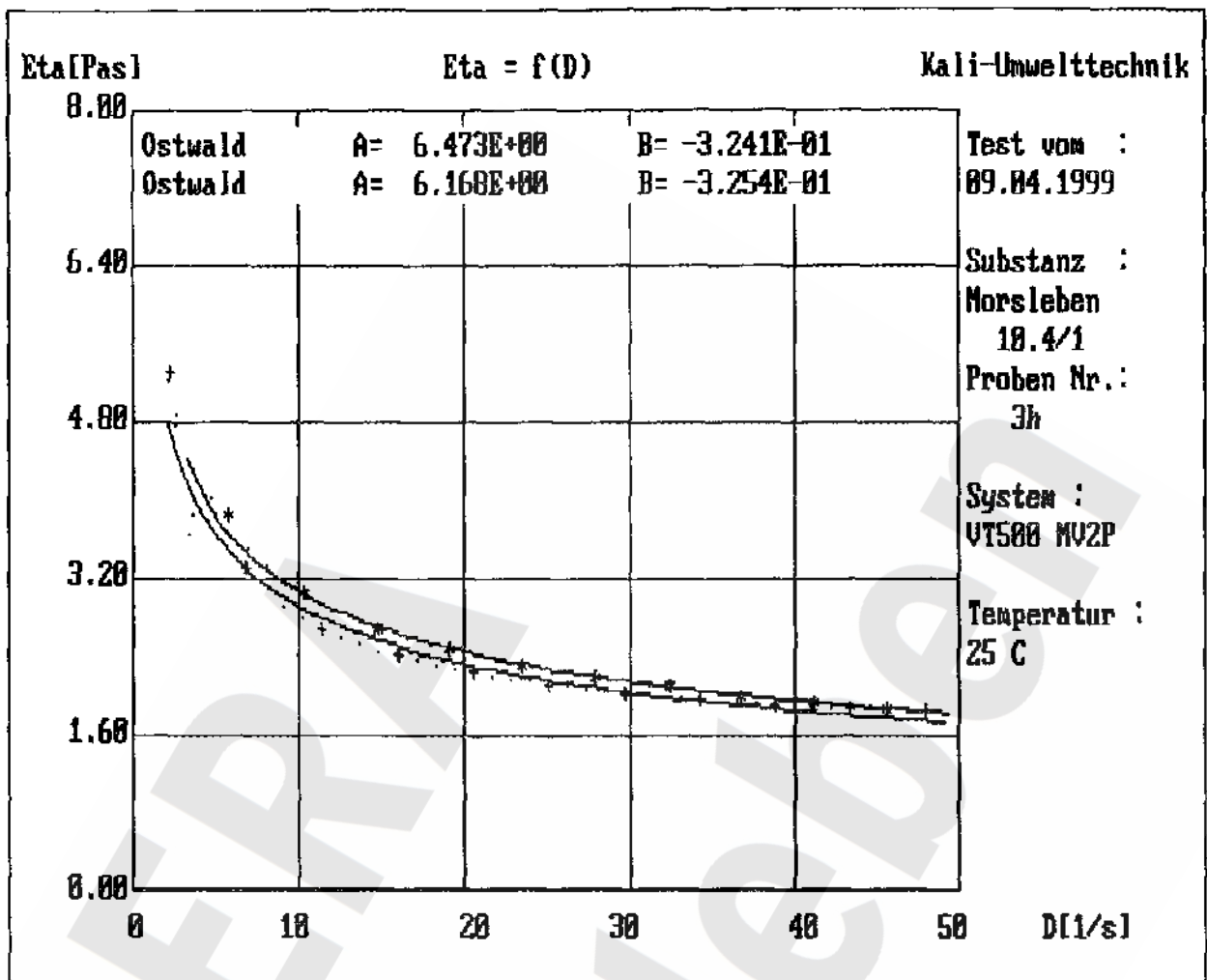


Abb. 2.2.4 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.4 nach 3 h Verweilzeit

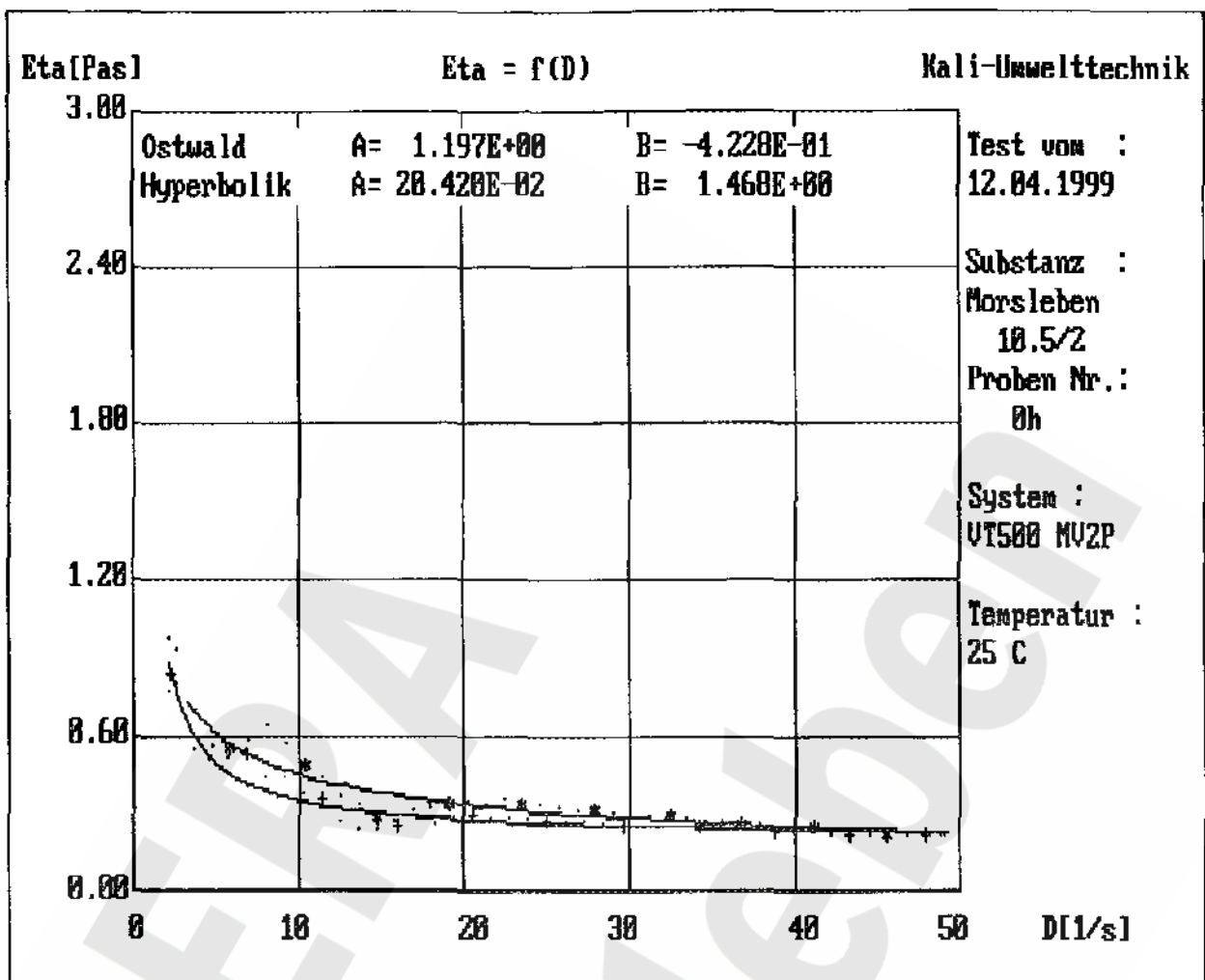


Abb. 2.3.1 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.5 im Anmischzustand

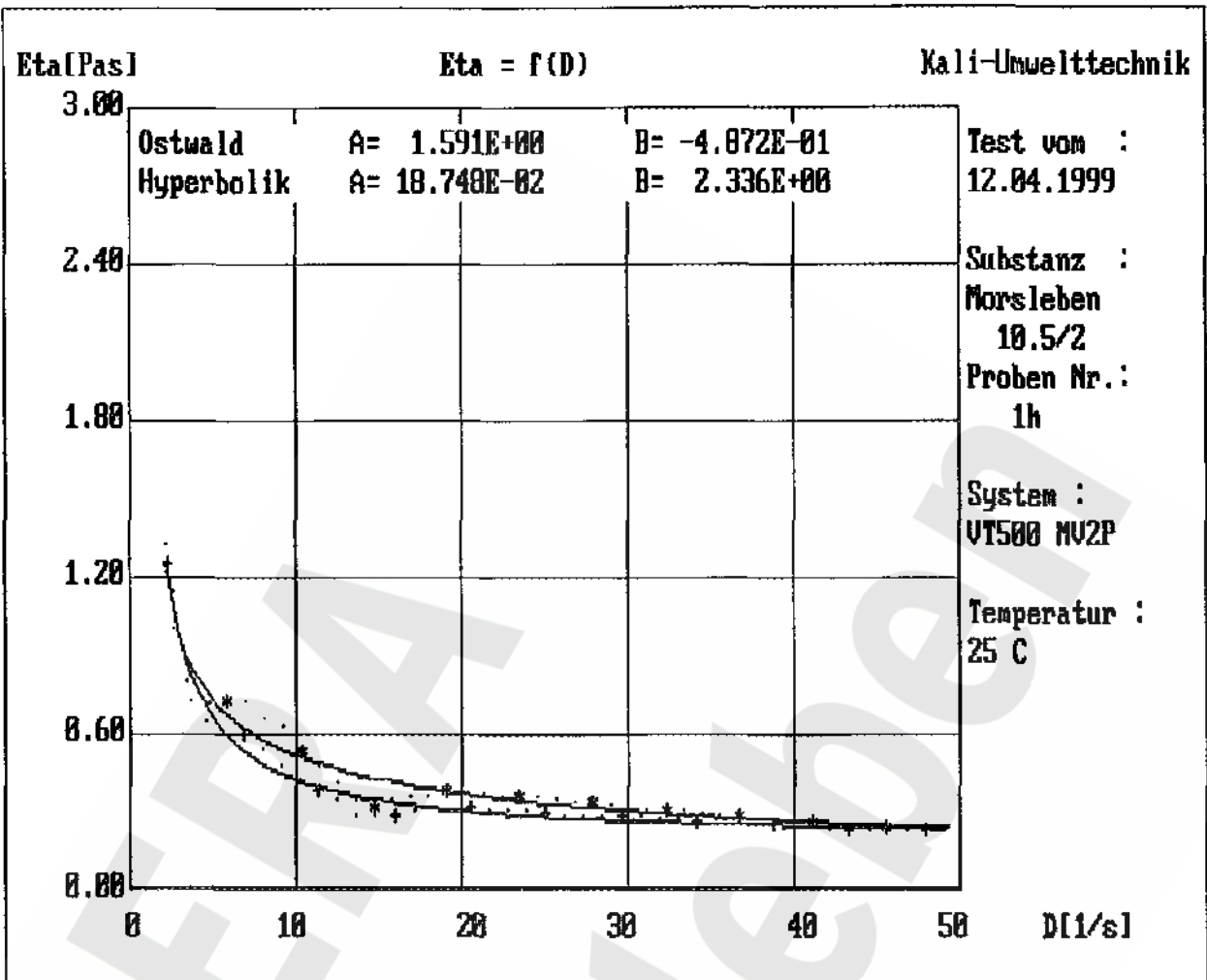


Abb. 2.3.2 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.5 nach 1 h Verweilzeit

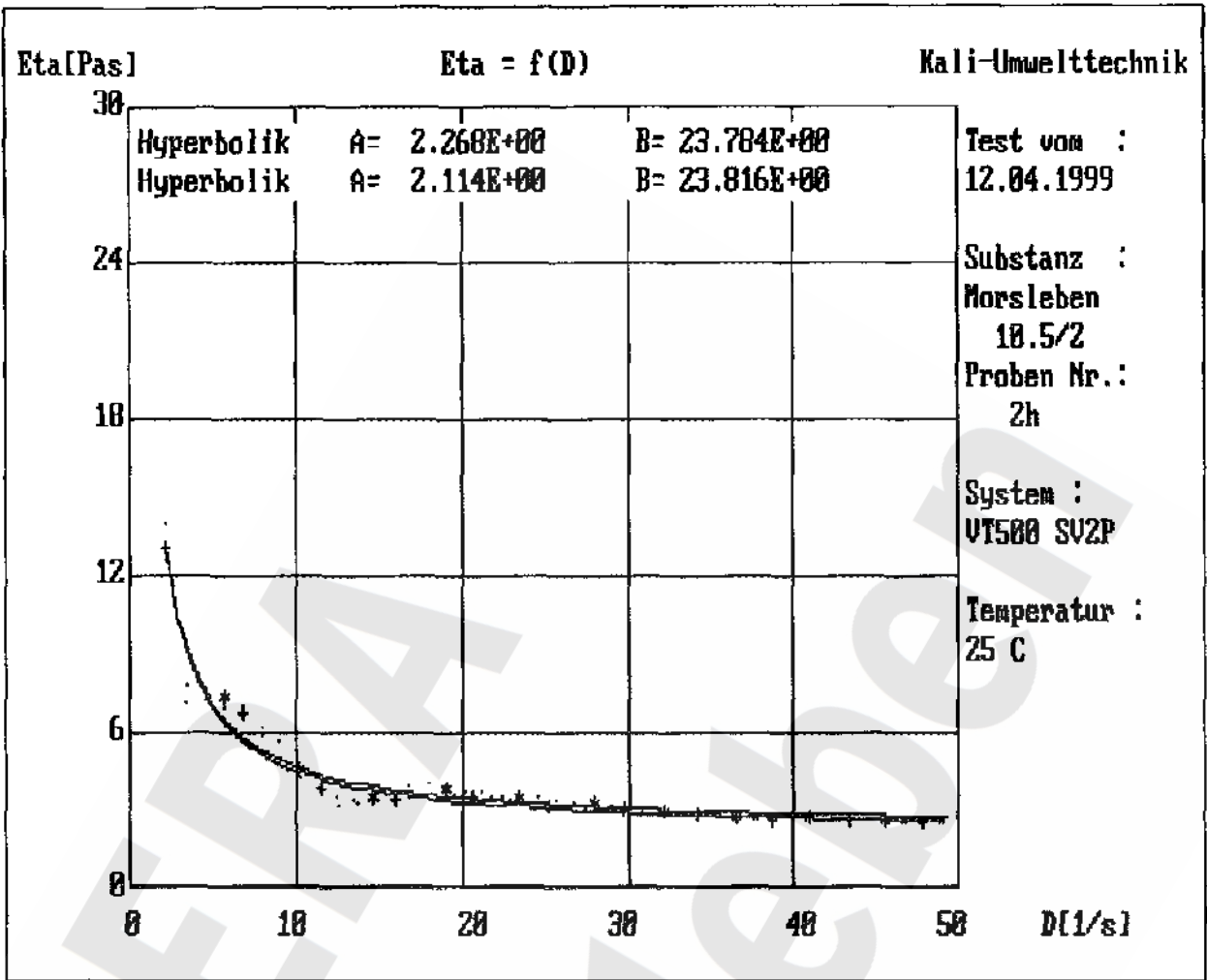


Abb. 2.3.3 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.5 nach 2 h Verweilzeit

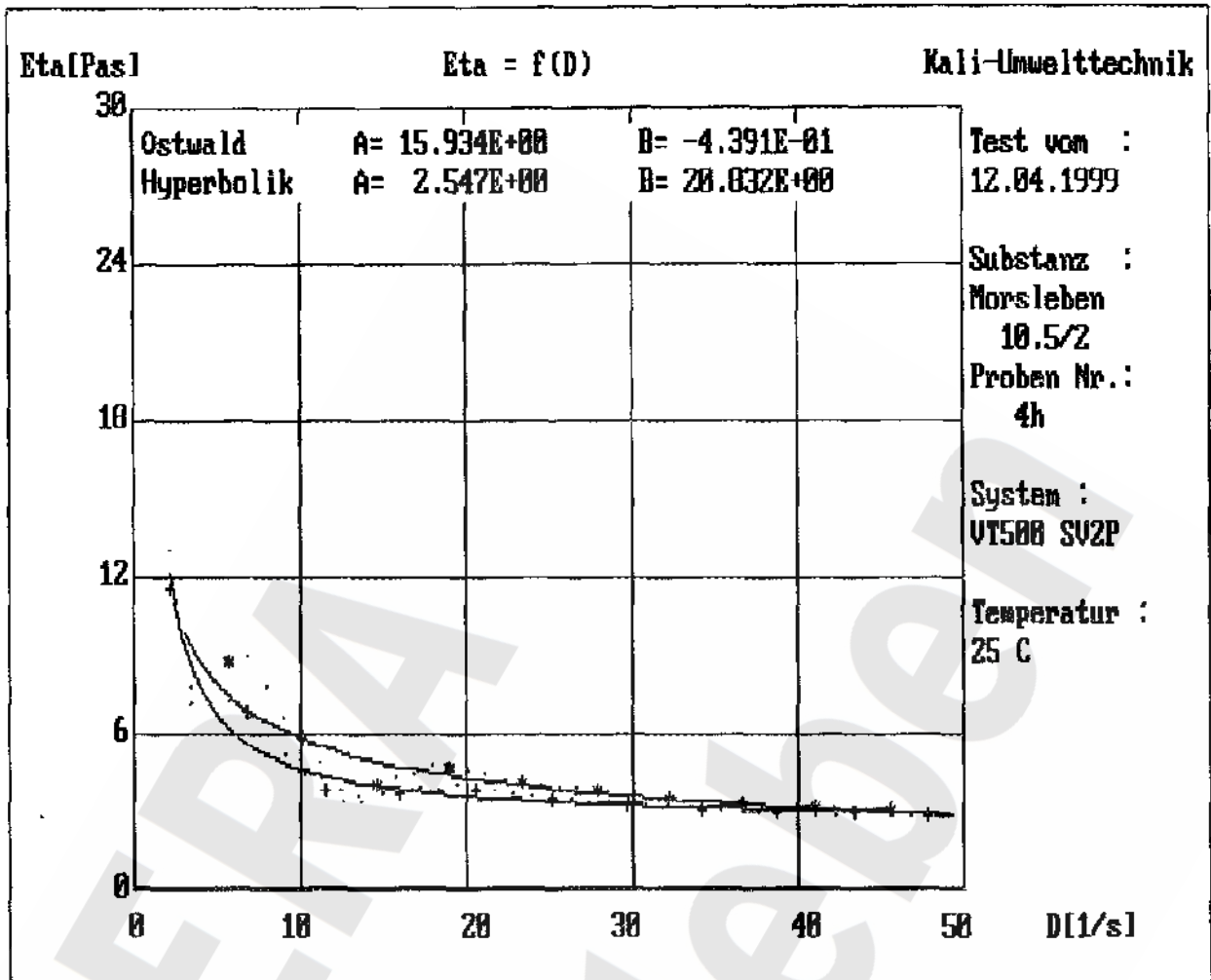
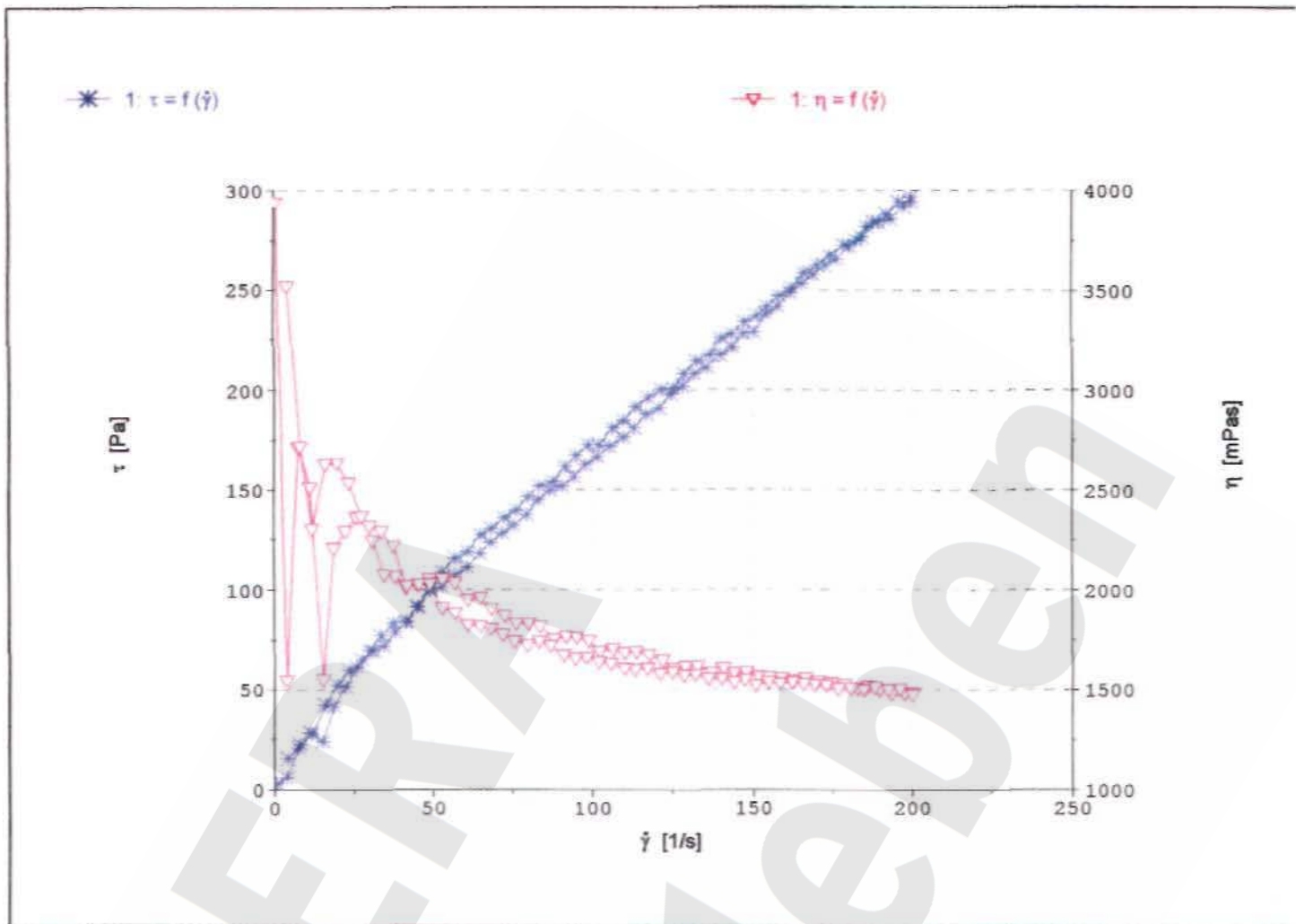
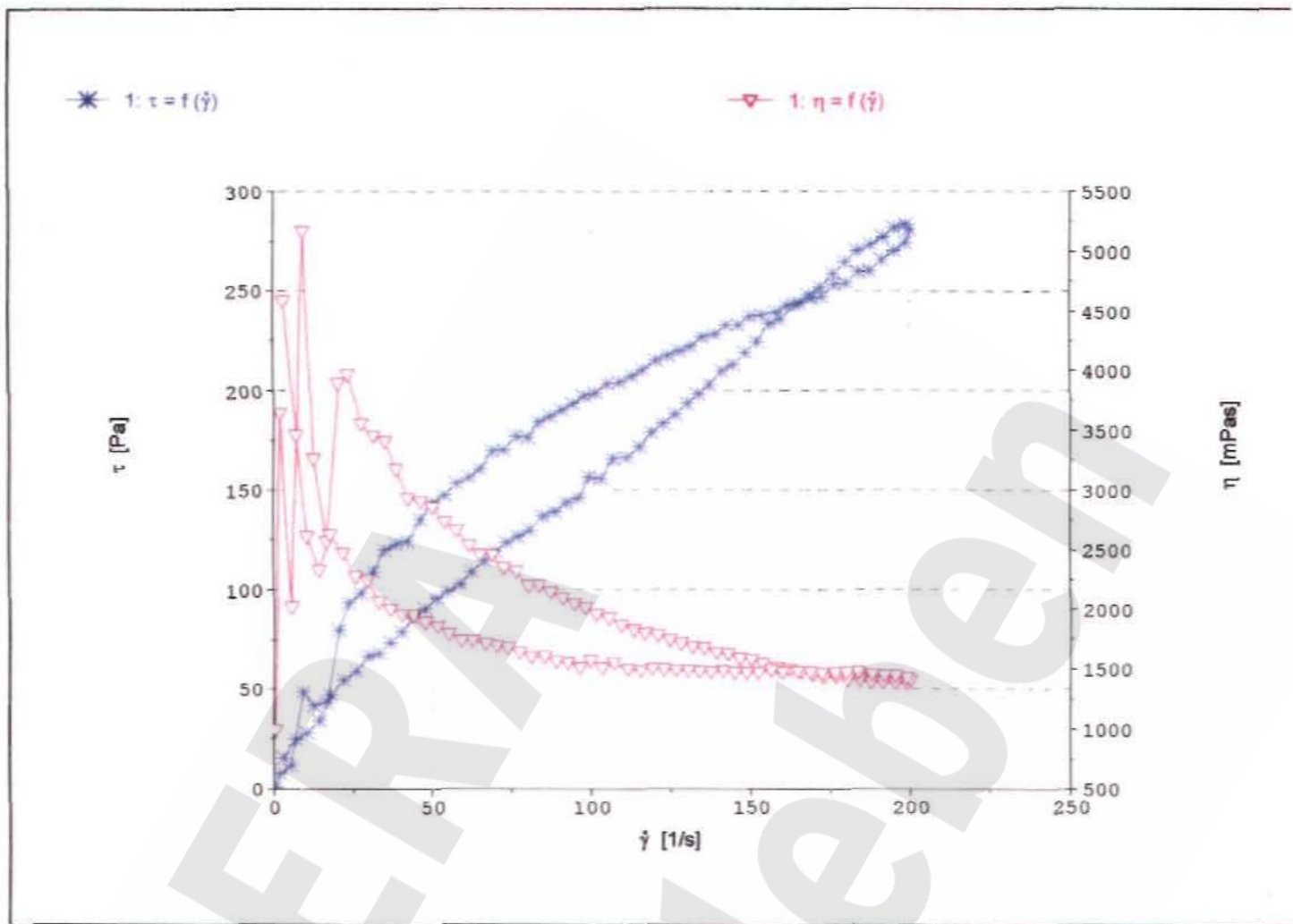


Abb. 2.3.4 Viskositätsverlauf Rezeptur 10.5 nach 4 h Verweilzeit



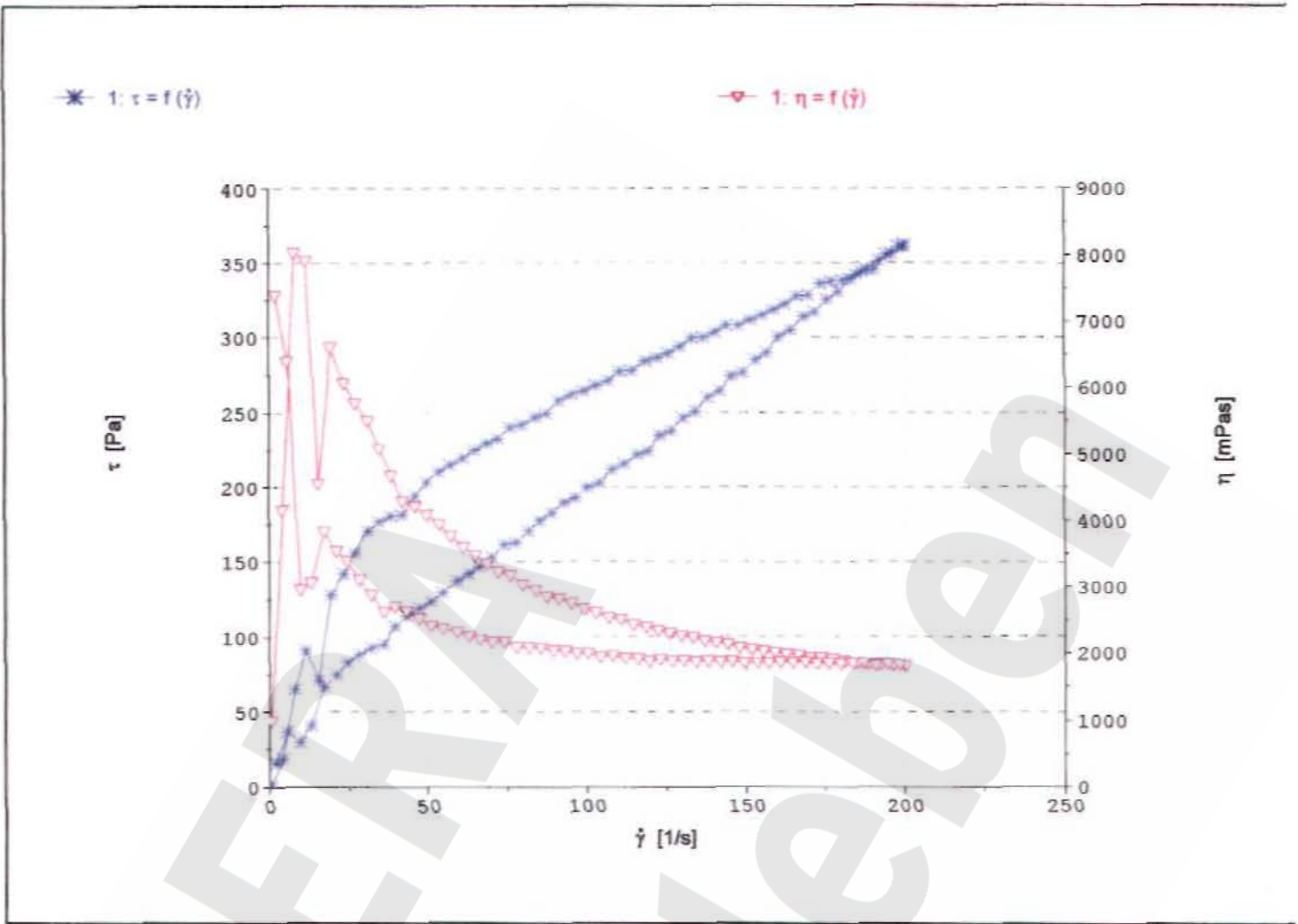
1: C:\Programme\RheoWin\Data\Morsleben\12-1-200.rwd  
Firma / Bearbeiter: Kutec / VT500  
Datum / Zeit / Version: 19.05.1999 / 09:26:12 / RheoWin Pro 20  
Substanz / Chargennummer: Morsleben / 12.1

Abb. 2.4.1 Viskositätsverlauf (rot) Rezeptur 12.1  
im Anmischzustand



1: C:\Programme\RheoWin\Data\Morsleben\12-1-200\_2h.rwd  
 Firma / Bearbeiter: Kutec / VT500  
 Datum / Zeit / Version: 19.05.1999 / 10:39:20 / RheoWin Pro 20  
 Substanz / Chargennummer: Morsleben / 12.1

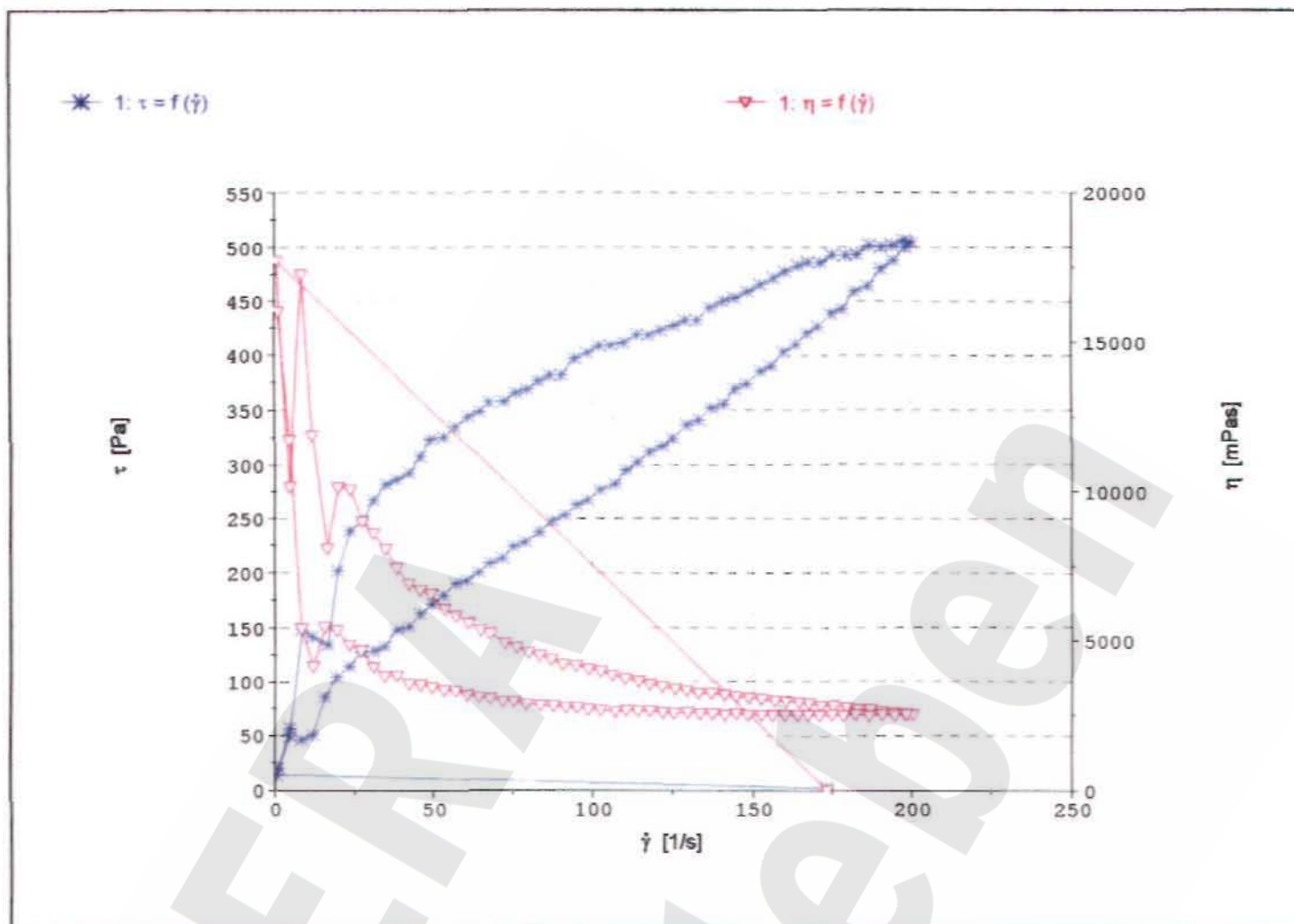
Abb. 2.4.2 Viskositätsverlauf (rot) Rezeptur 12,1  
 nach 2 h Verweilzeit



1: C:\Programme\RheoWin\Data\Morsleben\12-1-200\_3h.rwd  
Firma / Bearbeiter: Kutek / VT500  
Datum / Zeit / Version: 19.05.1999 / 12:26:37 / RheoWin Pro 20  
Substanz / Chargennummer: Morsleben / 12.1

Abb. 2.4.3 Viskositätsverlauf (rot) Rezeptur 12.1  
nach 3 h Verweilzeit

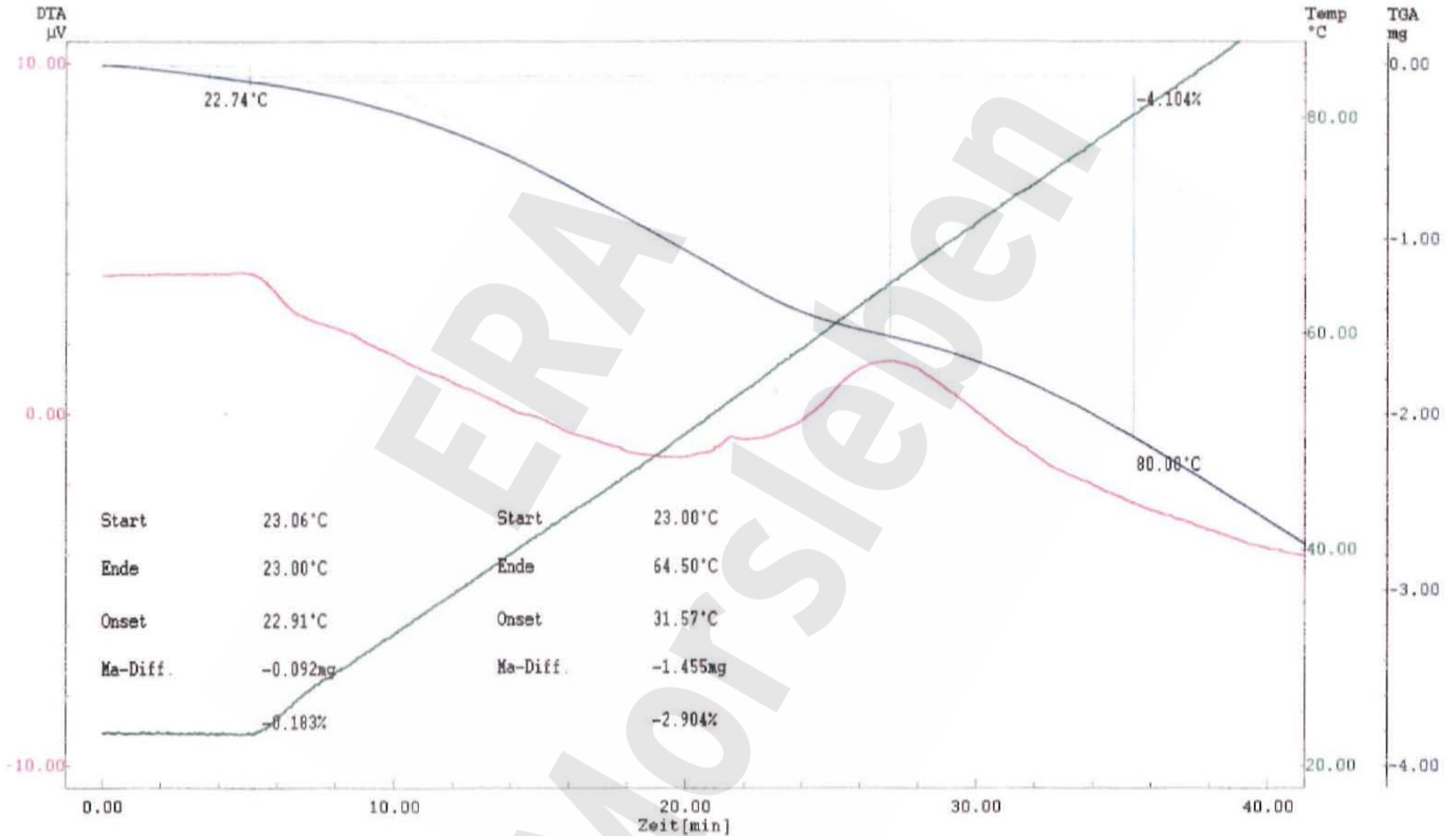




1: C:\Programme\RheoWin\Data\Morsleben\12-1-200\_5h.rwd  
 Firma / Bearbeiter: Kutec / VT500  
 Datum / Zeit / Version: 19.05.1999 / 13:35:40 / RheoWin Pro 20  
 Substanz / Chargennummer: Morsleben / 12.1

Abb. 2.4.4 Viskositätsverlauf (rot) Rezeptur 12.1  
 nach 5 h Verweilzeit

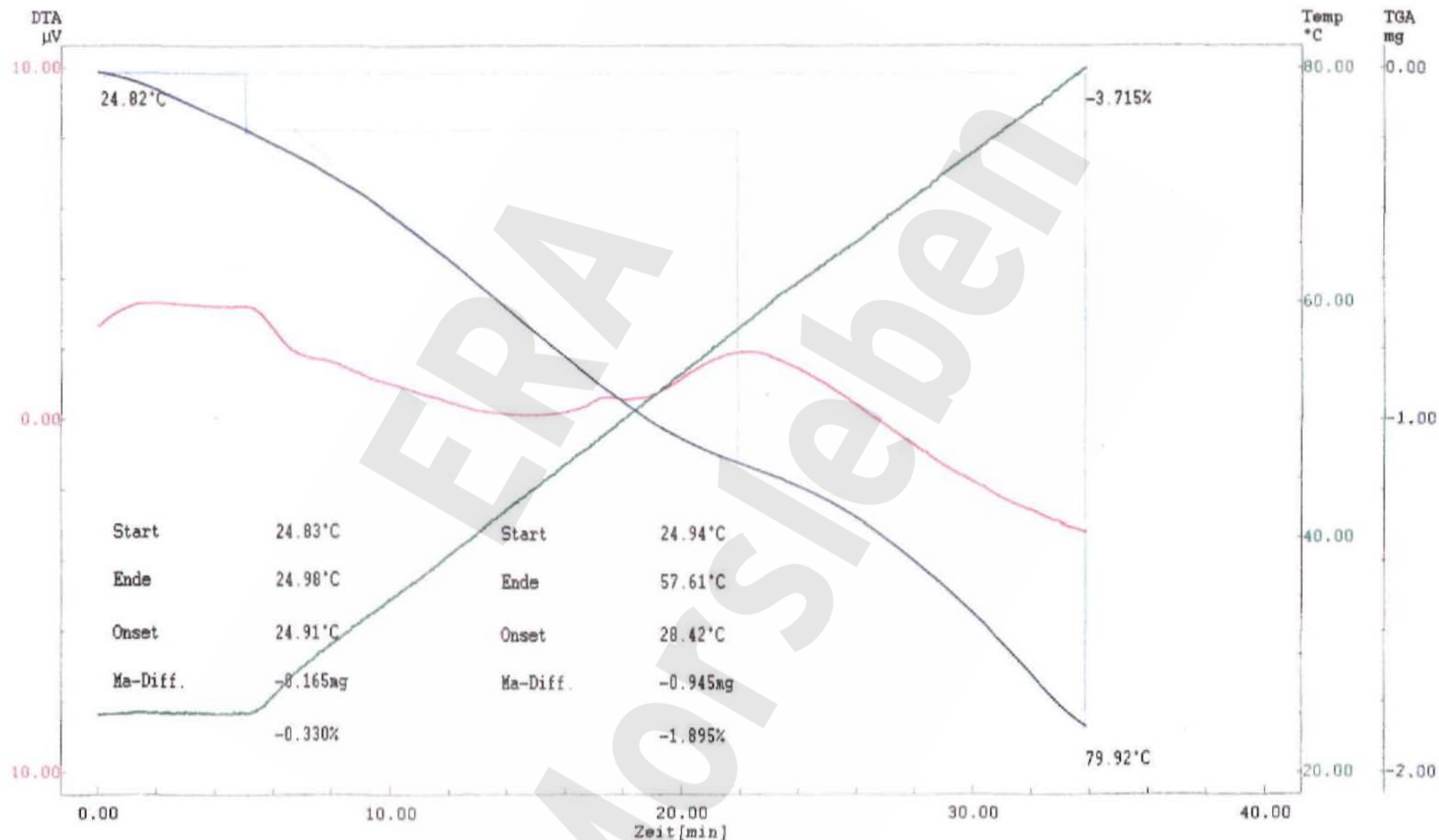
# Thermische Analyse



Probenname: Morsleben 10.2/1  
 Einwaage: 50.11[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: ohne Deckel, per Hand gemörsert < 0,5 mm

Temp Programm		
Rate	Max. Temp	Haltezeit
[K/min]	[°C]	[min]
2.0	100.0	0.0

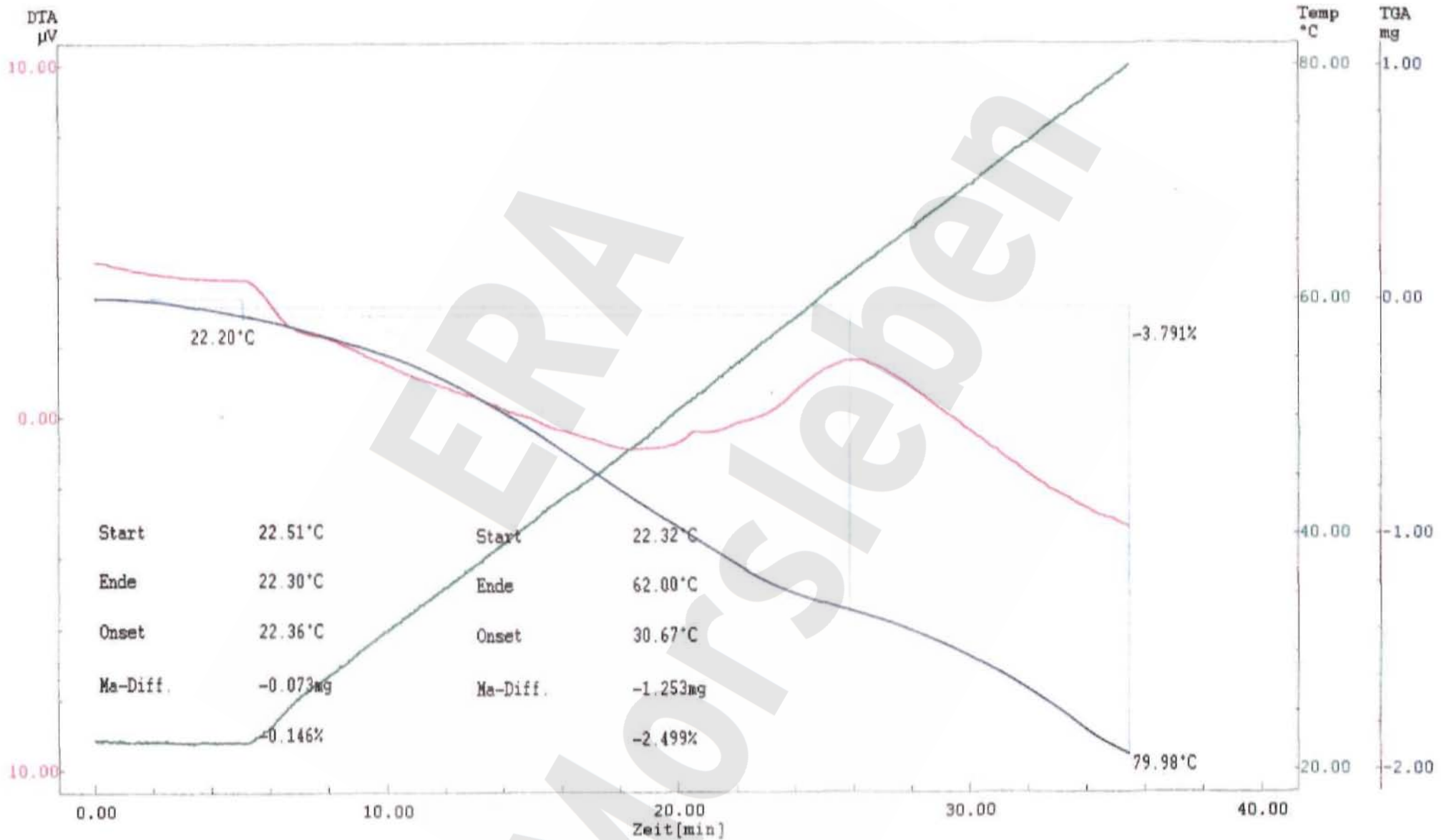
# Thermische Analyse



Probenname: Morsleben  
 Einwaage: 49.86[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: vor Messung per Hand gemörsert < 0,5 mm

Temp Programm  
 Rate Max. Temp Haltezeit  
 [K/min] [°C] [min]  
 2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse



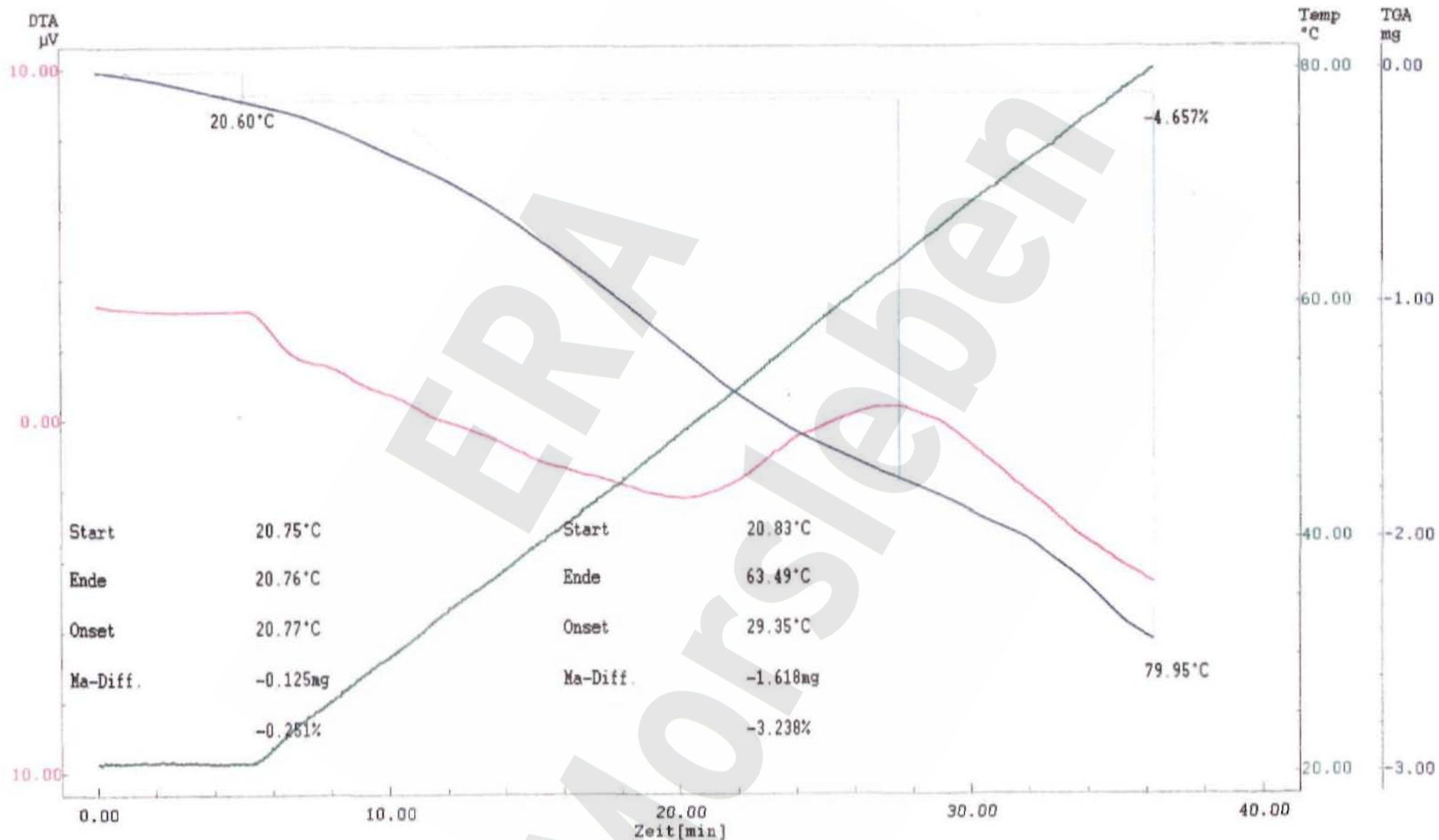
Probenname: Morsleben 10.2/3  
 Einwaage: 50.16 [mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00 [ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: vor Versuch per Hand < 0,5 mm gemörsert

Temp Programm		
Rate	Max. Temp	Haltezeit
[K/min]	[°C]	[min]
2.0	80.0	0.0

# Thermische Analyse

Abb. 3.2.1

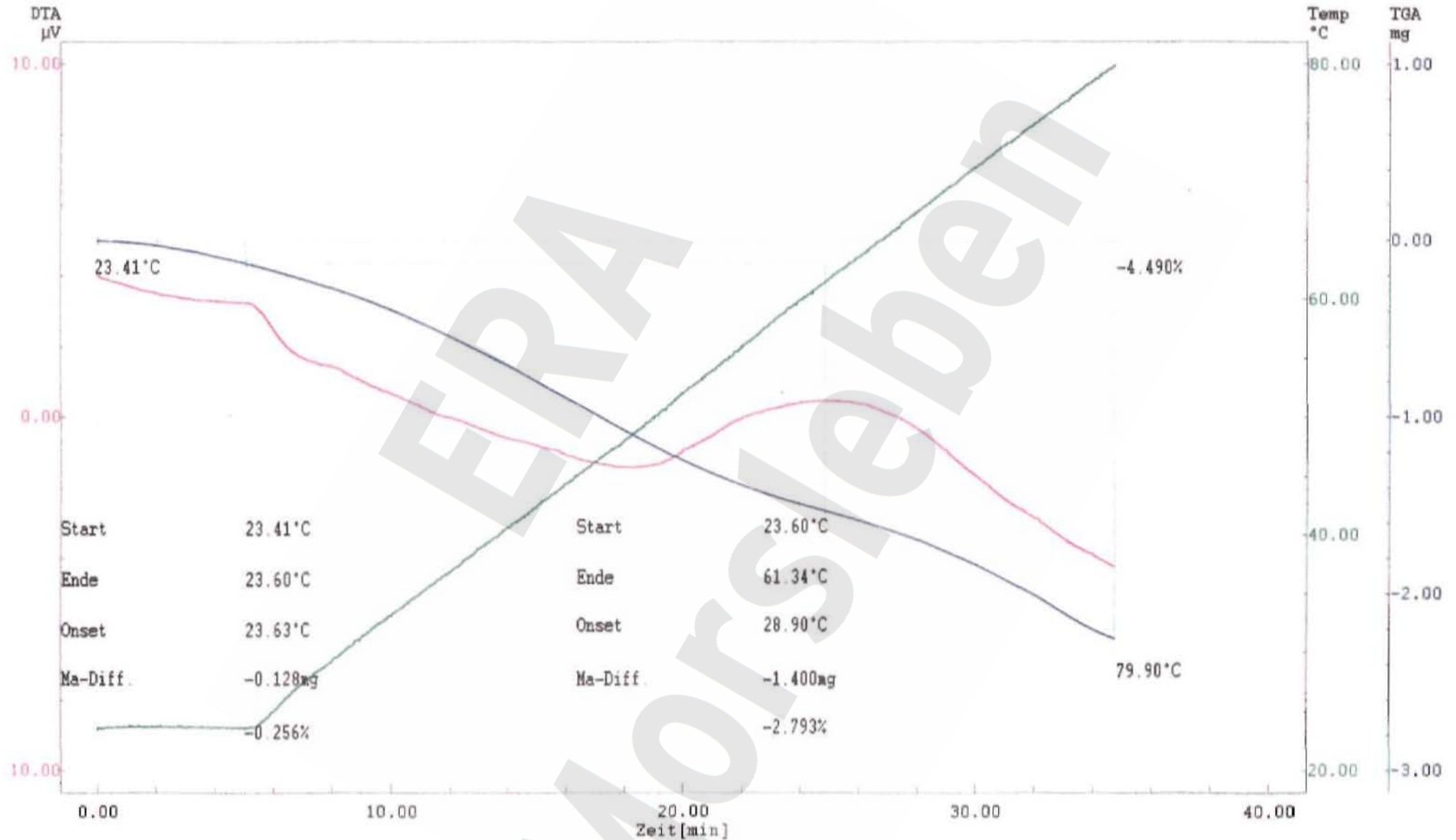
Dateiname: ML1041.D60  
Detektor: Shimadzu DTG-50H  
Datum der Messung: 99/05/04



Probenname: Morsleben 10.4/1  
 Einwaage: 49.95[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: vor Messung per Hand < 0.5 mm gemörsert

Temp Programm		
Rate	Max. Temp	Haltezeit
[K/min]	[°C]	[min]
2.0	80.0	0.0

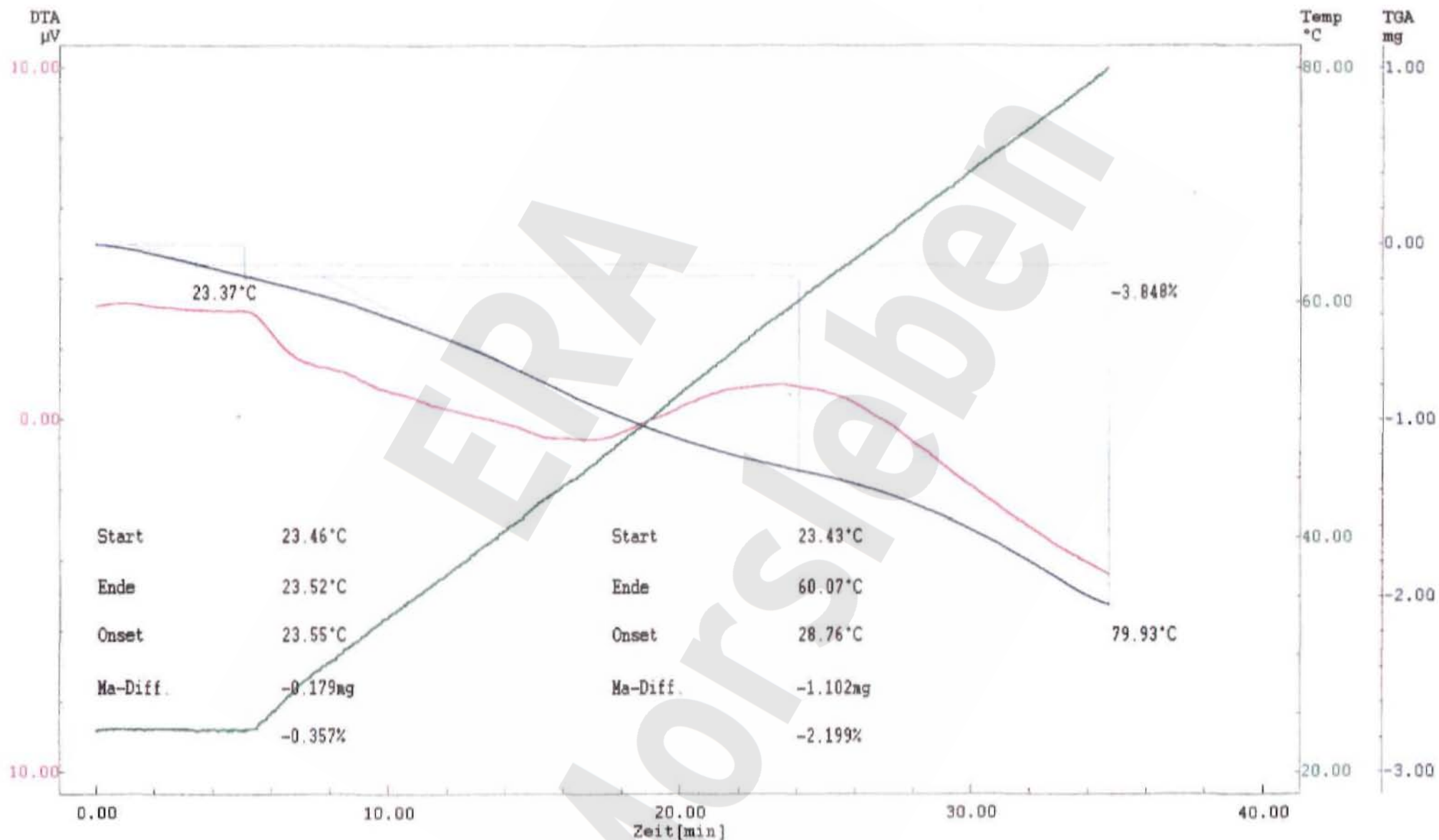
# Thermische Analyse



Probenname: Morsleben 10.4/2  
 Einwaage: 50.12[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: vor Messung per Hand < 0,5 mm gemörsert

Temp Programm		
Rate	Max. Temp	Haltezeit
[K/min]	[°C]	[min]
2.0	80.0	0.0

# Thermische Analyse



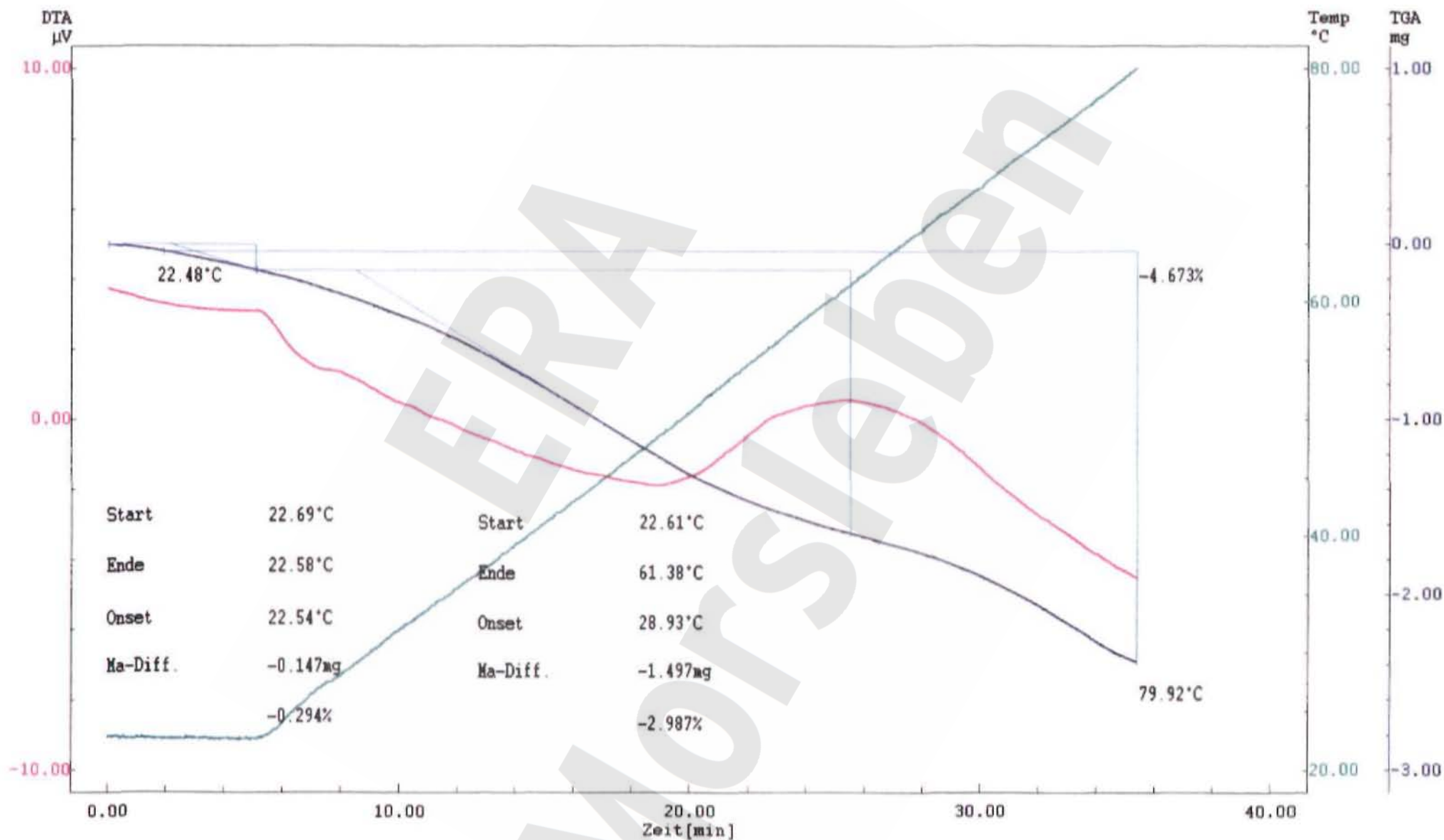
Probenname: Morsleben 10.4/3  
 Einwaage: 50.10[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: WDH, Probe vor Messung < 0,5 mm erneut gemörsert

Temp Programm  
 Rate Max. Temp Haltezeit  
 [K/min] [°C] [min]  
 2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse

Abb. 3.3.1

Dateiname: ML1051A.D60  
Detektor: Shimadzu DTG-50H  
Datum der Messung: 99/05/05



Probenname: Morsleben 10.5/1  
Einwaage: 50.10[mg]  
Tiegel: Aluminium, Makro  
Atmosphäre: Stickstoff  
Flußrate: 20.00[ml/min]  
Bediener: Lin

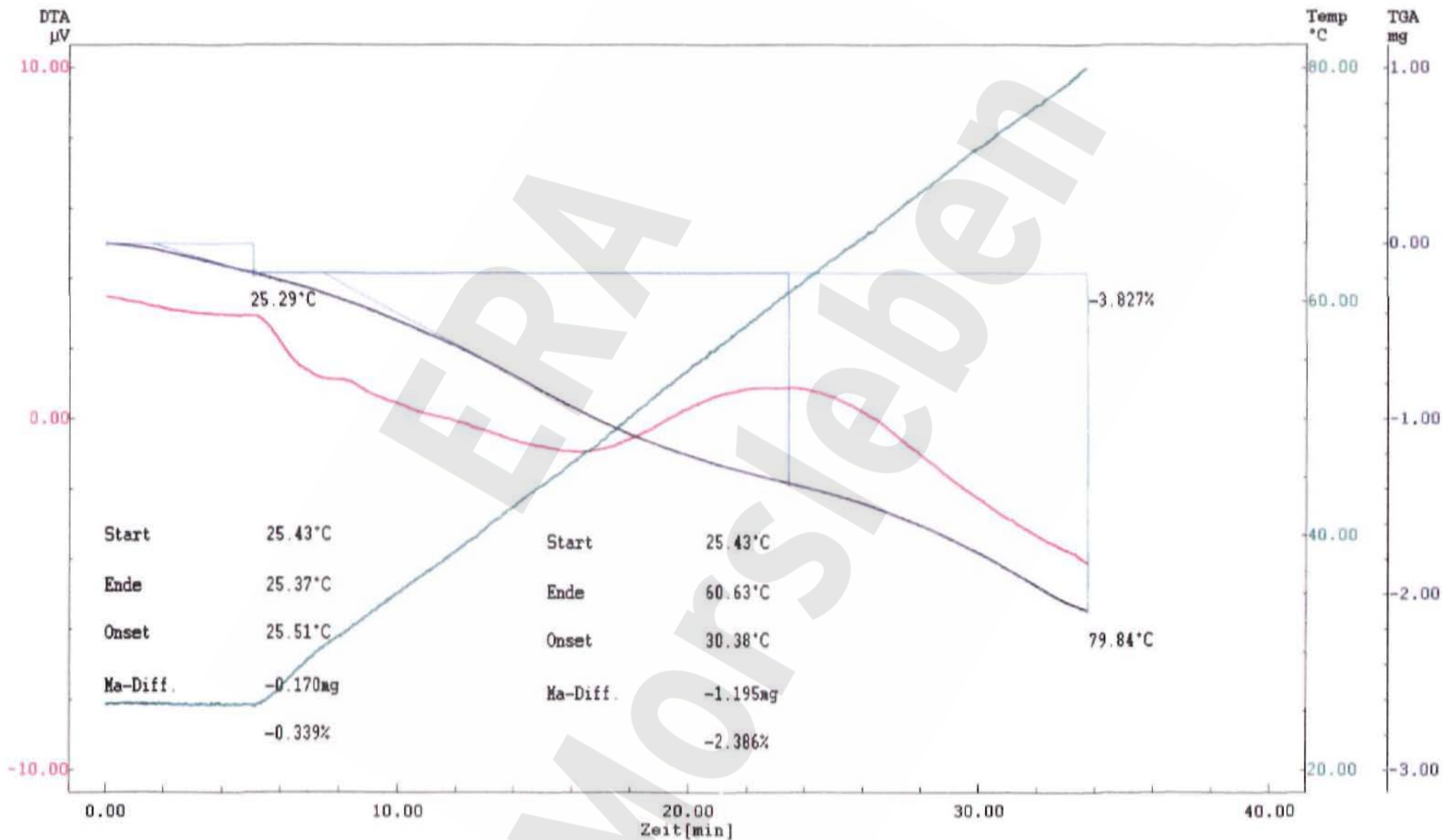
Temp Programm  
Rate Max. Temp Haltezeit  
[K/min] [ $^{\circ}\text{C}$ ] [min]  
2.0 80.0 0.0



# Thermische Analyse

Abb. 3.3.2

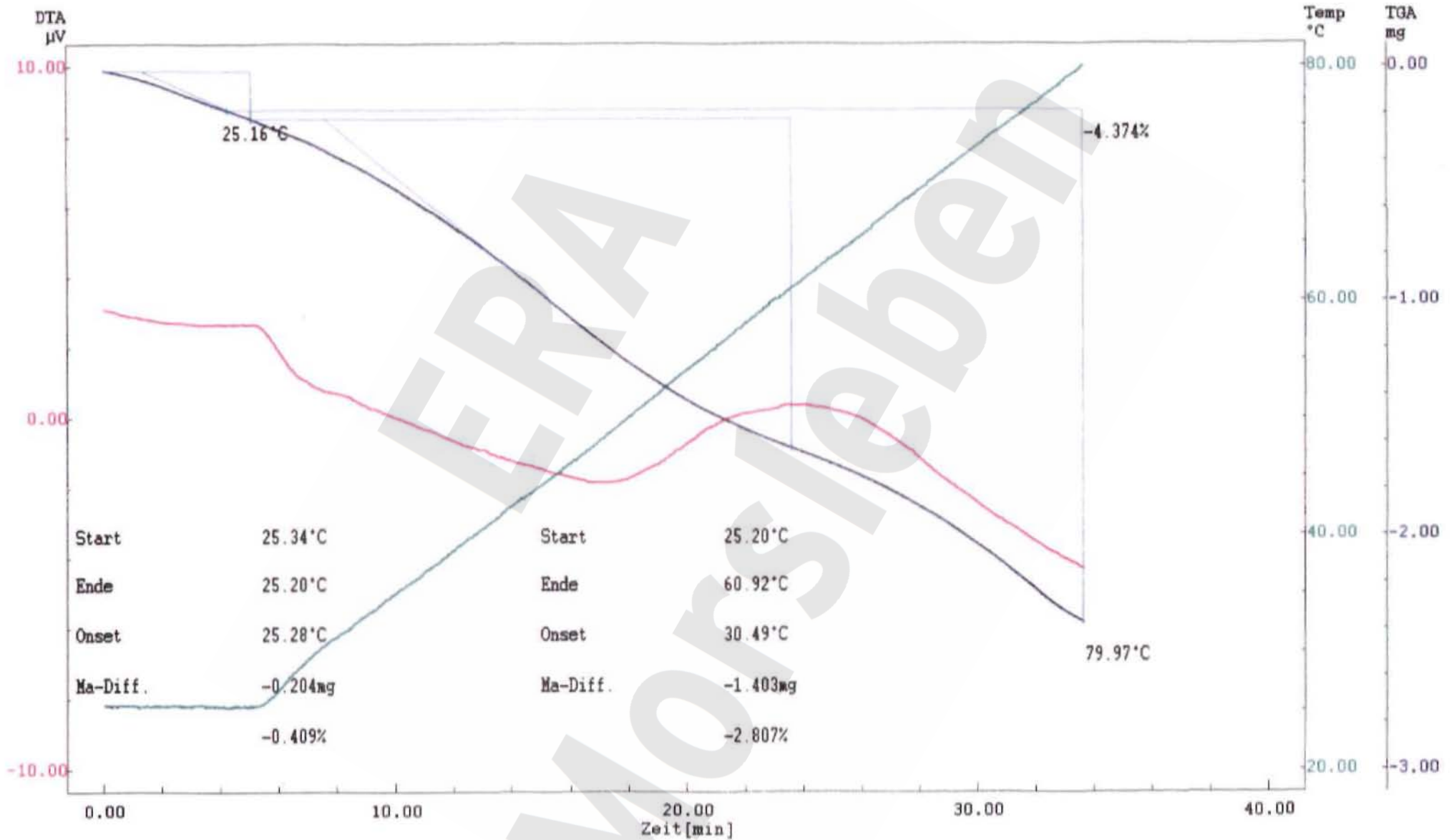
Dateiname: ML1052.D60  
Detektor: Shimadzu DTG-50H  
Datum der Messung: 99/05/03



Probenname: Morsleben 10.5/2  
Einwaage: 50.08[mg]  
Tiegel: Aluminium, Makro  
Atmosphäre: Stickstoff  
Flußrate: 20.00[ml/min]  
Bediener: Lin

Temp Programm  
Rate Max. Temp Haltezeit  
[K/min] [°C] [min]  
2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse



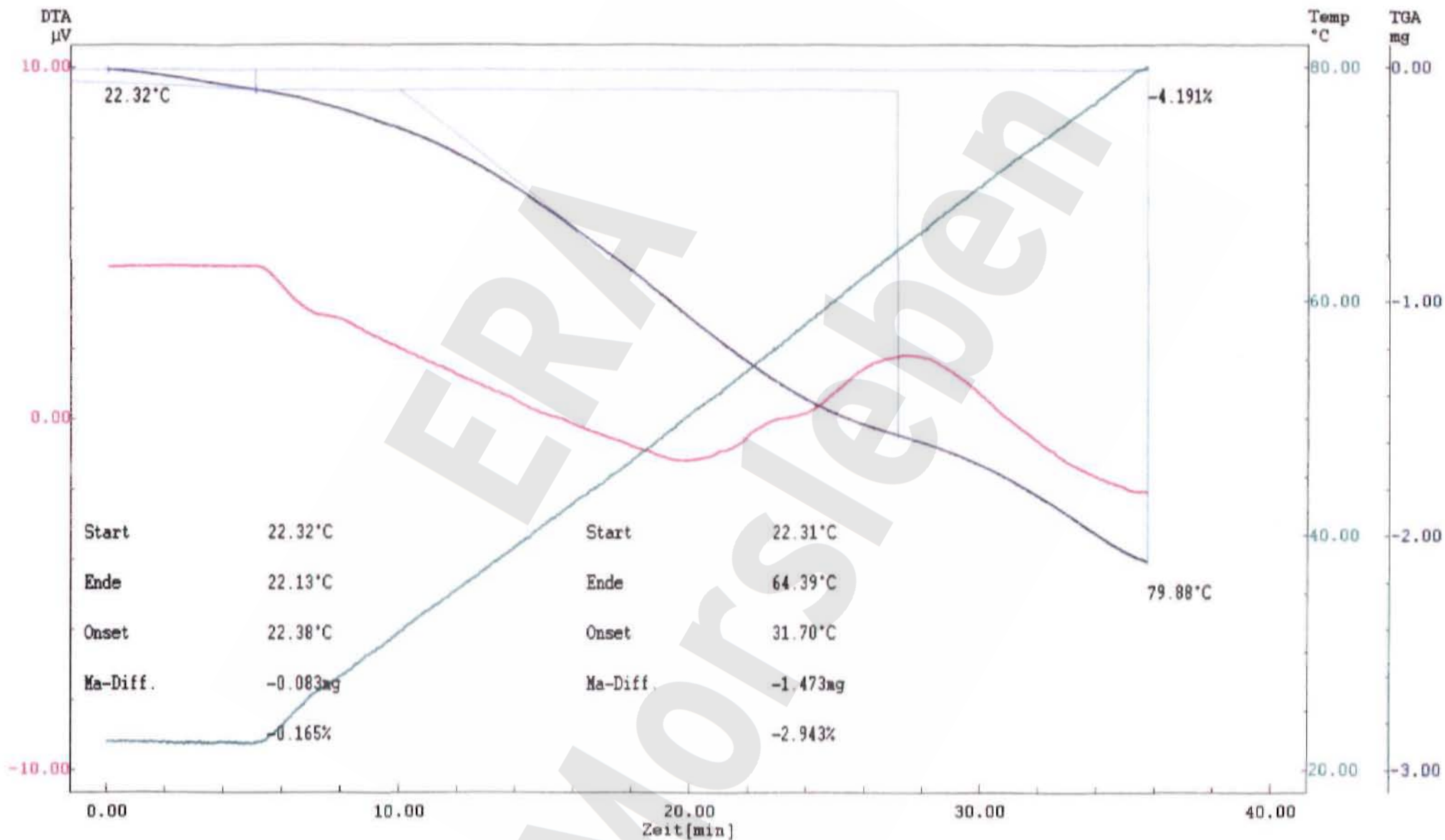
Probenname: Morsleben 10.5/3  
 Einwaage: 49.97[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin

Temp Programm  
 Rate Max. Temp Haltezeit  
 [K/min] [°C] [min]  
 2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse

Abb. 3.4.1

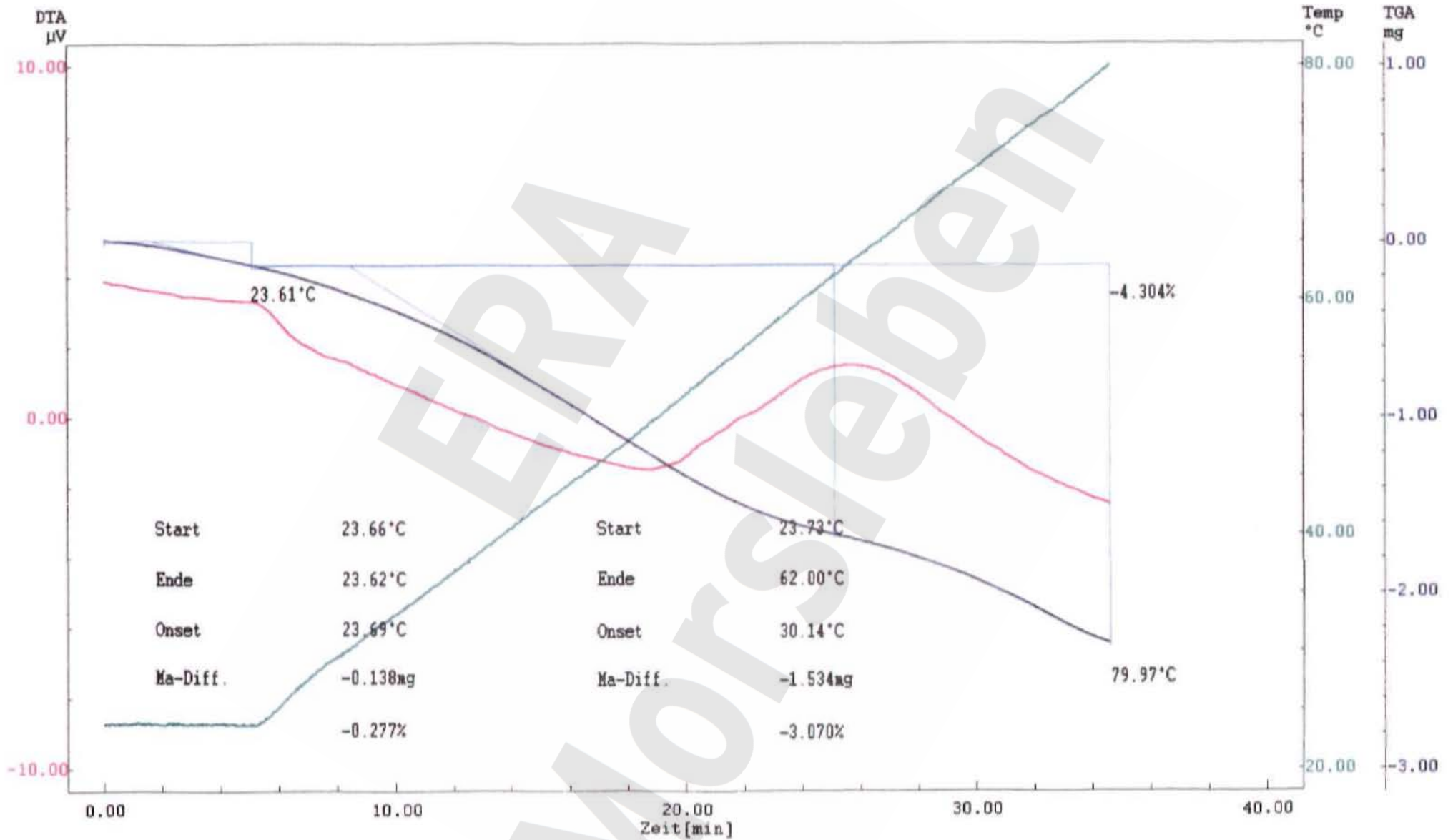
Dateiname: ML1211.D60  
Detektor: Shimadzu DTG-50H  
Datum der Messung: 99/05/18



Probenname: Morsleben 12.1/1  
 Einwaage: 50.07[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin  
 Kommentar: vor Messung < 0.5 mm gemischt

Temp Programm  
 Rate Max. Temp Haltezeit  
 [K/min] [°C] [min]  
 2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse



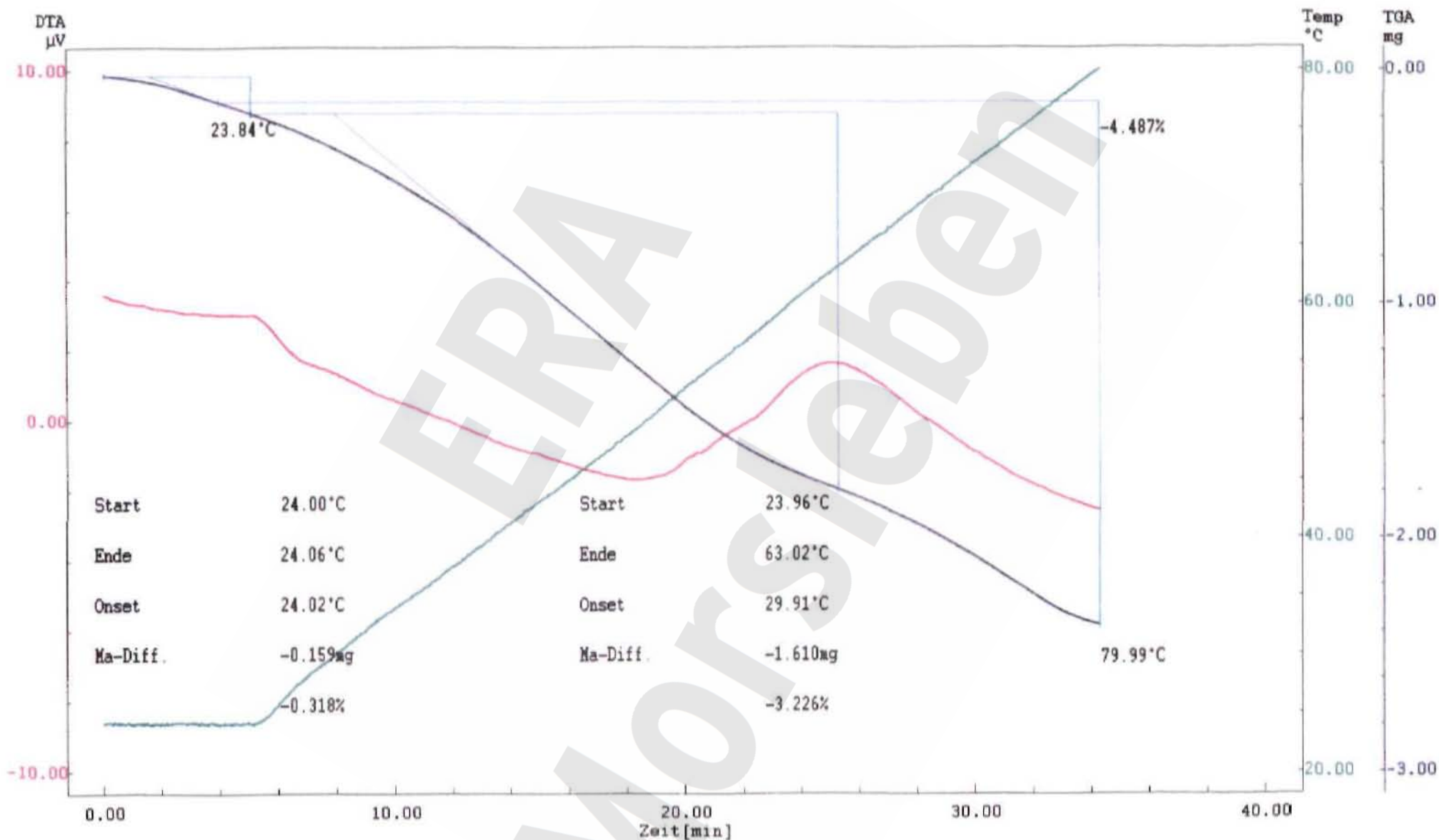
Probenname: Morsleben 12.1/2  
 Einwaage: 49.95[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin

Temp Programm  
 Rate Max. Temp Haltezeit  
 [K/min] [°C] [min]  
 2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse

Abb. 3.4.3

Dateiname: ML1213.D60  
 Detektor: Shimadzu DTG-50H  
 Datum der Messung: 99/05/18

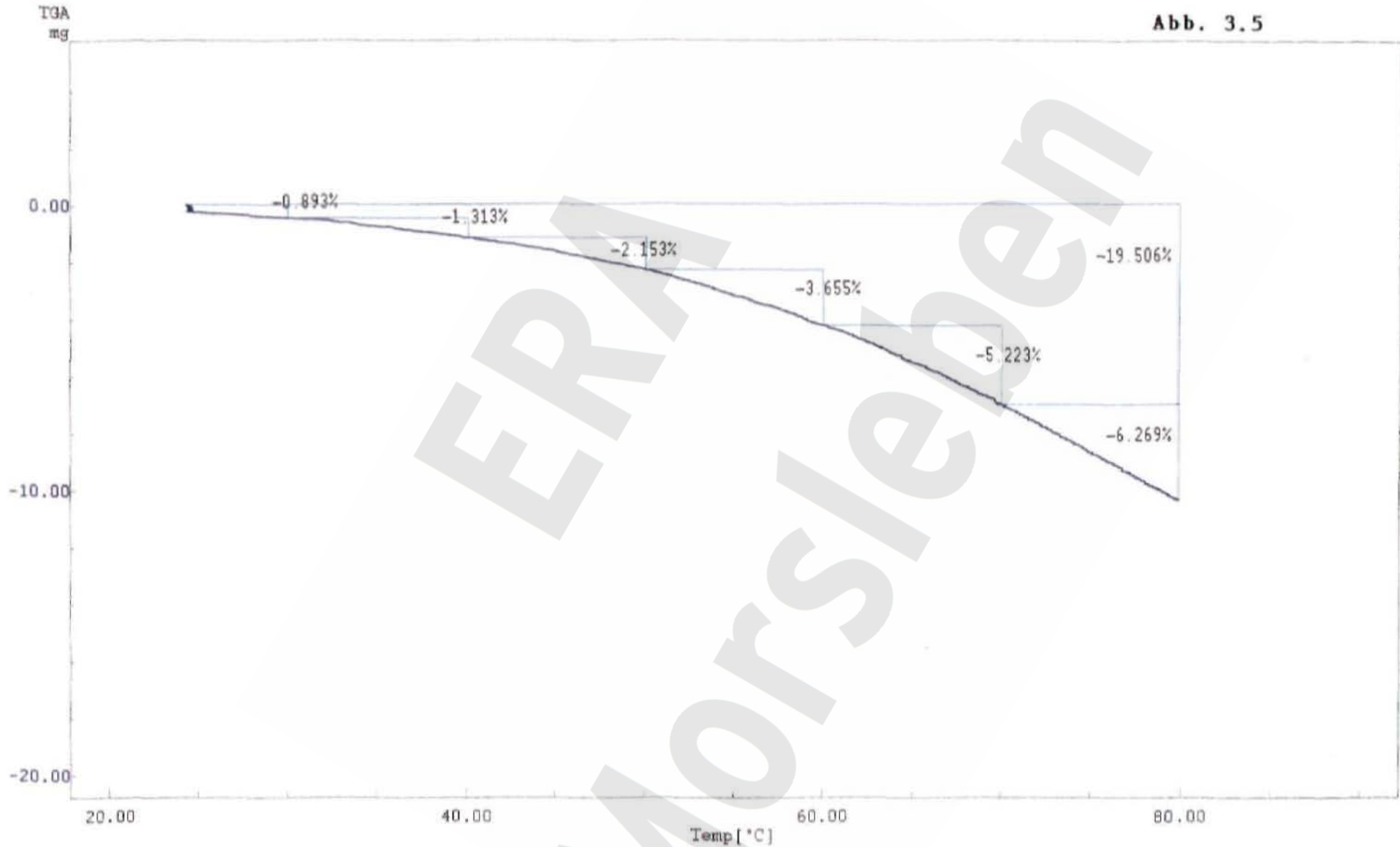


Probenname: Morsleben 12.1/3  
 Einwaage: 49.91[mg]  
 Tiegel: Aluminium, Makro  
 Atmosphäre: Stickstoff  
 Flußrate: 20.00[ml/min]  
 Bediener: Lin

Temp Programm  
 Rate Max. Temp Haltezeit  
 [K/min] [°C] [min]  
 2.0 80.0 0.0

# Thermische Analyse

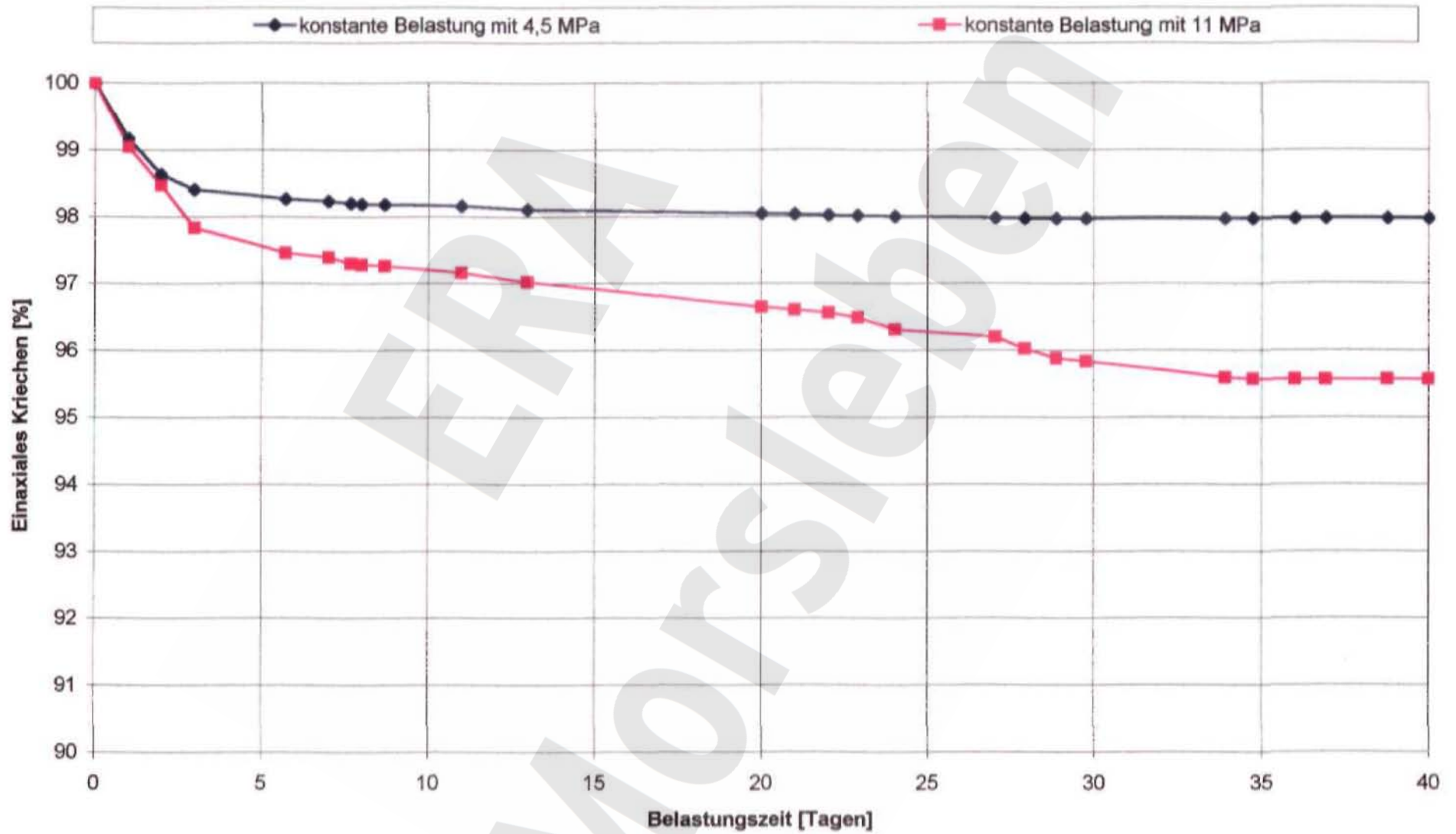
Abb. 3.5



Probenname: Q-Lauge Bleicherode  
Einwaage: 53.05[mg]  
Tiegel: Aluminium, Makro  
Atmosphäre: Stickstoff  
Flußrate: 20.00[ml/min]  
Bediener: Lin

Temp Programm  
Rate Max. Temp Haltezeit  
[K/min] [°C] [min]  
2.0 80.0 0.0

Abb. 4: Kriechverhalten der Bohrlochverfüllrezeptur 12.1 unter konstanter statischer Druckbelastung



Temperatur =  $23 \pm 2^\circ\text{C}$

## Verzeichnis der Anhänge

### Anhang:

- 1.1 Produktdatenblatt Magnesiumoxid Type F4-200
  - 1.1.1 Korngrößenverteilung Magnesiumoxid Type F4-200
- 1.2 Produktdatenblatt Anhydritmehl
  - 1.2.1 Korngrößenverteilung Anhydritmehl
- 1.3 Produktdatenblatt Schiefermehl B 0.09 (2 Seiten)
  - 1.3.1 typische Cilas- Analyse Schiefermehl B 0.09
  - 1.3.2 Korngrößenverteilung Schiefermehl B 0.09
- 1.4 Produktdatenblatt K+S Siede- Gewerbesalz 0,4 - 0,13mm
  - 1.4.1 Korngrößenverteilung K+S Siede- Gewerbesalz 0,4-0,13mm
- 1.5 Sicherheitsdatenblatt Magnesiumoxid Type F4-200 (4 Seiten)
- 1.6 Sicherheitsdatenblatt Schiefermehl B 0.09 (2 Seiten)
- 2 Prüfbericht Nr. B21/872-99 ; Bestimmung von Kennwerten für einen Bohrlochverfüllmörtel der Rezeptur 12.1 (8 Seiten)





**MAGNESIUMOXID  
 TYPE F 4-200**

**Charakteristik:**

sehr gleichmäßig gemahlenes und standardisiertes, natürliches Magnesiumoxid

**Hauptanwendung:**

in Gerbereien zur Chromgerbung; zur Herstellung von Düngemitteln, Pflanzenschutzmitteln; Schleifscheiben; zur Neutralisation von Säuren; zur Gesteinsverfestigung; für Emailleglasuren; für die Zellstoffproduktion, speziell für die Bleiche, für die Brems- und Reibbelagindustrie

**Typische  
 Chem. und phys. Daten:**

MgO (geglühte Basis)	%	97,0
CaO	%	1,8
Fe	%	0,2
SO <sub>3</sub>	%	0,1
SiO <sub>2</sub>	%	1
Cl	%	0,015
Mn	%	0,04
Glühverlust	%	2
Schüttdichte	g/l	700
Stampfdichte	g/l	1100
Schlammrückstand auf		
Sieb 63 µm	%	0,2
Sieb 40 µm	%	3,5

**Verpackung:**

Polygewebesäcke mit PE-Beschichtung a 25,3 kg brutto sowie Big Bags a 1.000 kg oder lose im Silo-LKW / -Waggon

**Bemerkungen:**

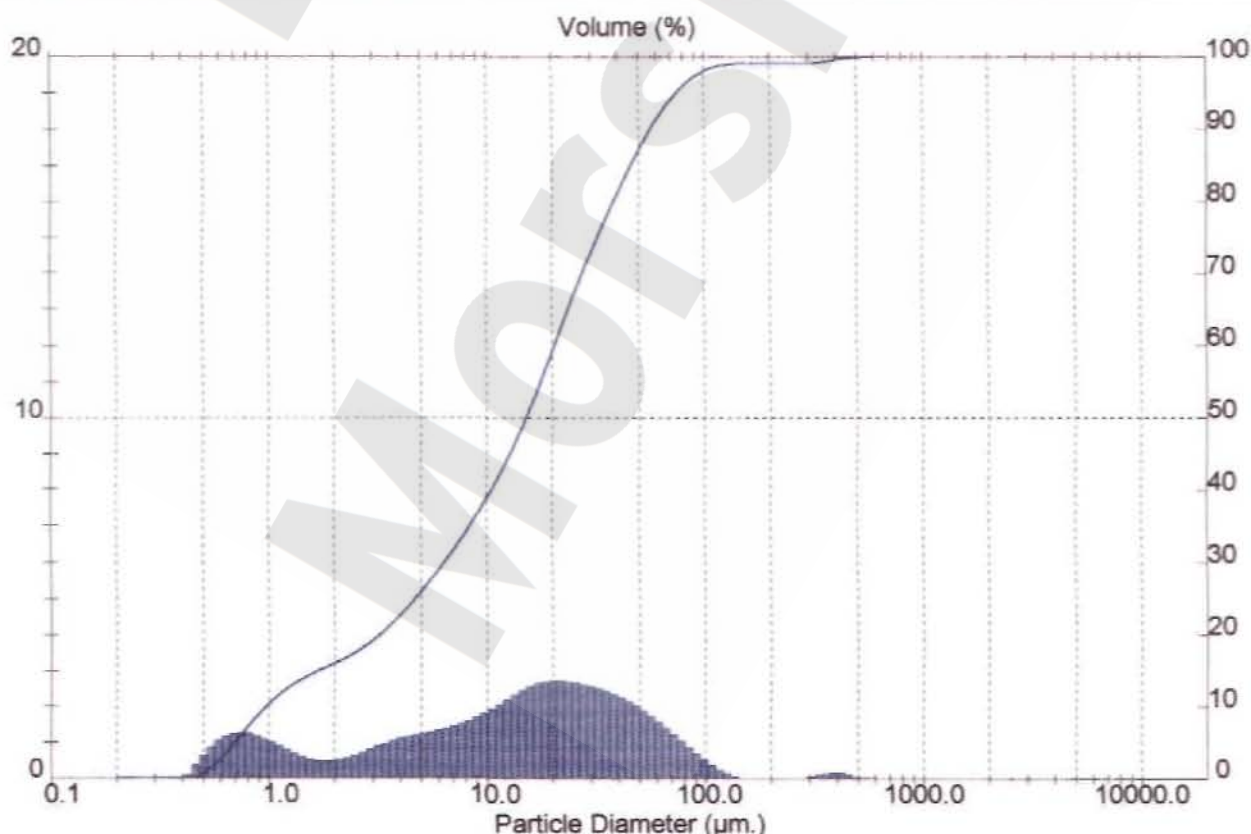
Magnesiumoxid nimmt aufgrund seiner Reaktivität leicht CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O auf. Deshalb sind Gebinde nach Waren- bzw. Musterentnahme sofort wieder luftdicht zu verschließen.

Dieses Produkt wird aus einem mineralischen Rohstoff hergestellt und unterliegt daher trotz sorgfältiger Verarbeitungsmethoden sowie laufenden Kontrollen gewissen Schwankungen.

## Anhang 1.1.1: Korngrößenverteilung MgO Type 4-200

### Result: Analysis Report

Sample Details							
Sample ID: 283A.07.97		Run Number: 31		Measured: Fri 26. Mar 1999 13:07			
Sample File: 990326		Record Number: 4		Analysed: Mon 29. Mar 1999 12:14			
Sample Path: G:\EVTLABOR\SIIZER\DATEN99\				Result Source: Analysed			
Sample Notes: MgO F4-200, Fa. Lehmann & Voß							
Reindichte: 3,265g/ccm							
Schüttdichte: 0,73g/ml							
Stampfdichte: 1,10g/ml							
System Details							
Range Lens: 100 mm		Beam Length: 10.00 mm		Sampler: MS64		Obscuration: 8.4 %	
Presentation: 2SSA		[Fraunhofer]		Residual: 0.167 %			
Analysis Model: Polydisperse		Blended with Record 3 ;					
Modifications: Active -							
Result Statistics							
Distribution Type: Volume		Concentration = 0.0010 %Vol		Density = 3.265 g / cub. cm		Specific S.A. = 0.4930 sq. m / g	
Mean Diameters:		D (v, 0.1) = 0.98 µm		D (v, 0.5) = 15.16 µm		D (v, 0.9) = 56.55 µm	
D [4, 3] = 25.74 µm		D [3, 2] = 3.73 µm		Span = 3.665E+00		Uniformity = 1.322E+00	
Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.20	0.00	0.26	0.00	10.95	6.83	14.07	47.71
0.26	0.00	0.33	0.00	14.07	7.99	18.07	55.70
0.33	0.00	0.42	0.00	18.07	8.46	23.20	64.16
0.42	1.53	0.54	1.53	23.20	8.20	29.80	72.36
0.54	3.41	0.70	4.94	29.80	7.63	38.27	80.00
0.70	3.84	0.90	8.78	38.27	6.76	49.15	86.75
0.90	3.15	1.15	11.93	49.15	5.47	63.13	92.23
1.15	2.18	1.48	14.11	63.13	3.84	81.07	96.07
1.48	1.58	1.90	15.69	81.07	2.17	104.12	98.24
1.90	1.68	2.44	17.38	104.12	0.77	133.72	99.01
2.44	2.32	3.14	19.70	133.72	0.04	171.73	99.05
3.14	3.12	4.03	22.82	171.73	0.00	220.55	99.05
4.03	3.67	5.17	26.49	220.55	0.01	283.25	99.06
5.17	4.09	6.64	30.58	283.25	0.29	363.77	99.35
6.64	4.68	8.53	35.26	363.77	0.51	467.19	99.86
8.53	5.62	10.95	40.88	467.19	0.14	600.00	100.00



# Wildgruber Baustoffwerke

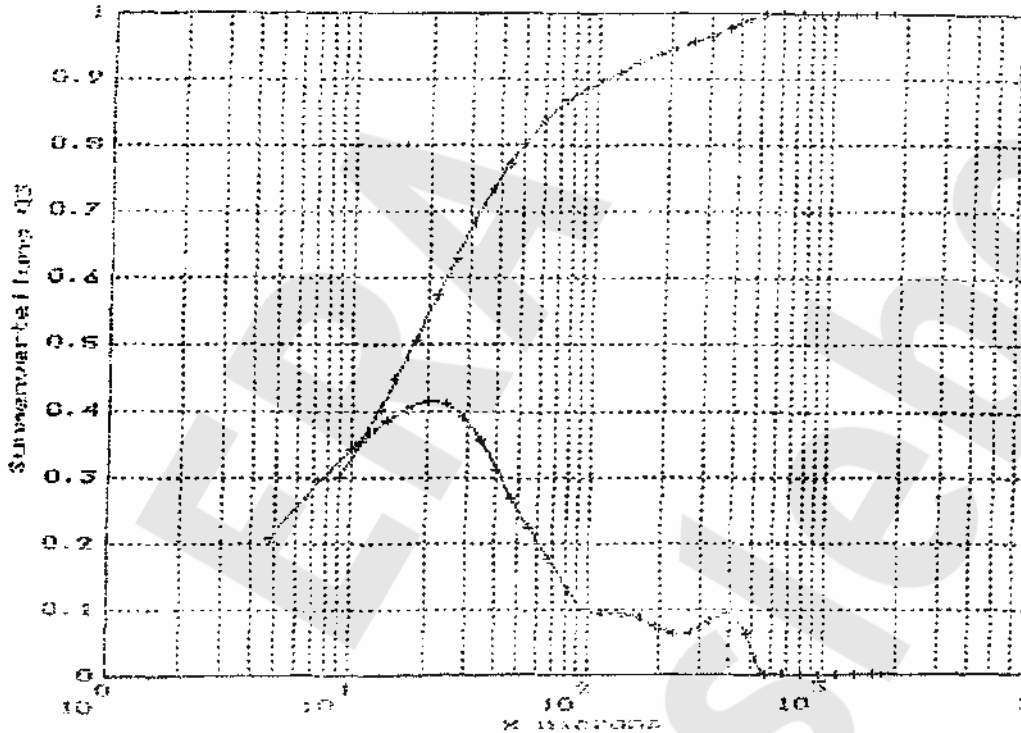


## Produktblatt Anhydritmehl

Das Anhydritmehl ist ein Naturprodukt. Der Ausgangsstoff - Naturanhydrit - wird im Tagebau der Wildgruber Baustoffwerke GmbH u. Co. KG, Baustoffwerk Niedersachswerfenbergmännisch gewonnen. Die Herstellung des Anhydritmehls aus Rohstein erfolgt über mehrere Zerkleinerungs- und Mahlstufen.

Kornband: R 90 < 20 %  
 R 1600 < 0,2 %  
 spez. Oberfläche: ca. 1800 cm<sup>2</sup>/g

Volumenverteilung



### Chemische Zusammensetzung (Die aufgeführten Verunreinigungen stellen mögliche Maximalwerte dar.)

Anhydrit	CaSO <sub>4</sub>	92 - 96 %
Sulfatgehalt	SO <sub>3</sub>	54,10 - 56,46 %
Kalziumoxyd	CaO	< 2,0 %
Magnesiumoxyd	MgO	< 0,70 %
Natriumoxyd	Na <sub>2</sub> O	< 0,06 %
Aluminiumoxyd	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	< 0,06 %
Siliziumoxyd	SiO <sub>2</sub>	< 0,20 %
Kohlendloxyd	CO <sub>2</sub>	< 1,65 %
Chloridrest	Cl	< 0,045 %
Kristallwassergehalt		< 3,0 %
HCl - unlösliches		< 0,60 %
pH-Wert		5,6 - 7,3
Feuchte		< 3,0 %

Die Angaben dieses Produktblattes entsprechen unserem besten Wissen, jedoch kann keine Verbindlichkeit abgeleitet werden. Wir gewährleisten für unsere Produkte nach Maßgabe unserer „Allgemeinen Lieferungs- und Zahlungsbedingungen“.

Wildgruber Baustoffwerke  
 GmbH & Co. KG  
 Baustoffwerk Niedersachswerfen  
 Leipziger Straße 4  
 99762 Niedersachswerfen

Telefon: (03 63 31) 55-0  
 Fax Verkauf: (03 63 31) 55-2 15  
 Fax Versand: (03 63 31) 55-2 11

Fax Technik: (03 63 31) 55-132  
 Fax Tagebau  
 und Produktion: (03 63 31) 55-121  
 Fax Controlling: (03 63 31) 55-122

Handelsregister München HRA 70601  
 Persönlich haftende Gesellschafterin:  
 Wildgruber Baustoffwerke GmbH  
 Sitz: Niedersachswerfen  
 Handelsregister Mühldorf HRB 3483

Geschäftsführer:  
 Dipl.-Ing. (FH)  
 Helmut Wildgruber  
 Gertrud Wildgruber

## Anhang 1.2.1 Korngrößenverteilung Anhydritmehl

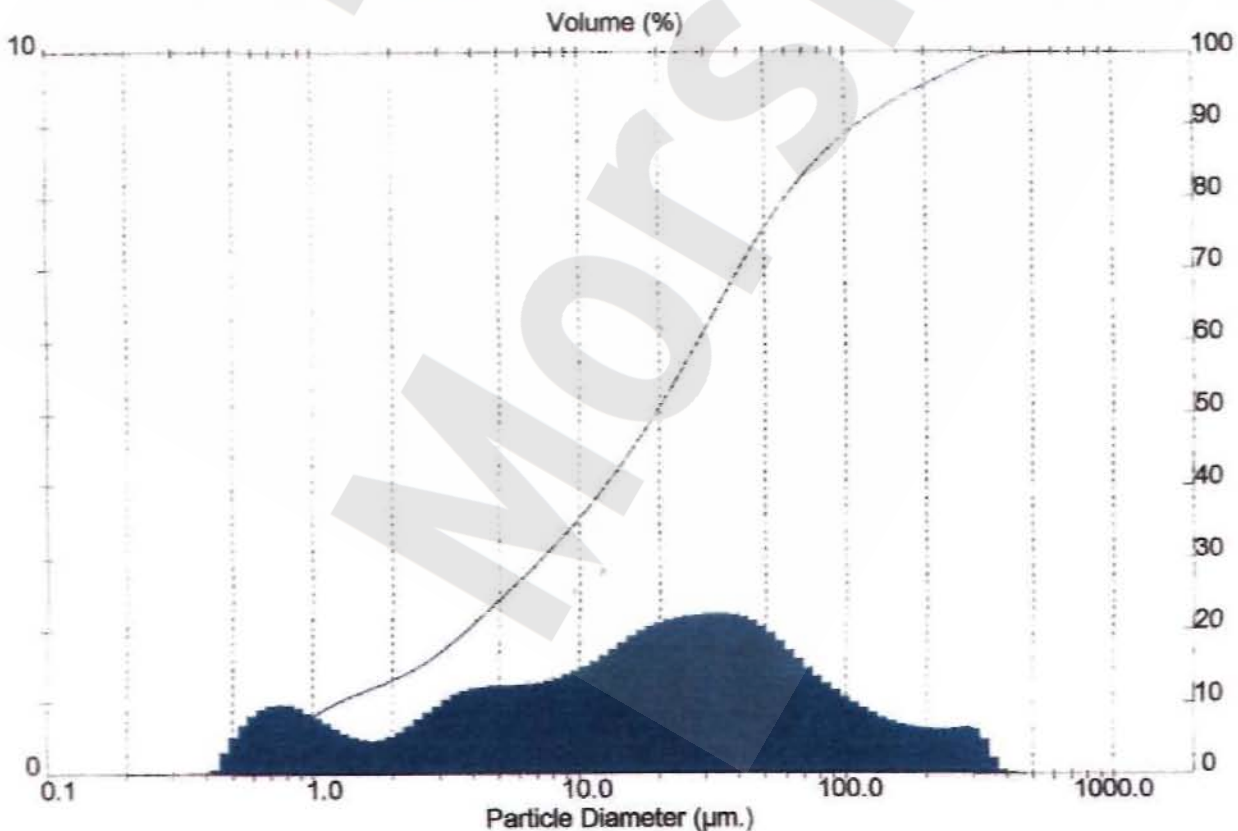
### Result: Analysis Report

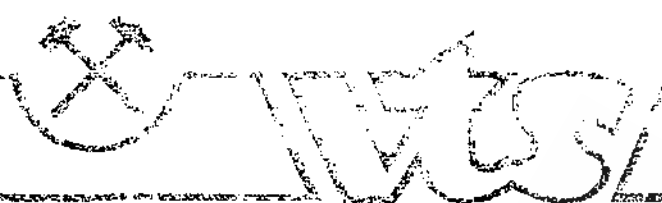
Sample Details		
Sample ID: 217B.08.98	Run Number: 35	Measured: Fri 26. Mar 1999 13:14
Sample File: 990326	Record Number: 6	Analysed: Mon 29. Mar 1999 12:16
Sample Path: G:\EVTLABOR\SIIZER\DATEN99\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Anhydrit A92, Harzer Anhydritwerk Niedersachswerfen		
Reindichte: 2,926g/ccm		
Schüttdichte: 1,23g/ml		
Stampfdichte: 1,80g/ml		

System Details			
Range Lens: 100 mm	Beam Length: 10.00 mm	Sampler: MS64	Obscuration: 5.0 %
Presentation: 2\$\$A	[Fraunhofer]		
Analysis Model: Polydisperse			Residual: 0.209 %
Modifications: Active --	Blended with Record 5:		

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0007 %Vol	Density = 2.926 g / cub. cm	Specific S.A. = 0.4677 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 1.24 µm	D (v, 0.5) = 19.42 µm	D (v, 0.9) = 111.57 µm
D [4, 3] = 42.76 µm	D [3, 2] = 4.38 µm	Span = 5.683E+00	Uniformity = 1.848E+00

Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%	Size Low (µm)	In %	Size High (µm)	Under%
0.20	0.00	0.26	0.00	10.95	5.14	14.07	42.16
0.26	0.00	0.33	0.00	14.07	5.99	18.07	48.15
0.33	0.00	0.42	0.00	18.07	6.58	23.20	54.73
0.42	1.23	0.54	1.23	23.20	6.84	29.80	61.58
0.54	2.69	0.70	3.92	29.80	6.95	38.27	68.53
0.70	3.00	0.90	6.91	38.27	6.66	49.15	75.18
0.90	2.48	1.15	9.40	49.15	5.79	63.13	80.96
1.15	1.82	1.48	11.22	63.13	4.59	81.07	85.57
1.48	1.53	1.90	12.74	81.07	3.59	104.12	89.16
1.90	1.92	2.44	14.66	104.12	2.81	133.72	91.97
2.44	2.76	3.14	17.42	133.72	2.26	171.73	94.23
3.14	3.51	4.03	20.94	171.73	2.00	220.55	96.23
4.03	3.80	5.17	24.73	220.55	1.99	283.25	98.22
5.17	3.84	6.64	28.57	283.25	1.60	363.77	99.82
6.64	4.01	8.53	32.58	363.77	0.18	467.19	100.00
8.53	4.44	10.95	37.03	467.19	0.00	600.00	100.00





Basis: Schiefermehl B 0.09

**1. Kornzusammensetzung:**

- Naßsiegung	< 0,5 mm	100 %
	< 0,25 mm	99,9 %
	< 0,09 mm	87,2 %
	< 0,071 mm	78,0 %
	< 0,045 mm	66,8 %
	< 0,063 mm	76,0 %
- 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/cm³
- Schüttdichte nach DIN 53 194	680 - 700 g/l
- Stampfgewicht nach DIN 53194	1,13 g/cm³
- Stampfvolumen nach DIN 53194	0,88 cm³/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 <sub>2</sub> < 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 Unteroquitz**  
**Telefon: ( 03 67 31 ) 25 293'** **Fax: ( 03 67 31 ) 25 214**

Anhang 1.3.1

----- Granulometer CILAS 920 Nummer 203 -----

Probenbezeichnung : SM(B)0.09

Flüssigkeit : Isopropanol  
 Ultraschall : 60 s. / Dispergiermittel :  
 Kommentar :  
 Benutzername :  
 Datum/Uhrzeit : 29/03/1996 19:12:19  
 Firma : mbw  
 Ort : 07387 Krölpa  
 Konzentration : 242

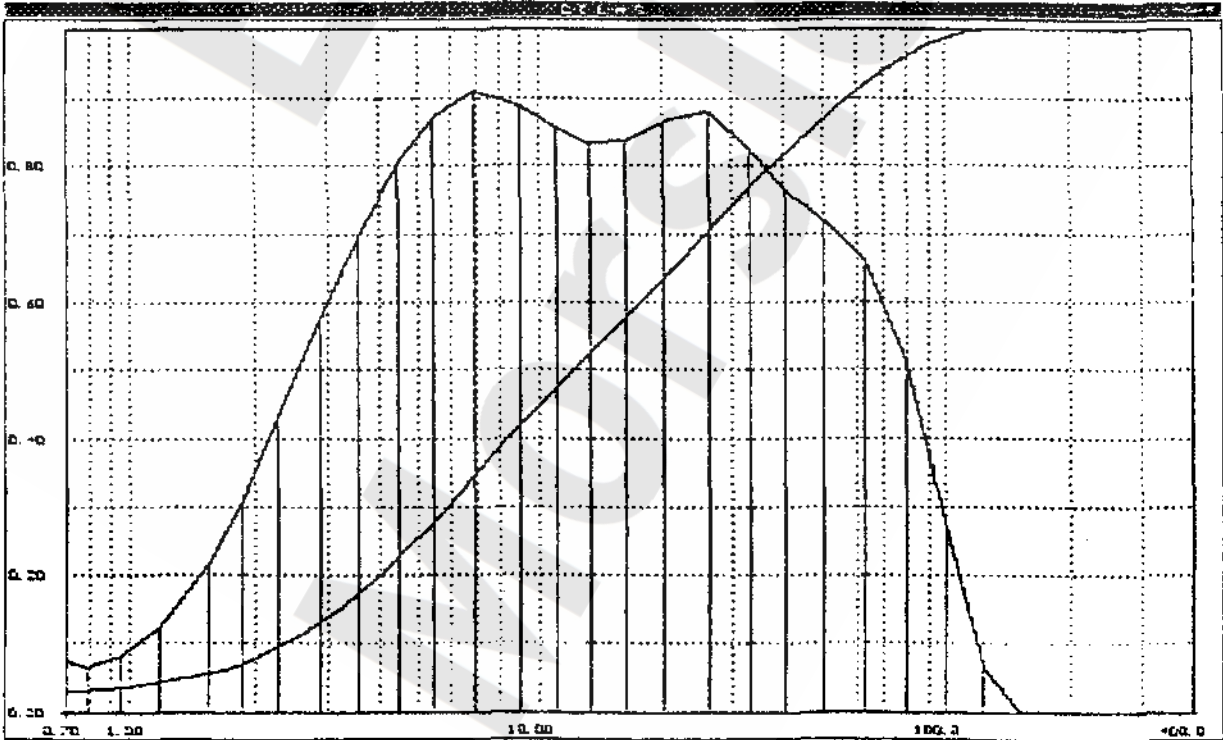
*typische Cilas-Analyse*  
 von  
*Schiefermehl B 0,09*

Durchmesser 50.0 % : 12.09 um  
 Durchmesser 10.0 % : 2.36 um  
 Durchmesser 90.0 % : 58.00 um

Anzahl der Mess. : 20  
 Autom. Verdünnung : Nein  
 Option : -----  
 Verteilung : Volumenverteilung / Durchgang

Anzahl der Spülung : 3  
 Ultrasch. /Messung : Nein  
 Füllstandsüberprüf. : Nein

D	0.7	0.9	1.0	1.4	1.7	2.0	2.6	3.2	4.0	5.0
K%	2.8	3.3	3.6	4.9	6.2	7.8	11.3	15.1	20.0	25.6
D	6.0	8.0	10.0	12.0	15.0	18.0	23.0	30.0	36.0	45.0
K%	30.5	38.7	44.9	49.8	55.6	60.4	67.0	74.3	79.0	84.4
D	56.0	70.0	90.0	110.0	135.0	165.0	210.0	260.0	320.0	400.0
K%	89.3	93.9	97.9	99.6	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0



Anhang 1.3.2: Korngrößenverteilung Schiefermehl B 0.09

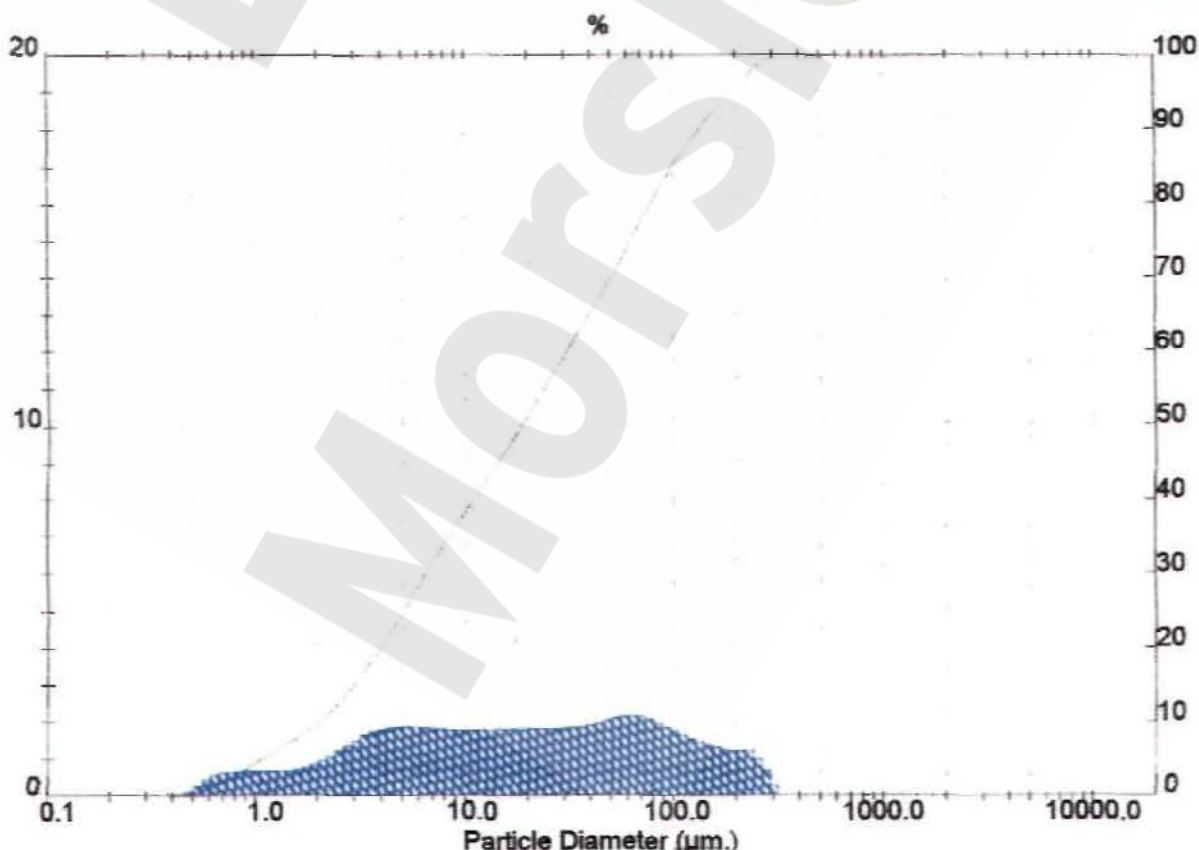
Result: Analysis Report

Sample Details		
Sample ID: 53C.02.99	Run Number: 3	Measured: Fri 26. Mar 1999 13:03
Sample File: (Result Not Saved)		Analysed: Mon 19. Jul 1999 12:04
Sample Path: C:\SIZER\DATA\		Result Source: Analysed
Sample Notes: Schiefermehl B 0,09, Vereinigte Thüringer Schiefergruben Unterloquitz Reindichte:2,706g/ccm Schüttdichte:0,96g/ml; Stampfdichte:1,41g/ml		

System Details			
Range Lens: 100 mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler: MS64	Obscuration: 5.4 %
Presentation: 2\$SA	[Fraunhofer]		Residual: 0.258 %
Analysis Model: Polydisperse			
Modifications: Active -	Blended with Record 13:		
	Result Extended: Upper;		

Result Statistics			
Distribution Type: Volume	Concentration = 0.0041 %Vol	Density = 2.706 g / cub. cm	Specific S.A. = 0.4120 sq. m / g
Mean Diameters:	D (v, 0.1) = 2.05 um	D (v, 0.5) = 18.78 um	D (v, 0.9) = 135.25 um
D [4, 3] = 50.20 um	D [3, 2] = 5.38 um	Span = 7.092E+00	Uniformity = 2.326E+00

Size Low (um)	In %	Size High (um)	Under%	Size Low (um)	In %	Size High (um)	Under%
0.20	0.00	0.26	0.00	10.95	4.77	14.07	44.42
0.26	0.00	0.33	0.00	14.07	4.83	18.07	49.25
0.33	0.10	0.42	0.10	18.07	4.85	23.20	54.10
0.42	0.40	0.54	0.51	23.20	4.87	29.80	58.97
0.54	1.41	0.70	1.92	29.80	4.97	38.27	63.94
0.70	1.75	0.90	3.67	38.27	5.29	49.15	69.23
0.90	1.81	1.15	5.48	49.15	5.74	63.13	74.97
1.15	1.80	1.48	7.28	63.13	5.69	81.07	80.65
1.48	2.00	1.90	9.28	81.07	4.97	104.12	85.62
1.90	2.68	2.44	11.96	104.12	4.20	133.72	89.82
2.44	3.66	3.14	15.62	133.72	3.60	171.73	93.43
3.14	4.56	4.03	20.19	171.73	3.27	220.55	96.70
4.03	4.94	5.17	25.12	220.55	1.59	250.00	98.28
5.17	4.96	6.64	30.08	250.00	1.42	500.00	99.72
6.64	4.83	8.53	34.91	500.00	0.09	1000.00	99.80
8.53	4.74	10.95	39.65	1000.00	0.20	2000.00	100.00





Anhang 1.4: Produktdatenblatt K + S Siede-Gewerbesalz  
0,4 - 0,13 mm

**K+S Siede-Gewerbesalz 0,4 «0,13 mm**

Datenblatt GSB04013 - 0798 - G

Stand Juli 1998

Name, Formel:	Natriumchlorid, NaCl
CAS-Ident-Nr.:	7647 - 14 - 5
EINECS-Ident-Nr.:	231 - 598 - 3
Beschaffenheit:	kristallines, weißes Produkt

Typische chemische Analyse:	NaCl	99,9 %	Analysemethoden ISO 2481
	Ca	0,002%	ISO 2482
	Mg	0,001 %	ISO 2482
	SO <sub>4</sub>	0.04%	ISO 2480

Typische Siebanalyse:	Ober 0,50 mm	0 %	DIN 66165
	0,50-0,40 mm	10%	
	0,40-0,125 mm	87%	
	unter 0,125 mm	3 %	

Schüttdichte:	1,10 - 1,30 g/cm <sup>3</sup>	ISO 3944
---------------	-------------------------------	----------

Präparierung:	Trennmittel E 535	20 mg/kg	K+SAHBV.4.2.2.
---------------	-------------------	----------	----------------

**Lieferformen für K+S Siede-Gewerbesalz:**

1. lose  
im Silo-Lkw
2. gesackt  
in 50-kg-PE-Säcken auf EURO-Tauschpaletten  
7 Lagen a 3 Säcke = 1.050 kg  
Palettensicherung: genoppte Säcke, gestretcht  
in 25-kg-PE-Säcken auf EURO-Tauschpaletten  
8 Lagen a 5 Säcke = 1.000 kg  
Palettensicherung: genoppte Säcke, gestretcht
3. Big Bag  
1.000-kg-Big Bag auf EURO-Tauschpaletten

Sicherheitsdatenblatt  
gemäß 91/155/EWG

Druckdatum: 25.03.1999

überarbeitet am: 04.12.98

		1
	<b>1 Stoff-/Zubereitungs- und Firmenbezeichnung</b>	
	- Angaben zum Produkt	
1	. Handelsname: MAGNESIUMOXID Pr.Nr,: 2420 1105	I
	. Artikelnummer:'2420 1105	I
	. Hersteller/Lieferant:	
	Lehmann & Voss & Co.	
[	Alsterufer 19	Tel. 0049 40/44197-0
]	20354 Hamburg	FAX 0049 40/44197-219
	. Auskunftgebender Bereich: Geschäftsbereich Magnesia	
	. Notfallauskunft:	
	Universitätsklinikum Rudolf Virchow	Tel.: 030-4505-3555
j	Standort Wedding	-3565
j	Station 43	Zentrale: 030-4505-0
	13353 Berlin	Fax: 030-4505-3909
	<b>2 Zusammensetzung/Angaben zu den Bestandteilen</b>	
I	. Chemische Charakterisierung:	j
	CAS-Nr. Bezeichnung	j
j	1309-48-4 Magnesiumoxid	j
	. Identifikationsnummer(n)	j
j	. EINECS-Nummer: 2151719	
]	. EG-Nummer: 025-199-09-0	1
	. zusätzliche Hinweise: entfällt	
	<b>3 Mögliche Gefahren</b>	
	. Besondere Gefahrenhinweise für Mensch und Umwelt: ü entfällt	
j	. Klassifizierungssystem:	j
j	Die Klassifizierung entspricht den aktuellen EG-Listen, ist jedoch er-	j
j	gänzt durch Angaben aus der Fachliteratur und durch Firmenangaben.	
j	<b>4 Erste-Hilfe-Maßnahmen</b>	
j	. nach Einatmen: Frischluftzufuhr, bei Beschwerden Arzt aufsuchen.	
j	. nach Hautkontakt: Mit Wasser und Seife abwaschen und gut nachspülen.	
	. nach Augenkontakt:	!
	Augen mehrere Minuten bei geöffnetem Lidspalt unter fließendem Wasser	
	spülen. Bei anhaltenden Beschwerden Arzt konsultieren.	
.	. nach Verschlucken:	I
	Mund ausspülen und reichlich Wasser nachtrinken.	]
	Größere Mengen wirken abführend.	I
\	. Hinweise für den Arzt:	I
j	. Folgende Symptome können auftreten:	
	Krämpfe	1
	Magen-Darm-Beschwerden	I
	<b>S Maßnahmen zur Brandbekämpfung</b>	I
j	. Geeignete Löschmittel:	!
	Feuerlöschmaßnahmen auf die Umgebung abstimmen; Produkt ist nicht	
	(Fortsetzung auf Seite 2)	

Sicherheitsdatenblatt  
gemäß 91/155/EWG

Druckdatum: 25.03.1999

überarbeitet am: 04.12.98

j	Handelsname: MAGNESIUMOXID Pr.Nr.: 2420 1105	j
j	(Fortsetzung von Seite 1)	j
	<b>entflammbar-</b>	
	<b>6 Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung:</b>	
j	. Personenbezogene Vorsichtsmaßnahmen:	
	Für angemessene Lüftung sorgen.	
j	Staubbildung vermeiden.	j
	. Umweltschutzmaßnahmen:	
	<b>Nicht in die Kanalisation oder in Gewässer gelangen lassen.</b>	j
	. Verfahren zur Reinigung/Aufnahme:	j
	<b>Mechanisch aufnehmen.</b>	j
	Staubentwicklung vermeiden.	
	<b>7 Handhabung und Lagerung</b>	J
	. Handhabung:	
	. Hinweise zum sicheren Umgang:	
	Für gute Belüftung/Absaugung am Arbeitsplatz sorgen.	j
	Staubbildung vermeiden.	
	. Hinweise zum Brand- und Explosionsschutz:	
	Keine besonderen Maßnahmen erforderlich.	
	. Lagerung:	
1	. Anforderung an Lagerräume und Behälter:	j
	Bei Raumtemperatur vor Feuchtigkeit, geschützt lagern.	
j	. Zusammenlagerungshinweise: keine	
	<b>8 Expositionsbegrenzung und persönliche Schutzausrüstung</b>	
	. Zusätzliche Hinweise zur Gestaltung technischer Anlagen:	
	Wirksame mechanische Absaugung am Arbeitsplatz installieren.	
j	Bestandteile mit arbeitsplatzbezogenen, zu überwachenden Grenzwerten:	
	1309-48-4 Magnesiumoxid	
j	MAK: 6 A mg/m <sup>3</sup>	1
	vgl. Abschn. V f) und g)	I
j	MAK (TRGS 900): 6 P mg/m <sup>3</sup>	
j	. Zusätzliche Hinweise:	
	Als Grundlage dienen die bei der Erstellung gültigen Listen.	
	. Persönliche Schutzausrüstung:	
j	. Allgemeine Schutz- und Hygienemaßnahmen:	
	Die üblichen Vorsichtsmaßnahmen beim Umgang mit Chemikalien sind zu	
j	beachten.	1
j	. Atemschutz:	
	Bei Staubbildung	
	Filter P1.	1
j	. Handschutz: Schutzhandschuhe	
	. Augenschutz: Schutzbrille	
	. Körperschutz: Arbeitsschutzkleidung	I

Sicherheitsdatenblatt  
gemäß 91/155/BWG

Druckdatum: 25.03.1999

überarbeitet am: 04.12.98

Handelsname: MAGNESIUMOXID Pr.Nr.: 2420 1105

**1<sup>9</sup>** Physikalische und chemische Eigenschaften

Form:  
fest  
pulverförmig  
stückig  
Farbe: weiß  
Geruch: geruchlos

	Wert/Bereich	Einheit	Methode
Zustandsänderung			
Schmelzpunkt/Schmelzbereich:	2700	° C	

Flammpunkt:	nicht anwendbar
-------------	-----------------

Dichte:	bei 20 °C	ca. 3,6 g/cm <sup>3</sup>
---------	-----------	---------------------------

**Löslichkeit in / Mischbarkeit mit**  
Wasser: **gering löslich**

**10** Stabilität und Reaktivität

**\_ Zu vermeidende Bedingungen:**

**Keine Zersetzung bei bestimmungsgemäßer Lagerung und Handhabung.**

**Zu vermeidende Stoffe:**

**Starke Säuren und Oxidantien.**

**Wasser**

**Gefährliche Reaktionen**

**Reagiert mit Wasser unter Bildung von Magnesiumhydroxid**

**11** Angaben zur Toxikologie

**, Akute Toxizität:**

**Primäre Reizwirkung:**

**an der Haut: •**

**Wiederholter oder andauernder Kontakt kann wegen der hohen Adsorptionsfähigkeit des Materials zur Entfettung der Haut und zu Reizungen führen.**

**am Auge: Reizwirkung durch mechanische Einwirkung möglich.**

**Zusätzliche toxikologische Hinweise:**

**Bei sachgemäßem Umgang und bestimmungsgemäßer Verwendung verursacht das Produkt nach unseren Erfahrungen und den uns vorliegenden Informationen keine gesundheitsschädlichen Wirkungen.**

**Der Stoff ist nicht kennzeichnungspflichtig aufgrund der EG-Listen in der letztgültigen Passung.**

**12** Angaben zur Ökologie

**Weitere ökologische Hinweise:**

**1 \_Allgemeine Hinweise: Keine Wassergefährdung bekannt.**

**3.3** Hinweise zur Entsorgung

**Produkt:**

(Fortsetzung auf Seite 4)

Sicherheitsdatenblatt  
gemäß 91/155/EWG

Druckdatum: 25.03.1999

überarbeitet am: 04.12.98

1	Handelsname: MAGNESIUMOXID Pr.Nr.: 2420 1105
	(Fortsetzung von Seite 3)
j	. Empfehlung: Kann unter Beachtung <b>der</b> notwendigen technischen Vorschriften nach Rücksprache mit dem Entsorger und der zuständigen Behörde gemeinsam mit Hausmüll deponiert werden. Europäischer Abfallkatalog gemäß Artikel 1 Buchstabe a) der Richtlinie 75/442/EWG: EAK 06 04 01
j	. <b>Abfallschlüssel:</b> 31622 Bez.: <b>Magnesiumoxidschlämme</b>
j	. <b>Ungereinigte Verpackungen:</b> Empfehlung: Die Verpackung <b>kann nach</b> Reinigung wiederverwendet oder stofflich verwertet werden.
14	<b>Transportvorschriften</b>
j	. <b>Transport/weitere Angaben:</b> Kein Gefahrgut im Sinne nationaler und internationaler Transportvorschriften.
15	<b>Vorschriften</b>
j	. <b>Kennzeichnung nach EWG-Richtlinien:</b> Das Produkt ist nach EG-Richtlinien/GefStoffv nicht kennzeichnungspflichtig. Die beim Umgang mit Chemikalien üblichen Vorsichtsmaßnahmen sind zu beachten.
j	. <b>Nationale Vorschriften:</b> Das Produkt ist nicht gefährlich im Sinne §§ 4, 4a, 4b Gefahrstoffverordnung.
j	. <b>Störfallverordnung, Anhang II, Nr.:</b> nicht anwendbar
j	. <b>Wassergefährdungsklasse:</b> Der Stoff ist ein Naturstoff im Sinne der VwVwS vom 18.04.1996. Die Wassergefährdungsklasse ist WGK=0.
16	<b>Sonstige Angaben:</b> Die Angaben stützen sich auf den heutigen Stand unserer Kenntnis, sie stellen jedoch keine Zusicherung von Produkteigenschaften dar und begründen kein vertragliches Rechtsverhältnis.
j	. <b>Datenblatt ausstellender Bereich:</b> Sicherheit und Umweltschutz
j	. <b>Ansprechpartner:</b> Frau Schöps Tel. 040/44197-416 FAX 040/44197-615 E-Mail: <u>Monika.Schoeps@leh.voss.de</u>

**Sicherheitsdatenblatt gemäß 91/155/EWG  
"EG-Sicherheitsdatenblatt"**

1

Datum: 24.11.1995

Überarbeitet am: 10.03.1998

Blatt: 1

1- Stoff-/Zubereitungs- und Firmenbezeichnung:

Produkt: Schiefer-Mehl  
Handelsname: Schiefer-Mehl B 0.09  
Schiefer-Mehl B DIN 70  
Schiefer-Mehl BS  
Schiefer-Mehl D 0.5  
Hersteller/Lieferant: Vereinigte Thüringische Schiefergruben GmbH & Co. KG  
Straße: Ortsstraße 44 b  
Nat.-Kennz./PLZ/Ort: D-07330 Unierloquitz  
Telefon: (036731)250  
Fax: (036731)25-214  
Auskunftsgebender Bereich/Telef: (036731) 25-290

2. **Zusammensetzung / Angaben zu Bestandteilen:**

Chemische Charakterisierung: 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:** Das Material ist inert

5. **Maßnahmen zur Brandbekämpfung:** 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

Sicherheitsdatenblatt gemäß 91/155/EWG  
"EG-Sicherheitsdatenblatt"

Datum: 24.11.1995

Überarbeitet

am: 10.3.1998

Blatt: 2

## 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 Slaubaufwirbelung  
Staubmaske und Schutzbrille empfohlen

## 9. Physikalische und chemische Eigenschaften:

Form:

feines Mehl

Farbe:

grau

Geruch:

geruchlos

Dichte:

ca. 2.7 g/cm<sup>3</sup>

Löslichkeit:

in Wasser unlöslich

Schmelzberctch:

&gt;1100 °C

Schüttdichte:

0.5 - 0.8 kg/dnv

## 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 Deponie zuführen

Ungereinigte Verpackungen:

Nach Restentleerung getrennt nach Säcken und Folien  
gewerblichen Verwertem zuführen

## 14. Angaben zum Transport:

entfällt

## 15. Vorschriften:

Kennzeichnung nach EG-Richtlinien:

nicht kennzeichnungspflichtig

Nationale Vorschriften:

keine

## 16. Sonstige Angaben:

keine

Anhang 2

Arbeitsgruppe: Bauphysik

Wiss. Leiter: Prof. Dr. rer. nat. habil. J. Gronau

AG-Leiter: Dr.-Ing. N. Girlich



MATERIALFORSCHUNGS-UND-PRÜFANSTALT  
AN DER BAUHAUS-UNIVERSITÄT WEIMAR

Mitglied im VMPA  
Akreditiert nach DIN EN 45 001

MFPA Weimar  
Amalienstraße 13 99423 Weimar  
Telefon: (03643) 564-0  
Telefax: (03643) 564201/202

## Prüfbericht Nr. B 21/872-99

**Auftrag:** Bestimmung von Kennwerten für einen Bohrlochverfüllmörtel  
der Rezeptur 12.1

**Auftraggeber:** Kali-Umwelttechnik Sondershausen GmbH  
Am Petersenschacht 17  
99706 Sondershausen

**Auftrag vom:** Mai 1999

Im Auftrag

Weimar,  
den 08.07.99

  
Dr.-Ing. N. Girlich  
AG-Leiter



  
Dipl.-L. P. Rieger  
Wiss.Mitarbeiter

Dieser Prüfbericht wurde in 3 Exemplaren ausgefertigt, umfaßt 8 Seiten und darf ohne schriftliche Genehmigung der MFPA Weimar nicht auszugsweise vervielfältigt werden.  
Alle Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf den im Bericht angegebenen Prüfgegenstand.



## Bestimmung von Kennwerten für einen Bohrlochverfüllmörtel der Rezeptur 12.1

### 1 Aufgabenstellung

Mit den vom Hersteller angelegerten Baustoffproben eines Bohrlochverfüllmörtels nach Rezeptur 12.1 sind folgende Kennwerte zu prüfen :

- Wärmeleitfähigkeit nach DIN 52612
- spezifische Wärmekapazität nach Prüfvorschrift
- Wärmeausdehnungskoeffizient nach Prüfvorschrift
- Druckfestigkeit nach DIN 1048 Teil 5
- E-Modul nach DIN 1048 Teil 5.

### 2 Durchführung der Prüfungen und Ergebnisse

Die Prüfungen wurden auftragsgemäß im Zeitraum vom 31.5.99 bis 25.6.99 durchgeführt.

#### 2.1 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit nach DIN 52612

**Materialbezeichnung :** Bohrlochverfüllmörtel  
**Auftragsnr.** 21/A/09/99/1  
**Prüfkörperbezeichnung:** PK 2 und PK 3 nach AG  
**Prüfgerät :** Poensgen - Plattenapparat , Zweiplattenverfahren nach DIN 52612  
 Heizplatte 200 mm x 200 mm , Heizring 850 mm x 850 mm

	PK 2	PK 3
Einbaudicke:	0,0276 m	0,0271 m
Einbaumasse :	2,162 kg	2,140 kg
Länge :	0,202 m	0,202 m
Breite :	0,202 m	0,202 m
Fläche :	0,041 m <sup>2</sup>	0,041 m <sup>2</sup>
flächenbezogene Masse:	52,99 kg/m <sup>2</sup>	52,45 kg/m <sup>2</sup>
Trockenrohichte:	1920	1935

Vorbereitung der Proben: Trocknung bei 105°C bis zur Massekonstanz

Ausbaumasse :	2,159 kg	2,137
Masseänderung	-0,1 %	-0,1 %
Rohdichte:	1917 kg/m <sup>3</sup>	1932 kg/m <sup>3</sup>

Nr.	Wärme-	Temperatur der		Mitteltemperatur der Proben	Temperatur- differenz an den Proben	Wärmeleit- fähigkeit
	strom	warmen	kalten			
	W	°C	°C	°C	K	W/(m K)
1	27,71	18,28	11,41	14,84	6,87	1,3799
2	27,70	27,72	21,00	24,36	6,73	1,4085
3	27,64	37,68	31,10	34,39	6,58	1,4363

Wärmeleitfähigkeit bei 10°C Mitteltemperatur im trockenen Zustand <small>h10tr</small> W/(m*K)	Zuschlagwert Z nach Tab.A.3 DIN V 4108-4: 1998:03	<i>h10tr</i> mit Zuschlagwert Z W/(m*K)	Bemessungswert nach DIN V 4108-4:1998-03 Tabelle 1 hr W/(m*K)
1,37	-	-	-

## 2.2 Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität

Für die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität wurde ein Mischungskalorimeter (Eigenbau der MFPA) verwendet. Bei der Untersuchung erwärmt die vorgeheizte trockene Probe ein Wasserbad. Aus dessen Temperaturerhöhung kann bei bekannten Randbedingungen die spezifische Wärmekapazität bestimmt werden.

Die Berechnung der spezifischen Wärmekapazität erfolgt über die Beziehung:

$$(c_w m_w + W) \Delta t_x$$

mit

- $c_p$  spezifische Wärmekapazität der Probe  
 $m_p$  Masse der vorgewärmten Probe  
 $c_w$  spezifische Wärmekapazität des Wassers  
 $m_w$  Masse des erwärmten Wassers  
 $W$  Wasserwert des Kalorimeters  
 $\Delta t_1$  korrigierte Temperaturerhöhung des Wasserbades nach der Wärmeaufnahme  
 $\Delta t_2$  korrigierte Temperaturerniedrigung des Prüfkörpers nach der Wärmeabgabe

Die Messungen wurden an insgesamt 5 Probestücken durchgeführt. Die Meßergebnisse sind in der folgenden Tabelle dargestellt

	2	3	4	5	6	7
Probe- körper	Masse in g	Temperatur des Probekörpers in °C	Wasserbad- temperatur in °C	korrigierte Mischungs- temperatur in °C	spezifische Wärmekapazität in J / kg K	Mittelwert aus den Messungen in J / kg K
1	38,139	76,70	23,12	23,53	668	
1.1	14,105	76,10	23,75	23,95	824	
2+2.1	20,301	76,20	23,34	23,65	887	
3	35,688	76,40	23,22	23,73	856	
3.1	9,975	76,10	23,46	23,59	770	

Die Temperaturkorrektur, die das Rührwerk und andere Einflüsse berücksichtigt, wurde für jeden Versuch gesondert vor und nach dem Wärmeaustausch bestimmt.

Unberücksichtigt bleiben bei dieser Untersuchung

- mit Strukturänderungen verbundene Änderungen der spezifischen Wärmekapazität
- Lösungswärmen vom Kontakt Wasser-getrocknetes Material.

Als Ergebnis der Untersuchungen ergibt sich für die untersuchten Probestücken ein Mittelwert der spezifischen Wärmekapazität von

$$c = 801 \text{ J/kgK}$$

Die Standardabweichung beträgt 77 J/kgK

### 2.3 Bestimmung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten

Die Bestimmung der thermischen Längenänderung an Normprismen des angelieferten Materials im Format 4 cm X 4cm X 16 cm erfolgte in Anlehnung an die Norm DIN 51045-1 „Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper - Grundlagen“.

Abweichend von DIN 51045 wurde anstelle eines Dilatometers ein induktiver Wegaufnehmer einer Basislänge von 10 cm benutzt. Damit entfällt ein Vergleichsprüfkörper und das Temperaturfeld des Probekörpers bleibt während der gesamten Prüfdauer ungestört. Die Prüfkörper verbleiben während der Messung ständig im Prüfraum, wo sie auf einem Rost lagern, der Formänderungen nicht behindert.

Die Befestigung des induktiven Wegaufnehmers auf dem Probekörper erfolgte durch Aufkleben mit einem vom Hersteller des Wegaufnehmers HBM gehandelten Schnellklebstoffs X60A.

Die Längenänderung der Probe erfolgte kontinuierlich bis zur jeweiligen Temperaturstufe. Ausgewertet wurde der sich einstellende Gleichgewichtszustand nach mindestens 4 Stunden Haltezeit. Die 3 Probekörper wurden in 3 Meßreihen zwischen 20°C und 70 °C; 20°C und -10° C; sowie -10°C und 60° C in Temperaturschritten von 10 K gemessen.

Die Basislänge der Meßwertaufnehmer von 10 cm dient als Bezugslänge zur Ermittlung des thermischen Längenausdehnungskoeffizienten.

Dieser ist definiert als

$$\alpha(T_0; T) = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{l_T - l_0}{T - T_0} = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot \Delta T}$$

mit

Fehler! Kein Thema angegeben. Thermischer Längenausdehnungskoeffizient

$T_0$  Bezugstemperatur hier (20°C und -10°C)

$T$  Meßtemperatur (bis 60°C)

$l_0$  Probenkörperlänge bei der Bezugstemperatur (Basislänge 0,1 m)

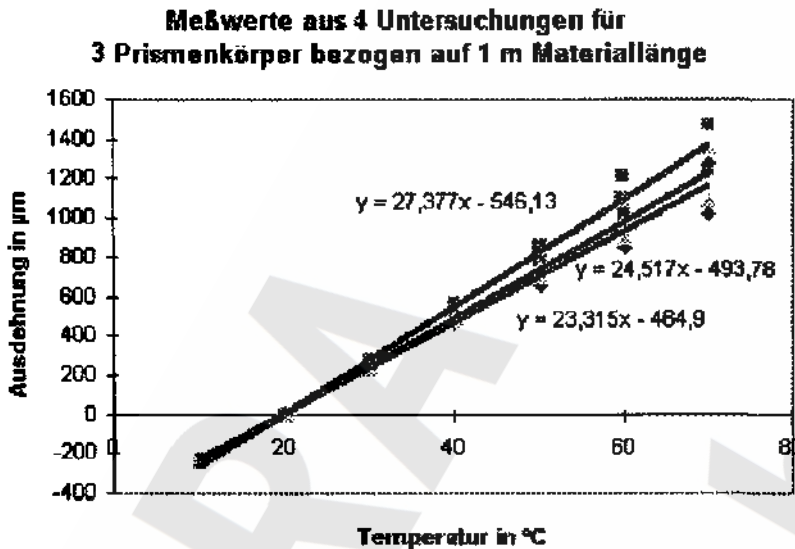
$l_t$  Probenkörperlänge bei der Meßtemperatur

$\Delta l$  Längenänderung des Probekörpers bei Temperaturänderung gegenüber Bezugstemperatur, Nullabgleich auf Bezugstemperatur

Als Temperatur des Prüfkörpers gilt die Temperatur der umgebenden Luft, die ständig den Probekörper umspült. Aufgrund der gleichmäßigen Durchströmung des Klimaschranks von unten nach oben wird davon ausgegangen, daß nach 0,5 Stunden der Probekörper gleichmäßig temperiert ist und die Temperatur der Luft angenommen hat. Das spiegelt sich auch in den im 5 Minutentakt registrierten Meßwerten wider. Die Schwankung der Lufttemperatur beträgt  $\pm 0,2$  K.

Im folgenden Bild ist für die 1. Meßreihe (20 °C bis 70 °C) die mittlere Ausdehnung aller 3 Prismen dargestellt (exemplarisch für alle Meßreihen). Als Bezugstemperatur, auf die vor jeder Messung auf Null abgeglichen wurde, gilt 20° C.

Bild 1



Daraus ergeben sich die in der folgenden Tabelle gezeigten thermischen Längenausdehnungskoeffizienten im Bereich 20°C bis 70°C

	Ausdehnungskoeffizient $\alpha$ in $10^{-3}$ mm/m K bezogen auf $T_0=20^\circ\text{C}$
Prisma 121/1/65	23,3
Prisma 121/2/65	27,4
Prisma 121/3/65	24,5

Die folgende Tabelle zeigt die Ergebnisse der 2. Meßreihe (20°C bis -10 °C) und die daraus ermittelten Ausdehnungskoeffizienten unter Bezug auf die Ausgangstemperatur von 20° C. Da bei der ersten Nullpunktunterschreitung sich der Meßfühler vom Prüfkörper 2 löste, sind hier nur die Ergebnisse von Prüfkörper 1 und 3 dargestellt

	Ausdehnungskoeffizient $\alpha$ in $10^{-3}$ mm/m K bezogen auf $T_0=20^\circ\text{C}$
Prisma 121/1/65	18,1
Prisma 121/3/65	19,5

Die folgende Tabelle zeigt die Ergebnisse der 3. Meßreihe (-10°C bis 60 °C) und die daraus ermittelten Ausdehnungskoeffizienten unter Bezug auf die Ausgangstemperatur von 20° C. Beim der Auswertung war auffällig, daß das Ausdehnungsverhalten über den gesamten Meßbereich nicht linear war. Im Bereich -10°C bis 40 °C war eine strenge Linearität gegeben, im Bereich  $> 40^\circ$  war die Linearität weniger deutlich ausgeprägt. Deshalb wurde die Auswertung getrennt für den linearen Bereich und den Gesamtbereich vorgenommen und dargestellt.

	Ausdehnungskoeffizient $\alpha$ in $10^{-3}$ mm/m K bezogen auf $T_0 = -10^\circ\text{C}$	
	Bereich -10....40°C	Bereich -10...60°C
Prisma 121/1/65	29,5	36,1
Prisma 121/3/65	27,0	31,1

Nach dem Ausbau der Prüfkörper wurde an diesen Ausblühungen und Verformungen (mögliche Interpretation der o. g. Nichtlinearität) von bis zu 3 mm auf die Prüfkörperlänge von 160 mm festgestellt.

### 2.4 Bestimmung der Druckfestigkeit

Die Druckfestigkeit wurden an 2 zylindrischen Probekörpern nach DIN 1048 Teil 5 bestimmt. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle dargestellt.

Prüfprotokoll						
Prüfbericht Nr.	T15/					
Prüfer	Kre.			Fest.Klasse :	B	
Berstelltage	27.04.99			Prüfalter	36 Tage	
Prüfdatum	4. 6.1999 - 13:44			Infotext	: DRUCE Zyl.100 Proto	
Sonstiges	Kali Sondershausen					
Proben-ident.	:	Probendaten :	Flch- Zylinder :	Prüf- fläche :	Bruch- last :	Druck-:Sta- fest. tus :
	:	) H Hasse :		<i>ml</i>	kN	N/mm2
	:	kg kg/dis3 :				
12.1/1	:	135.0 197.0 3.412: 2.000		6659.0	176	20
12.1/2	:	105.0 197.0 3.432: 2.012		8659.0	183	21
2 gültige Versuche, ... :						
...hieraus Mittelwerte :						21
__hieraus Standardabweichungen :						



## 2.6 Zusammenstellung der Prüfergebnisse

In der folgenden Tabelle sind die Prüfergebnisse zusammengefaßt dargestellt.

Kennwert	Prüfergebnis
Wärmeleitfähigkeit bei 10 °C Mitteltemperatur $\lambda_{10, tr}$ in W/(mK)	1,37
spezifische Wärmekapazität $c$ in Ws/(kgK)	801
Wärmeausdehnungskoeffizient $\alpha_{th}$ , in mm/(mK)	0,026
E-Modul $E$ in N/mm <sup>2</sup>	8800
Druckfestigkeit in N/mm <sup>2</sup>	21

Ende des Prüfberichtes B 21/872-99