

# Gemeinsamer Abschlussbericht für das FuE-Projekt

## „CAFISTA – Mineralschaum: selbstständig aufschäumende silicatische und aluminatische Mineralschäume“

Laufzeit des Vorhabens: 01.05.2015 bis 31.10.2017

Berichtszeitraum: 01.05.2015 bis 31.10.2017

### Projektpartner:

<b>K-UTEC AG Salt Technologies</b> <b>Am Petersenschacht 7</b> <b>99706 Sondershausen</b> <b>Förderkennzeichen: 16KN046726</b>  Vertreten durch: Vorstandsvorsitzenden Dr. Marx	<b>Universität Leipzig</b> <b>Institut für Mineralogie, Kristallographie</b> <b>und Materialwissenschaft</b> <b>Ritterstraße 26</b> <b>04109 Leipzig</b>  Vertreten durch: Kanzlerin Prof. Dr. Birgit Dräger
<b>Bindemittel Filterasche GmbH</b> <b>Hauptstraße</b> <b>06258 Schkopau/OT Lochau</b>  Vertreten durch: Geschäftsführer Dr. Lottner	

## Inhaltsverzeichnis

1	Bearbeitung der Arbeitspakete gemäß Anlage 5 des Antrages.....	4
1.1	K-UTEC AG Salt Technologies.....	4
1.2	Institut für Mineralogie, Kristallographie und Materialwissenschaft .....	5
1.3	Bindemittel Filterasche GmbH.....	6
2	Wissenschaftlich-technische Ergebnisse des FuE-Vorhabens.....	7
2.1	K-UTEC AG.....	7
2.1.1	Charakterisierung der neuen Sekundärrohstoffe (AP2) .....	7
2.1.2	Entwicklung von abbindefähigen Suspensionen (AP3).....	8
2.1.3	Untersuchungen zur Schäumung von Suspensionen (AP4) .....	9
2.1.4	Bestimmung anwendungsbezogener baustofflicher Kennwerte (AP5).....	11
2.1.5	Entwicklung von Technologien zur Schaumerzeugung (AP6).....	12
2.1.6	Versuche zur Schaumherstellung im halbtechnischen Maßstab (AP7) .....	13
2.2	IMKM.....	14
2.2.1	Phasenanalyse der Sekundärrohstoffe (AP9).....	14
2.2.2	Schnellbestimmung der Aschenqualität (AP10).....	15
2.2.3	Entwicklung und Variation des Phasenbestands des Schaumes (AP11).....	15
2.2.4	Mikroskopische Analyse der Schaumbildung (AP12).....	15
2.3	BiFa.....	16
2.3.1	Monitoring Qualitätsentwicklung (AP 14).....	16
2.3.2	Baustoffliche Untersuchungen (AP 15).....	17
2.3.3	Eigenschaftsveränderungen durch Aufmahlung (AP 16) .....	19
3	Zusammenfassung der Ergebnisse .....	21
4	Ausblick.....	22
5	F&E-Ergebnisse Dritter.....	23

## **Tabellenverzeichnis**

Tabelle 1: Proben von Sekundärrohstoffen .....	7
Tabelle 2: Kennwerte der untersuchten Rückstände .....	8
Tabelle 3: Kennwerte der Poren des BFA-Halbhydrat-Schaumes nach XRCT-Messung.....	16
Tabelle 4: Schwankungsbreite der chemischen Zusammensetzung der Rohstoffe im Untersuchungszeitraum .....	17
Tabelle 5: Freikalkgehalte der Rohstoffe (kalorimetrisch bestimmt).....	19

## 1 Bearbeitung der Arbeitspakete gemäß Anlage 5 des Antrages

### 1.1 K-UTEC AG Salt Technologies

Die Abarbeitung der Leistungsumfänge der Arbeitspakete 1.1 bis 3.1 (und in Teilen auch 4.1 und 5.1) wurde bereits im Zwischenbericht ausführlich beschrieben. Der Meilenstein 1 wurde dabei wie geplant erreicht. Die nachfolgenden Aussagen (Kapitel 2.1) beziehen sich deshalb vorrangig auf den Zeitraum vom 01.05.16 bis zum 31.10.17.

Kurz nach der Fertigstellung des Zwischenberichtes wurden vom Projektpartner Bifament GmbH noch weitere Sekundärrohstoff-Materialien für Versuche zur Schaumerzeugung zur Verfügung gestellt. Diese wurden bei K-UTEC kurzfristig anhand ihrer physikalischen Parameter charakterisiert und in die Rezepturenentwicklung einbezogen. Die Meilensteine 2 und 3 (Arbeitspakete 3 bis 6) wurden wie geplant erreicht. Die im Arbeitspaket 7 vorgesehenen Versuche im halbtechnischen Maßstab konnten aufgrund der vorzuhaltenden Rohstoffmengen sowie des Platzbedarfes zur Durchführung nicht in den Wintermonaten stattfinden. Um diese Versuche in angemessenem Umfang realisieren zu können, war es erforderlich, eine kostenneutrale Verlängerung beim Projektträger zu beantragen. Die Verlängerung der Projektlaufzeit bis zum 31.10.17 wurde vom Projektträger genehmigt und alle Arbeitspakete konnten letztendlich erfolgreich abgearbeitet werden. Meilenstein 4 wurde nach Abschluss der Versuche ebenfalls erreicht.

#### Übersicht zum Abarbeitungsstand der einzelnen Arbeitspakete:

Nr.	Arbeitspaket	Status
1.1	Recherche zum Stand von Wissenschaft und Technik, Auswahl und Beschaffung von potenziell einsetzbaren Sekundärrohstoffen	vollständig bearbeitet
2.1	Physikalische, chemische, mineralogische und baustofftechnische Charakterisierung der Ausgangsstoffe, Bestimmung möglicher Schwankungsbreiten	vollständig bearbeitet
3.1	Entwicklung und Charakterisierung von abbindefähigen Suspensionen, Rezepturenentwicklung	vollständig bearbeitet
4.1	Untersuchungen zur Schäumung von Suspensionen	vollständig bearbeitet
5.1	Bestimmung anwendungsbezogener baustofflicher Kennwerte	vollständig bearbeitet
6.1	Entwicklung von Technologien zur Schaumerzeugung	vollständig bearbeitet

Nr.	Arbeitspaket	Status
7.1	Versuche zur Schaumherstellung im halbtechnischen Maßstab inklusive messtechnischer Begleitung und Charakterisierung der erzeugten Mineralschäume	vollständig bearbeitet
8.1	Zusammenfassung der Ergebnisse, Abschlussbericht	vollständig bearbeitet

## 1.2 Institut für Mineralogie, Kristallographie und Materialwissenschaft

Wie bereits im Zwischenbericht wurde darauf hingewiesen, dass die Abarbeitung der Leistungsumfänge der Arbeitspakete 9 bis 12 teilweise verschoben werden musste. Da der Zuwendungsbescheid auf den 8. Juli 2015 datiert und damit die beiden Projektmitarbeiter erst zum 15. August 2015 eingestellt werden konnten, verschob sich der Start für das Arbeitspaket 9 um dreieinhalb Monate. Zudem stand uns die Bifament-Asche in hinreichender Menge erst seit August 2016 zur Verfügung. Dadurch ist im Arbeitspaket 9 eine gewisse Verzögerung entstanden, die aber durch vorgezogene methodische Arbeiten im Arbeitspaket 12 ausgeglichen wurden. Aus diesen Gründen haben die Industriepartner eine Verlängerung der Projektlaufzeit bis zum 31.10.17 beantragt, die vom Projektträger genehmigt wurde. Im Arbeitspaket 12 konnten die abschließenden mikroskopischen Analysen der Schaumbildung am IMKM deshalb erst Ende 2017 durchgeführt werden. Durch neue mikroskopische 3D-Techniken und eine administrative Umstrukturierung bezüglich der Röntgentomographie konnte auf Aufträge von Dritten (hier: MFPA) verzichtet werden. Letztlich konnten alle Arbeitspakete erfolgreich abgearbeitet werden.

### Übersicht zum Abarbeitungsstand der einzelnen Arbeitspakete:

Nr.	Arbeitspaket	Status
9	Phasenanalyse der Sekundärstoffe (Reproduzierbarkeit und chemisch-physikalisch-mineralogische Parameter)	vollständig bearbeitet
10	Schnellbestimmung der Aschenqualität	vollständig bearbeitet
11	Entwicklung und Variation des Phasenbestands des Schaumes	vollständig bearbeitet
12	Mikroskopische Analyse der Schaumbildung	vollständig bearbeitet

Nr.	Arbeitspaket	Status
13	Ergebnisbericht und Publikation	vollständig bearbeitet

### 1.3 Bindemittel Filterasche GmbH

Die Bearbeitung des AP 14 erfolgte inhaltlich und zeitlich im vorgesehenen Rahmen und war Bestandteil des Projekt-Zwischenberichts vom 01.06.2016.

Ein zwischenzeitlicher Bearbeitungsrückstand durch die fehlende qualifizierte Besetzung einer Projektmitarbeiterstelle konnte durch zusätzliche betriebsinterne Schulungsmaßnahmen und die Einsetzung eines dadurch qualifizierten geeigneten Mitarbeiters aus dem Betriebspersonal ausgeglichen werden.

Verzögerungen in der Inbetriebnahme des Produktionswerkes in 2016 führten dazu, dass die für die Durchführung der halbtechnischen Versuche bei den Projektpartnern benötigten Materialmengen erst zu einem späteren Zeitpunkt zur Verfügung gestellt werden konnten.

Aufgrund winterbedingter Einschränkungen im Produktionsbetrieb und damit verbundener Kurzarbeit der Mitarbeiter im Winter/Frühjahr 2016/17 sowie eines längeren krankheitsbedingten Ausfalls eines Projektmitarbeiters ergaben sich zeitliche Rückstände in der Bearbeitung der AP 15 und 16.

Durch die beantragten und genehmigten kostenneutralen Verlängerungen der Projektlaufzeit konnten die Rückstände abgearbeitet und das Projekt erfolgreich abgeschlossen werden.

#### Übersicht zum Abarbeitungsstand der einzelnen Arbeitspakete:

Nr.	Arbeitspaket	Status
14.1	Monitoring Qualitätsentwicklung - Festlegung der Rahmenbedingungen, der zu prüfenden Parameter und Prüfverfahren, der Rohstofftypen	vollständig bearbeitet
14.2	Monitoring Qualitätsentwicklung – Durchführung von Nullmessungen zur Standardbestimmung	vollständig bearbeitet
15.1	Baustoffliche Untersuchungen – Prüfung ausgewählter Proben mittels Baustoff-Standardproben zur Ermittlung des Einflusses der Parameterschwankung	vollständig bearbeitet

Nr.	Arbeitspaket	Status
15.2	Schaumversuche – Schäumung von Rückstellproben unterschiedlicher Zusammensetzung und Dokumentation der Schaumbildungseigenschaften	vollständig bearbeitet
16.1	Eigenschaftsveränderung durch Aufmahlung - Aufmahlung von Einzelproben und baustofftechnische Standardprüfungen	vollständig bearbeitet
16.2	Eigenschaftsveränderung durch Aufmahlung – Verschnitt aufgemahlener Einzelproben und baustofftechnische Standardprüfungen	vollständig bearbeitet
17	Zusammenfassung der Ergebnisse, Abschlussbericht	vollständig bearbeitet

## 2 Wissenschaftlich-technische Ergebnisse des FuE-Vorhabens

### 2.1 K-UTEC AG

#### 2.1.1 Charakterisierung der neuen Sekundärrohstoffe (AP2)

Als Ausgangsmaterialien für die Entwicklung des CAFISTA-Mineralschaumes wurden vom Projektpartner Bifa GmbH drei neue Proben von Sekundärrohstoffen bereitgestellt (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1: Proben von Sekundärrohstoffen

Proben-Nr.	Bezeichnung
291X-06	BFA Währlitz
292X-06	BFA Schkopau
293X-06	Bifament

Bei dem Material aus dem Kraftwerk Währlitz handelt es sich um eine Asche aus der Wirbelschichtfeuerung, die BFA aus dem Kraftwerk Schkopau ist eine sog. Trockenfeuerungsasche. Das vom Projektpartner Bifa GmbH hergestellte *bifament* wird durch eine zweistufige Aufbereitung aus einem Gemisch einer Wirbelschichtasche sowie einer Trockenfeuerungsasche erhalten.

#### Abbildung K-UTEC 1: 291X-06 BFA Währlitz

#### Abbildung K-UTEC 2: 292X-06 BFA Schkopau

#### Abbildung K-UTEC 3: 293X-06 Bifament

Das neue Probematerial wurde zunächst organoleptisch beurteilt. Danach erfolgte jeweils eine Korngrößenanalyse mittels Laserpartikelanalyse. Die Ergebnisse sind im Anhang dargestellt.

**Abbildung K-UTEC 4: Korngrößenverteilung BFA Währlitz**

**Abbildung K-UTEC 5: Korngrößenverteilung BFA Schkopau**

**Abbildung K-UTEC 6: Korngrößenverteilung Bifament**

Die wichtigsten physikalischen Parameter sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Kennwerte der untersuchten Rückstände

EVT-Nr.	Bezeichnung	Reindichte [g/cm <sup>3</sup> ]	d <sub>10</sub> -Wert [μm]	d <sub>50</sub> -Wert [μm]	d <sub>90</sub> -Wert [μm]
291X-06	BFA Währlitz	2,882	1,55	25,2	123
292X-06	BFA Schkopau	2,868	5,21	46,1	216
293X-06	Bifament	2,824	0,814	7,68	26,1

Die Aschen wurden mittels XRD auch auf ihre Mineralphasen hin untersucht. Sie bestehen jeweils aus einem hohen röntgenamorphen Anteil (25 bis 40 %), Anhydrit (CaSO<sub>4</sub>), Quarz (SiO<sub>2</sub>), Gehlenit (Ca<sub>2</sub>Al[AlSiO<sub>7</sub>]), Larnit (Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), Brownmillerit (Ca<sub>2</sub>(Al,Fe<sup>3+</sup>)<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) und wechselnden Anteilen weiterer Phasen.

**Abbildung K-UTEC 7: Mineralphasen BFA Währlitz**

**Abbildung K-UTEC 8: Mineralphasen BFA Schkopau**

**Abbildung K-UTEC 9: Mineralphasen Bifament**

### 2.1.2 Entwicklung von abbindefähigen Suspensionen (AP3)

Mit den drei neuen Sekundärrohstoffen wurden, nachträglich zu den im Zwischenbericht dargestellten Versuchen, abbindefähige Suspensionen hergestellt. Die Suspensionen des *bifament* sowie der BFA Währlitz haben kurze Abbindezeiten (rund 30 Minuten) und eine gute Festigkeit. Die BFA aus Schkopau neigt zum Wasserabsetzen, hat eine deutlich längere Abbindezeit und eine geringere Endfestigkeit als die beiden anderen untersuchten Braunkohlefilteraschen. Im Projektverlauf wurden bei den Aschen aus Währlitz und Schkopau leichte Veränderungen hinsichtlich des Wasserbedarfs und des Abbindeverhaltens bemerkt. Möglicherweise ist es in den Vorratsbehältern zu einer Fraktionierung bestimmter Bestandteile gekommen. Denkbar ist auch eine langsame Reaktion des Materials mit der Luftfeuchtigkeit. Frische Chargen der Aschen zeigten ein wiederum leicht abweichendes Verhalten, das jedoch durch chemische und physikalische Parameter nicht eindeutig begründet werden konnte. Um das Abbindeverhalten und den Wasserbedarf besser steuern zu können, wurden den Suspensionen daher kleine Anteile konventioneller Bindemittel zugegeben. Als besonders geeignet zeigte sich dabei ein Calciumsulfat-



Halbhydrat, wodurch die Suspensionen eine cremige Konsistenz, kürzere Abbindezeiten und eine höhere Festigkeit erhalten.

### 2.1.3 Untersuchungen zur Schäumung von Suspensionen (AP4)

Zur Aufschäumung der Bindemittel-Suspensionen wurde Wasserstoffperoxid ( $H_2O_2$ ) eingesetzt, das sich als Treibmittel zur Herstellung von Mineralschäumen bereits bewährt hat. Die Aufschäumung geschieht durch die Freisetzung von Sauerstoff beim Zerfall des Wasserstoffperoxids. Dieser Zerfall wird u. a. durch bestimmte Metalle sowie eine hohe Konzentration an  $[OH^-]$ -Ionen katalysiert. Die Reaktion wird durch zahlreiche weitere Faktoren, wie z. B. die Temperatur in ihrem Ablauf beeinflusst. Für die Versuche wurden eine 11,9%ige und eine 35%ige Wasserstoffperoxid-Lösung eingesetzt.

Die Suspensionen der neuen Sekundärrohstoffe wurden zunächst, wie schon im Zwischenbericht für die anderen Proben beschrieben, auf ihre Schäumungseigenschaften untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass das feinkörnige *bifament*, welches sehr positive Suspensionseigenschaften aufweist, äußerst heftig mit dem Treibmittel Wasserstoffperoxid reagiert und die Aufschäumung sowie die anschließende blitzartige Aushärtung nicht beherrschbar sind. Bei Zugabe einer zur Aufschäumung nötigen Menge Wasserstoffperoxid erstarrt die Mischung innerhalb von weniger als einer Minute, so dass kaum Zeit bleibt, die Mischung ausreichend zu homogenisieren. Die Zugabe von Verzögerern führte nicht zu einem Erfolg, vermutlich aufgrund des nicht zu beeinflussenden Temperaturanstieges. Das *bifament* ist daher nur als Zusatz, nicht aber als Hauptbestandteil in den mineralischen Schäumen einsetzbar. Ähnlich heftig reagiert auch die Braunkohlenfilterasche aus Währlitz, während die BFA aus Schkopau ein sehr zurückhaltendes Schäumungsverhalten zeigt. Das *bifament* und die BFA aus Währlitz sind sehr reaktiv, erwärmen sich beim Anmischen und ihre Suspensionen weisen hohe pH-Werte auf. Diese Faktoren führen zu einer deutlichen Beschleunigung des Wasserstoffperoxid-Zerfalls.

**Abbildung K-UTEC 10: BFA-Schaum mit zu wenig Wasserstoffperoxid**

**Abbildung K-UTEC 11: BFA-Schaum mit zu viel Wasserstoffperoxid**

**Abbildung K-UTEC 12: BFA-Schaum**

Es wurden anschließend Versuche mit Mischungen verschiedener Aschen durchgeführt, die eine geringere Erwärmung, eine langsamere Aufschäumung und eine allmähliche Abbindereaktion aufweisen sollten. Die Versuche waren zunächst vielversprechend, jedoch gelang es nicht, diese Schäume, die ungleichmäßige und bis zu 1 cm großen Poren aufwiesen, zu homogenisieren. Die Zugabe von Tensiden führte zwar zu kleineren Poren, hatte jedoch stets eine stark gestörte

Festigkeitsentwicklung zur Folge. Ebenso gelang es nicht, bei diesen Versuchsmischungen die gewünschte geringe Rohdichte (zwischen 200 und 250 kg/m<sup>3</sup>) zu erreichen. Zudem wurden die Suspensionen durch Zugabe der Wasserstoffperoxid-Lösung so dünnflüssig, dass die Gasbildung nicht zu einer homogenen und stabilen Schaummasse führte, sondern das freigesetzte Gas ohne aufschäumenden Effekt aus der Suspension entwich. Aus diesem Grund wurde die Treibmittel-Lösung direkt an das trockene Bindemittel-Gemisch gegeben, wodurch die gewünschte Konsistenz erreicht wurde. Diese Methode erscheint jedoch für eine Anwendung in technischem Maßstab wenig sinnvoll. Die auf diese Art („trockene Aufschäumung“) erzeugten Mineralschäume haben eine gute Festigkeit und verfügen über Rohdichten um 300 kg/m<sup>3</sup>. Variationen der Dichte oder anderer Eigenschaften sind jedoch nicht möglich, da das Gelingen eines solchen Schaumes sehr stark von der richtigen Konsistenz der Schaummischung abhängt und daher nur mit einer ganz bestimmten Dosierung aller Komponenten zu erreichen ist. Bei schwankendem Wasserbedarf der verwendeten BFA – durch lange Lagerung bzw. bei frischen Chargen – bereitet diese Form der Schaumherstellung ebenfalls Probleme.

Die Schaummischungen wurden schließlich – auch um Schwankungen in der Aschenqualität auszugleichen – mit einem Anteil Calciumsulfat-Halbhydrat zur Verbesserung der Suspensionskonsistenz sowie der Festigkeitsentwicklung versehen. Eine Mischung aus der BFA Schkopau und Beta-Halbhydrat sowie Zugabe eines Fließmittels zur Reduzierung des Wasserbedarfes und einer geringen Menge eines Tensides erbrachte einen Schaum mit guter Festigkeit, gewünschter Rohdichte, Porengrößen bis max. 3 mm und rascher Festigkeitsentwicklung. Die Rezeptur ermöglicht – in gewissen Grenzen – auch eine Anpassung der genannten Eigenschaften. So ist die Rohdichte über die zugegebene Menge an Wasserstoffperoxid regelbar. Die Abbindezeit lässt sich durch die Zugabe von Calciumsulfat-Dihydrat verkürzen, was zusätzlich die Endfestigkeit erhöht, oder durch Zugabe eines Verzögerers verlängern.

**Abbildung K-UTEC 13: BFA-Halbhydrat-Schaum 1**

**Abbildung K-UTEC 14: BFA-Halbhydrat-Schaum 2**

**Abbildung K-UTEC 15: BFA-Halbhydrat-Schaum 3**

**Abbildung K-UTEC 16: BFA-Halbhydrat-Schaum 4**

Es konnte mithilfe dieser Rezeptur eine sämige Suspension hergestellt werden, die nach Zugabe variabler Mengen einer 35%igen Wasserstoffperoxid-Lösung immer noch eine Konsistenz aufwies, die eine gleichmäßige Aufschäumung ermöglichte.

#### 2.1.4 Bestimmung anwendungsbezogener baustofflicher Kennwerte (AP5)

Die Rohdichten der beiden entwickelten Schaumrezepturen wurden mittels Vermessung quaderförmiger Prüfkörper und Wägung ermittelt. Sie liegen in Abhängigkeit von der zugegebenen Wasserstoffperoxid-Menge zwischen 220 und 450 kg/m<sup>3</sup>.

##### **Abbildung K-UTEC 17: Rohdichte im Verhältnis zur Wasserstoffperoxid-Menge**

Geringere Rohdichten können auch erreicht werden, dies führt jedoch zu einem relativ instabilen Schaumkörper, der sich kaum mehr bearbeiten lässt. Je nach Anwendungszweck des Mineralschaumes (z. B. als Füllmaterial für Hohlblocksteine) ist diese Variante jedoch denkbar.

Die Festigkeiten der hergestellten Mineralschaum-Prüfkörper wurden mittels Taschenpenetrometer gemessen. Im genannten Rohdichte-Bereich liegen die Festigkeiten zwischen 50 und 400 kN/m<sup>2</sup>.

##### **Abbildung K-UTEC 18: Druckfestigkeit im Verhältnis zur Rohdichte**

Versuche zur Wasseraufnahme aus der Luft wurden an zwei Mineralschaum-Proben in einem Exsikkator mit 100% Luftfeuchtigkeit durchgeführt. Die Wasseraufnahme der Proben betrug nach 50 Tagen rund 6 Ma.-%, Tendenz immer noch steigend.

Auch an den wichtigsten Mineralschaum-Proben wurden die Mineralphasen ermittelt. Die Mineralphasen der favorisierten BFA-Halbhydrat-Schäume beruhen hauptsächlich auf dem verwendeten konventionellen Bindemittel, während die typischen Phasen eines reinen BFA-Mineralschaumes (wie z. B. Ettringit) hier nur eine geringe Rolle spielen. Der Mineralschaum aus BFA und Calciumsulfat-Halbhydrat weist als Hauptphase Gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) auf, neben einem hohen amorphen Anteil sowie Calcit ( $\text{CaCO}_3$ ), Bassanit ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ), Ettringit ( $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$ ), Anhydrit ( $\text{CaSO}_4$ ), Quarz ( $\text{SiO}_2$ ) und Brownmillerit ( $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{Fe}_2\text{O}_{10}$ ).

##### **Abbildung K-UTEC 19: Mineralphasen BFA-Schaum**

##### **Abbildung K-UTEC 20: Mineralphasen BFA-Halbhydrat-Schaum**

Die Verarbeitungszeit der optimalen Ausgangsmischung aus BFA Schkopau, Calciumsulfat-Halbhydrat, Fließmittel und Calciumsulfat-Dihydrat beträgt lediglich drei Minuten. Nach Zugabe des Wasserstoffperoxids schäumt die Mischung etwa 5 Minuten lang auf und ist nach rund 30 Minuten fest. Durch Weglassen des Dihydrats lässt sich die Topfzeit zulasten der Endfestigkeit bereits verlängern, unter Zugabe von Verzögerern ist eine weitere Verlängerung der Verarbeitungszeit möglich. Die bestmögliche Aufschäumung und Festigkeitsentwicklung wird nach derzeitigem Kenntnisstand jedoch bei Zumischung des Dihydrats in geringer Menge erreicht.

Eine kurz vor Ende der Laufzeit des Projektes eingetroffene frische Charge BFA Schkopau zeigte wie zu erwarten erneut ein leicht verändertes Verhalten bei Einsatz in der gleichen Schaumrezeptur. Offenbar ist der Wasserbedarf etwas geringer, jedoch die Zerfallsreaktion des Wasserstoffperoxids

etwas heftiger, was zu Problemen bei Schäumen mit hoher Treibmitteldosierung führte. Die Schaumvarianten mit Rohdichten über  $270 \text{ kg/m}^3$  zeigten eine gute Qualität.

### **2.1.5 Entwicklung von Technologien zur Schaumerzeugung (AP6)**

Um im Technikumsmaßstab den Mineralschaum herstellen zu können, ist die Zusammenschaltung einiger einfacher Apparate notwendig.

Die Bindemittelsuspension wird in einem konventionellen Rührer hergestellt. Um eine möglichst feine Verteilung der Feststoffe in der Suspension sicherzustellen, kann hierfür ein Dissolver verwendet werden. Es ist jedoch genauso gut möglich, für kleinere Bindemittelmengen ein Handrührgerät (Farbenrührer) einzusetzen oder für größere Mengen einen Mörtelmischer, der mit einer Mörtelpumpe kombiniert sein kann.

#### **Abbildung K-UTEC 21: Dissolver**

#### **Abbildung K-UTEC 22: Mörtelmischer**

Nach erfolgter Vermengung der Bindemittelkomponenten wird das Tensid dosiert zugegeben und die Mischung mithilfe einer Exzentrerschneckenpumpe aus dem Rührgefäß befördert. Der Antrieb der Pumpe ist dabei drehzahl geregelt, sodass die Fördermenge an Bindemittelsuspension eingestellt werden kann. Der Einfachheit halber wurde bei dem folgenden Großversuch (AP7) die pro Zeiteinheit geförderte Bindemittelmenge mithilfe eines Messgefäßes und einer Stoppuhr ermittelt.

#### **Abbildung K-UTEC 23: Exzentrerschneckenpumpe**

Das für die Schäumung notwendige Wasserstoffperoxid wird aus einem Vorratsbehälter ebenfalls durch eine Exzentrerschneckenpumpe befördert. Auch diese Pumpe ist drehzahl geregelt und der Volumenstrom wurde im Versuch wiederum mit Messgefäß und Stoppuhr ermittelt.

Die Förderleistungen beziehungsweise die Drehzahlen der Pumpen müssen so eingestellt werden, dass das für die gewünschte Schaumdichte notwendige Verhältnis von Bindemittelsuspension zu Wasserstoffperoxid erreicht wird.

Über ein  $45^\circ$ -Anschlussstück werden die beiden Ströme an Bindemittelsuspension und Wasserstoffperoxid zusammengeführt. Da es nach Kontakt des Wasserstoffperoxids mit der Bindemittelsuspension relativ rasch zu einem Aufschäumen kommt, hat das letzte Schlauchstück, mit dem die Mischung in der Form verteilt wird, einen größeren Durchmesser.

Im großtechnischen Maßstab können in die Rohrstränge fest eingebaute Durchflussmesser die Pumpen steuern und damit automatisch ein vorgegebenes Verhältnis von Bindemittelsuspension zu

Wasserstoffperoxid einstellen. Damit wäre es sehr einfach möglich, beliebige Schaumdichten vorzuwählen und zu erzeugen.

Um ein Aushärten der Bindemittelsuspension im Mischer, im Vorratsbehälter oder gar in der Pumpe zu verhindern, ist eine regelmäßige Reinigung des Systems nötig.

### **2.1.6 Versuche zur Schaumherstellung im halbtechnischen Maßstab (AP7)**

Anhand der entwickelten Schaumrezeptur wurden mittels Farbenrührer und händischer Dosierung des Treibmittels Platten von 50 x 50 x 10 cm hergestellt. Diese Anmischung ist für eine Person problemlos zu bewerkstelligen, je nach gewünschter Anwendung wäre bei einem Mischvorgang, der maximal 10 Minuten dauert, eine Herstellung von bis zu 50 l Schaum möglich. Die Schaumqualität der hergestellten Platten unterscheidet sich nicht von der der kleineren Prüfkörper. Lediglich die Aushärtung nimmt etwas mehr Zeit in Anspruch. Bei dieser Mischvariante stellt auch die kurze Abbindezeit der Suspension kein Problem dar, da diese sofort nach dem Anmischen aufgeschäumt werden kann. Somit kann unter Zugabe von Calciumsulfat-Dihydrat ein besonders schnell erhärtender Schaum mit guter Endfestigkeit hergestellt werden.

#### **Abbildung K-UTEC 24: Herstellung von Schaumplatten 50 x 50 cm**

Zum Test des unter Pkt. 2.1.5 beschriebenen Verfahrens zur kontinuierlichen Schaumherstellung wurde eine quaderförmige Wannenkonstruktion mit ca. 400 Litern Inhalt hergestellt.

#### **Abbildung K-UTEC 25: Vorbereitung Großversuch**

Die Anmischung der Suspension wurde aus logistischen Gründen hier ebenfalls mit einem Farbenrührer durchgeführt, die anderen genannten Varianten sind aber ebenso anwendbar. Aufgrund der kurzen Abbindezeit der Suspension der entwickelten Schaumrezeptur musste die gewünschte Verarbeitungszeit mithilfe eines Verzögerers (Zitronensäure) geregelt werden. Es wurde jeweils nur so viel Suspension angemischt, wie durch die Schaumerzeugung innerhalb von etwa 10 Minuten verbraucht wurde. Anschließend wurde die nächste Charge frischer Suspension in den Vorratsbehälter gegeben bzw. der Vorratsbehälter ausgetauscht. Um einer Sedimentation vorzubeugen, wurde die Suspension auch zwischenzeitlich umgerührt.

#### **Abbildung K-UTEC 26: Anmischen der Suspension**

Wie geplant wurde das Wasserstoffperoxid in genügender Menge in einem Vorratsbehälter bereitgestellt und mit einer entsprechend dosierten Menge Tensid versetzt<sup>1</sup>.

---

<sup>1</sup> Bei der Schaumherstellung ist es unerheblich, ob das Tensid der Bindemittelsuspension oder dem Wasserstoffperoxid beigemischt wird, es kommt nur auf die richtige Dosierung an.

### **Abbildung K-UTEC 27: Vorratsbehälter mit Wasserstoffperoxid**

Nach Durchflussermittlung und entsprechender Drehzahleinstellung sowohl der Suspensions- wie der Wasserstoffperoxid-Pumpe wurde der Versuch gestartet.

### **Abbildung K-UTEC 28: Durchflussermittlung**

### **Abbildung K-UTEC 29 und 30: Der Schaum läuft**

### **Abbildung K-UTEC 31: Pumpe für Suspension (vorne)**

Nach rund 30 Minuten Versuchslaufzeit war unter Verbrauch der zuvor berechneten Materialmengen ein Schaumkörper von fast 400 l Volumen entstanden. Dieser wurde abschließend noch mittels Maurerkelle glattgezogen.

### **Abbildung K-UTEC 32: Aufschäumung beendet**

Der Versuch ergab nach einer Aushärtungszeit von etwa 2 Tagen einen Schaumkörper mit ähnlichen Eigenschaften wie die vorherigen Prüfkörper, lediglich die Festigkeitsentwicklung war langsamer und die Endfestigkeit etwas geringer.

### **Abbildung K-UTEC 33: ausgehärteter Schaum**

Der Schaumkörper stellte sich nicht vollkommen homogen dar. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das in der Form aufgeschäumte Material stets von frischer, noch flüssiger Schaummischung durchdrungen wird, was den eigentlich fertigen Schaum teilweise zusammenbrechen lässt. In der praktischen Anwendung ist das Gießen eines derartigen Monoblocks auch eher nicht anzutreffen. Bei der Herstellung z. B. einer Fußbodendämmung mit 10 bis 15 cm Höhe auf einer größeren Fläche (die für einen entsprechenden Versuch leider nicht zur Verfügung stand), dürfte dieses Problem nicht auftreten, da die gesamte Höhe in einem Mal geschäumt werden könnte. Alternativ kann die mit Schaum zu füllende Fläche (oder auch der Körper) in kleinere Abschnitte unterteilt werden, die bei kontinuierlicher Schaumzufuhr nacheinander gefüllt werden. Weitere denkbare Anwendungen, wie z. B. das Füllen von Hohlblocksteinen, tangiert das geschilderte Problem ebenfalls nicht, hier muss lediglich wie oben beschrieben, auf eine gleichmäßige und richtig dosierte Zuführung der einzelnen Komponenten geachtet werden.

## **2.2 IMKM**

### **2.2.1 Phasenanalyse der Sekundärstoffe (AP9)**

Wie bereits im Zwischenbericht mitgeteilt waren die Schwankungen der Ausgangsstoffe eine besondere Herausforderung. Durch die orts aufgelöste Pulverdiffraktometrie mit einem GAADS-2D-Detektor in Kombination mit einem XRF-Finger konnte ein erheblicher Erkenntnisgewinn erzielt

werden. Durch den regelmäßigen Quervergleich mit eigenen Analysen seitens der K-UTEC konnte hier die Richtigkeit der qualitativen Phasenanalyse erheblich gesteigert werden.

Auch das Problem der chemisch-mineralogischen Zusammensetzung des amorphen Anteils der Rohstoffe ist inzwischen zufriedenstellend gelöst. Häufig wurde der amorphe Anteil in der Industrie bislang einfach weggelassen, obwohl deren Gehalt bei Aschen oft 50% erreicht oder sogar darüber liegt.

### **2.2.2 Schnellbestimmung der Aschenqualität (AP10)**

Die chemische Zusammensetzung (mittels Röntgenfluoreszenzanalyse) und der Mineralbestand (mittels Röntgenpulver-Diffraktometrie) konnten bisher nie zufriedenstellend in Übereinstimmung gebracht werden, weder XRF --> XRD noch XRD --> XRF. Durch Rietveld-Parameter-Anpassungen gelingt es nun aus quantitativen XRD-Daten die chemische Zusammensetzung überraschend gut abzubilden. Im Ergebnis erhalten wir, dass der sich der amorphe Anteil der Aschen nicht signifikant vom kristallinen Anteil unterscheidet. Diese Aussage ist auch insofern wesentlich, da damit diffraktometrischen Analysen und Auswertungen schnell und preiswert eine Schnellbestimmung der Aschenqualität erlauben.

### **2.2.3 Entwicklung und Variation des Phasenbestands des Schaumes (AP11)**

Die Abbildungen K-UTEC 10 bis K-UTEC 16 zeigen verschiedenen Stadien der Entwicklung der Mineralschäume. Die röntgenographische Phasenanalyse eines finalen Schaumes (s. **Abbildung IMKM 2**) beweist, dass der Schaum weitgehend gereift ist und seine Stabilität durch zwei Phasen getragen wird: Gips und Ettringit. Zementphasen konnten nicht mehr nachgewiesen werden und das Halbhydrat, das Mineral Bassanit, nur noch in Spuren auftritt. Zur Morphologie des Schaumes sei hier auf das nächste Kapitel verwiesen.

### **2.2.4 Mikroskopische Analyse der Schaumbildung (AP12)**

Wesentlich für die Qualität eines Mineralschaumes ist ihr Porositätsmuster (Porengrößenverteilung, Porengeometrie, Porenverknüpfung, Gesamtporenvolumen). Um nun Poren der Mineralschäume stereometrisch zu vermessen, muss man in der Regel auf die Röntgencomputertomographie zurückgreifen (s. **Abbildungen IMKM 4** und **IMKM 5**). Als Alternativen wurden einerseits Digitalmikroskope als Profilometer und andererseits Spiegelreflexkameras mit geeigneten Makroobjektiven genutzt. In beiden Fällen wurde die DFD-Methode angewendet. DFD steht für „Depth From Defocus“ (Tiefenschärfe durch Defokussierung), ein Verfahren zur Berechnung von

dreidimensionalen Tiefeninformationen durch Auswertung des Ausmaßes der Unschärfe auf zweidimensionalen Bildern. Als Beispiele stehen die **Abbildungen IMKM 1 und IMKM 3**.

Für die Qualität des Mineralschaumes ist es wesentlich, dass wir hier nachweisen können, dass eine offene Porosität vorliegt. Das sieht man einerseits in **Abbildung IMKM 5** und andererseits daran, dass bei röntgentomographischen Messungen nur eine und genau eine zusammenhängende Pore zu messen ist (s. Tabelle 3). Die Gesamtporosität liegt bei etwa 89%, was mit Dichtemessungen übereinstimmt. Geometrisch besteht der Schaum aus ziemlich kugelförmigen Blasen, die aber immer miteinander verbunden sind. Die Festkörperwände haben typische Dicken im Bereich von 10 bis 100 µm. Innerhalb der Wände gibt es noch in hoher Anzahl kleinere Poren, die jedoch nur 0,015 Volumenprozent ausmachen.

Tabelle 3: Kennwerte der Poren des BFA-Halbhydrat-Schaumes nach XRCT-Messung

Porengrößenintervall [mm <sup>3</sup> ]	Anzahl	Porosität [mm <sup>3</sup> ]	Porosität [%]	Oberfläche [mm <sup>2</sup> ]
0,00-0,01	3476	0,5	0,015	1414650
3063	1	3062,5	89,397	405
<b>Summe:</b>	<b>3477</b>	<b>3063,1</b>	<b>89,412</b>	<b>1415055</b>

## 2.3 BiFa

### 2.3.1 Monitoring Qualitätsentwicklung (AP 14)

Die Voruntersuchungen zur Charakterisierung der potentiellen Eignung als Bindemittelkomponente in verfestigenden Mineralschäumen umfassten folgende Kenngrößen:

- Chemische Zusammensetzung
- Granulometrie
- Reaktivität und Verfestigungsverhalten

und erstreckten sich auf die nachstehenden Rohstoffe:

- Trockenfeuerungsaschen aus der Braunkohlenverbrennung der Kraftwerke Schkopau und Lippendorf → BFA Schkopau, BFA Lippendorf
- Wirbelschichtfeuerungsaschen aus der Braunkohlenverbrennung der Kraftwerke Währlitz und Zeitz → WSA Währlitz, WSA Zeitz
- Einstufig aufbereitete Mischasche aus BFA und WSA → BFA-AA
- Zweistufig aufbereitete Mischasche aus BFA und WSA → Handelsprodukt *bifament*

Zusätzlich wurde in die bindemitteltechnischen Voruntersuchungen ein aufbereiteter Hüttensand (HS-EKO) einbezogen.



Im Ergebnis der Voruntersuchungen wurde eine Matrix erstellt, über die die untersuchten Rohstoffe hinsichtlich stofflicher und technischer Eigenschaften sowie marktbezogener Kriterien (Verfügbarkeit, zusätzlicher Aufbereitungsaufwand, Transportaufwand, Preis) beurteilt und für die weiterführenden Untersuchungen ausgewählt wurden.

An diesen wurden über einen längeren Zeitraum in einem industriellen Aufmahprozess die Partikelgrößen verändert und deren Auswirkungen auf die bindemitteltechnischen Eigenschaften untersucht. Dazu erfolgte eine Bewertung im Vergleich zu den sich im gleichen Zeitraum einstellenden stofflichen Gegebenheiten.

### 2.3.2 Baustoffliche Untersuchungen (AP 15)

Die untersuchten Rohstoffe weisen trotz vergleichbarer chemischer Grundcharakteristik (sulfatreiche kalkalumosilikatische Zusammensetzung) deutliche Unterschiede in der Variabilität bzw. Gleichmäßigkeit der Zusammensetzung auf (siehe Tabelle 4).

Tabelle 4: Schwankungsbreite der chemischen Zusammensetzung der Rohstoffe im Untersuchungszeitraum

	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>
<b>BFA Schkopau</b>	30 ... 38	2 ... 4	15 ... 20	5 ... 11	22 ... 31	6 ... 11
<b>BFA Lippendorf</b>	20 ... 42	2 ... 6	11 ... 25	2 ... 10	15 ... 39	5 ... 14
<b>WSA Währlitz</b>	26 ... 49	1 ... 3	2 ... 14	1 ... 11	11 ... 36	7 ... 36
<b>WSA Zeitz</b>	47 ... 60	1 ... 3	3 ... 6	2 ... 5	7 ... 13	22 ... 31
<b>bifament</b>	30 ... 33	2 ... 4	16 ... 21	4 ... 7	25 ... 34	7 ... 10

Während die stoffliche Beschaffenheit (hier: Oxidzusammensetzung der wichtigsten Haupt- und Nebenelemente) für die BFA Schkopau sowie das auf deren Basis hergestellte Handelsprodukt *„bifament“* nur sehr geringen Schwankungen unterliegt, ist die Variabilität der anderen Flugaschen deutlich größerer.

#### Abbildung BiFA 1: Spannbreite der chemischen Parameterschwankungen (Haupt- und Nebenelemente) der untersuchten Rohstoffe

Das Ausmaß der Schwankungen steigt dabei mit Verlängerung des Betrachtungszeitraumes (hier: Monat → Jahr) an. Eine Ausnahme bilden wiederum die BFA Schkopau und das *bifament*: hier bleiben die Schwankungen unabhängig vom Beobachtungszeitraum auf konstant niedrigem Niveau. Darüber hinaus sind im Unterschied zu allen anderen Rohstoffen die Schwankungen der betrachteten Einzelparameter (CaO, MgO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SO<sub>3</sub>) in einer ähnlichen Größenordnung.

Die Auswertung der granulometrischen Rohstoffuntersuchungen zeigt ebenfalls deutliche Unterschiede. Die über unterschiedliche Beprobungszeiträume hinsichtlich ihrer Körnungsanteile und Feinheit untersuchten Flugaschen weisen die WSA Zeitz als deutlich zu grob für den geplanten Einsatzzweck aus.

#### **Abbildung BiFa 2: Spannbreite von Körnungsanteilen in den untersuchten Rohstoffen**

Zudem sind die Schwankungen in den mittleren Korngrößen zwischen verschiedenen Proben dieser WSA deutlich größer als bei allen anderen Materialien.

#### **Abbildung BiFa 3: Spannbreite der mittleren Korngröße der untersuchten Rohstoffe**

Für die einstufig behandelte Mischasche (BFA-AA), die zugleich Ausgangsprodukt für die Weiterverarbeitung zum *bifament* ist, wurde der Einfluss des Mischungsverhältnisses der dabei eingesetzten Ausgangsaschen (BFA Schkopau und WSA Wähltitz) auf die Granulometrie der BFA-AA untersucht. Dabei zeigte sich, dass die wesentlichen Körnungsparameter auch bei großen Unterschieden im Mischungsverhältnis der Ausgangsaschen nahezu unverändert bleiben.

#### **Abbildung BiFa 4: Einfluss des BFA-WSA-Mischungsverhältnisses auf die Granulometrie der einstufig behandelten (gereiften) Mischasche (BFA-AA)**

Aufgrund der Spezifik des Aufbereitungsschrittes (Reduzierung des Freikalks durch Wasserzugabe und temporäre Reifung) und der damit einhergehenden Vergrößerung und teilweisen Agglomeration des Materials, ist eine Anwendung als Komponente im Mineralschaum ohne anschließende zusätzliche Aufbereitungsmaßnahmen (Siebung, Mahlung) nicht möglich.

In den nachfolgenden bindemitteltechnischen Voruntersuchungen wiesen die untersuchten Materialien unterschiedliche Reaktivitäten und Festigkeitsbeiträge auf, auf deren Grundlage eine Auswahl der Rohstoffe für die weiterführenden Untersuchungen vorgenommen werden konnte.

Im Unterschied zu den BFA, den BFA-basierten Rohstoffen sowie dem Hüttensand war für die WSA-Mischungen trotz hydraulischer Reaktivität keine Zunahme der Aktivitätsindizes mit steigendem Probenalter zu beobachten, was normalerweise charakteristisch für hydraulisch, latent-hydraulisch und puzzolanisch reagierende Stoffe und Voraussetzung für deren Einsatz in mineralischen Bindemittelsystemen ist.

#### **Abbildung BiFa 5: Reaktivitätsuntersuchungen an den Rohstoffen – Aktivitätsindex nach EN450 an Normmörteln**

Während die WSA Wähltitz zumindest ausgezeichnete Frühfestigkeiten aufwies, waren die Werte der WSA Zeitz zu jedem Zeitpunkt für einen Einsatz unzureichend.

Die Ursache wird vermutlich in den hohen Freikalkgehalten der WSA liegen (siehe Tabelle 5), die bei Nachreaktionen zu Volumenzunahmen und u.U. zu Entfestigungserscheinungen führen können.

Die beste Performance (hohe Frühfestigkeit, stetige Festigkeitszunahme) war für die BFA Schkopau, den Hüttensand und das *bifament* zu beobachten.

Tabelle 5: Freikalkgehalte der Rohstoffe (kalorimetrisch bestimmt)

Rohstoff	Freikalkgehalt (Ma.-%)
BFA Schkopau (Trockenasche)	5,1
BFA Lippendorf	4,9
WSA Währlitz	14,0
WSA Zeitz	9,2
HS EKO	0,2
BFA Mischasche (gereifte Asche)	0,6
<i>bifament</i>	1,1

Auf Basis der in den Voruntersuchungen erlangten Ergebnisse und der Bewertung des aktuellen Marktumfeldes für die untersuchten Rohstoffe wurde anhand einer Matrix die Auswahl der Materialien für die weiterführenden Untersuchungen getroffen.

#### **Abbildung BiFa 6: Entscheidungskriterien für Auswahl der Rohstoffe für weiterführende Untersuchungen**

Danach sind die BFA Schkopau, die WSA Währlitz sowie das *bifament* für weitere Untersuchungen ausgewählt worden.

#### **2.3.3 Eigenschaftsveränderungen durch Aufmahlung (AP 16)**

Im nächsten Schritt wurden sowohl BFA Schkopau als auch *bifament* im Rahmen der Regelproduktion (*bifament*) bzw. eines Langzeitversuches (BFA Schkopau) in der Kreislaufmahl- und -sichtanlage der BIFA gemahlen.

Anhand regelmäßig entnommener Proben erfolgten sowohl die stoffliche Charakterisierung als auch die bindemitteltechnischen Untersuchungen.

Dabei wurde deutlich, dass im Hinblick auf die Schwankungsbreite der Rohstoffparameter die Zusammensetzung der Materialien im Beobachtungszeitraum (jeweils ca. ½ Jahr) deutlich gleichmäßiger ist als deren granulometrische Kennwerte, so dass ein Einfluss auf die bindemitteltechnischen Eigenschaften eher von den mahlprozessbedingten Faktoren als von der stofflichen Beschaffenheit erwartet werden kann.

#### **Abbildung BiFa 7: Variabilität stofflicher und granulometrischer Kennwerte von *bifament* und BFA Schkopau im gemahlten Zustand**

Die Auswertung der am Leim und Mörtel durchgeführten bindemitteltechnischen Untersuchungen zeigt, dass die größten Schwankungen in den Eigenschaften das Erstarrungsverhalten der Leime betrifft. Im Vergleich dazu sind der Wasseranspruch, die Festigkeitsentwicklung der Mörtel sowie die Mahlfineinheit als deutlich gleichmäßiger zu bewerten.

#### **Abbildung BiFa 8: Variabilität baustofftechnischer Kennwerte von bifament und BFA Schkopau im gemahlten Zustand**

Die zusätzliche Aufmahlung der BFA Schkopau hat erwartungsgemäß keinen Einfluss auf die stoffliche Beschaffenheit, führt aber im Vergleich zum Ausgangszustand (ungemahlen) zu einer Anhebung der Reaktivität in Form einer schnelleren und höheren Festigkeitsentwicklung.

#### **Abbildung BiFa 9: Festigkeit von Normmörteln mit BFA Schkopau in Abhängigkeit vom Aufbereitungszustand der BFA**

Der auffälligste Unterschied zwischen bifament und gemahlener BFA Schkopau besteht im Erstarrungsverhalten: Während bifament im Leimgemisch mit Zement (30% bifament, 70% Zement in Anlehnung an die Prüfung kalkreicher Flugaschen nach EN 196-1) die Erstarrung im Vergleich zum reinen Zement um 25 bis 50 Minuten verzögert, wirkt sich die Mischung mit BFA Schkopau im gemahlten Zustand beschleunigend auf den Erstarrungsbeginn des Leims aus (um 5 bis 20 Minuten).

Aufgrund des im Vergleich zum *bifament* höheren Freikalkgehaltes in der BFA Schkopau wurden zusätzliche Messungen der Raumbeständigkeit (nach EN 196-3) durchgeführt. Dabei bewegen sich die am BFA-Zement-Leimgemisch (30% BFA, 70% Zement nach EN 196-1) ermittelten Werte mit 0,2 bis 0,5mm weit unterhalb des kritischen Grenzwertes von 10mm. Insofern sind bei Verwendung gemahlener BFA Schkopau aufgrund des darin enthaltenen Freikalks keine negativen Auswirkungen auf die Beständigkeit damit hergestellter Produkte zu erwarten.

Aus dem Vergleich baustofftechnischer mit stofflichen und granulometrischen Kennwerten ergibt sich für beide zusätzlich aufbereiteten Rohstoffe (*bifament* und BFA Schkopau) eine Abhängigkeit des Wasseranspruchs von der Mahlfineinheit.

#### **Abbildung BiFa 10: Zusammenhang zwischen Mahlfineinheit und Wasseranspruch für bifament und gemahlene BFA Schkopau**

Das stark unterschiedliche Erstarrungsverhalten von bifament und der gemahlten BFA Schkopau im Gemisch mit Zement zeigt hingegen keinen Bezug zur Mahlfineinheit. Höhere Mahlfineinheiten führen demnach nicht zu einer Verkürzung des Erstarrungsbeginns. Für die beschleunigend wirkende gemahlene BFA Schkopau ist die stärkste Beschleunigung des Erstarrungsbeginns unerwarteterweise für die geringste Mahlfineinheit zu beobachten.

### **Abbildung BiFa 11: Zusammenhang zwischen Mahlfeinheit und dem Erstarrungsbeginn im BFA-Zement-Leim für bifament und gemahlene BFA Schkopau**

Die stark beschleunigende Wirkung, welche auch am reinen (zementfreien) Leim und auch für die WSA Währlitz beobachtet werden kann, ist daher vermutlich auf den hohen Anteil an reaktivem Freikalk zurückzuführen, der im Unterschied dazu im *bifament* aufgrund des der Mahlung vorgeschalteten Aufbereitungsschritts nur in geringen Anteilen vorhanden ist.

Da die Unterschiede in den Erstarrungszeiten verfahrensbedingt sowohl für *bifament* als auch die gemahlene BFA Schkopau insgesamt zu gering und unspezifisch sind, wird ein signifikanter Zusammenhang zu anderen, insbesondere chemischen Stoffparametern nicht deutlich.

Ein Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf einzelne baustoffliche Eigenschaften ist aufgrund der vergleichsweise geringen chemischen Variabilität der Einzelproben nicht nachweisbar.

Die Wirkung der Rohstoffe im Schaumbildungsprozess zeigte daher einen Zusammenhang zur Feinheit und dem Freikalkgehalt der Materialien, jedoch keinen Bezug zu einzelnen oder kombinierten chemischen Parametern aus deren Oxidzusammensetzung heraus.

## **3 Zusammenfassung der Ergebnisse**

Im ersten Berichtszeitraum wurden grundlegende Versuche bezüglich der einzusetzenden Materialien für den CAFISTA-Mineralschaum durchgeführt und geeignete Materialien zur Entwicklung von Schaumrezepturen ausgewählt. Die prinzipielle Eignung dieser Materialien für den Einsatz als Sekundärrohstoff zur Mineralschaumherstellung wurde festgestellt.

Nach der eingehenden Charakterisierung der favorisierten Rohstoffe BFA Schkopau und *bifament* wurden diese auf ihre Eigenschaften bei der Aufschäumung getestet. Im Rahmen der Aufschäumungsversuche bei K-UTEC wurde die BFA aus Schkopau aufgrund ihrer geringeren Reaktivität für die endgültige Rezepturentwicklung ausgewählt. Unter Zugabe von Calciumsulfat-Halbhydrat und verschiedener Zusätze wurden die Eigenschaften des entwickelten Schaumes optimiert, so dass nun durch Rezeptur-Variationen auch unterschiedliche Dichten reproduzierbar sind. Weiterhin konnte die Rezeptur so angepasst werden, dass auch eine Schaumerzeugung in technischem Maßstab möglich ist. Dies wurde anhand eines Großversuches mit der erfolgreichen Herstellung von rund 400 l Schaum dargestellt.

Vorteile des neu entwickelten Mineralschaumes auf der Basis von Braunkohlenfilterasche sind die Anpassungsfähigkeit der Rezeptur an zahlreiche mögliche Einsatzgebiete, die einfache Handhabung aufgrund der überschaubaren Anzahl an Zutaten sowie die kurze Aushärtungszeit. Da der Schaum rein anorganisch aufgebaut ist und zusätzlich auch kristallin gebundenes Wasser

enthält, ist er außerdem nicht brennbar. Des Weiteren werden durch die Verwendung eines Sekundärrohstoffes auch Ressourcen geschont und Kosten eingespart.

Ein Nachteil dieses Mineralschaumes ist der hohe Gips-Anteil, welcher nur eine Anwendung im Innenbereich oder geschützten Außenbereich zulässt. Aber auch hier sind zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten denkbar, wie z. B. in der Dämmung von Fußböden (mittels Schaumerzeugung vor Ort) oder der Innendämmung durch aus dem Schaum hergestellte Platten.

#### **4 Ausblick**

Weiterer Forschungsbedarf besteht im Hinblick auf die Optimierung der Rezeptur für konkrete Anwendungsfälle. Der Schaum könnte sich z. B. als Füllung für Hohlblockziegel eignen, dafür kann die Rohdichte - und somit die Dämmwirkung - gegenüber den bisherigen Rezepturen noch deutlich verbessert werden, da die Druckfestigkeit des Schaumes in diesem Fall nur von untergeordneter Bedeutung ist.

Offen ist außerdem noch, wie langzeitstabil der Mineralschaum bei schwankenden Umgebungsbedingungen ist. Frostwechsel und schwankende Luftfeuchtigkeit übersteht der Schaum zunächst unbeschadet, hier müsste aber eine Langzeitbeobachtung zeigen, ob seine Pufferwirkung gegenüber Feuchtigkeit wirklich dauerhaft ist und wie sich der Schaum langfristig auf das Raumklima auswirkt.

Um die wärmedämmenden Eigenschaften und andere bauphysikalische Merkmale des Mineralschaumes im Hinblick auf unterschiedliche Anwendungen noch optimieren zu können, ist weiterhin die Ermittlung dieser Kennwerte nötig. Die Messung der Wärmeleitfähigkeit sollte z. B. über längere Zeiträume, an verschiedenen Rezepturen und unter veränderten Umgebungsbedingungen (Feuchte, Temperatur etc.) stattfinden. Um auch Veränderungen der inneren Struktur des Schaumes nachvollziehen und ggf. vorhersagen zu können (z. B. Zerbrechen beim Austrocknen), sind weitere Phasenanalysen mittels Röntgendiffraktometrie wünschenswert.

Perspektivisch ist auch der Einsatz weiterer Sekundärrohstoffe zur Mineralschaumherstellung geplant, wie z. B. unterschiedliche Qualitäten von REA-Gips. Derzeit ist die Verarbeitung von stetig anfallenden Braunkohlenfilteraschen als Sekundärrohstoff sinnvoll, langfristig wird sich dies jedoch vermutlich im Zuge veränderter Klima- und Energiepolitik ändern. Eine Anpassung von Mineralschaumrezepturen an zukünftig in genügenden Mengen vorhandenen als Sekundärrohstoff nutzbaren Abprodukten, die Bindemittleigenschaften aufweisen, ist daher anzustreben.

## **5 F&E-Ergebnisse Dritter**

F&E-Ergebnisse Dritter, die für dieses Projekt relevant sein könnten, sind im Verlauf des Projektes nicht bekannt geworden.

## **Anhang**

Bilddokumentation

# Abbildungsverzeichnis gemeinsamer Abschlussbericht für das FuE-Projekt

## „CAFISTA – Mineralschaum: selbstständig aufschäumende silicatische und aluminatische Mineralschäume“

**Laufzeit des Vorhabens:** 01.05.2015 bis 31.10.2017

**Berichtszeitraum:** 01.05.2015 bis 31.10.2017

### Projektpartner:

<b>K-UTEC AG Salt Technologies</b> Am Petersenschacht 7 99706 Sondershausen Förderkennzeichen: 16KN046726  Vertreten durch: Vorstandsvorsitzenden Dr. Marx	<b>Universität Leipzig</b> Institut für Mineralogie, Kristallographie und Materialwissenschaft Ritterstraße 26 04109 Leipzig  Vertreten durch: Kanzlerin Prof. Dr. Birgit Dräger
<b>Bindemittel Filterasche GmbH</b> Hauptstraße 06258 Schkopau/OT Lochau  Vertreten durch: Geschäftsführer Dr. Lottner	



## **1            Abbildungen K-UTEC**

<b>Abbildung K-UTEC 1: 291X-06 BFA Währlitz</b> .....	<b>5</b>
<b>Abbildung K-UTEC 2: 292X-06 BFA Schkopau</b> .....	<b>5</b>
<b>Abbildung K-UTEC 3: 293X-06 Bifament</b> .....	<b>6</b>
<b>Abbildung K-UTEC 4: Korngrößenverteilung BFA Währlitz</b> .....	<b>6</b>
<b>Abbildung K-UTEC 5: Korngrößenverteilung BFA Schkopau</b> .....	<b>6</b>
<b>Abbildung K-UTEC 6: Korngrößenverteilung Bifament</b> .....	<b>7</b>
<b>Abbildung K-UTEC 7: Mineralphasen der BFA Währlitz</b> .....	<b>7</b>
<b>Abbildung K-UTEC 8: Mineralphasen der BFA Schkopau</b> .....	<b>8</b>
<b>Abbildung K-UTEC 9: Mineralphasen des Bifament</b> .....	<b>8</b>
<b>Abbildung K-UTEC 10: BFA-Schaum mit zu wenig Wasserstoffperoxid</b> .....	<b>9</b>
<b>Abbildung K-UTEC 11: BFA-Schaum mit zu viel Wasserstoffperoxid</b> .....	<b>9</b>
<b>Abbildung K-UTEC 12: BFA-Schaum</b> .....	<b>10</b>
<b>Abbildung K-UTEC 13: BFA-Halbhydrat-Schaum 1</b> .....	<b>10</b>
<b>Abbildung K-UTEC 14: BFA-Halbhydrat-Schaum 2</b> .....	<b>11</b>
<b>Abbildung K-UTEC 15: BFA-Halbhydrat-Schaum 3</b> .....	<b>11</b>
<b>Abbildung K-UTEC 16: BFA-Halbhydrat-Schaum 4</b> .....	<b>12</b>
<b>Abbildung K-UTEC 17: Rohdichte im Verhältnis zur Wasserstoffperoxid-Menge</b> .....	<b>12</b>
<b>Abbildung K-UTEC 18: Druckfestigkeit im Verhältnis zur Rohdichte</b> .....	<b>13</b>
<b>Abbildung K-UTEC 19: Mineralphasen BFA-Schaum</b> .....	<b>13</b>
<b>Abbildung K-UTEC 20: Mineralphasen BFA-Halbhydrat-Schaum</b> .....	<b>14</b>
<b>Abbildung K-UTEC 21: Dissolver</b> .....	<b>15</b>
<b>Abbildung K-UTEC 22: Mörtelmischer</b> .....	<b>16</b>
<b>Abbildung K-UTEC 23: Exzentrerschneckenpumpe</b> .....	<b>16</b>
<b>Abbildung K-UTEC 24: Herstellung von Schaumplatten 50 x 50 cm</b> .....	<b>17</b>
<b>Abbildung K-UTEC 25: Vorbereitung Großversuch</b> .....	<b>17</b>
<b>Abbildung K-UTEC 26: Anmischen der Suspension</b> .....	<b>18</b>

Abbildung K-UTEC 27: Vorratsbehälter mit Wasserstoffperoxid.....	19
Abbildung K-UTEC 28: Durchflussermittlung .....	20
Abbildung K-UTEC 29: Der Schaum läuft.....	21
Abbildung K-UTEC 30: Der Schaum läuft.....	22
Abbildung K-UTEC 31: Pumpe für Suspension (vorne).....	23
Abbildung K-UTEC 32: Aufschäumung beendet.....	24
Abbildung K-UTEC 33: ausgehärteter Schaum.....	25

## **2            Abbildungen IMKM**

Abbildung IMKM 1: BFA-Halbhydrat,-analog Schaum 3 (s. Abb. K-UTEC15) .....	26
Abbildung IMKM 2: XRD-Phasenanalyse des Schaumes von Abb. IMKM 1.....	26
Abbildung IMKM 3: 3D-Mikroskopie des BFA-Halbhydrat-Schaumes.....	27
Abbildung IMKM 4: Röntgentomographieaufnahme des BFA-Halbhydrat-Schaumes.....	28
Abbildung IMKM 5: 2D-Schnitt einer typischen Röntgentomographieaufnahme des BFA-Halbhydrat-Schaumes .....	29

## **3            Abbildungen BiFa**

Abbildung BiFA 1: Spannbreite der chemischen Parameterschwankungen (Haupt- und Nebenelemente) der untersuchten Rohstoffe .....	30
Abbildung BiFA 2: Spannbreite von Körnungsanteilen in den untersuchten Rohstoffen .....	30
Abbildung BiFA 3: Spannbreite der mittleren Korngröße der untersuchten Rohstoffe .....	31
Abbildung BiFA 4: Einfluss des BFA-WSA-Mischungsverhältnisses auf die Granulometrie der einstufig behandelten (gereiften) Mischasche (BFA-AA).....	31
Abbildung BiFA 5: Reaktivitätsuntersuchungen an den Rohstoffen – Aktivitätsindex nach EN450 an Normmörteln.....	32
Abbildung BiFA 6: Entscheidungskriterien für Auswahl der Rohstoffe für weiterführende Untersuchungen.....	32
Abbildung BiFA 7: Variabilität stofflicher und granulometrischer Kennwerte von bifament und BFA Schkopau im gemahlene Zustand.....	33

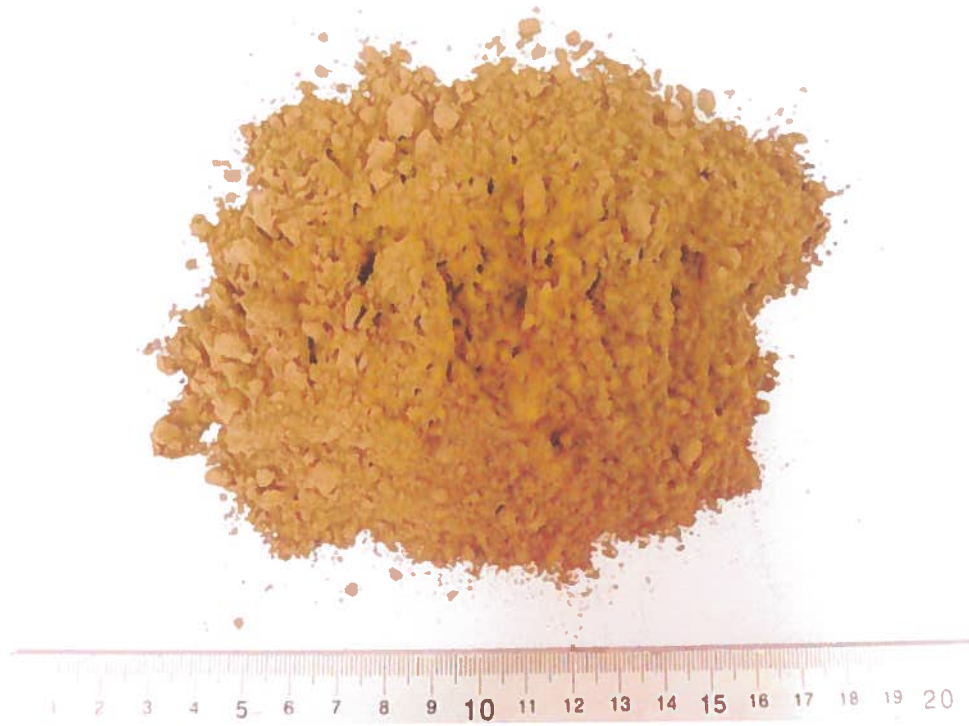
<b>Abbildung BiFA 8: Variabilität baustofftechnischer Kennwerte von bifament und BFA Schkopau im gemahlten Zustand .....</b>	<b>33</b>
<b>Abbildung BiFA 9: Festigkeit von Normmörteln mit BFA Schkopau in Abhängigkeit vom Aufbereitungszustand der BFA.....</b>	<b>34</b>
<b>Abbildung BiFA 10: Zusammenhang zwischen Mahlfeinheit und Wasseranspruch für bifament und gemahlene BFA Schkopau .....</b>	<b>34</b>
<b>Abbildung BiFA 11: Zusammenhang zwischen Mahlfeinheit und dem Erstarrungsbeginn im BFA-Zement-Leim für bifament und gemahlene BFA Schkopau .....</b>	<b>35</b>



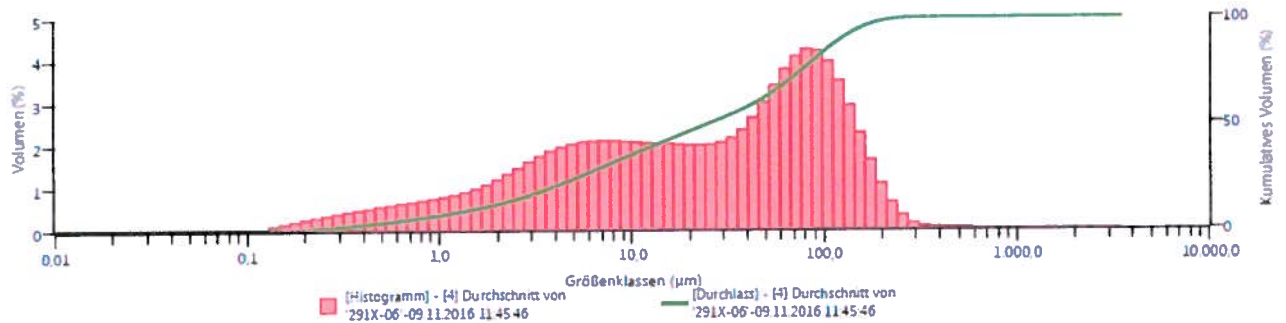
**Abbildung K-UTEC 1: 291X-06 BFA Währlitz**



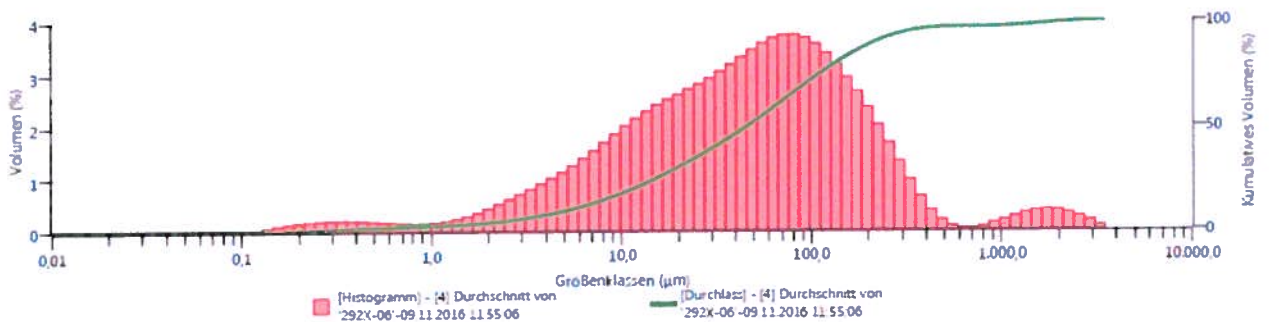
**Abbildung K-UTEC 2: 292X-06 BFA Schkopau**



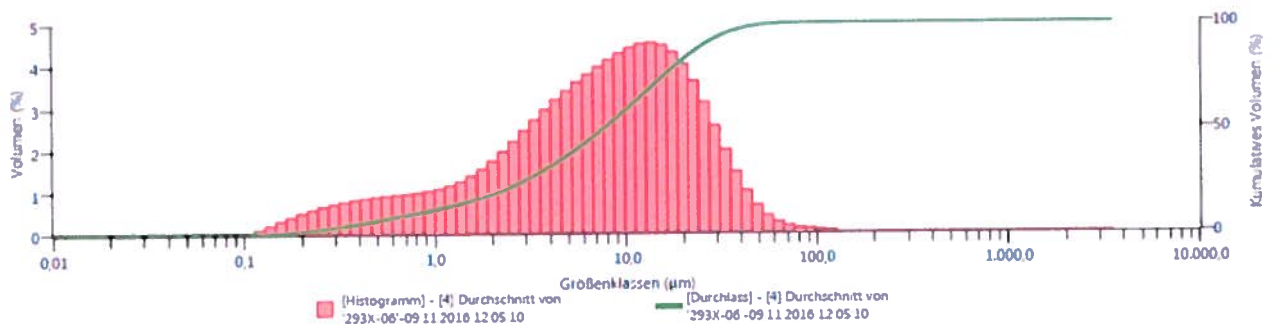
**Abbildung K-UTEC 3: 293X-06 Bifament**



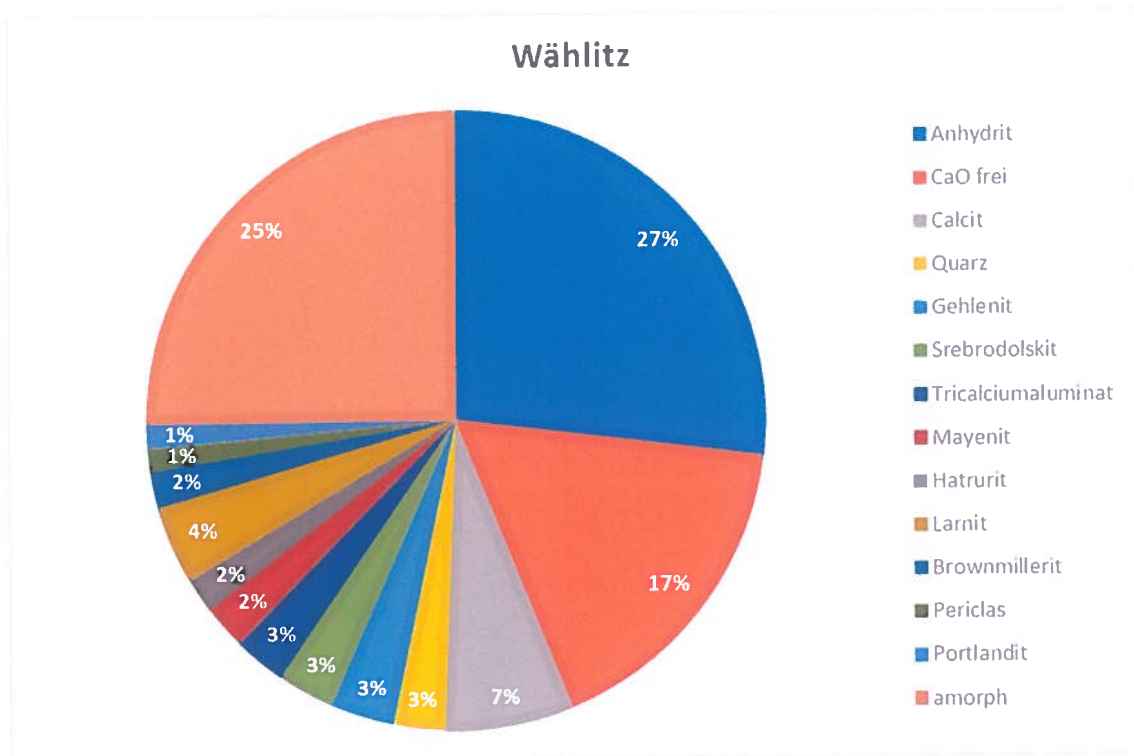
**Abbildung K-UTEC 4: Korngrößenverteilung BFA Wählitz**



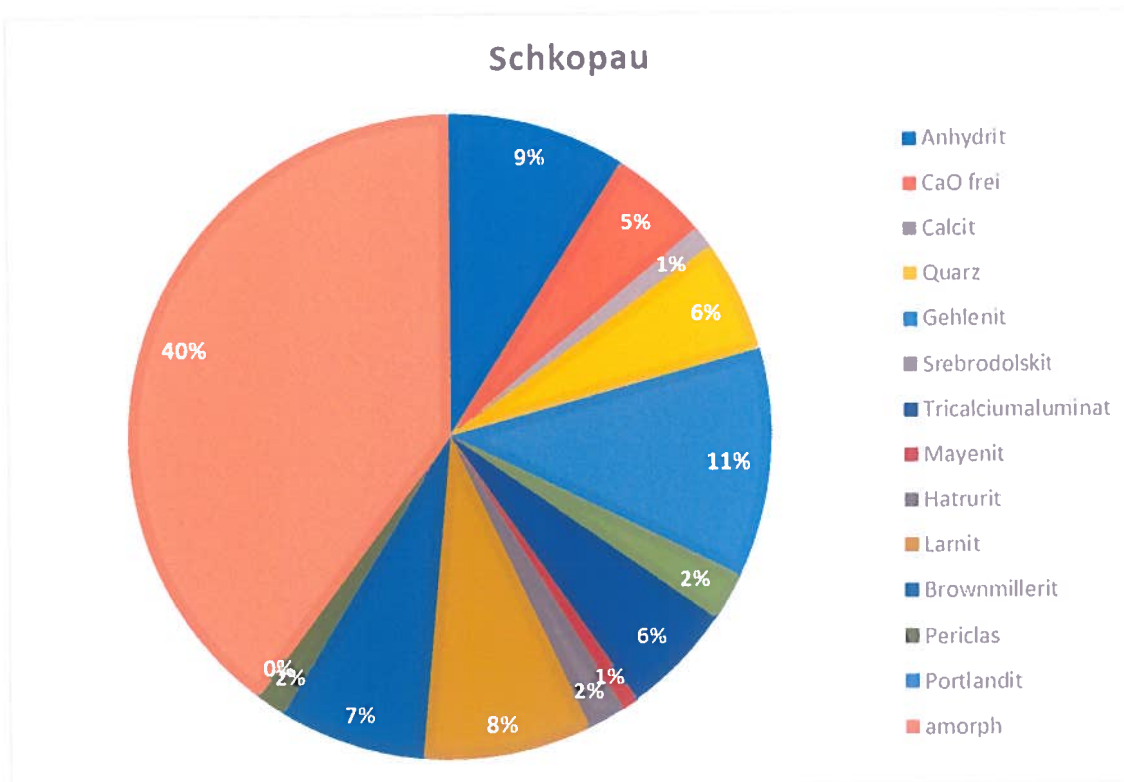
**Abbildung K-UTEC 5: Korngrößenverteilung BFA Schkopau**



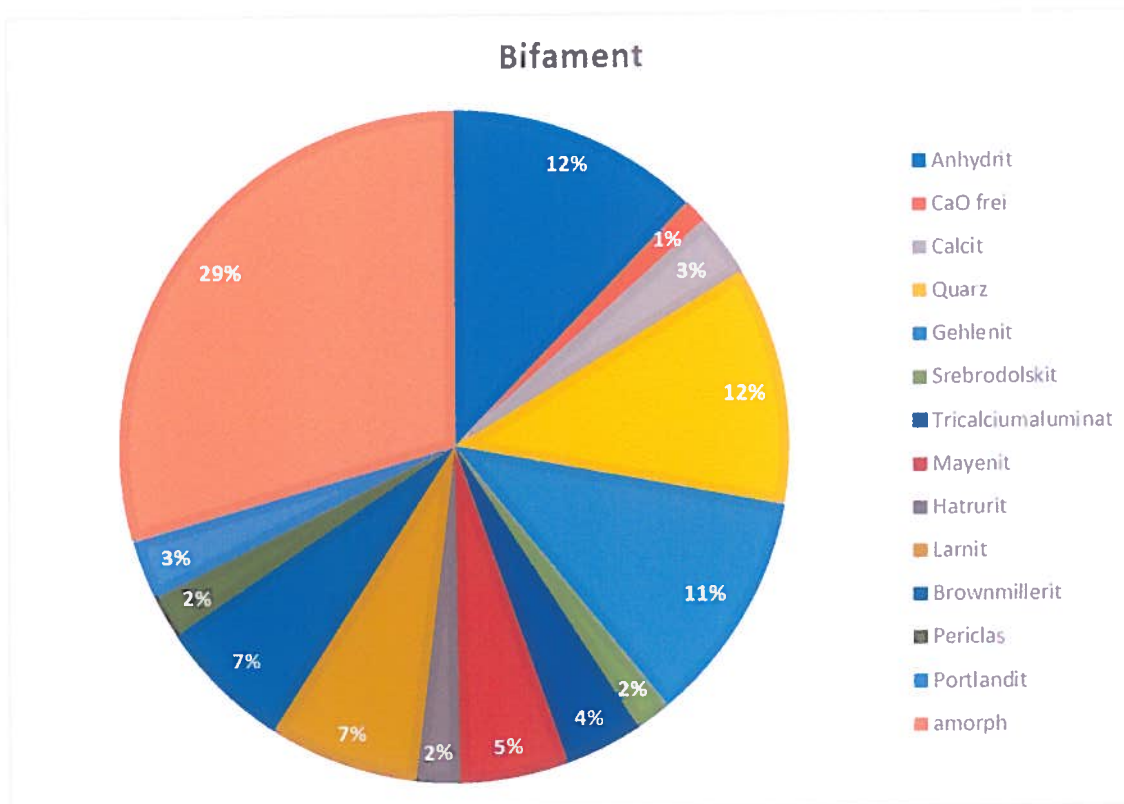
**Abbildung K-UTEC 6: Korngrößenverteilung Bifament**



**Abbildung K-UTEC 7: Mineralphasen der BFA Währlitz**



**Abbildung K-UTEC 8: Mineralphasen der BFA Schkopau**



**Abbildung K-UTEC 9: Mineralphasen des Bifament**



**Abbildung K-UTEC 10: BFA-Schaum mit zu wenig Wasserstoffperoxid**

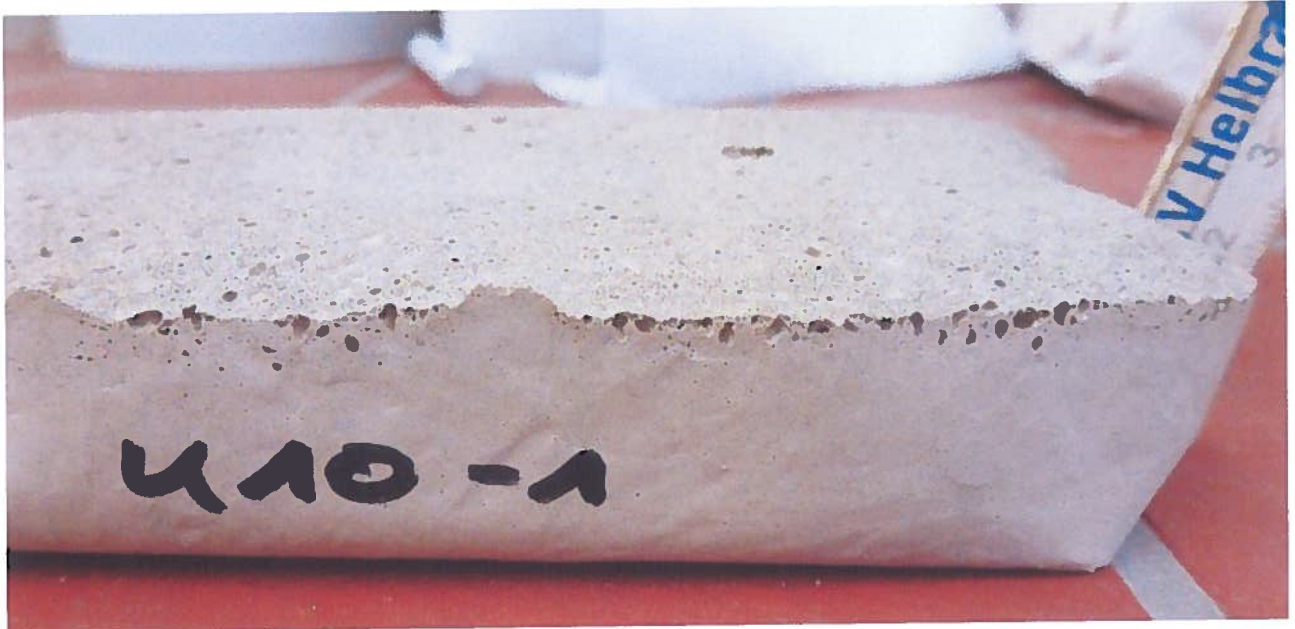


**Abbildung K-UTEC 11: BFA-Schaum mit zu viel Wasserstoffperoxid**

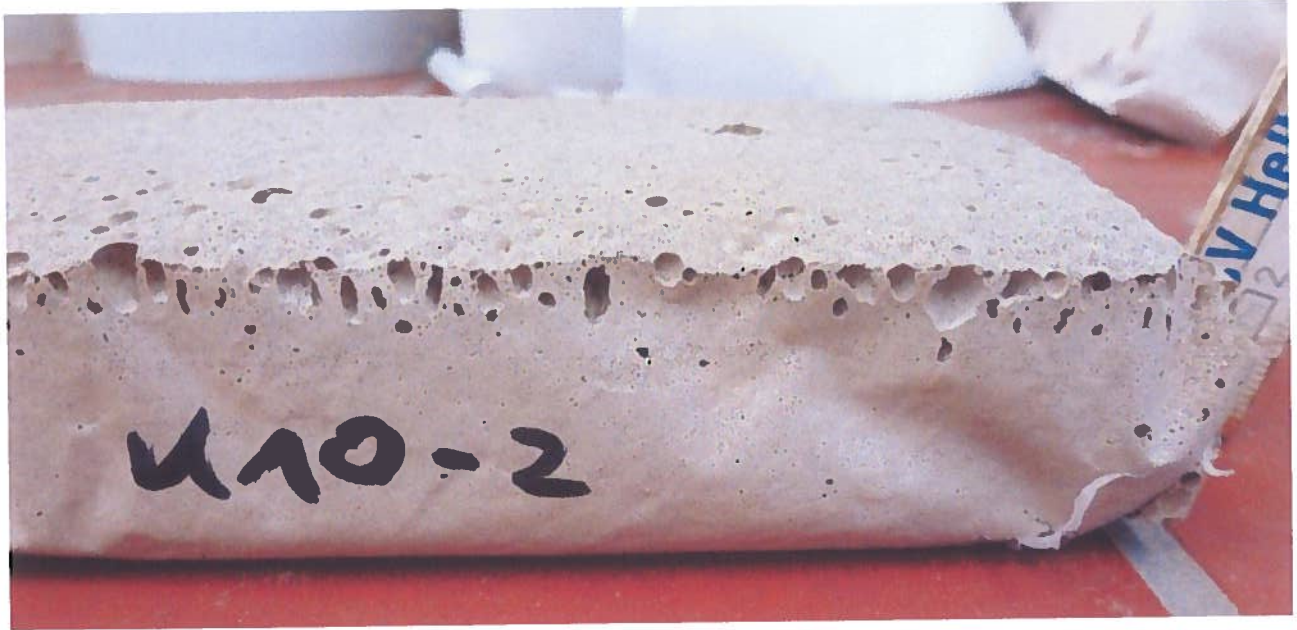




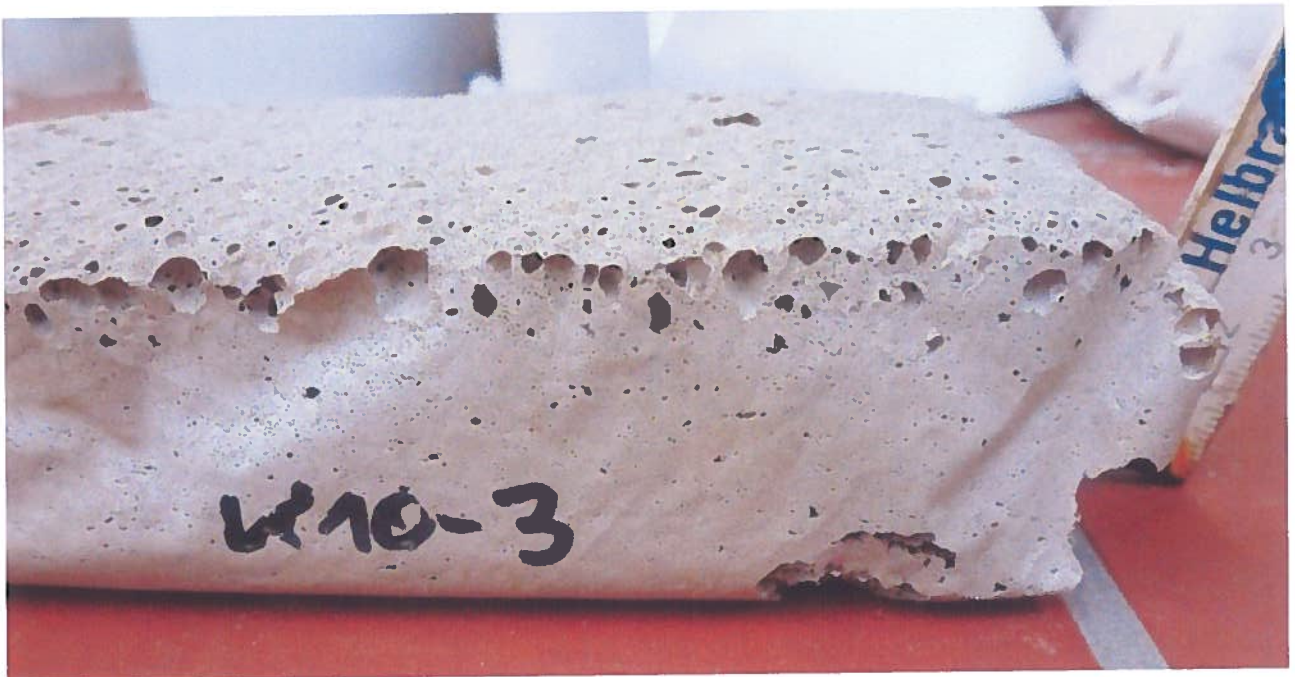
**Abbildung K-UTEC 12: BFA-Schaum**



**Abbildung K-UTEC 13: BFA-Halbhydrat-Schaum 1**



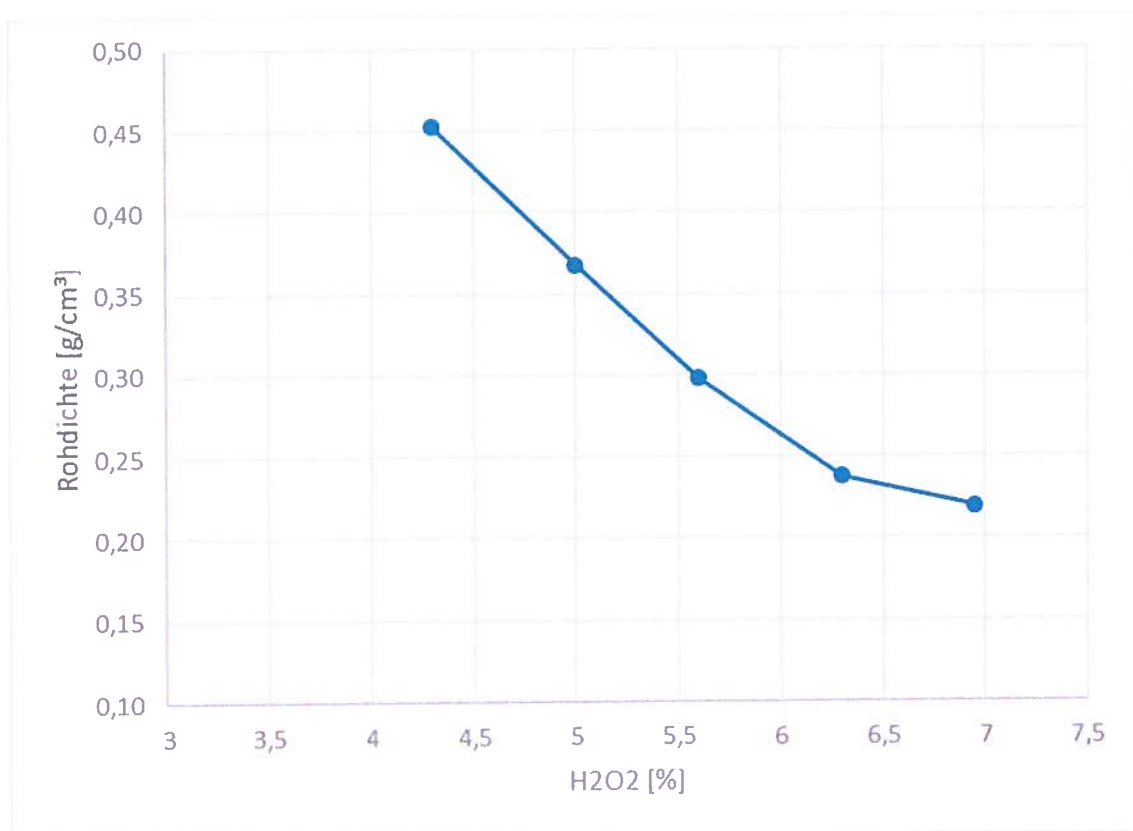
**Abbildung K-UTEC 14: BFA-Halbhydrat-Schaum 2**



**Abbildung K-UTEC 15: BFA-Halbhydrat-Schaum 3**



**Abbildung K-UTEC 16: BFA-Halbhydrat-Schaum 4**



**Abbildung K-UTEC 17: Rohdichte im Verhältnis zur Wasserstoffperoxid-Menge**

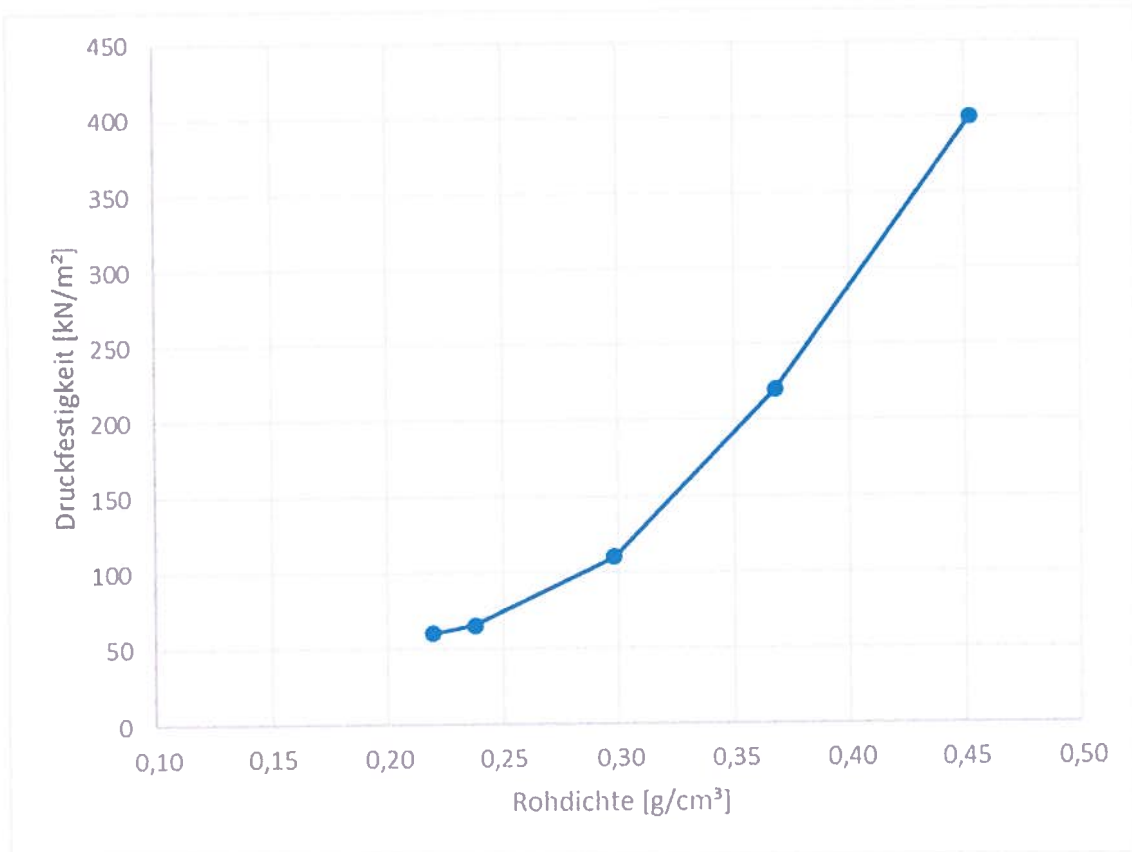


Abbildung K-UTEC 18: Druckfestigkeit im Verhältnis zur Rohdichte

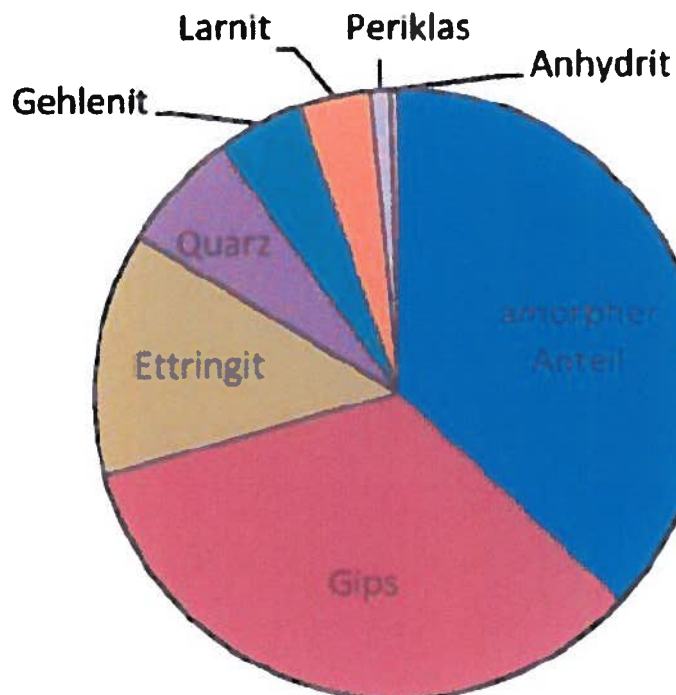
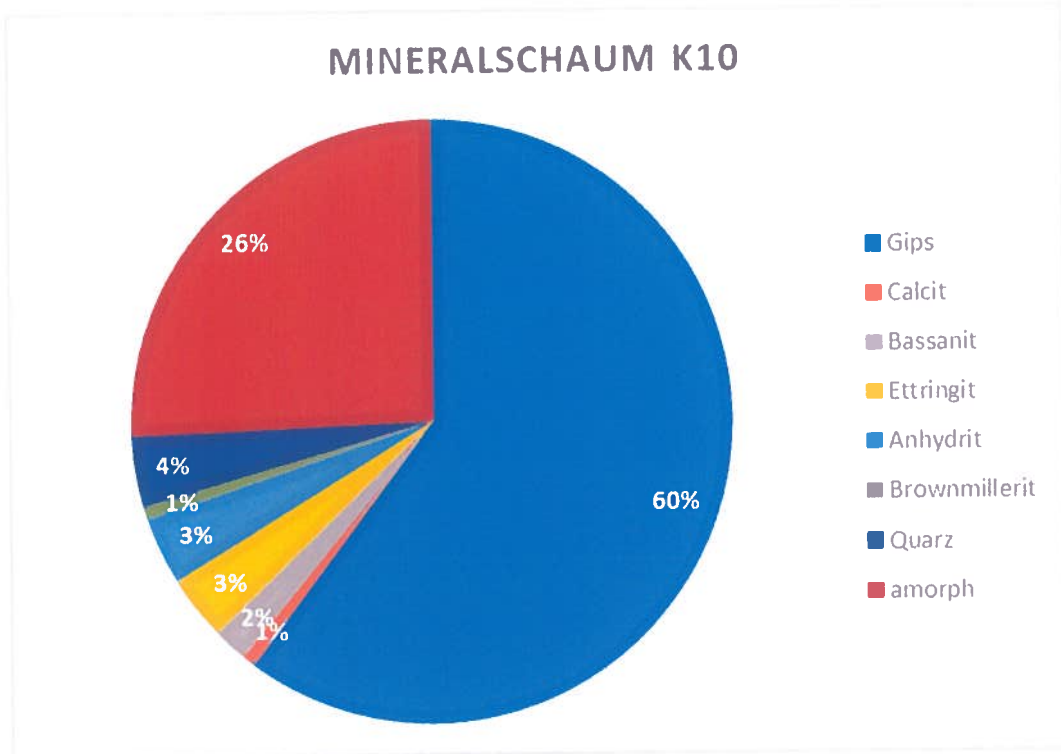


Abbildung K-UTEC 19: Mineralphasen BFA-Schaum



**Abbildung K-UTEC 20: Mineralphasen BFA-Halbhydrat-Schaum**



**Abbildung K-UTEC 21: Dissolver**



**Abbildung K-UTEC 22: Mörtelmischer**



**Abbildung K-UTEC 23: Exzentrerschneckenpumpe**



**Abbildung K-UTEC 24: Herstellung von Schaumplatten 50 x 50 cm**



**Abbildung K-UTEC 25: Vorbereitung Großversuch**





**Abbildung K-UTEC 26: Anmischen der Suspension**



**Abbildung K-UTEC 27: Vorratsbehälter mit Wasserstoffperoxid**



**Abbildung K-UTEC 28: Durchflussermittlung**



**Abbildung K-UTEC 29: Der Schaum läuft**



**Abbildung K-UTEC 30: Der Schaum läuft**



**Abbildung K-UTEC 31: Pumpe für Suspension (vorne)**



**Abbildung K-UTEC 32: Aufschäumung beendet**



**Abbildung K-UTEC 33: ausgehärteter Schaum**



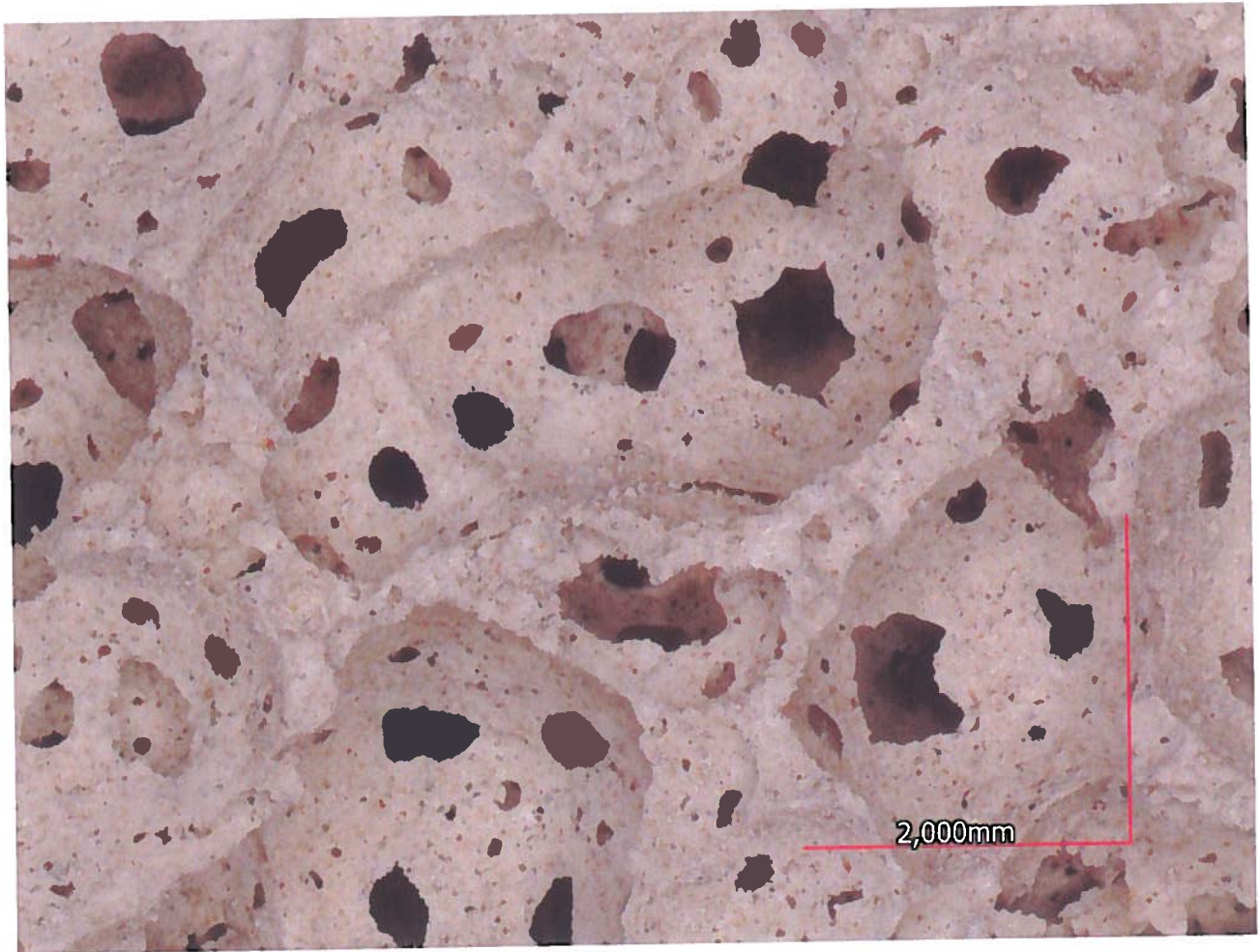


Abbildung IMKM 1: BFA-Halbhydrat,-analog Schaum 3 (s. Abb. K-UTEC15)

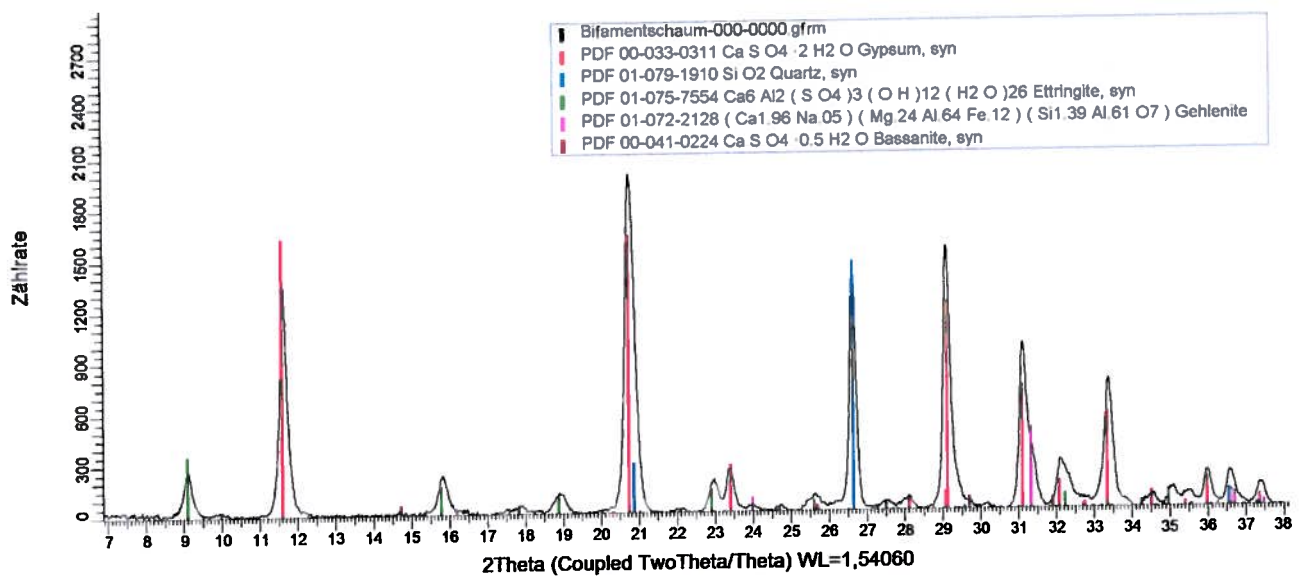
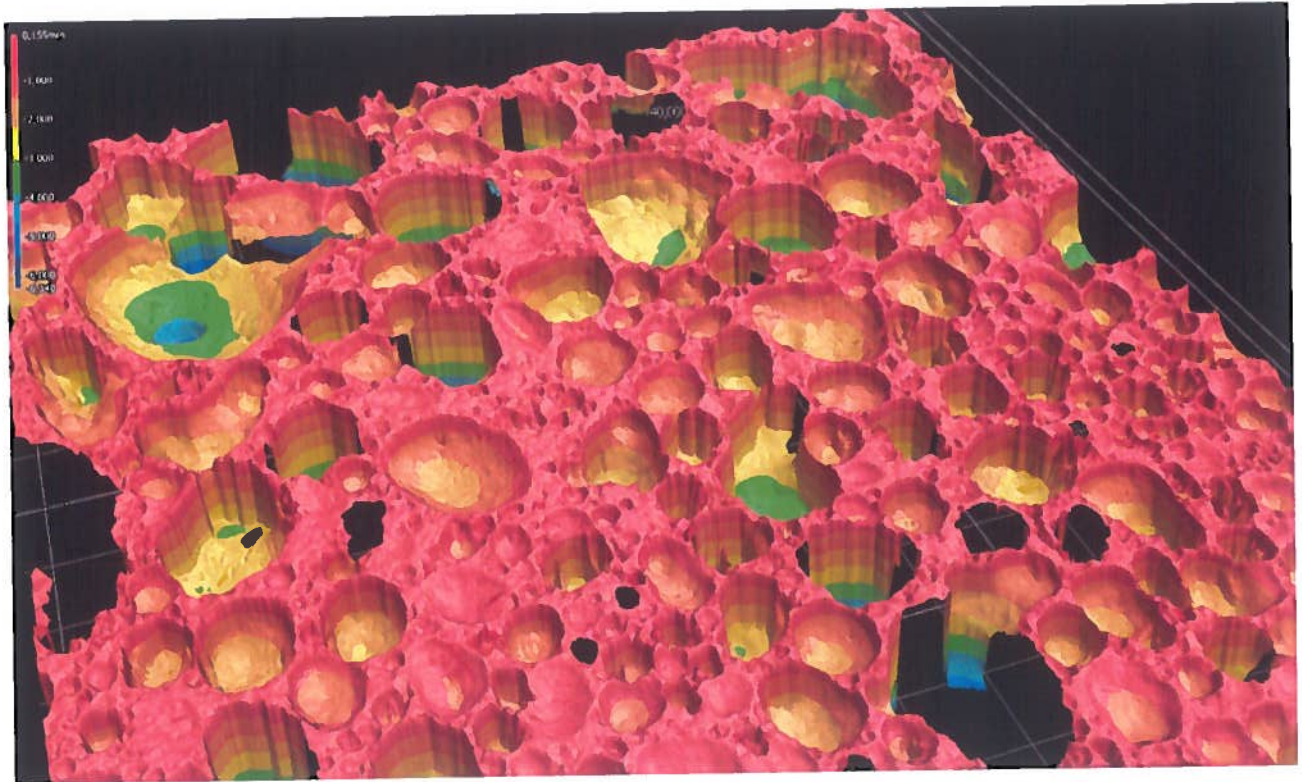
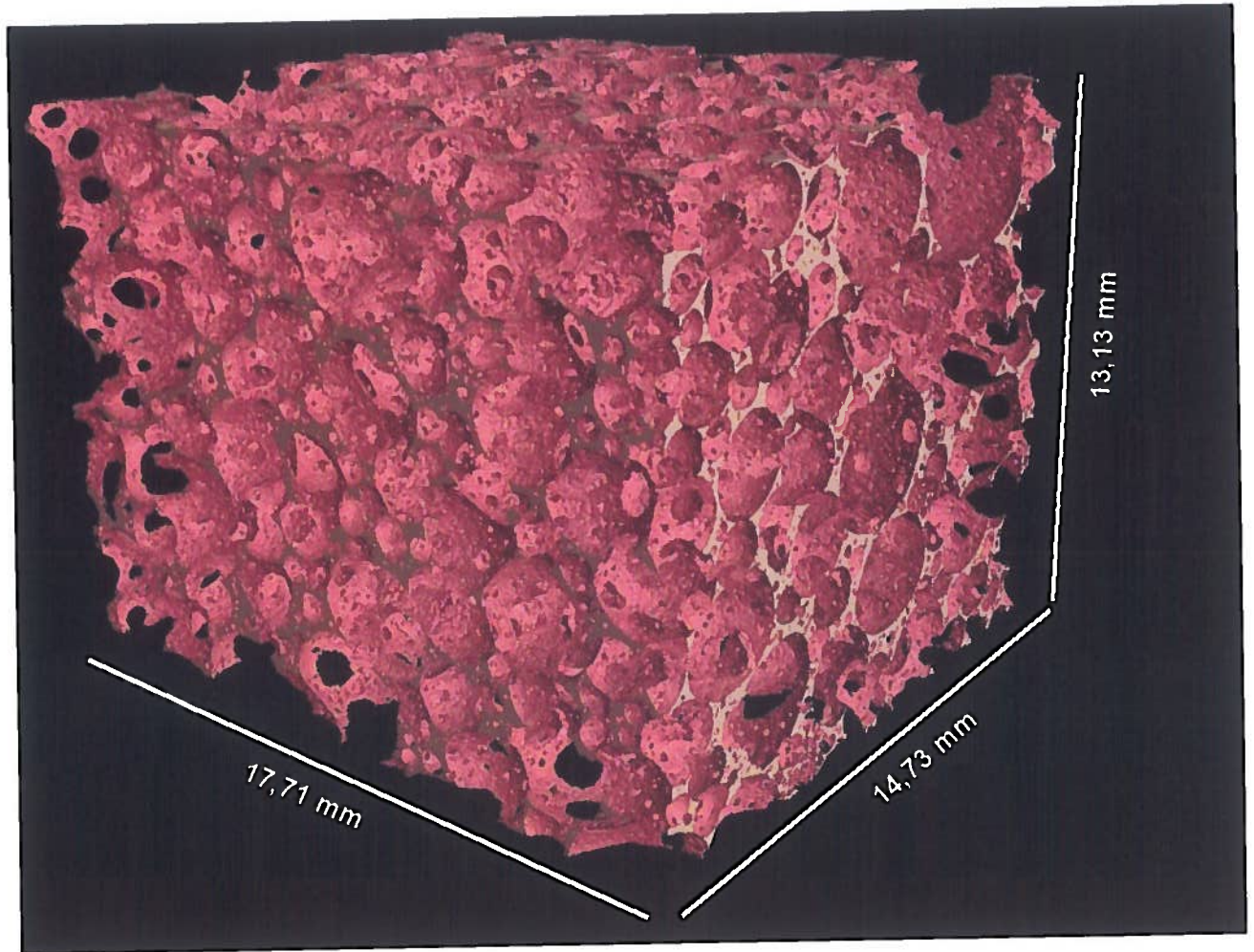


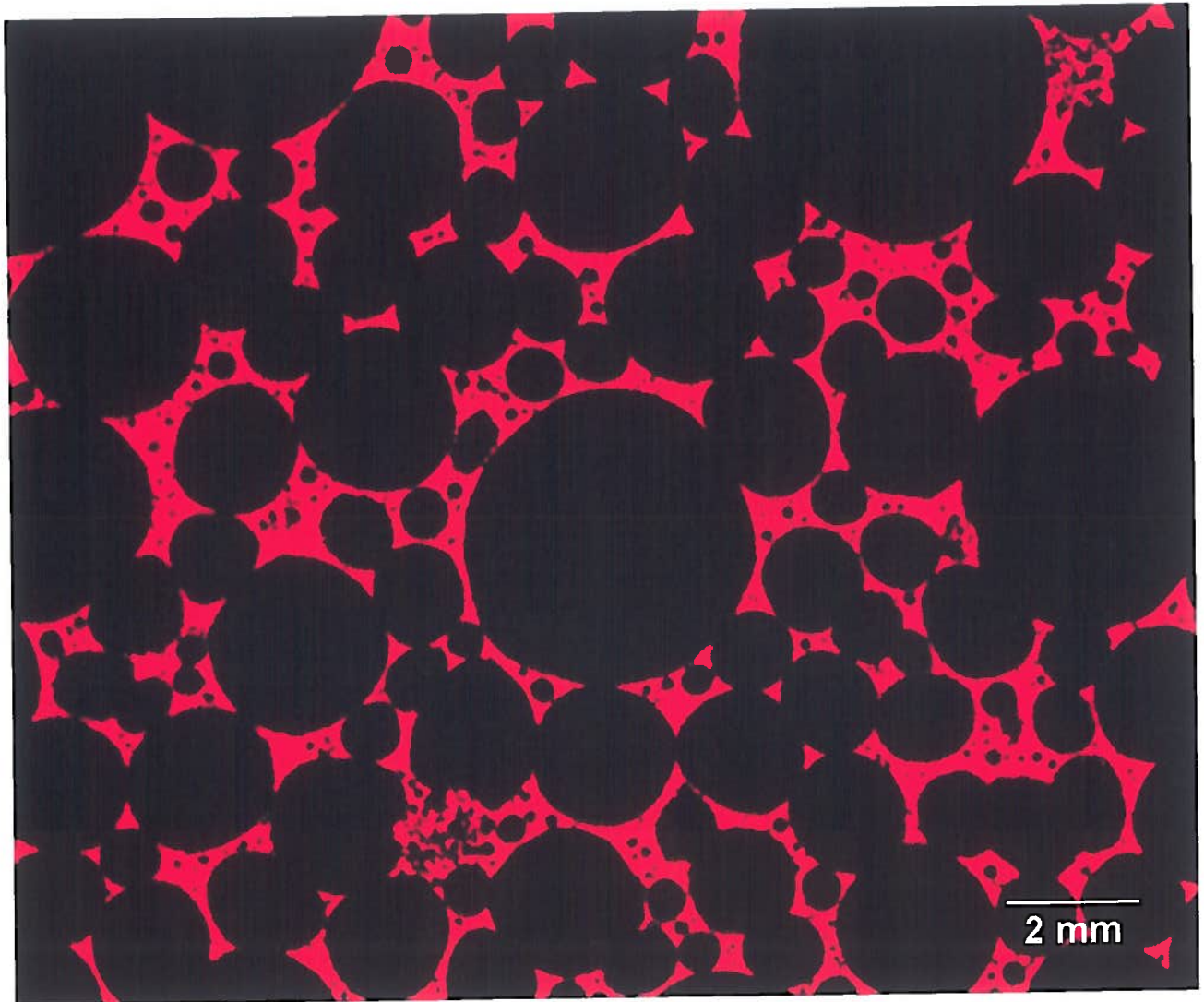
Abbildung IMKM 2: XRD-Phasenanalyse des Schaumes von Abb. IMKM 1



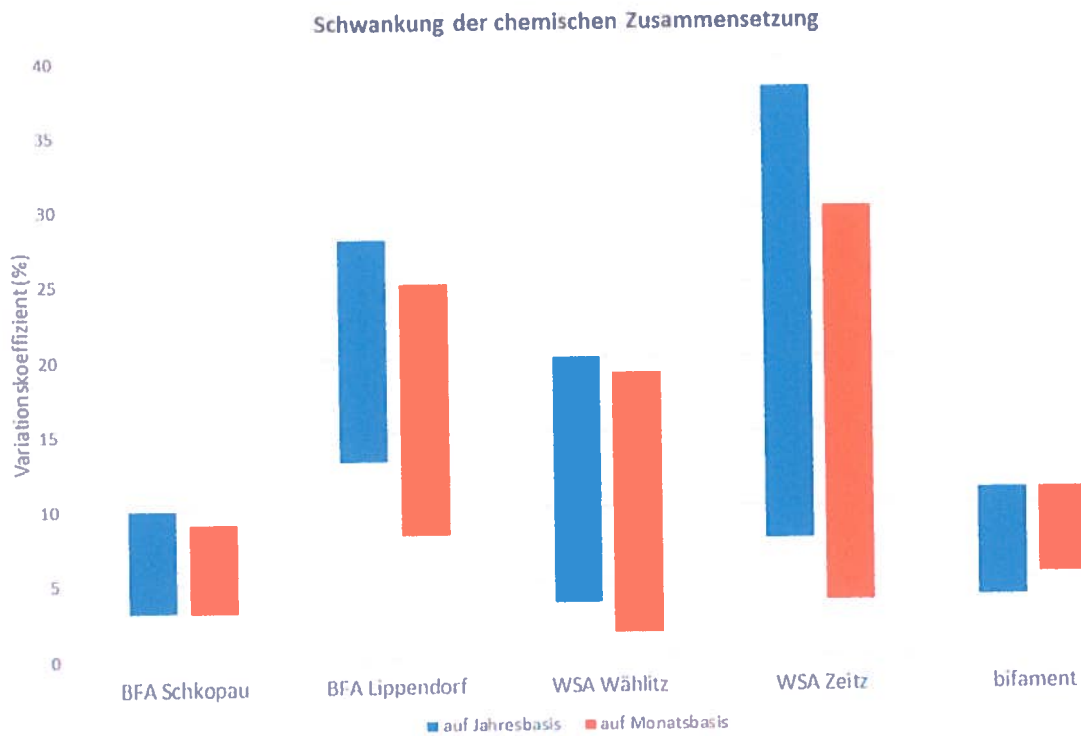
**Abbildung IMKM 3: 3D-Mikroskopie des BFA-Halbhydrat-Schaumes**



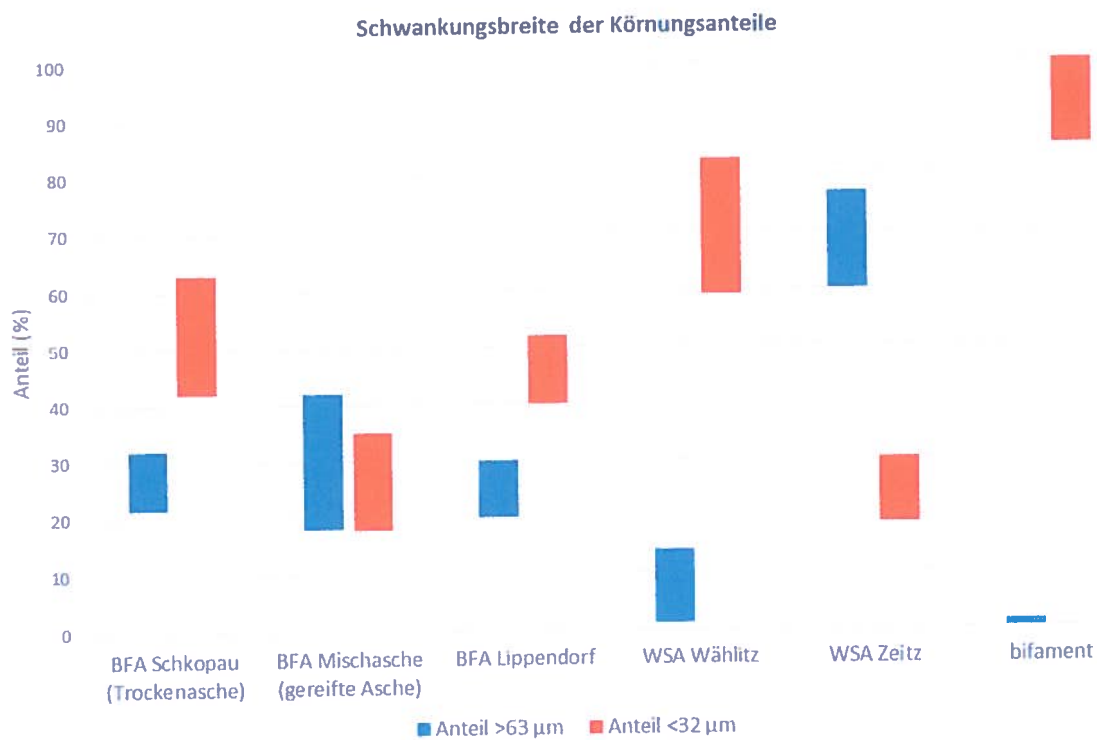
**Abbildung IMKM 4: Röntgentomografieaufnahme des BFA-Halbhydrat-Schaumes**



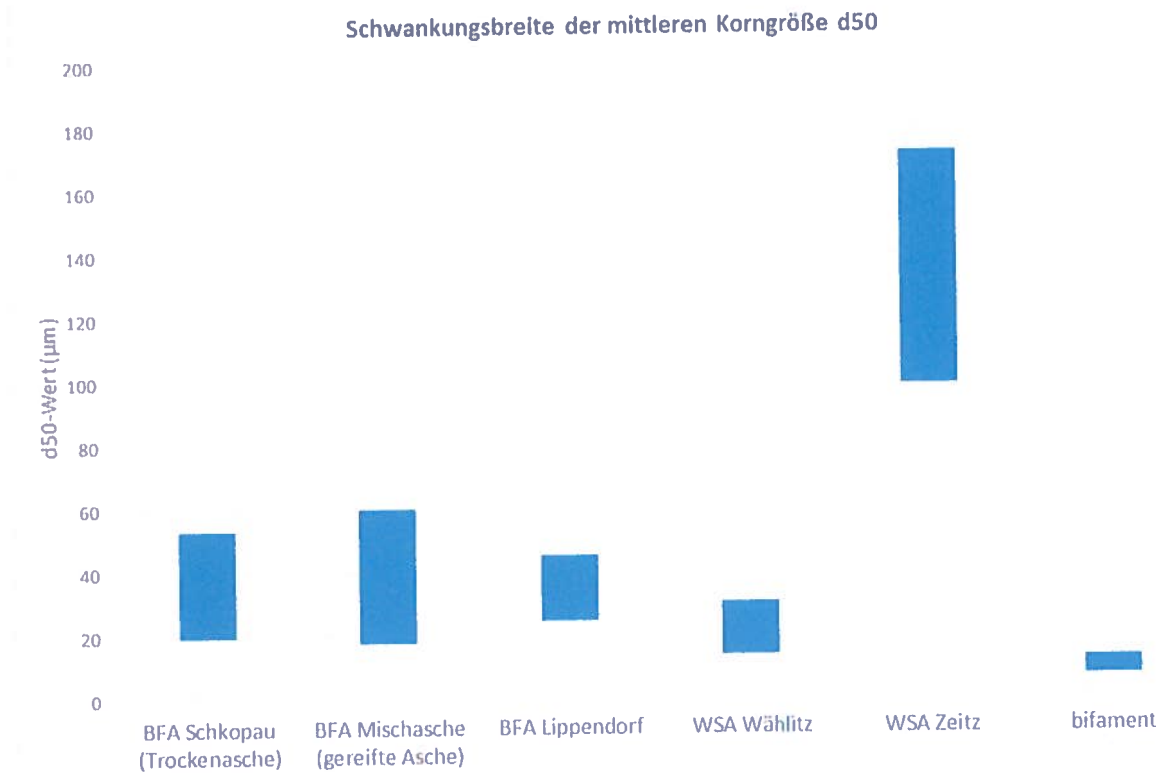
**Abbildung IMKM 5: 2D-Schnitt einer typischen Röntgentomographieaufnahme des BFA-Halbhydrat-Schaumes**



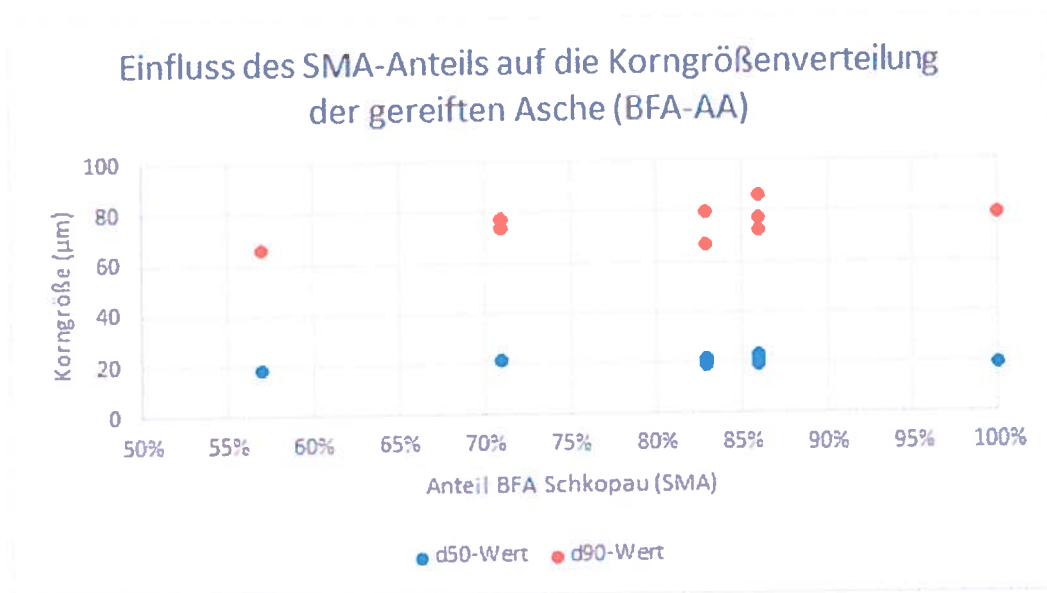
**Abbildung BiFA 1: Spannweite der chemischen Parameterschwankungen (Haupt- und Nebenelemente) der untersuchten Rohstoffe**



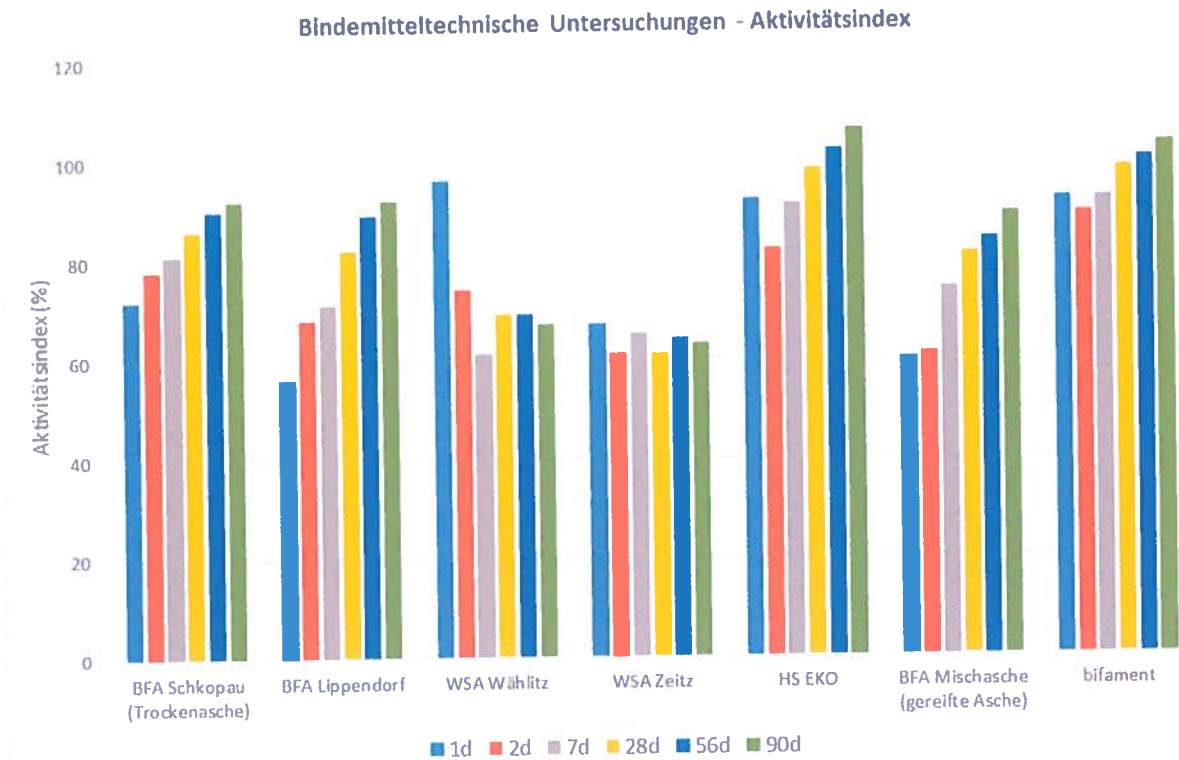
**Abbildung BiFA 2: Spannweite von Körnungsanteilen in den untersuchten Rohstoffen**



**Abbildung BiFA 3: Spannbreite der mittleren Korngröße der untersuchten Rohstoffe**



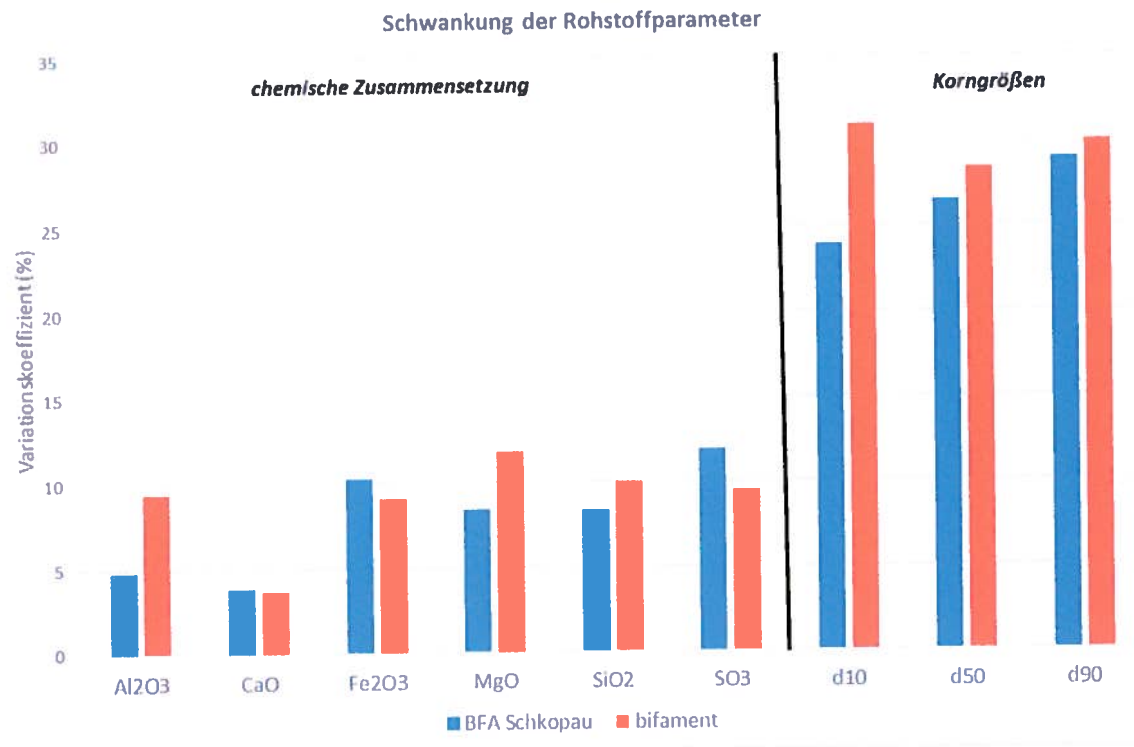
**Abbildung BiFA 4: Einfluss des BFA-WSA-Mischungsverhältnisses auf die Granulometrie der einstufig behandelten (gereiften) Mischasche (BFA-AA)**



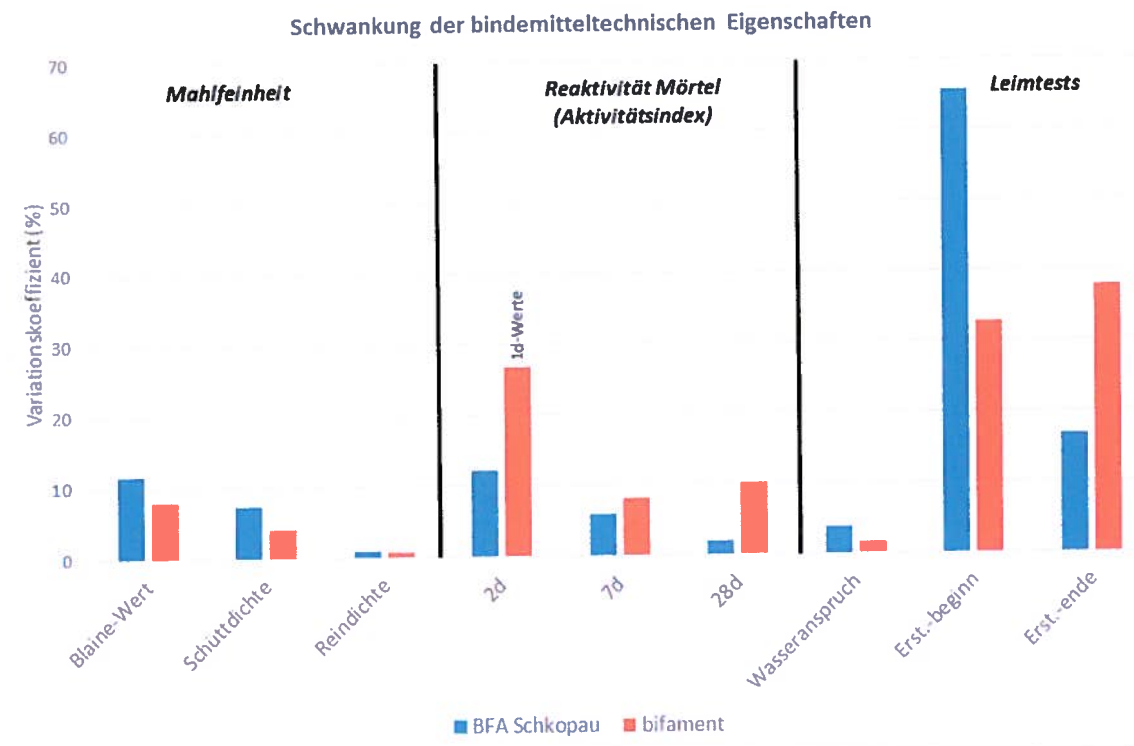
**Abbildung BiFA 5: Reaktivitätsuntersuchungen an den Rohstoffen – Aktivitätsindex nach EN450 an Normmörteln**

	Trockenfeuerungsaschen		Wirbelschichtaschen		Hüttensand	Aufbereitete Mischaschen	
	BFA Schkopau	BFA Lippendorf	WSA Wähilitz	WSA Zeitz	HS EKO	BFA-AA	bifament
<b>Technische Eigenschaften</b>							
Reaktivität	✓	✓	(✓)	X	✓	✓	✓
Feinheit	✓	✓	✓	X	✓	X	✓
<b>Stoffliche Eigenschaften</b>							
Zusammensetzung	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Homogenität	✓	X	(✓)	X		✓	✓
<b>Aktuelle Marktbedingungen</b>							
Verfügbarkeit	✓	X	✓	✓	X	✓	✓
Voraufbereitung	✓	✓	✓	✓	X	X	✓
Transportaufwand	✓	✓	✓	✓	X	✓	✓
Materialkosten	✓	✓	✓	✓	X	✓	✓

**Abbildung BiFA 6: Entscheidungskriterien für Auswahl der Rohstoffe für weiterführende Untersuchungen**

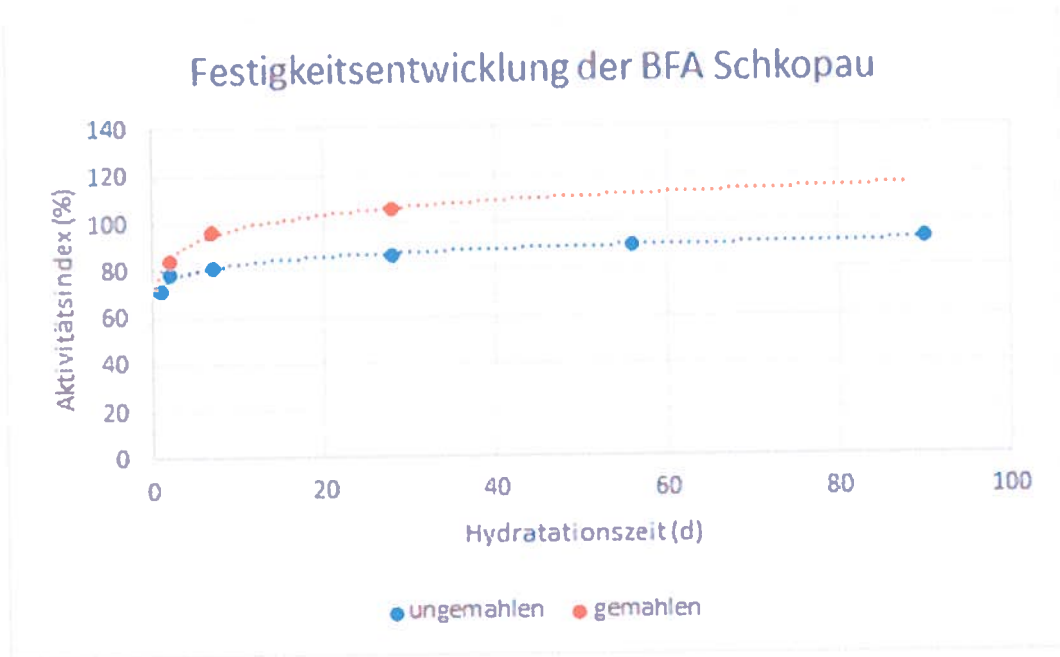


**Abbildung BiFA 7: Variabilität stofflicher und granulometrischer Kennwerte von bifament und BFA Schkopau im gemahlene Zustand**

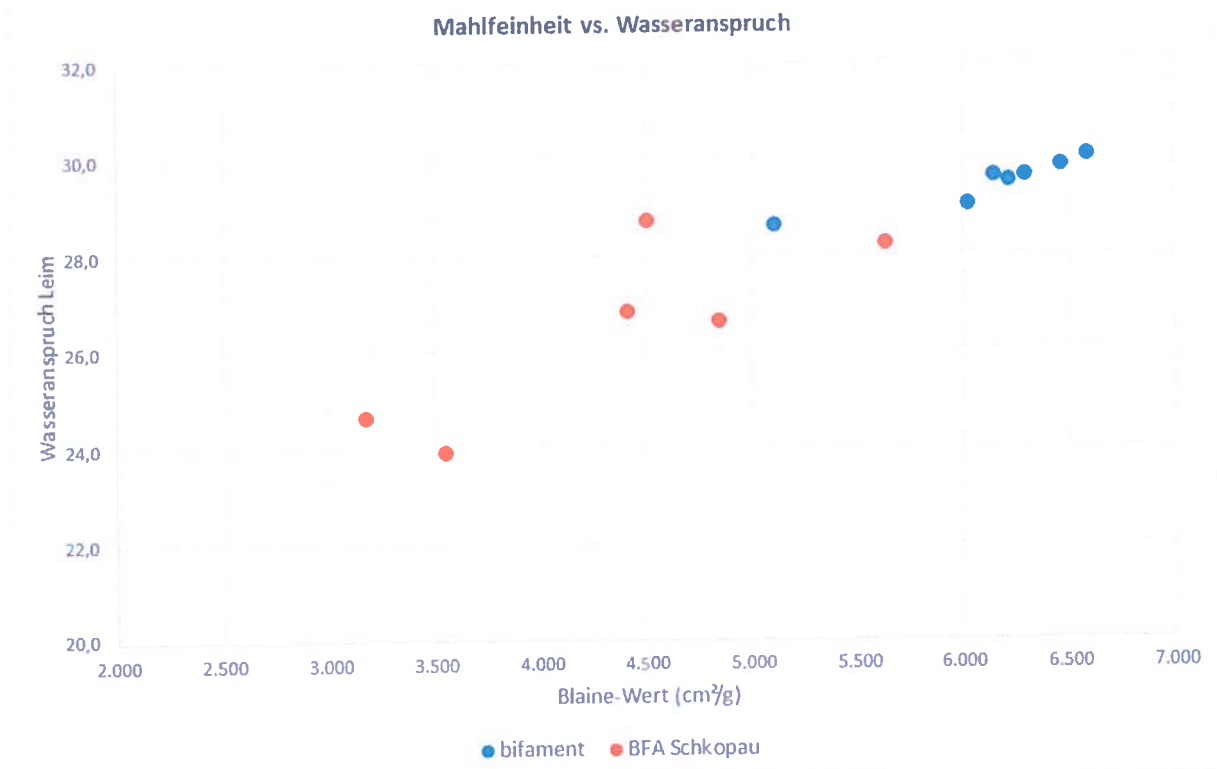


**Abbildung BiFA 8: Variabilität baustofftechnischer Kennwerte von bifament und BFA Schkopau im gemahlene Zustand**

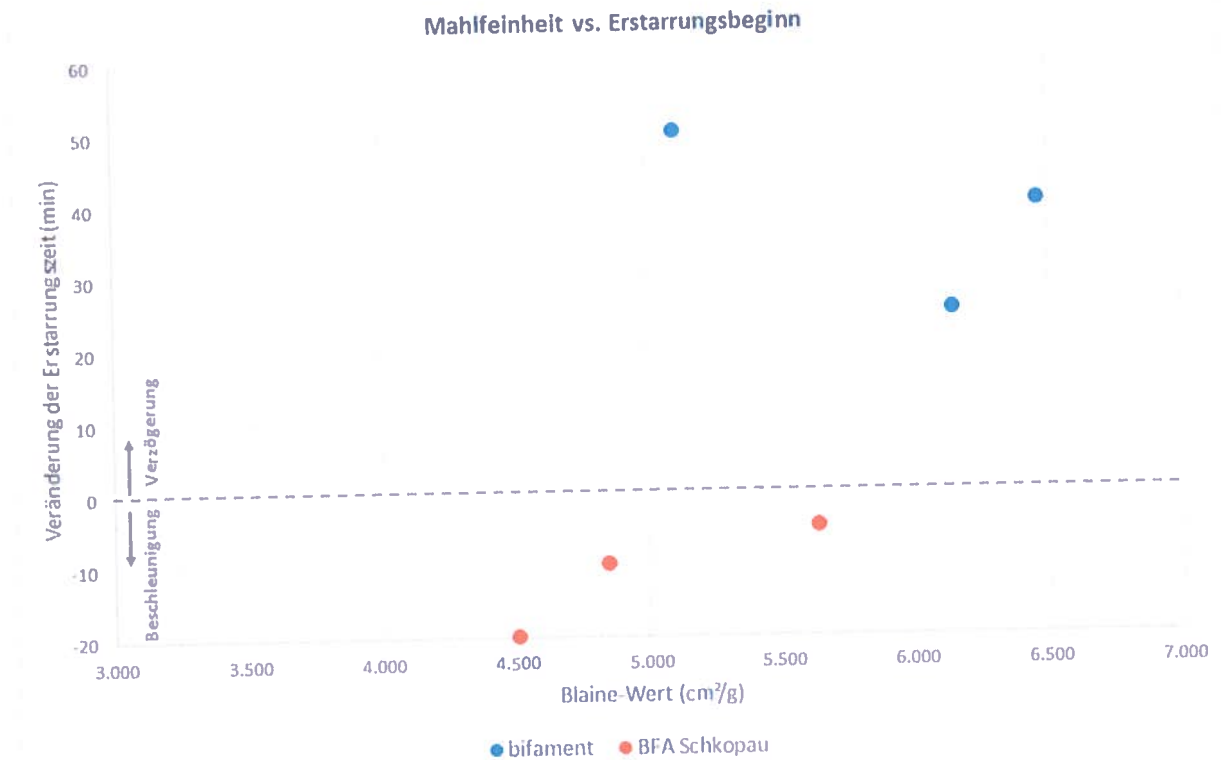




**Abbildung BiFA 9: Festigkeit von Normmörteln mit BFA Schkopau in Abhängigkeit vom Aufbereitungszustand der BFA**



**Abbildung BiFA 10: Zusammenhang zwischen Mahlfeinheit und Wasseranspruch für bifament und gemahlene BFA Schkopau**



**Abbildung BiFA 11: Zusammenhang zwischen Mahlfeinheit und dem Erstarrungsbeginn im BFA-Zement-Leim für bifament und gemahlene BFA Schkopau**