



Schlussbericht

Förderkennzeichen 02C1214

Verbundprojekt: Weiterentwicklung von Magnesiabindern von der Strömungsbarriere hin zu einem Verschlusselement im Salinar - Hauptprojekt

Projektträger:	Forschungszentrum Karlsruhe GmbH Bereich Wassertechnologie und Entsorgung (PTKA-WTE)
Auftragnehmer:	Kali-Umwelttechnik GmbH (K-UTE C) Am Petersenschacht 7 99706 Sondershausen
Laufzeit des Vorhabens:	01.01.2005 - 31.07.2007
Projektleiter:	Dipl.-Ing. W. Krauke
Autoren:	Dipl.-Ing. W. Krauke Dipl.-Chem. A. Lindenau Dipl.-Chem. D. Lack

Sondershausen, den 07.03.2008

Dr. H. Thoma
Geschäftsführer

Dipl.-Ing. W. Krauke
Projektleiter

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung und Vorgehensweise	6
2	Ableitung der geomechanischen Entwicklungszielstellung für ein Dichtelement im Salinar	7
3	Voruntersuchungen zum Magnesiabindersystem	8
3.1	Ermittlung von Auswahlkriterien für Magnesiabinder.....	8
3.2	Untersuchungen des Leimsystems MgO-MgCl ₂ -H ₂ O.....	10
3.2.1	Vorbemerkungen.....	10
3.2.2	Zielstellung.....	10
3.2.3	Laborversuche.....	11
3.2.3.1	Ausgangskomponenten.....	11
3.2.3.2	Versuchsdurchführung.....	11
3.2.3.3	Untersuchte Mischungen.....	12
3.2.3.4	Messergebnisse für das Leimsystem.....	12
3.2.3.5	Diskussion der Ergebnisse.....	17
4	Rezepturenentwicklung	17
4.1	Vorgehensweise zur Entwicklung einer Grundrezeptur.....	17
4.2	Weiterentwicklung der Grundrezeptur DBM 1 (Standardrezeptur).....	20
4.2.1	DBM 2 (modifizierte Standardrezeptur).....	20
4.2.2	DBM 3 (Rezeptur Steinsalz dominiert).....	21
4.2.3	DBM 4 (Rezeptur Quarzmehl dominiert).....	22
4.3	Labortechnische Kennwerte der lastabtragenden Verschlusssysteme.....	23
4.3.1	Vorbemerkungen.....	23
4.3.2	Charakterisierung der Magnesiabindersuspensionen im Anmischzustand und beim Abbinden.....	24
4.3.3	Rheologisches Verhalten.....	24
4.3.4	Festigkeitskennwerte bei Lagerung bei Raumtemperatur.....	26
4.3.5	Einfluss der Lagerungstemperatur auf die einaxiale Druckfestigkeit.....	28
4.3.6	Druck-Verdichtungsverhalten bei einaxialer Druckeinwirkung.....	29
4.3.7	Durchströmungsverhalten mit Lösungen.....	30
5	Erprobung optimierter Systeme in einer kleintechnischen Versuchseinrichtung	31
5.1	Versuchsaufbau.....	31
5.2	Instrumentierung.....	33

5.3	Materialeinbau	35
5.4	Versuchsergebnisse	36
5.4.1	Temperaturverlauf	36
5.4.2	Spannungszustand im Baukörper	37
5.4.3	Relative Feuchte und Saugspannung im DBM 2	39
5.5	Ergebnisse der Lösungsdruckbeaufschlagung	41
6	Betrachtungen zur Volumendehnung	43
6.1	Thermische Dehnung infolge der Abbindereaktion und zeitlich versetzte Quellung.....	43
6.2	ESEM- und Mikrosondenuntersuchungen zur Aufklärung der Volumendehnung.....	45
7	Nachweis der geomechanischen Eigenschaften und der Permeabilität präferierter Magnesiabindersysteme	46
8	Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse	48
	Quellenverzeichnis.....	53
	Anhangverzeichnis.....	54

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Temperaturverlauf während der Abbindereaktion des Leims	13
Abbildung 2:	Pulverdiffraktogramm der erhärteten Leimprobe L2 nach einer Abbindzeit von 60 d	14
Abbildung 3:	Pulverdiffraktogramm der erhärteten Leimprobe L3 nach einer Abbindzeit von 7 d	15
Abbildung 4:	Einaxiale Druckfestigkeit in Abhängigkeit von der Standzeit unter Laborbedingungen	16
Abbildung 5:	Rheogramm der Rezeptur DBM 3.....	25
Abbildung 6:	Eingeschätzte Druckverlustkurve für die Rezepturen DBM 2 und 3.....	26
Abbildung 7:	Biegezugfestigkeit (links) und einaxiale Druckfestigkeit (rechts) nach DIN EN 196-1 der bei Raumtemperatur gelagerten Proben DBM 1 bis 4.....	27
Abbildung 8:	Einaxiale Druckfestigkeit nach DIN 1048-5 der Proben DBM 2 und 3 nach 7, 28 und 90 Tagen Abbindezeit bei Raumtemperatur	27
Abbildung 9:	Einfluss der Lagerungstemperatur auf die einaxiale Druckfestigkeit von DBM 2 (links) bzw. DBM 3 (rechts)	28

Abbildung 10: Kleintechnische Versuchseinrichtung mit Einstiegsöffnung.....	32
Abbildung 11: Versuchseinrichtung mit Heizbandummantelung (links) und Wärmedämmverkleidung (rechts)	33
Abbildung 12: Spannungsaufnehmer und Temperaturmessgeber PT 100 der Fa. Glötzl.....	34
Abbildung 13: Stabsensor HMT 331 und Feuchtesensor BU Weimar (linkes Bild) sowie Lage der 4 Stahldehnungsaufnehmer (rechtes Bild).....	34
Abbildung 14: Selbstnivellierende Ausbreitung von DBM 2 im kleintechnischen Versuch.....	36
Abbildung 15: Anströmfläche der S30-Lösung nach Entfernung der Filtertresse (links) und Gesamtansicht von DBM 2 nach Entfernung der Stahlhülle bei Versuchsende	42
Abbildung 16: Gaspermeabilitätsmessungen an den Sorelbetonblöcken DBM 2 und 3	47

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Zusammenstellung der untersuchten Mischungen im System $MgO-MgCl_2-H_2O$	12
Tabelle 2: Verarbeitungszeiten des Leims im System $MgO-MgCl_2-H_2O$	12
Tabelle 3 Phasenbestand des Leims bei verschiedenen Reaktionszeiten.....	14
Tabelle 4: Quellverhalten der Leimproben	16
Tabelle 5: Zusammensetzung der Grundrezeptur DBM 1	19
Tabelle 6: Zusammensetzung des Dammbaumaterials DBM 2	21
Tabelle 7: Zusammensetzung von Rezeptur DBM 3	21
Tabelle 8: Zusammensetzung des Dammbaumaterials DBM 4	22
Tabelle 9: Volumenverformung, Fluidablauf und Rohdichte der Rezepturen DBM 1 - 4 bei einaxialer Druckeinwirkung.....	29
Tabelle 10: Permeabilitäten der Magnesiabindersysteme entsprechend der Laborversuche	30
Tabelle 11: Suspensionsdichte und Fließrinnenmaß der Magnesiabindersuspensionen DBM 2 und 3 aus dem kleintechnischen Versuch.....	36
Tabelle 12: Wassergehalt des oberflächennahen Bereichs der Lösungsanströmfläche von DBM 2.....	42
Tabelle 13: 3-dimensionale Volumendehnung von DBM 1 - 4 unter Laborbedingungen.....	44
Tabelle 14: Zusammenfassung der geomechanischen Kennwerte der Sorelbetonproben DBM 2 und 3 aus den kleintechnischen Versuchen.....	46



Tabelle 15:	Zusammenfassung der Gas- und Lösungspermeabilitäten für DBM 2 und 3.....	47
Tabelle 16:	Qualitative Zusammensetzung der Rezepturen DBM 2 und 3	49
Tabelle 17:	Geomechanische Kennwerte der kleintechnischen Versuche.....	51
Tabelle 18:	Fluidmechanische Eigenschaften.....	51

1 Aufgabenstellung und Vorgehensweise

Magnesiabindersysteme sind weit über ein Jahrhundert bekannt und erst in den letzten Jahren, nicht zuletzt durch die Bemühungen von K-UTEK, verstärkt in die Forschungslandschaft aufgenommen worden. Dieses Bindersystem ist prädestiniert für salinare Anwendungen, insbesondere aufgrund der Haftfähigkeit am Salinar, der in weiten Bereichen einstellbaren mechanischen und fluidmechanischen Eigenschaften und ihrer Korrosionsbeständigkeit gegenüber magnesium- und calciumchloridhaltigen Lösungen. Nachteilig ist ihre langsame Korrosion durch wässrige Lösungen (wie z. B. NaCl-Lösungen) sowie die etwas höheren Ansprüche an die Technologie (im Vergleich zur Betontechnologie) durch ihre Neigung zur Thixotropie.

Der Korrosionsbeständigkeit gegenüber wässrigen Lösungen sind den Magnesiumoxichlorid-gebundenen Systemen Grenzen gesetzt, die nur durch andere Bindungstypen, wie Magnesiumoxisulfat- bzw. durch nahezu unlösliche Magnesiumphosphat-Bindungen im salinaren Umfeld überwunden werden können. Diese Bindersysteme befinden sich noch im Entwicklungsstadium und stehen erst in einigen Jahren anwendungsreif zur Verfügung.

Aufbauend auf die Entwicklung eines Verfüllsystems für die Kammern im Kalilager des ERAM und der Adaption dieses Mörtelsystems als Strömungsbarriere mit der Kennung 29.6 A2 auf dem Forschungsbergwerk Asse sowie der gewonnenen Erkenntnisse beim Bau und Test der Strömungsbarriere sahen wir die realistische Chance der vergleichsweise kurzfristigen Weiterentwicklung des bestehenden Strömungsbarrieresystems hin zu einem Dichtelement mit höherer Steifigkeit und verringerter Permeabilität.

Die Bearbeitung der anspruchsvollen Thematik erfolgte im Verbund mit der Bauhaus-Universität (BU) Weimar und der Institut für Gebirgsmechanik GmbH (IfG) Leipzig.

Die Arbeitsteilung erfolgt auf der Basis von Meilensteinen, für die jeder Partner eigenverantwortlich handelte. Durch K-UTEK wurden folgende Meilensteine bearbeitet:

- Weiterentwicklung des lastabtragenden Systems (Meilenstein 1)
- Untersuchungen zur Beeinflussung des Quellverhaltens und der Möglichkeit der Reduzierung der Abbinde temperatur (Meilenstein 2)
- Erprobung optimierter Systeme in einer kleintechnischen Versuchseinrichtung (Meilenstein 6)

Die BU Weimar befasste sich mit folgenden Forschungskomplexen:

- Modellhafte Untersuchungen zum Quellverhalten (Meilenstein 3)
- Strukturuntersuchungen an MgO-Bindern und zur Aufklärung der Volumendehnung (Meilenstein 4)

Am IfG Leipzig wurden Untersuchungen zu den mechanischen Anforderungen und den Eigenschaften eines Dichtelements auf der Basis eines Magnesiabindersystems mit den Schwerpunkten

- Ableitung geomechanischer Entwicklungszielstellungen
- Beleguntersuchungen an entwickelten Dichtsystemen
- Bereitstellung der Datenbasis für weitergehende Modellierungen

(Meilenstein 5) durchgeführt.

Mit den Vorgaben erhöhte Steifigkeit und verringerte Permeabilität wurde die Rezepturentwicklung begonnen. Parallel dazu liefen beim IfG die mechanischen Modellrechnungen zur Determinierung der Entwicklungszielstellungen, auf deren Grundlage die Weiterentwicklung der Rezepturen erfolgte. Die Untersuchungsergebnisse der BU Weimar und des IfG Leipzig wurden vom jeweiligen Kooperationspartner in Form eines eigenständigen Schlussberichts zusammengefasst [1, 2].

2 Ableitung der geomechanischen Entwicklungszielstellung für ein Dichtelement im Salinar

Dichtelemente sind so zu konzipieren, dass sie den Fluidtransport (horizontal oder vertikal) unterbinden bzw. in tolerierbarem Maße begrenzen. Der Gesamtfluidtransport des Bauwerks wird bestimmt durch die Permeabilität des Dichtelements, durch die Anbindung des Baustoffsystems an das Salinar (Durchlässigkeit des Kontaktbereichs) und durch die Permeabilität des im Konturbereich aufgelockerten Salinars (Auflockerungszone).

Als Grundsatz für die Auslegung von Dichtelementen gilt, dass die beim Einbau erreichte Permeabilität des Gesamtsystems auch unter den in situ zu erwartenden geomechanischen Belastungen (Konvergenz, Fluiddruckbelastung) erhalten bleibt.

Um die Entwicklungszielrichtung abstecken zu können, wurden mechanische Berechnungen (Simulation der Belastung als mechanische Normalspannung), Durchströmungsberechnungen (Simulation der Belastung als Porendruck) und gekoppelte fluidmechanische Berechnungen (Simulation der Belastung als mechanische Belastung und als Porendruck) unter Berücksichtigung verschiedener Standorte (Sondershausen und Teutschenthal) und konstruktiver Maßnahmen durchgeführt.

Im Ergebnis der Berechnungen wird eingeschätzt, dass die gekoppelten fluidmechanischen Berechnungen die in-situ-Verhältnisse am wirklichkeitsnächsten widerspiegeln, so dass für die Ableitung der Entwicklungszielstellung der mechanischen Eigenschaften für ein Dichtelement im Salinar im Wesentlichen die Ergebnisse der gekoppelten Berechnungen herangezogen werden.

Unter Berücksichtigung unterschiedlicher Standortbedingungen, den Möglichkeiten und Grenzen einer Baustoffentwicklung sowie den Eigenschaften MgO-gebundener Systeme an sich wurde als Zielstellung für die Entwicklungsarbeiten für ein Verschlusselement ein möglichst steifes Material mit nur geringer Neigung zum Volumenkriechen mit einem Ersatzkompaktionsmodul im Bereich von 1 bis 2 GPa, vorzugsweise 2 GPa, formuliert.

Besondere Anforderungen an die Festigkeit des MgO-Bindersystems, die über die bekannten Kennwerte hinausgehen, sind nicht zu stellen.

Das deviatorische Kriechverhalten des MgO-Bindersystems ist im Vergleich zum Salinar (Steinsalz, Carnallit) als hoch einzustufen, so dass auch hier kein weiterer Entwicklungsbedarf besteht.

Die grundlegenden Berechnungsannahmen (Berechnungsmodelle sowie das Materialverhalten des Salinars und des Magnesiabindersystems) und die durchgeführten Modellrechnungen, die die Formulierung der Entwicklungszielstellung ermöglichen und belegen, sind im Schlussbericht des IfG Leipzig [2] ausführlich dargestellt.

3 Voruntersuchungen zum Magnesiabindersystem

3.1 Ermittlung von Auswahlkriterien für Magnesiabinder

Den Ausgangspunkt für eine zielgerichtete Entwicklung eines Magnesiabindersystems bildet stets die richtige Auswahl der MgO-Sorte. Auf dem Markt sind Produkte aus natürlich vorkommenden Magnesitlagerstätten oder auch Produkte aus der Pyrohydrolyse oder aus der Fällung von $MgCl_2$ -Lösungen erhältlich. Die Produkte sind üblicherweise klassifiziert nach der chemischen Zusammensetzung (in der Regel MgO-, Fe_2O_3 -, Al_2O_3 -, $CaCO_3$ - und SiO_2 -Gehalt sowie dem Glühverlust) und nach der Absiebung (120 oder 200 mesh u. a.). Für besondere Anwendungen steht auch die Frage nach der Reaktivität, d. h. im Wesentlichen die Löslichkeit des MgO in Säuren (z. B. HCl oder Zitronensäure) unter definierten Bedingungen im Vordergrund.

Für die Entwicklung hochwertiger Baustoffsysteme reichen die Händlerangaben nicht aus und der Anwender ist auf Eignungsuntersuchungen angewiesen. Da die einzelnen MgO-Typen in unterschiedlichen Preiskategorien angeboten werden, wobei die hochreinen Produkte aus der Pyrohydrolyse bzw. auch aus einem Fällprozess im oberen Preissegment gehandelt werden, stellen die MgO-Qualitäten aus natürlichem Magnesit überwiegend chinesischer Provenienz eine

qualitativ hochwertige und preislich noch vertretbare Alternative dar. Da bei vergleichbarem Chemismus und Aufmahlgang deutliche Unterschiede im Reaktionsverhalten (Reaktionszeit, Wärmefreisetzung), in den rheologischen Eigenschaften, der Dehnungs- und Schwindungsneigung und letztlich auch in den mechanischen Eigenschaften festgestellt wurden, bestand die Notwendigkeit durch tiefer gehende Untersuchungen die Ursachen abzuklären und die Möglichkeit einer gezielten Baustoffauswahl zu eröffnen.

Dazu wurden an der BU Weimar Untersuchungen zum Phasenbestand und zur Kristallgröße mittels quantitativer Röntgenphasenanalyse nach dem Rietveld-Verfahren sowie ESEM-Untersuchungen an den Pulverpräparaten durchgeführt. Die Untersuchungsergebnisse sind im Abschlussbericht der BU Weimar dokumentiert [1].

Im Ergebnis der Untersuchungen an 8 kaustischen Magnesiaprobe unterschiedlicher Genese mit MgO-Gehalten zwischen 87,3 und 98,3 Ma-% und Aktivitäten (Zitronensäureverfahren) von 18 bis 306 s sind folgende Feststellungen zu treffen:

- Die Hauptphase der Produkte, der Periklas, weist eine sehr geringe Kristallinität (nach Rietveld-Verfahren) von durchschnittlich 66 nm auf (Schwankungsbreite 16 - 98 nm).
- Die geringe Kristallinität führt zu einer hohen spezifischen Oberfläche mit fehlgeordneten Bereichen, die teilweise röntgenamorphes Verhalten (starke Peakverbreiterungen) aufweisen.
- Die Teilchengröße (Kristallitgröße) aus den ESEM-Untersuchungen liegen für Kauster aus Magnesit im Bereich von 10 bis 500 nm (mit Ausnahmen bis 800 nm), für pyrohydrolytisch hergestellten Kauster (kugelförmige Kornformen) im Bereich zwischen 50 und 500 nm. Die Einzelteilchen neigen zur Aggregation mit Aggregatgrößen von 40 bis 150 µm.

Mit den vorliegenden Ergebnissen können die unterschiedlichen Eigenschaften der untersuchten 8 kaustischen Magnesiaprobe nicht erklärt werden. Bei einem Kennwertvergleich der für die Dammbaustoffentwicklung selektierten Kauster ergeben sich jedoch folgende Anhaltspunkte:

- Die Kristallitkorngröße nach Rietveld sollte im Bereich von 80 - 100 nm liegen.
- Die Teilchen sollten sphärisch ausgebildet sein.
- Die Aggregatgröße wurde vorteilhaft im Bereich 50 - 70 µm festgestellt.

Mit diesen Anhaltspunkten ist zumindest eine Vorauswahl möglich, weitergehende anwendungstechnische Untersuchungen sind jedoch unverzichtbar.

3.2 Untersuchungen des Leimsystems MgO-MgCl₂-H₂O

3.2.1 Vorbemerkungen

Für bergbauliche Anwendungen im Salinar sind Umgebungstemperaturen von 20 bis 30 °C als charakteristisch einzustufen. In diesem Temperaturbereich ist die Existenz von zwei kristallinen basischen Magnesiumchloridhydraten, der s. g. 3:1:8-Phase ($3 \text{ Mg(OH)}_2 * \text{ MgCl}_2 * 8 \text{ H}_2\text{O}$) und der 5:1:8-Phase ($5 \text{ Mg(OH)}_2 * \text{ MgCl}_2 * 8 \text{ H}_2\text{O}$) bekannt [3, 4, 5]. Über die Bildungsbedingungen und die Stabilität der beiden Phasen liegen bisher nur lückenhafte Erkenntnisse vor. Ohne nähere Angaben zu den Randbedingungen wird die 3:1:8-Phase als die thermodynamisch stabile und die 5:1:8-Phase als thermodynamisch nicht stabile Verbindung eingestuft. Unter diesem Gesichtspunkt zielten die bisherigen Baustoffentwicklungen vor allem auf die Einstellung der 3:1:8-Phase ab.

Bekannte Eigenschaften von Baustoffen auf der Basis von Magnesiabindern sind die Abhängigkeit der Verarbeitungszeit von der Reaktivität der eingesetzten MgO-Qualität und der Umgebungstemperatur sowie die starke Wärmeentwicklung beim Abbindeprozess. Aus den Ergebnissen von Laboruntersuchungen und der Bauüberwachung bei der Errichtung von Damm- und Barrierebauwerken in salinaren Grubenbauen können für derartige Baustoffe unter ungünstigen Bedingungen maximale Reaktionstemperaturen von 80 bis 130 °C angegeben werden. Die Wärmefreisetzung und -ableitung ist vor allen für großvolumige Bauwerke von hoher Bedeutung. Die im Bauwerk auftretenden Temperaturgradienten und die daraus resultierende unterschiedliche thermische Ausdehnung des Baustoffs können zum Aufbau von Spannungen und im Extremfall zur Bildung von Spannungsrissen und somit zur Beeinträchtigung der Funktionalität von Dämmen und Fluidbarrieren führen.

Zusätzlich zu der temporären, temperaturbedingten Volumenausdehnung ist ein erneutes Quellen der erhärteten und weitgehend abgekühlten Magnesiabaustoffe bekannt. Dieses Phänomen konnte jedoch nicht bei allen Anwendungen festgestellt werden. Zur Ursache für dieses Nachquellen liegen bisher noch keine detaillierten Erkenntnisse vor.

3.2.2 Zielstellung

Die Eigenschaften des Leims (Suspension aus Anmischflüssigkeit und Bindemittel) beeinflussen wesentliche Kennwerte eines Baustoffs wie z. B. die Verarbeitungszeit, die Bruchfestigkeit oder das Quell- und Schwindverhalten. Darüber hinaus bestimmen die infolge der Reaktion zwischen der Anmischflüssigkeit und dem Bindemittel gebildeten kristallinen Feststoffphasen die Langzeitstabilität des Baustoffs unter thermodynamischen Gesichtspunkten.

Anhand von Laborversuchen am Leimsystem $\text{MgO-MgCl}_2\text{-H}_2\text{O}$ sollten Basisdaten für die nachfolgende Sorelbetonentwicklung bzw. -weiterentwicklung mit folgenden Schwerpunkten gewonnen werden:

- Einfluss des Mischungsverhältnisses $\text{MgO-MgCl}_2\text{-H}_2\text{O}$ auf
 - die Verarbeitungszeit des Leims
 - die Temperaturentwicklung
 - die Phasenneubildung
 - die einaxiale Druckfestigkeit nach 2, 7, 28 und 60 d
 - die Volumenbeständigkeit (Quellen, Schrumpfen) der abgebundenen Prüfkörper
- Reaktionsverlauf und Materialkennwerte bei einer Umgebungstemperatur von 20 und 30 °C

3.2.3 Laborversuche

3.2.3.1 Ausgangskomponenten

Unter Heranziehung der Ergebnisse der baustoffkundlichen Voruntersuchungen und der vorliegenden Erfahrungen zur Lieferstabilität von MgO-Typen mit Reaktivitätswerten ≥ 240 s (siehe Abschnitt 4.3.1) wurde für die Laborversuche als Bindemittel ein MgO der Normag GmbH verwendet.

Als Ausgangskomponente für MgCl_2 kam ein technischer Bischofit zum Einsatz, der zuvor in der notwendigen Menge an destilliertem Wasser gelöst wurde.

Es wurden zwei Grundsysteme untersucht, die im Mischungsverhältnis der Ausgangskomponenten der 3:1:8-Phase und der 5:1:8-Phase entsprechen. Die Ansätze erfolgten einheitlich mit einem Volumen von 2,5 l.

3.2.3.2 Versuchsdurchführung

Das MgO und die erzeugte Lösungsphase wurden vor Versuchsbeginn auf die gewünschte Starttemperatur eingestellt. Die mit einem Deckel (mit Öffnung für den Rührer) verschließbare Versuchsanlage selbst befand sich in einem Thermostaten.

Das Einmischen des MgO in die vorgelegte Lösung erfolgte unter Rühren mit einem Propellerührer bei einer Drehzahl von 500 U/min. Die erzeugten Suspensionen (Leim) wurden bis zum Erreichen der Sedimentationsstabilität bei einer Rührerdrehzahl von 1000 U/min gerührt und anschließend der Reaktionsverlauf messtechnisch weiter verfolgt. Nach Beendigung des Mischens wurden zylindrische Prüfkörper für die Bestimmung der einaxialen Druckfestigkeit abgegossen.

Die Sedimentationsstabilität der Suspensionen wurde mit Beginn der Ausbildung eines gelartigen Saumes an der Wand des Rührgefäßes erreicht. Der Zeitpunkt des Abbruchs des Mischvorgangs wurde als maximale Verarbeitungszeit definiert.

3.2.3.3 Untersuchte Mischungen

Bei einer Umgebungstemperatur von 20 und 30 °C wurden im Labormaßstab folgende Mischungen im System MgO-MgCl₂-H₂O untersucht (Tabelle 1):

Bezeichnung	Molverhältnis MgO:MgCl ₂ :H ₂ O	Temperatur [°C]
Mischung L1	5:1:8	20
Mischung L2	5:1:8	30
Mischung L3	3:1:8	20
Mischung L4	3:1:8	30

Tabelle 1: Zusammenstellung der untersuchten Mischungen im System MgO-MgCl₂-H₂O

3.2.3.4 Messergebnisse für das Leimsystem

Verarbeitungszeit

Die für die untersuchten Leimmischungen ermittelten Verarbeitungszeiten sind in der nachfolgenden Tabelle 2 zusammengestellt:

Bezeichnung	Verarbeitungszeit [min]
Mischung L1	210
Mischung L2	125
Mischung L3	315
Mischung L4	220

Tabelle 2: Verarbeitungszeiten des Leims im System MgO-MgCl₂-H₂O

Die erzielten Messwerte zeigen sowohl eine starke Abhängigkeit der Verarbeitungszeit vom Molverhältnis MgO:MgCl₂:H₂O als auch von der Umgebungstemperatur. Die Einstellung des Leims auf die Zielverbindung 5:1:8 führte genauso wie eine höhere Umgebungstemperatur zu einer Verkürzung der Verarbeitungszeit des Leims. Der Ansatz auf 5:1:8 bei 20 °C ließ sich annähernd über den gleichen Zeitraum verarbeiten wie der 3:1:8-Ansatz bei 30 °C.

Die mit dem ausgewählten MgO-Typ erreichbaren Verarbeitungszeiten des Leims entsprechen für alle Ansätze den Anforderungen für eine großtechnische Anwendung bei kurzen bis mittleren Transportentfernungen im Bergbau. Der Einfluss von Zuschlägen muss anhand der konkreten Rezepturen bewertet werden.

Temperaturverlauf

Der Temperaturverlauf des stark exotherm verlaufenden Erhärtungsvorgangs wurde vom Beginn der Bindemittelzugabe bis zum Abkühlen auf Umgebungstemperatur gemessen. Dabei zeigten alle Mischungen einen ähnlichen Reaktionsverlauf mit einem Temperaturanstieg um 2 - 3 K bei der MgO-Zugabe zur vorgelegten MgCl₂-Lösung und einer nur geringen Temperaturerhöhung im Zeitraum von mindestens 3 h nach dem Anmischen. Dann setzte jeweils eine starke Wärmefreisetzung mit einem Temperaturanstieg um ca. 100 K innerhalb von etwa 60 min ein. Nach dem Erreichen des Temperaturmaximums im Bereich zwischen 115 und 130 °C erfolgte innerhalb von etwa 18 - 24 h eine allmähliche Abkühlung auf Umgebungstemperatur.

Zu Beginn des Temperaturanstiegs wiesen die Mischungsansätze eine cremige Konsistenz auf, die sich über einen gelartigen Zustand in einen Festkörper wandelte. Am Temperaturmaximum lag bereits ein durchgehend erhärteter Festkörper vor.

Den Temperaturverlauf bis zum Erreichen des Temperaturmaximums zeigt die nachfolgende Abbildung 1.

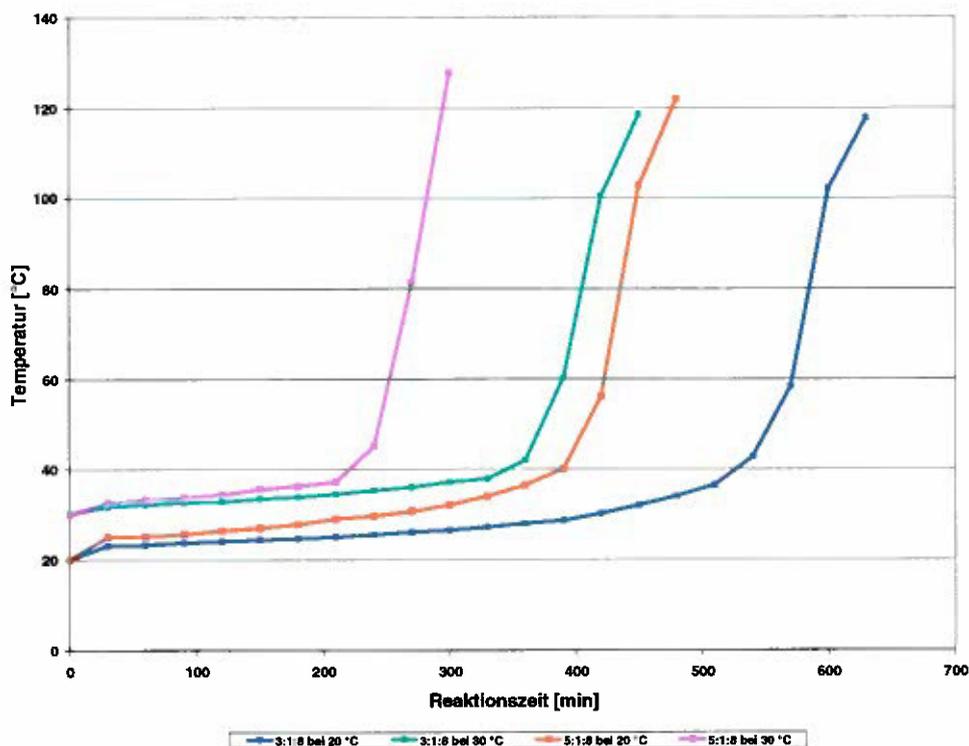


Abbildung 1: Temperaturverlauf während der Abbindereaktion des Leims

Der Temperaturverlauf wird in Analogie zur den Verarbeitungszeiten des Leims durch das Molverhältnis von MgO:MgCl₂:H₂O und die Umgebungstemperatur beeinflusst. Ein erhöhter MgO-Einsatz und eine höhere Umgebungstemperatur führen zu einem zeitigeren Anspringen des

exotherm verlaufenden Erhärtungsvorgangs. Die Unterschiede hinsichtlich der maximalen Reaktionstemperatur sind nicht signifikant.

XRD-Messungen

Zur Verfolgung von Phasenneubildungen im erhärteten Zustand wurden pulverdiffraktometrische Messungen durchgeführt. Zum Abbruch der chemischen Umsetzungsreaktionen (Auswaschen der $MgCl_2$ -haltigen Porenlösung) wurden die nach einer Reaktionszeit von 2, 7, 28 und 60 d herausgebrochenen und aufgemahlene Proben mehrmals mit Ethanol gewaschen und anschließend bei 30 °C getrocknet.

Die folgende Tabelle 3 gibt einen Überblick zu den identifizierten Phasen.

Bezeichnung	Phasenbestand nach einer Reaktionszeit von:			
	2 d	7 d	28 d	60 d
Mischung L1	5:1:8	5:1:8	5:1:8 + 3:1:8	5:1:8 + 3:1:8
Mischung L2	5:1:8	5:1:8	5:1:8 + 3:1:8	5:1:8 + 3:1:8
Mischung L3	5:1:8 + 3:1:8	3:1:8	3:1:8	3:1:8
Mischung L4	5:1:8 + 3:1:8	3:1:8	3:1:8	3:1:8

Tabelle 3 Phasenbestand des Leims bei verschiedenen Reaktionszeiten

Trotz unterschiedlicher Molverhältnisse $MgO:MgCl_2:H_2O$ waren beide im Temperaturbereich von 20 bis 30 °C bekannten Phasen zu verschiedenen Reaktionszeiten nachweisbar.

Die nachfolgende Abbildung 2 und Abbildung 3 zeigen 2 beispielhafte Pulverdiffraktogramme der erhärteten Leime der Ansätze L2 und L3.

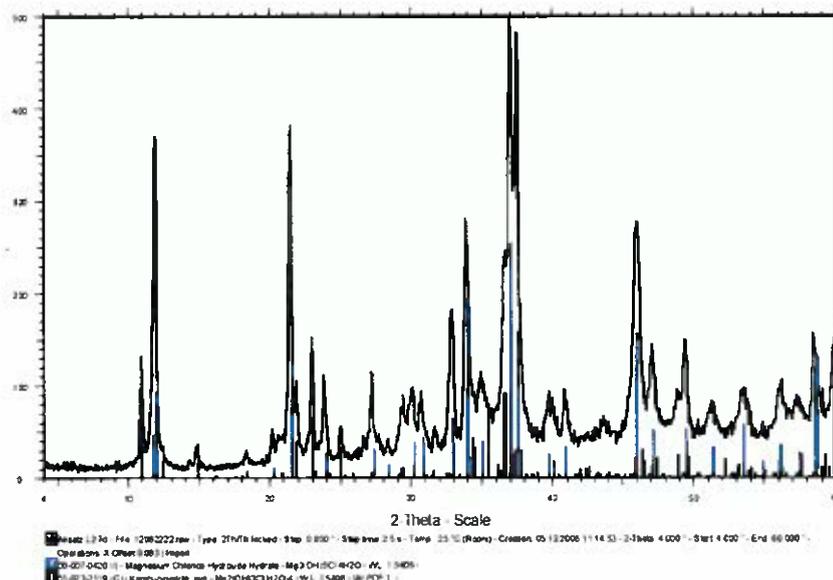


Abbildung 2: Pulverdiffraktogramm der erhärteten Leimprobe L2 nach einer Abbindezeit von 60 d

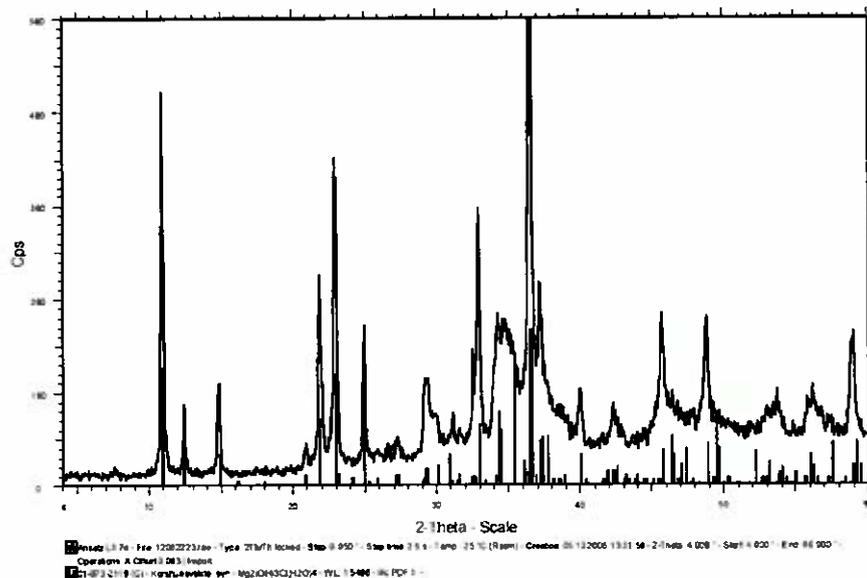


Abbildung 3: Pulverdiffraktogramm der erhärteten Leimprobe L3 nach einer Abbindezeit von 7 d

Es ist zu vermuten, dass sich unter den gewählten Versuchsbedingungen während des Abbindeprozesses zunächst die 5:1:8-Phase bildete, die sich jedoch bei einem 3:1:8-Ansatz (L3 und L4) nach erfolgter Abkühlung innerhalb weniger Tage vollständig in die 3:1:8-Phase umwandelte. Bei einem 5:1:8-Ansatz setzte diese Umwandlung erst nach deutlich mehr als 7 d ein. Die 3:1:8-Phase konnte erstmals nach 28 d in Spuren nachgewiesen werden. Nach 60 d hatte sich der Anteil der 3:1:8-Phase anteilig etwas erhöht, die 5:1:8-Phase war jedoch weiterhin die dominierende Phase.

Ob und in welchen Zeiträumen die Umwandlung der 5:1:8-Phase in die 3:1:8-Phase vollständig verläuft und ob sich, wie zu vermuten ist, Brucit als Begleitsubstanz der Phasenumwandlung bildet, konnte mit den durchgeführten Versuchen nicht nachgewiesen werden.

Einaxiale Druckfestigkeit

Die Bestimmung der einaxialen Druckfestigkeit erfolgte gemäß DIN 1048-5 an zylindrischen Prüfkörpern 2, 7, 28 und 60 d nach Herstellung der Prüfkörper. Die Proben wurden bei 20 °C bzw. 30 °C (je nach Ansatz) in geschlossenen Gefäßen bis zum Prüftermin aufbewahrt.

Im Prüfzeitraum zeigten die untersuchten Leimansätze Unterschiede in der Festigkeitsentwicklung, sowohl hinsichtlich des zeitlichen Verlaufs der Festigkeitszunahme als auch im erreichten Maximum. Ein Einfluss der Umgebungstemperatur konnte nicht festgestellt werden. Die Abbildung 4 zeigt die graphische Darstellung der gemessenen einaxialen Druckfestigkeiten der untersuchten Leime nach der Erhärtung.

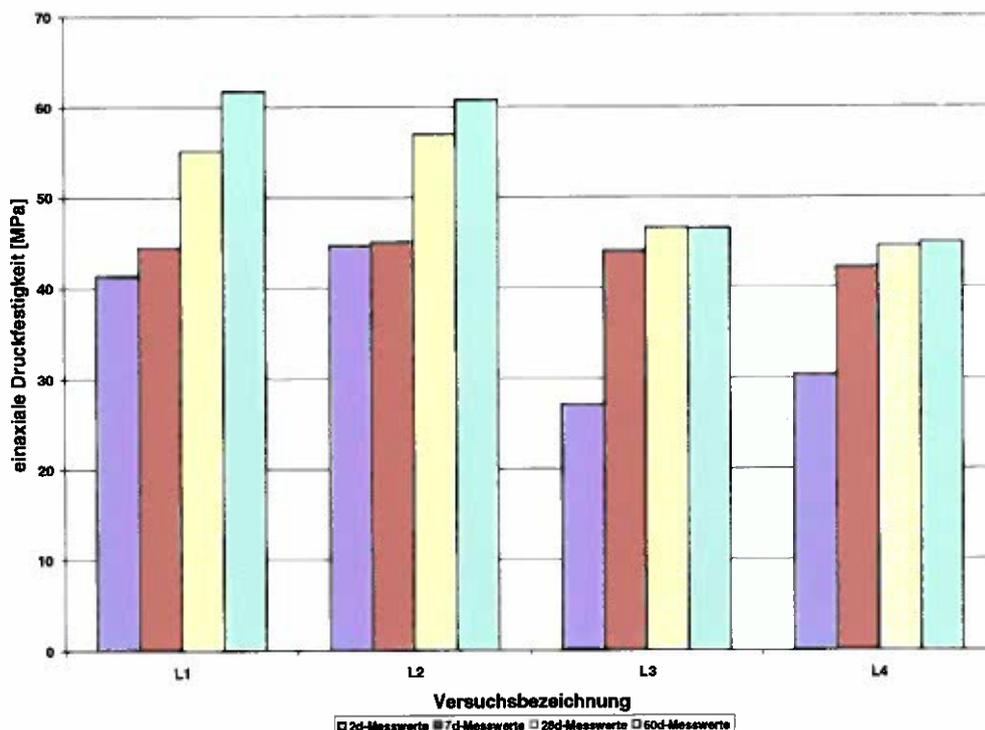


Abbildung 4: Einaxiale Druckfestigkeit in Abhängigkeit von der Standzeit unter Laborbedingungen

Die Ansätze L3 und L4 (3:1:8) erreichten bereits nach 7 d ca. 95 % das Festigkeitsmaximums. Nach 28 d war bei diesem System der Erhärtungsvorgang abgeschlossen. Die Ansätze L1 und L2 (5:1:8) zeigten dagegen im gesamten Prüfzeitraum eine Festigkeitszunahme.

Volumenstabilität

Die Untersuchungen zum Quell- und Schwindverhalten erfolgten an prismatischen Prüfkörpern nach DIN EN 196-1 durch Berechnung der Volumenänderung anhand der mittels Messschieber bestimmten Abmessungen. Die Maße der 2 d-Prüfkörper wurden als Nullwert angesetzt.

Die durchgeführten Versuche sind als Vortest zum Aufzeigen von Trends eingestuft. Die nachstehende Tabelle 4 zeigt eine Zusammenfassung der erzielten Ergebnisse:

Bezeichnung	Volumenänderung [%]		
	7 d	28 d	60 d
Mischung L1	± 0,0	± 0,0	+ 0,2
Mischung L2	± 0,0	± 0,0	+ 0,3
Mischung L3	+ 1,5	+ 1,4	+ 1,6
Mischung L4	+ 1,4	+ 1,6	+ 1,7

Tabelle 4: Quellverhalten der Leimproben

Eine Volumendehnung wurde für alle 4 Ansätze nach spätestens 60 d Abbindzeit gemessen, wobei die verfestigten Leime L3 und L4 bereits nach 7 d die maximale Ausdehnung erreichten. Die 28- und 60 d-Messwerte deuten auf eine Volumenkonstanz hin.

Für die Ansätze L1 und L2 zeigte sich erst ab dem 60 d-Messwert eine geringe Volumenzunahme. Inwieweit daraus ein Trend in Richtung eines beginnenden strukturellen Quellens abzuleiten ist, konnte mit dem durchgeführten, zeitlich begrenzten Versuchsprogramm nicht zuverlässig aufgeklärt werden.

3.2.3.5 Diskussion der Ergebnisse

Das Molverhältnis $MgO:MgCl_2:H_2O$ und die Umgebungstemperatur beeinflussen die Verarbeitungszeiten von Magnesiabindern. Ein größerer MgO-Anteil und eine höhere Umgebungstemperatur steigern die Reaktionsgeschwindigkeit und verkürzen die Topfzeiten des Leims. Im Temperaturbereich von 20 bis 30 °C bietet das ausgewählte MgO mittlerer Aktivität eine ausreichende Reserve hinsichtlich der Verarbeitungszeit.

Die anhand des Leimsystems $MgO-MgCl_2-H_2O$ durchgeführten Versuche lassen des Weiteren einen direkten Zusammenhang zwischen den ablaufenden chemischen Reaktionen und den Eigenschaften der gebildeten Festkörper erkennen.

Offensichtlich ist, dass unter den hohen Temperaturen beim Abbindeprozess zunächst bevorzugt die 5:1:8-Phase gebildet wird, die sich beim 3:1:8-Ansatz innerhalb von wenigen Tagen nach dem Abkühlen auf eine Umgebungstemperatur von 20 bis 30 °C vollständig in die 3:1:8-Phase umwandelt. Bei einem 5:1:8-Ansatz wandelt sich die zunächst ausschließlich vorhandene 5:1:8-Phase innerhalb von 60 d teilweise die 3:1:8-Phase um. Nach 60 d ist die 5:1:8-Phase jedoch weiterhin die dominierende Verbindung.

Diese Phasenumwandlung von 5:1:8 in 3:1:8 steht in einem direkten Zusammenhang mit den Eigenschaften des erhärteten Leims, wie Festigkeitsentwicklung und Quellvermögen.

Die erzielten Ergebnisse liefern erste Anhaltspunkte insbesondere für das Phänomen des erst nach Abkühlung des Baustoffs auftretenden Quellens. Für eine detaillierte Beschreibung der ablaufenden Prozesse bedarf es einer wissenschaftlichen Untersuchung der Basisreaktionen insbesondere hinsichtlich des Temperatureinflusses auf die Phasenumwandlung.

4 Rezepturentwicklung

4.1 Vorgehensweise zur Entwicklung einer Grundrezeptur

Den Ausgangspunkt für die Weiterentwicklung der Magnesiabindersysteme bildeten die Ergebnisse und Erfahrungen mit einem Sorelbeton entsprechend Rezeptur 29.6 A2, der für den

Einsatz als Strömungsbarriere im Forschungsbergwerk Asse in Remlingen konzipiert und im Jahr 2003 bei der Errichtung einer Pilotströmungsbarriere eingesetzt wurde. Die Rezeptur 29.6 A2 weist folgende Zusammensetzung auf:

- 6,0 Ma-% MgO
- 11,3 Ma-% Halbbranntdolomit
- 12,8 Ma-% Schiefermehl
- 45,2 Ma-% Steinsalz
- 24,7 Ma-% $MgCl_2$ -Lösung (Q-Lösung: $MgCl_2$ -Gehalt 325 g/l)

Der Sorelbeton stellt sich als hydromechanisch förderbarer, sich selbst nivellierender, fluidablauffreier Baustoff dar, der sowohl an Luft als auch unter Salzlösungen nach wenigen Stunden erhärtet und nach dem Erhärten einaxiale Druckfestigkeiten ≥ 15 MPa, eine Permeabilität $\leq 10^{-16} \text{ m}^2$ sowie eine Quellung von etwa 4 % im erhärteten Zustand aufweist.

Die geomechanischen Untersuchungen dieses Baustoffs haben gezeigt, dass er ein signifikantes volumetrisches Kriechen aufweist (Ersatzkompaktionsmodul G von ca. 0,05 GPa). Die Entwicklungsarbeiten waren daher vorrangig auf die deutliche Erhöhung der Steifigkeit des Systems ausgerichtet, um die vom IfG Leipzig vorgegebene Zielstellung, ein Ersatzkompaktionsmodul von 1 - 2 GPa, zu erreichen.

Darüber hinaus wurde eine weitere Reduzierung des Anmischflüssigkeitsbedarfs der Rezeptur angestrebt, um die Gesamtporosität und damit die Permeabilität des Sorelbetons zu senken.

Für das Erreichen dieser Ziele musste ein grundlegender Umbau der bestehenden Rezeptur 29.6 A2 vorgenommen werden, wobei neben den geomechanischen Aspekten und der Permeabilität die rheologischen und verarbeitungstechnischen Eigenschaften des Baustoffs (Suspensionsstabilität, Fluidablauffreiheit, selbstnivellierende Ausbreitung mit Fließwinkeln deutlich unter 5° , Verarbeitungszeit von ca. 2 h) in Einklang mit der Einbautechnologie entwicklungsbestimmend waren.

Unter dem Aspekt des Aufbaus großvolumiger, homogener monolithischer Dichtelemente wurde der bisherige, erfolgreich begangene Weg des Einsatzes feinkörniger Zuschlagstoffe weiter verfolgt. Bei weitgehender Beibehaltung des Molverhältnisses $MgO:MgCl_2$ wurden folgende Veränderungen an der Rezeptur 29.6 A2 vorgenommen:

- Austausch des Zuschlagstoffs Steinsalz durch feinkörnigen Quarzsand zur Erhöhung der Steifigkeit
- Ersatz des Schiefermehls durch mehlkörniges Anhydritmehl zur Verbesserung des Quellverhaltens

- Verzicht auf den Halbbranntdolomit und adäquater Ersatz seines MgO-Anteils durch ein Standard MgO mit einer mittleren Aktivität nach dem Zitronensäureverfahren von etwa 210 bis 240 s zur Rezepturvereinfachung und -vergleichmäßigung
- Einsatz von S30-Lösung mit einem MgCl₂-Gehalt von ca. 30 Ma-% anstelle von Q-Lösung zur Reduzierung des Anmischflüssigkeitsbedarfs und zur Verbesserung des großtechnischen Handlings (Vermeidung von Kristallisationsreaktionen)

Die entwickelte Grundrezeptur trägt die Bezeichnung DBM 1 und weist folgende quantitative Zusammensetzung auf (Tabelle 5):

Bindemittel	MgO
Zuschlagstoffe	Quarzsand Anhydritmehl
Anmischflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung (370 - 390 g MgCl ₂ /l)

Tabelle 5: Zusammensetzung der Grundrezeptur DBM 1

Die physikalischen und verarbeitungstechnischen Eigenschaften des Frischmörtels, sein Abbindeverhalten sowie die Festigkeitskennwerte nach dem Abbinden werden im Abschnitt 4.3 dargestellt und bewertet.

Die durch das IfG Leipzig nach einer Standzeit von 6 Wochen durchgeführten Voruntersuchungen zum Kompaktionsverhalten des Sorelbetons DBM 1 ergaben für den hydrostatischen Kriechversuch bei 10 MPa eine Volumenverformung von ca. 0,3 %; bei einer hydrostatischen Belastung von 2 MPa wurde quasi kein Volumenkriechen beobachtet. Aus der sich überschlägig durch Addition der in den triaxialen hydrostatischen Druckversuchen und den hydrostatischen Kriechversuchen ermittelten Volumenverformungen ergebenden Spannungs-Volumenverformungskurve wurde ein Ersatzkompaktionsmodul K_{Ersatz} von 1,3 GPa abgeleitet. Damit wurde das Zielfeld der Rezepturweiterentwicklung ($K_{\text{Ersatz}} = 1 - 2$ GPa) erreicht und die Kennwerte der Ausgangsrezeptur 29.6 A2 deutlich verbessert.

Da unter großtechnischen in-situ-Bedingungen im Vergleich zum Labormaßstab erfahrungsgemäß geringere Steifigkeiten zu erwarten sind, sollte durch weitere Rezepturanpassungen die Steifigkeit des Sorelbetons noch weiter erhöht werden. Darüber hinaus wiesen die durch das IfG untersuchten Prüfkörper nach Rezeptur DBM 1 mit ca. 18 % eine vergleichsweise hohe Porosität auf, deren Minimierung eine Reserve für eine höhere Steifigkeit des Baustoffs darstellt. Die Poren waren entsprechend der durchgeführten Untersuchungen überwiegend lösungserfüllt (Sättigungsgrad mit Lauge ca. 95 %).

Als mögliche Lösungswege wurden untersucht:

- Zugabe weiterer feinstkörniger Zuschlagstoffe mit möglichst kubischer Form (Ziel: Erhöhung der Packungsdichte, Reduzierung des Anmischflüssigkeitsbedarfs)
- Austausch von Zuschlagstoffen (Ziel: Rezepturanpassung an das Wirtsgestein)
- Einsatz von Zusatzstoffen (Dichtmittel, Kristallisationsanreger) zur Optimierung der Materialeigenschaften
- Variation der Lösungszusammensetzung (höherer $MgCl_2$ -Gehalt mit dem Ziel der Reduzierung der Anmischflüssigkeitsmenge unter Beibehaltung des Molverhältnisses $MgO:MgCl_2$)
- Einsatz von handelsüblichen Verflüssigern zur Verbesserung der Fließigenschaften

Im Ergebnis umfangreicher Laboruntersuchungen wurden 3 weitere Rezepturen unter der Bezeichnung DBM 2 bis 4 entwickelt und geprüft, die in den folgenden Abschnitten näher beschrieben werden.

4.2 Weiterentwicklung der Grundrezeptur DBM 1 (Standardrezeptur)

4.2.1 DBM 2 (modifizierte Standardrezeptur)

Die Rezeptur DBM 2 zeichnet sich gegenüber DBM 1 durch den Zusatz von Microsilica als Dichtmittel aus. Dabei handelt es sich um ein amorphes Silikat der Fa. Quickmix mit einem vergleichsweise engen Körnungsband zwischen ca. 1,5 und 25 μm . Es wurde zur Reduzierung des Anmischflüssigkeitsbedarfs und damit zur Verringerung des Anteils an lösungserfüllten Poren zugegeben. Bei der Umsetzung von MgO in Microsilica-Suspensionen kommt es zudem nachweislich schon bei Raumtemperatur zur vergleichsweise schnellen Ausbildung von Magnesium-Silicat-Hydrat und Brucit [6].

Als Anmischflüssigkeit wurde Lösung mit einem $MgCl_2$ -Gehalt von 430 g/l und nur geringen $MgSO_4$ -, $NaCl$ - und KCl -Anteilen (jeweils < 10 g/l) mit einer Dichte von 1,315 g/cm³ eingesetzt. Dadurch konnte in Verbindung mit dem Einsatz von Fließhilfsmitteln der Anmischflüssigkeitsbedarf der Rezeptur bei gleich bleibendem $MgO:MgCl_2$ -Verhältnis von ca. 3,3:1 weiter gesenkt werden. Folgende Fließmittelsysteme wurden getestet:

- Phosphorverbindungen (z. B. Phosphonsäure)
- Borverbindungen (Borsäure)
- Stickstoffverbindungen (Harnstoff, Ammoniumsalze)
- Acetate (z. B. Natriumacetat)
- Cyano-Verbindungen ($K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$)
- Sulfonate
- Carboxylate

Als bevorzugtes Fließmittel wurde ein handelsübliches Produkt auf Carboxylat-Basis ausgewählt, da es bereits in geringen Zusätzen von maximal 0,5 Ma-% zur Baustoffsusension eine deutliche Verbesserung des Fließverhaltens bewirkt ohne die Sedimentationsneigung der Suspension zu verstärken und die Festigkeitskennwerte des Sorelbetons zu verschlechtern.

Die umfangreichen Laborarbeiten zur Rezepturentwicklung führten zur nachfolgenden optimierten Zusammensetzung des Baustoffs DBM 2 (Tabelle 6):

Bindemittel	MgO
Zuschlagstoffe	Quarzsand Anhydritmehl
Zusatzstoffe	Microsilica Fließmittel
Anmischflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung (410 - 430 g MgCl ₂ /l)

Tabelle 6: Zusammensetzung des Dammbaumaterials DBM 2

Entsprechend den Ergebnissen der Voruntersuchungen des IfG Leipzig zum Kompaktionsverhalten wurde durch die durchgeführte Rezepturanpassung die Entwicklungszielstellung erreicht, da die untersuchten labortechnisch hergestellten Prüfkörper des Sorelbetons DBM 2 aufgrund ihrer geringeren Kriechverformungsanteile (ca. 0,05 % bei einer hydrostatischen Belastung von 10 MPa) eine höhere Steifigkeit mit einem Ersatzkompaktionsmodul von ca. 2 GPa aufweisen und im Vergleich zu DBM 1 eine um ca. 15 % niedrigere Porosität (im Mittel 15,2 %) besitzen. Die vorhandenen Poren wiesen auch mit 98,4 % einen höheren Grad der Laugensättigung auf.

4.2.2 DBM 3 (Rezeptur Steinsalz dominiert)

Um der möglichen Hauptanwendung der modifizierten Magnesiabindersysteme in Steinsalz- und Carnallitformationen mit entsprechender Verfügbarkeit des Zuschlagstoffs Steinsalz Rechnung zu tragen, wurde mit der Rezeptur DBM 3 ein im Vergleich zum Ausgangspunkt 29.6 A2 verbesserter, NaCl-dominiertes Baustoff mit folgender Zusammensetzung entwickelt (Tabelle 7):

Bindemittel	MgO
Zuschlagstoffe	Steinsalz Anhydritmehl
Zusatzstoffe	Fließmittel
Anmischflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung (370 - 390 g MgCl ₂ /l)

Tabelle 7: Zusammensetzung von Rezeptur DBM 3

In dieser Rezeptur wurde im Vergleich zu den Baustoffen DBM 1 und 2 der Quarzsand durch ein etwas größeres NaCl ersetzt, auf den Zusatz von Microsilica verzichtet und durch Variation der

quantitativen Zusammensetzung der Bestandteile die erforderlichen verarbeitungstechnischen Eigenschaften eingestellt.

Der Sorelbeton DBM 3 ist entsprechend den Voruntersuchungen des IfG Leipzig hinsichtlich Steifigkeit mit dem Baustoff DBM 2 vergleichbar, weist jedoch mit 18,7 % eine höhere, dem Baustoff DBM 1 in etwa entsprechende Porosität auf. Der Sättigungsgrad mit Lauge liegt mit 75,0 % deutlich unterhalb der beiden anderen Rezepturen.

4.2.3 DBM 4 (Rezeptur Quarzmehl dominiert)

Die Rezeptur DBM 4 wurde unter der Zielstellung entwickelt, die Permeabilität des Baustoffs noch weiter zu verringern und die Quellfähigkeit merklich zu erhöhen. Dafür wurde der Quarzsand zum großen Teil durch ein deutlich feinkörnigeres Quarzmehl im Korngrößenbereich zwischen 0,4 und etwa 250 µm ersetzt. Zusätzlich wurde als weitere Komponente ein feinkörniges KCl mit einer oberen Korngröße von 1,0 mm als Kristallisationsanreger eingeführt und der MgO- und Microsilica-Anteil weiter erhöht. Als Ausgleich zum deutlich höheren Gehalt an feinst- bis feinkörnigen Rezepturbestandteilen wurde zur Aussteuerung der rheologischen Eigenschaften der Anhydrit-Anteil gesenkt und mehr S30-Lösung als Anmischflüssigkeit zugesetzt.

Der Baustoff DBM 4 weist folgende qualitative Zusammensetzung auf (Tabelle 8):

Bindemittel	MgO
Zuschlagstoffe	Quarzmehl Quarzsand Anhydritmehl
Zusatzstoffe	Microsilica KCl Fließmittel
Anmischflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung (370 - 390 g MgCl ₂ /l)

Tabelle 8: Zusammensetzung des Dammbaumaterials DBM 4

Das Spannungs-Volumenverformungs- und hydrostatische Kriechverhalten ist nahezu identisch mit dem gleichfalls quarzgestützten Sorelbeton DBM 2; mit einem Ersatzkompaktionsmodul von ca. 2 GPa erfüllt er die vorgegebene Entwicklungszielstellung. Die vom IfG Leipzig bestimmte Porosität liegt mit 19,4 % jedoch um ca. ¼ höher als bei DBM 2.

4.3 Labortechnische Kennwerte der lastabtragenden Verschlusssysteme

4.3.1 Vorbemerkungen

In den nachfolgenden Abschnitten werden die von K-UTEC erzielten Untersuchungsergebnisse zu den physikalischen, verarbeitungstechnischen und rheologischen Eigenschaften der Magnesiabindersuspensionen DBM 1 bis 4, ihrem thermischen Verhalten und der Verfestigung beim Abbinden sowie den Festigkeitskennwerten und der Permeabilität der verfestigten Prüfkörper dargestellt.

Die aus einer Vielzahl von Einzelmessungen ermittelten Kennwerte sind tabellarisch in der Anlage 1.1 zusammengestellt und spiegeln in ihrem Inhalt und Umfang den Verlauf der Rezepturentwicklung wider. Eine besonderes hohe Untersuchungsdichte wurde für die Magnesiabindersysteme DBM 2 und 3 erzielt, da diese aufgrund des durch das IfG Leipzig nachgewiesenen Ersatzkompaktionsmoduls von jeweils ca. 2 GPa als Vorzugsvarianten ausgewählt und für die Durchführung der kleintechnischen Versuche (siehe Abschnitt 5) vorgesehen wurden.

Nach Abschluss der grundlegenden Laboruntersuchungen zum Sorelbeton DBM 4 und dem Erreichen der Entwicklungszielstellung Ersatzkompaktionsmodul 2 GPa wurde die Optimierung dieser Rezeptur durch K-UTEC aus Zeit- und Kapazitätsgründen nicht weiter vorangetrieben. Es erfolgte gleichfalls keine Austestung durch die BU Weimar. Diese Rezeptur bietet jedoch aufgrund ihres ausgeprägten Quellpotenzials und des im Vergleich zu den Baustoffen DBM 2 und 3 nahezu um eine Zehnerpotenz verringerten Fluiddurchlässigkeitsbeiwerts beim Durchströmen mit $MgCl_2$ -haltigen Lösungen bei einer entsprechenden, noch erforderlichen Feineinstellung gute Ansätze für Praxisanwendungen, z. B. als hochquellfähiger Injektionsmörtel, wenn die derzeit noch auftretende Rissbildung beim Abbinden zurückgedrängt werden kann.

Als Bindemittel wurden zunächst 2 chinesische Kauster aus natürlichem Magnesit mit einem MgO-Gehalt zwischen 94 bis 98 Ma-% eingesetzt, die von der Fa. Lehmann & Voss und der Normag GmbH in Bad Homburg bezogen wurden. In vergleichenden Untersuchungen erwies sich das Produkt der Normag GmbH (MgO-Gehalt 97 - 98 Ma-%, Aktivität nach dem Zitronensäureverfahren ca. 280 s) aufgrund der Lieferstabilität im Hinblick auf die Reaktivitätswerte ≥ 240 s und der höheren Festigkeitskennwerte der daraus hergestellten Magnesiabindersysteme bei gleichen MgO-Gehalten als Vorzugsvariante. Dieses MgO wurde daher für alle nachfolgenden Laborversuche und die Herstellung der Suspensionen für die kleintechnischen Versuche mit DBM 2 und 3 eingesetzt.

4.3.2 Charakterisierung der Magnesiabindersuspensionen im Anmischzustand und beim Abbinden

Die Herstellung der Magnesiabindersuspensionen DBM 1 bis 4 erfolgte in einem Labordissolver des Typs Dispermat AE6-C der VMA Getzmann GmbH mit EKATO-Rührer durch Zugabe der vorgemischten Feststoffe (Trockenmischung) in die vorgelegte Anmischflüssigkeit, die je nach Rezeptur bereits das Fließmittel enthielt, nach folgendem Schema:

- Feststoffzugabe: 60 s Rühren mit 200 U/min
- Homogenisierung und Scherung: 120 s Rühren mit 300 U/min

Die hergestellten Magnesiabindermischungen mit der in den Abschnitten 4.1 und 4.2 aufgeführten Zusammensetzung stellen sich als nahezu pH-neutrale, sedimentationsstabile, bei Fließwinkeln von ca. 2 bis 4 ° selbst nivellierende Suspensionen mit vergleichsweise geringer Thixotropie nach dem Anmischen dar, die mit herkömmlicher Technik mindestens 1 - 2 h (DBM 2 und 3 sogar rund 3 h) in die Gruben Hohlräume verpumpt werden können. Ihre mittleren Suspensionsdichten liegen zwischen 2,05 bis 2,07 g/cm³ (DBM 3 und 4) bzw. bei 2,24 g/cm³ (DBM 1 und 2).

Die Erstarrung der Suspensionen gemäß Vicat-Verfahren (DIN EN 196-3) setzte ca. 8 bis 11 h nach dem Anmischen ein und war nach 9 bis 13 h abgeschlossen. Dabei verläuft der Abbindeprozess für die Rezeptur DBM 2 am langsamsten.

Um die Wärmefreisetzung der 4 Rezepturen beim Abbinden vergleichen zu können, erfolgten die Messungen für eine standardisierte Einwaage von jeweils 500 g Suspension. Die Wärmeentwicklung erreichte im Zeitraum von ca. 16 bis 25 h nach dem Anmischen mit einem Temperaturanstieg um 21 bis 30 K (bezogen auf eine Raumtemperatur von 22 °C) ihr Maximum, wobei für DBM 4 infolge ihres höheren Bindemittelanteils ein um ca. ein Drittel höherer Anstieg festgestellt wurde.

4.3.3 Rheologisches Verhalten

Die abschließende rheologische Charakterisierung der Rezepturen DBM 2 und 3 erfolgte durch die IRA tec Institut für Rohrleitungs- und Apparatechnik GmbH in Magdeburg unter Leitung von Prof. Kecke [7]. Die rheologischen Untersuchungen wurden mit einer Messgarniturkonfiguration Platte - Platte durchgeführt.

Das Fließverhalten der entwickelten Magnesiabindersysteme kann entsprechend dem vorliegenden Untersuchungsbericht der IRA tec als Bingham'sches Verhalten nach

	τ	Schubspannung [Pa]
$\tau = \tau_0 + k * D$	τ_0	Fließgrenze [Pa]
	k	Steifigkeit/Bingham-Faktor [Pas]
	D	Schergradient [1/s]

beschrieben werden.

Die nachfolgende Abbildung 5 zeigt beispielhaft ein Rheogramm für DBM 3, dabei wurden die mit 1 bezeichneten Messkurven jeweils ca. 10 min nach dem Anmischen und die Kurve 3 nach zweistündiger Scherung (zur Verdeutlichung der beginnenden Abbindung des Materials) aufgenommen. Die Kurve 2 stellt die auf die Auswertesoftware umgerechnete Fließkurve dar.

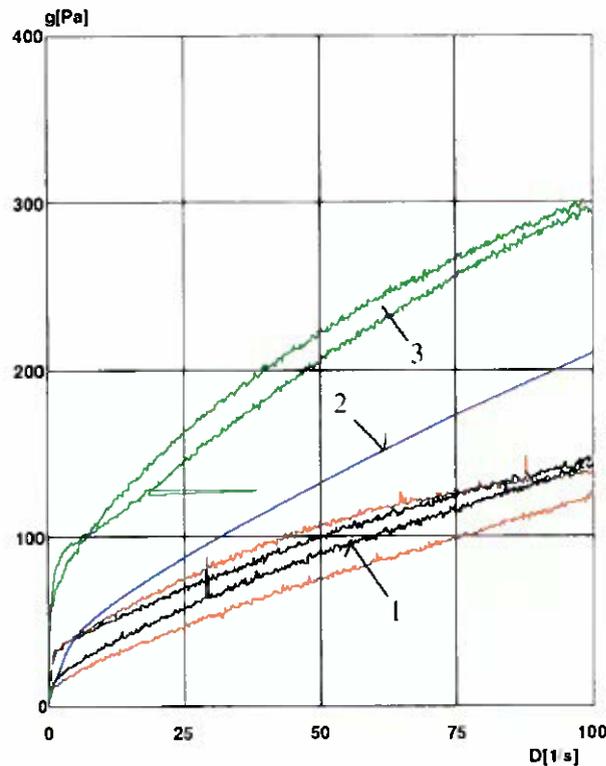


Abbildung 5: Rheogramm der Rezeptur DBM 3

Für den Zeitraum nach dem Anmischen der Suspensionen mit einer ausreichenden Durchmisch- bzw. Scherzeit (≈ 10 min) ergab sich für DBM 2 eine Fließgrenze τ_0 von ca. 75 Pa und ein Bingham-Faktor k von etwa 2,4 Pas. Für DBM 3 wurden eine Fließgrenze von 55 Pa und ein Bingham-Faktor von 1,5 Pas ermittelt.

Mit diesen Parametern wurden von Prof. Kecke für einen lichten Rohrlungsdurchmesser von $d_i = 100$ mm die nachfolgenden Druckverlustkurven für Strömungsgeschwindigkeiten bis 2 m/s berechnet (Abbildung 6: blaue Kurve = DBM 2; grüne Kurve = DBM 3).

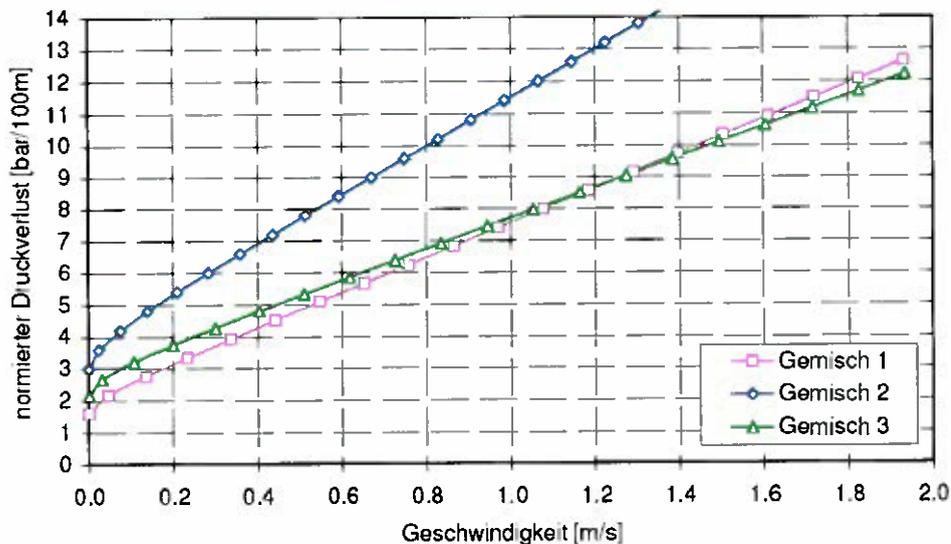


Abbildung 6: Eingeschätzte Druckverlustkurve für die Rezepturen DBM 2 und 3

Die Messungen wurden im Zustand einer ausreichenden Durchmischungs- bzw. Scherzeit durchgeführt (10 min und länger). Bei kürzeren Mischzeiten können durchaus noch höhere Druckverluste (bis zum doppelten Wert) auftreten.

Die ermittelten Druckverluste bildeten die Grundlage für die Auswahl der Pumptechnik bei der Befüllung der kleintechnischen Reaktoren (siehe Abschnitt 5) mit DBM 2 und 3 und sind der Anlagendimensionierung für den großtechnischen Einsatz der Magnesiabindersysteme zu Grunde zu legen.

4.3.4 Festigkeitskennwerte bei Lagerung bei Raumtemperatur

Die nach unterschiedlicher Abbindezeit und Lagerung bei Raumtemperatur ($22 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$) nach DIN EN 196-1 gemessenen Biegezug- und einaxialen Druckfestigkeiten prismatischer Probekörper der Magnesiabindersysteme DBM 1 bis 4 sind mit den zugehörigen Standardabweichungen gleichfalls der Anlage 1.1 zu entnehmen. Die nachfolgende Abbildung 7 zeigt den graphischen Vergleich der Messwerte nach 7 und 28 Tagen.

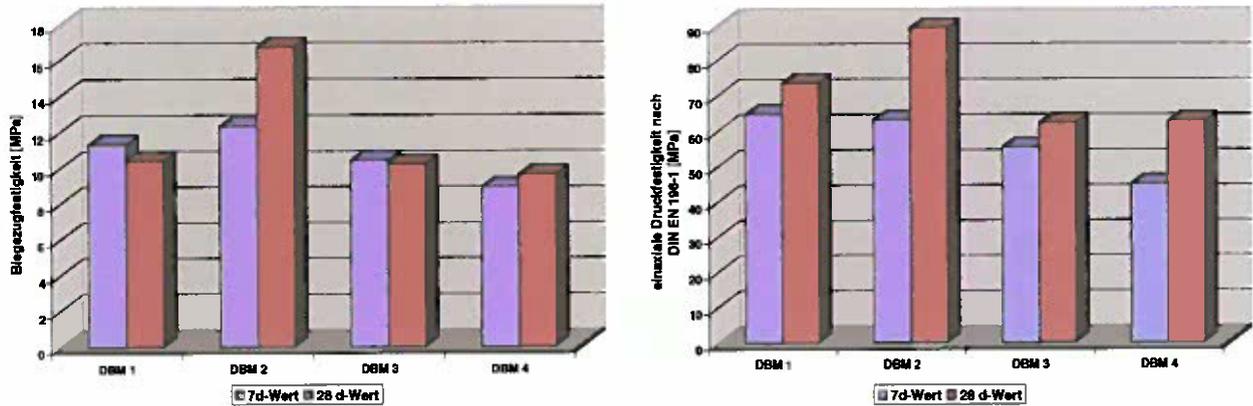


Abbildung 7: Biegezugfestigkeit (links) und einaxiale Druckfestigkeit (rechts) nach DIN EN 196-1 der bei Raumtemperatur gelagerten Proben DBM 1 bis 4

Der Sorelbeton DBM 2 weist tendenziell die höchsten Biegezug- und einaxialen Druckfestigkeiten auf, dabei ist eine signifikante, im Vergleich zu DBM 1 und 3 deutlich stärkere Erhöhung beider nach 28 d ermittelten Kennwerte im Vergleich zu den 7 d-Werten zu verzeichnen. Lediglich DBM 4 zeigt bei der einaxialen Druckfestigkeit einen ähnlichen Anstieg um fast 40 %.

Generell tritt für alle Rezepturen eine Zunahme der einaxialen Druckfestigkeit im betrachteten Untersuchungszeitraum auf, wogegen der Verlauf der Biegezugfestigkeit keinen einheitlichen Trend aufweist und für DBM 1 sogar um ca. 8 % abfällt.

Die Festigkeitszunahme mit steigender Lagerzeit bei Raumtemperatur und die höhere Festigkeit von DBM 2 im Vergleich zu DBM 3 wird auch bei der Untersuchung zylindrischer Prüfkörper nach DIN 1048-5 mit einem Durchmesser 100 mm deutlich (Abbildung 8).

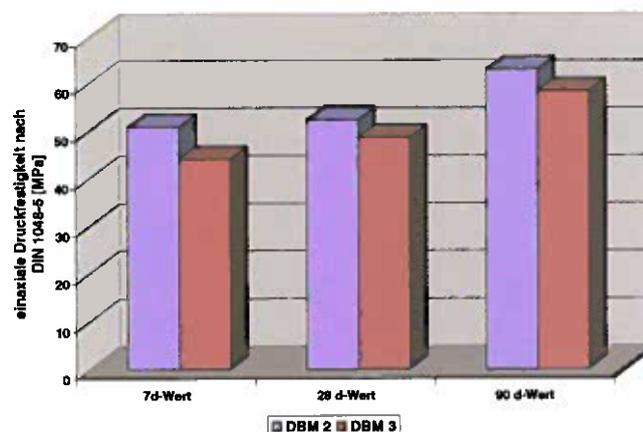


Abbildung 8: Einaxiale Druckfestigkeit nach DIN 1048-5 der Proben DBM 2 und 3 nach 7, 28 und 90 Tagen Abbindezeit bei Raumtemperatur

Im Vergleich zu den 7 d-Werten ist nach 90 d ein Festigkeitszuwachs um ca. 24 % (DBM 2) bzw. 32 % (DBM 3) bezogen auf den jeweiligen Mittelwert zu verzeichnen. DBM 2 weist bei allen Prüfterminen im Mittel eine um etwa 8 bis 15 % höhere einaxiale Druckfestigkeit auf.

Die durch K-UTEC erzielten Ergebnisse sind unter Beachtung der jeweiligen Standardabweichung in Größenordnung mit den durch die BU Weimar gemessenen Kennwerten vergleichbar.

Grundsätzlich lieferte die normgemäße Druckfestigkeitsprüfung von Prismen im Vergleich zur Untersuchung von Probezylindern im Durchschnitt um etwa 25 bis 30 % höhere Messwerte; für DBM 2 liegt der Unterschied beim 28 d-Wert mit + 70 % sogar noch deutlich darüber.

4.3.5 Einfluss der Lagerungstemperatur auf die einaxiale Druckfestigkeit

Um grundlegende Trends hinsichtlich des Einflusses der Lagerungstemperatur der Prüfkörper auf die Druckfestigkeit der bevorzugten Magnesiabindersysteme DBM 2 und 3 aufzuzeigen, wurden orientierende Vergleichsuntersuchungen an bei 60 °C im Klimaschrank gelagerten zylindrischen Prüfkörpern durchgeführt. Diese dienten der Vorbereitung der detaillierteren Versuche an der BU Weimar.

Jeweils ca. 25 l der beiden Suspensionen wurden mit einem Collomix-Baustellenrührer angemischt, in normgemäße Prüfzylinderformen \varnothing 100 mm abgefüllt und 7 sowie 28 d bei Raumtemperatur und 60 °C aufbewahrt. Die nachfolgende Abbildung 9 verdeutlicht die Festigkeitsentwicklung graphisch:

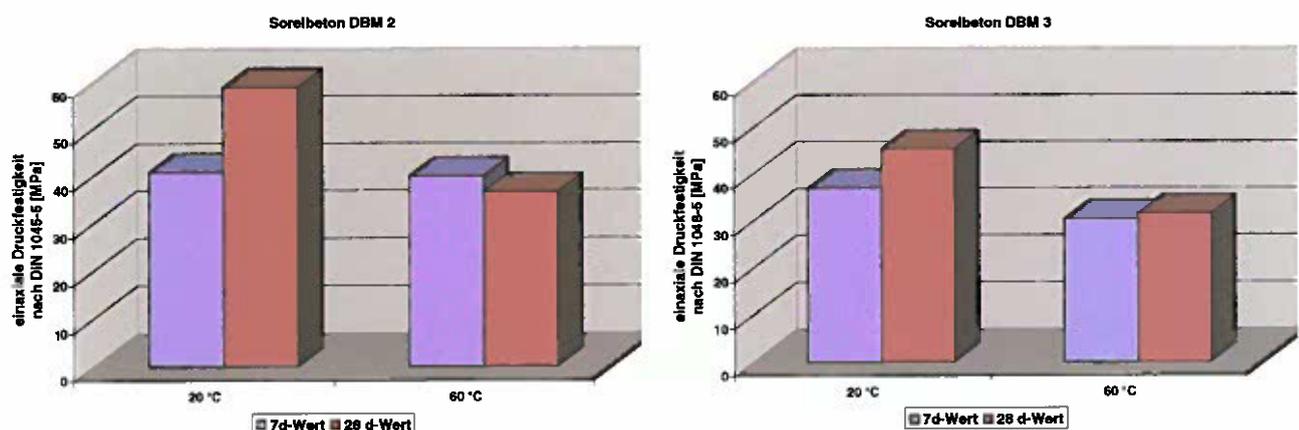


Abbildung 9: Einfluss der Lagerungstemperatur auf die einaxiale Druckfestigkeit von DBM 2 (links) bzw. DBM 3 (rechts)

Die Lagerung der Probekörper bei 60 °C führte bei den 28 d-Werten zu einer merklichen Verringerung der einaxialen Druckfestigkeit, dabei ist die Festigkeitsabnahme für DBM 2 (38 %)

deutlicher ausgeprägt als bei DBM 3 (31 %). Bei den Kurzzeitfestigkeiten nach 7 d ist für DBM 2 kein Temperatureinfluss erkennbar, bei DBM 3 deutet sich die Reduzierung der Festigkeit bereits an.

Die dargestellte Tendenz zur Festigkeitsabnahme im zeitlich begrenzten Untersuchungszeitraum wurde durch die Untersuchungen der BU Weimar bestätigt [1]. Mögliche Ursachen sind auf der Mikroebene der Magnesiabindersysteme (Phasenbestand, Kristallwachstum und -struktur) zu suchen und wurden durch die BU Weimar detailliert am Beispiel von DBM 1 untersucht und bewertet (siehe Abschnitt 1.5 in [1]).

Der nachgewiesene Temperatureinfluss auf das Abbindeverhalten, die Festigkeitseigenschaften und die Quellung der Magnesiabindersysteme wurde bei der Konzeption der kleintechnischen Versuchsanlage durch die Installation einer Begleitheizung berücksichtigt (siehe Abschnitt 5.1).

4.3.6 Druck-Verdichtungsverhalten bei einaxialer Druckeinwirkung

Die Untersuchungen zum Druck-Verdichtungsverhalten der entwickelten Magnesiabindersysteme bei drainierter Versuchsdurchführung erfolgten über einen Zeitraum von 124 (DBM 2 - 4) bzw. 240 Tagen (DBM 1) bis zu einer Maximalauflast von 20 MPa (grafische Darstellung der Versuchsergebnisse in den Anlagen 2.1 - 2.4).

Dabei wurde die statische Auflast stufenweise erhöht und die resultierende Kompaktion aus der Verringerung der Probekörperhöhe (Erfassung mittels Messgeber der Fa. Glötzl) berechnet.

Die erzielten Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle 9 zusammengefasst.

Parameter	Dimension	DBM 1	DBM 2	DBM 3	DBM 4
Volumenkompaktion	%	1,6	1,5	0,5	2,1
Fluidablauf	%	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Rohdichte vor der Kompaktion	g/cm ³	2,22	2,22	2,04	2,01
Rohdichte nach der Kompaktion	g/cm ³	2,25	2,24	2,05	2,04

Tabelle 9: Volumenverformung, Fluidablauf und Rohdichte der Rezepturen DBM 1 - 4 bei einaxialer Druckeinwirkung

Die Magnesiabindersysteme DBM 1 - 4 verhielten sich bei stufenweiser einaxialer Belastung bis 20 MPa fluidablauffrei und sind durch eine vergleichsweise hohe Steifigkeit gekennzeichnet. Der Sorelbeton DBM 3 weist mit 0,5 % die niedrigste Kompaktion auf.

4.3.7 Durchströmungsverhalten mit Lösungen

Die Ermittlung der Fluiddurchlässigkeit erfolgte in Anlehnung an die Bestimmung des Wasserdurchlässigkeitsbeiwerts für Böden nach DIN 18130-1 mit konstantem hydraulischen Gefälle in einer Triaxialzelle in Form des Fluiddurchlässigkeitsbeiwertes k_F bei einem Druckunterschied von ca. 9 bar. Diese Durchströmungsanlage wurde speziell für die Untersuchung von Proben mit k_F -Werten im Bereich von 10^{-9} bis 10^{-11} m/s entwickelt und erfasst die durch den Prüfkörper geströmte Salzlösung durch Wägung des adäquat verdrängten Wasservolumens.

Die Standzeit der Proben bis zur Fluidbeaufschlagung betrug im Mittel 28 Tage. Als Durchströmungsmedium wurde in der Regel S30-Lösung eingesetzt; beispielhaft wurde der Sorelbeton DBM 2 auch mit NaCl-Lösung getestet.

Die gemittelten Fluiddurchlässigkeitsbeiwerte der Magnesiabindersysteme DBM 2 bis 4 sind gleichfalls der Anlage 1.1 zu entnehmen. Sie bewegen sich zwischen $1,0 \cdot 10^{-10}$ m/s (DBM 2) und $1,0 \cdot 10^{-11}$ m/s (DBM 4). Der k_F -Wert für die Durchströmung von DBM 2 mit NaCl-Lösung wurde mit $1,1 \cdot 10^{-10}$ m/s bestimmt.

Mit Hilfe der Gleichung (1) lassen sich die laborativ gemessenen Fluiddurchlässigkeitsbeiwerte in Permeabilitäten umrechnen:

$$K = \frac{k_F \cdot \eta}{\rho \cdot g} \quad (1)$$

K	Permeabilität [m ²]
k_F	Fluiddurchlässigkeitsbeiwert [m/s]
η	dynamische Viskosität [Pas], S30-Lösung: 0,0081 Pas; NaCl-Lösung: 0,0023 Pas
ρ	Lösungsdichte [kg/m ³], S30-Lösung: 1,290 kg/m ³ ; NaCl-Lösung: 1,194 kg/m ³
g	Erdbeschleunigung [m/s ²] 9,81 m/s ²

Die berechneten Permeabilitäten sind in der Tabelle 10 zusammengestellt:

Sorelbeton	DBM 2	DBM 2	DBM 3	DBM 4
Durchströmungsmedium	S30-Lösung	NaCl-Lösung	S30-Lösung	S30-Lösung
Permeabilität [m ²]	$6,4 \cdot 10^{-17}$	$2,2 \cdot 10^{-17}$	$6,1 \cdot 10^{-17}$	$6,4 \cdot 10^{-18}$

Tabelle 10: Permeabilitäten der Magnesiabindersysteme entsprechend der Laborversuche

Die ermittelten Versuchsergebnisse stellen Orientierungswerte dar, die gut für den Vergleich der einzelnen Magnesiabindersysteme untereinander geeignet sind, jedoch erfahrungsgemäß in Bezug auf in situ-Werte zumeist um 1 bis 2 Zehnerpotenzen zu hohe Permeabilitäten ausweisen.

Folgende Faktoren sind dafür als mögliche Ursache in Betracht zu ziehen:

- keine vollständige Fluidsättigung der Prüfkörper mit dem anlagenseitig maximal realisierbaren Druckgradienten von 9 bar und der begrenzten Messzeit möglich
- Erfassung der Zweiphasenströmung aus verdrängter Porenluft und Salzlösung
- nicht starrer Probeneinbau insbesondere in radialer Richtung ermöglicht Quellvorgänge

Die Absicherung der eigenen Versuchsergebnisse erfolgte durch die Ingenieurpartnerschaft für Bergbau, Wasser- und Deponietechnik (IBeWa), Wilsnack & Partner in Freiberg [8, 9]. Zur Unterdrückung der Probeausdehnung infolge des Quellens wurde die Durchströmung erstmals an in starre Zylinder abgegossenen Proben durchgeführt, als Durchströmungsmedium kamen eine hochkonzentrierte $MgCl_2$ -Lösung (Q-Lösung) sowie NaCl-Lösung zum Einsatz.

Zu Beginn der Injektion von Q-Lösung betrug für DBM 2 die mittlere Permeabilität $2 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$, sie sank mit Zunahme des injizierten Lösungsvolumens bis auf $< 1 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$ infolge des Quellens der Proben durch Sekundärreaktionen ab. Für die Durchströmung mit NaCl-Lösung wurde eine mittlere Permeabilität von $< 4 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ gemessen.

Die durch die IBeWa ermittelte Gaspermeabilität lag bei ca. $3,1 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$.

In Auswertung der durch die IBeWa unter Laborbedingungen ermittelten Gas- und Fluidpermeabilitäten ist zusammenfassend festzustellen, dass das entwickelte Magnesiabindersystem DBM 2 die an Verschlusselemente im Salinar gestellten Zielwerte (Permeabilität im Bereich von 10^{-18} m^2 oder niedriger) erfüllen kann. Aufgrund der eigenen Untersuchungsergebnisse zum Durchströmungsverhalten wird davon ausgegangen, dass auch mit den Rezepturen DBM 3 und 4 unter in situ-Bedingungen eine vergleichbar hohe Dichtheit zu erreichen ist.

Die im Labormaßstab ermittelten Permeabilitäten wurden durch entsprechende Versuche im kleintechnischen Maßstab (siehe Abschnitt 7) verifiziert.

5 Erprobung optimierter Systeme in einer kleintechnischen Versuchseinrichtung

5.1 Versuchsaufbau

Die auszutestenden Magnesiabindersysteme DBM 2 und 3 zeichnen sich neben dem Quellvermögen (und damit einem dauerhaften Spannungsaufbau) durch eine sehr gute Haftfähigkeit am Salinar und brauchbare Haftfestigkeiten an Stahl und auch an Kunststoffeinsbauten aus. Unter Berücksichtigung der Kosten bei der Versuchsdurchführung in einem Bergwerk (Kostenfaktor etwa 5 - 10) und der besseren Handhabungsvoraussetzungen in einem Technikum wurde eine klein-

technische zylindrische Versuchseinrichtung im 2 m³-Maßstab (Anlage 3.1) mit einem Rohrdurchmesser von 1,0 m konzipiert, die zusätzlich mit einer Lösungsdruckkammer ausgerüstet wurde.

Die Stahlstärke des zylindrischen Teils wurde in 10 mm Blechstärke ausgeführt, die beiden eingeschweißten Deckel mit 20 mm Blechstärke. Um die auflaufenden Spannungen (Quellung) auffangen zu können, hätte die Blechstärke auf mindestens 20 mm ausgelegt werden müssen, darauf wurde jedoch zu Gunsten der Minimierung der Gesamtmasse (und damit auch der Kosten) verzichtet. Die Versuchseinrichtung erhielt eine Einstiegsöffnung, um die notwendigen Instrumentierungen vornehmen zu können (Abbildung 10).



Abbildung 10: Kleintechnische Versuchseinrichtung mit Einstiegsöffnung

Die Deckel zur Lösungsdruckkammer und zur Luftseite wurden für den Durchströmungsversuch perforiert, die freie Fläche (Durchströmungsfläche) betrug 27 %.

Die Innenseiten der Deckel (baustoffseitig) erhielten eine Abdeckung aus 5 mm starker Filtertresse, um die Lösungsdurchströmung gewährleisten zu können und das Auslaufen der Suspension während des Befüllvorgangs zu verhindern.

Um eine optimale Verfüllung zu erreichen, wurde die Versuchseinrichtung schwach geneigt (2 °) aufgestellt. Sowohl die Baustoff- als auch die Lösungsdruckkammer wurden mit Befüll- und Entlüftungsvorrichtungen versehen. Für die Kabeldurchführungen wurden druckstabile (PN 30) Verschraubungen eingesetzt.

Aufbauend auf die vorlaufenden Forschungsergebnisse der BU Weimar zum temperaturab-

hängigen Reaktionsverhalten der Dammbaumaterialien wurden eine Beheizung (auf 60 °C abgestimmte Heizbänder) der Versuchseinrichtung und eine Verkleidung mit einer Wärmedämmschicht vorgesehen (Abbildung 11).



Abbildung 11: Versuchseinrichtung mit Heizbandummantelung (links) und Wärmedämmverkleidung (rechts)

5.2 Instrumentierung

Die kleintechnische Versuchseinrichtung wurde mit folgender Messtechnik ausgerüstet:

- 5 Spannungsaufnehmer Typ EEKE 10/20 K100 AZ4 (Fa. Glötzi)
 - 4 Stück radial, mittig angeordnet
 - 1 Messgeber am Deckel luftseitig mittig angebracht

Die Spannungsaufnehmer (mit je 4 Ösen versehen) wurden mit Abstandshaltern 3 cm vor der Rohrwandung (bzw. vom Deckel) angebracht (Abbildung 12)

- 8 Temperaturmessgeber (PT 100 der Fa. Glötzi) am Rohrscheitel, unterschiedlich tief eintauchend angeordnet (Abbildung 12)

- 8 Feuchtesensoren (Anfertigung BU Weimar)

- 6 Stück radial an der Rohrwandung in 50 mm Abstand vom perforierten Deckel der Lösungskammer entfernt und 50 mm in einer Hülse in den Sorelbeton eintauchend angeordnet (Abbildung 13 zeigt beispielhaft einen derartigen Sensor, erkennbar an der Drahtverspannung)
- 2 Feuchtesensoren oben und unten in der Rohrachse im Abstand von 150 mm vom perforierten Deckel entfernt angebracht

Zusätzlich wurde ein Stabsensor HMT 331 (Fa. Glötzl) 100 mm von der Lösungsanströmseite entfernt in einer Hülse aus Filtertresse (Abbildung 13, linkes Bild, mittig) etwa 250 mm tief in den Baustoff eingesetzt.

- 6 Stahldehnungsaufnehmer (Typ GFVM 180/0,5E der Fa. Glötzl) auf der Außenseite der Versuchseinrichtung angeschweißt, jeweils 2 Stück horizontal und vertikal auf der Einstiegsseite (Abbildung 13, rechtes Bild) und jeweils 1 Messgeber horizontal und vertikal auf der abgewandten Seite mittig installiert (Abbildung 11, linkes Bild)



Abbildung 12: Spannungsaufnehmer und Temperaturmessgeber PT 100 der Fa. Glötzl

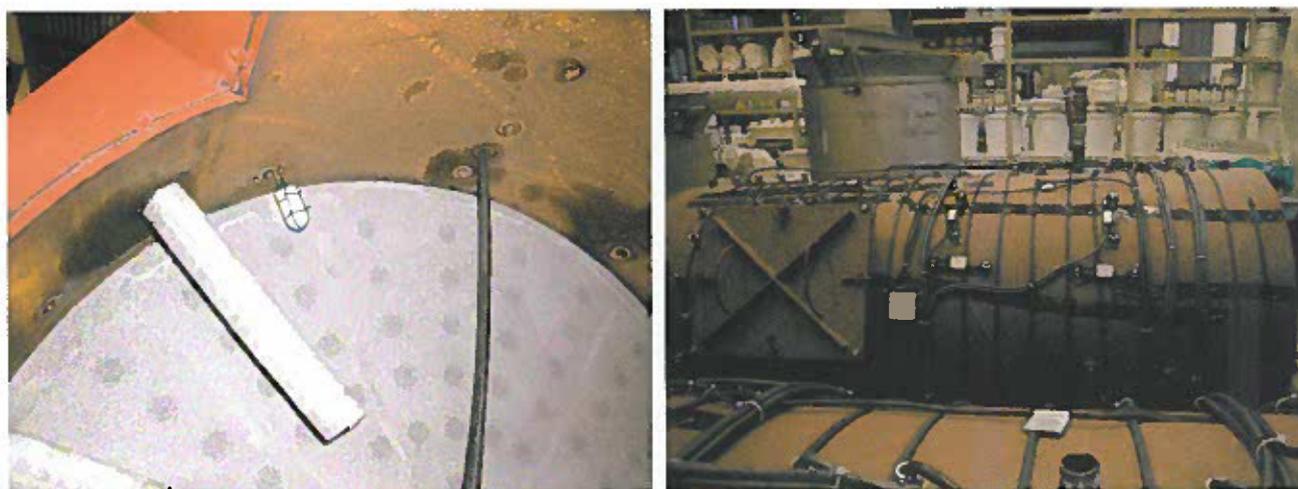


Abbildung 13: Stabsensor HMT 331 und Feuchtesensor BU Weimar (linkes Bild) sowie Lage der 4 Stahldehnungsaufnehmer (rechtes Bild)

Es wurden 2 Versuchseinrichtungen gebaut und mit der gleichen Messtechnik ausgestattet.

Die Sensoren wurden jeweils auf eine zentrale Messanlage (MDL 41-40) aufgeschaltet, die Messwerte kontinuierlich erfasst und registriert. Lediglich die Messsignale der von der BU Weimar gelieferten Feuchtesensoren wurden separat registriert und ausgewertet.

5.3 Materialeinbau

Die beiden kleintechnischen Versuchseinrichtungen verfügten über ein Materialeinbauvolumen von jeweils 1,525 m³.

Die für den Einbau vorgesehenen Rezepturen (DBM 2 und 3) wurden vorgemischt und als 20 l-Gebindeeinheiten (Trockenmischung und Anmischflüssigkeit) vorgehalten. Insgesamt wurden je Dammbaumörtelsystem 1,6 m³ Suspension zur Verfüllung der Versuchseinrichtung und für Rückstellproben hergestellt.

Die Herstellung der Dammbaumörtel erfolgte mit dem Universalmischpumpensystem S 5 EV/TM der Fa. Putzmeister. Der Tellerischer verfügt über ein Nutzvolumen von 80 l, zur besseren Durchmischung wurde er nur mit 60 l Suspension beaufschlagt. Die Suspension wurde mit einer Schraubenspindelpumpe (max. Druck 35 bar) und flexiblen 1"-Schläuchen zunächst über die Einstiegsöffnung und nach deren Verschluss über den Befüllanschluss vollständig verfüllt. Nach dem Austreten der Magnesiabindersuspension aus der Entlüftungsleitung wurde der Kugelhahn geschlossen und ein kurzzeitiger Druckaufbau zugelassen.

Bei diesem kurzzeitigen Druckaufbau (ca. 3 s) wurde jeweils eine geringe Fluidmenge durch die hintere Filterresse gedrückt (DBM 2: 475 ml, DBM 3: 1.340 ml).

Für die Verfüllung mit DBM 2 wurden je Ansatz (60 l) 10 min benötigt, für DBM 3 waren 6 min erforderlich.

Insgesamt wird eingeschätzt, dass der Aufschluss der reaktiven Bestandteile beider Rezepturen nicht ideal verlief (visuell nicht erkennbar) und Auswirkungen auf die Steifigkeit der verfestigten Baustoffe nach sich gezogen hat. Die im Labormaßstab hergestellten Suspensionen wurden mit Intensivmischtechnik hergestellt und wiesen bei gleichen Ausgangsmaterialien und gleicher Zusammensetzung sowie kürzeren Mischzeiten (3 min) höhere Steifigkeiten auf.

Die nachstehende Tabelle 11 zeigt die Zusammenstellung wesentlicher verarbeitungstechnischer Kennwerte der Magnesiabindersuspensionen DBM 2 und 3 aus dem kleintechnischen Versuch.

Anmischparameter	Dimension	Rezeptur DBM 2	Rezeptur DBM 3
berechnete Suspensionsdichte	g/cm ³	2,25	2,08
gemessene Suspensionsdichte	g/cm ³	2,23 ± 0,01	2,08 ± 0,01
Fließrinnenmaß	mm	480 ± 20	520 ± 15

Tabelle 11: Suspensionsdichte und Fließrinnenmaß der Magnesiabindersuspensionen DBM 2 und 3 aus dem kleintechnischen Versuch

Die Suspensionen breiteten sich in der Versuchseinrichtung selbstnivellierend aus (Abbildung 14). Der Verfüllvorgang erfolgte durchgehend. Nach Abschluss der Verfüllarbeiten wurde die Begleitheizung angestellt.



Abbildung 14: Selbstnivellierende Ausbreitung von DBM 2 im kleintechnischen Versuch

5.4 Versuchsergebnisse

5.4.1 Temperaturverlauf

Baustoffsystem DBM 2

Anlage 3.2 zeigt den Temperaturverlauf vom Einbringen des Baustoffs DBM 2 bis zum Versuchsende nach 188 Tagen. Etwa 10 bis 12 Stunden nach dem Einbringen des Mörtels setzte die exotherme Abbindereaktion ein, die zu einem sehr steilen Temperaturanstieg führte. Unter Berücksichtigung der zu Versuchsbeginn vorherrschenden Umgebungstemperatur (15 °C), des Einflusses der Begleitheizung auf den Randzonenbereich (5 - 20 cm Abstand von der Wandung, MDL 13, 14, 18) ist mit einer realen Temperaturerhöhung des eingebauten Baustoffs während des

Abbindens von etwa 45 bis 50 K auszugehen.

Die Zielstellung, den Baukörper über einen längeren Zeitraum (20 d) auf einem Temperaturniveau von 40 bis max. 60 °C (Erfahrungswerte zur Nachbildung mittlerer Abbindetemperaturen bei der Errichtung großtechnischer Dammbauwerke und vorlaufender Forschungsergebnisse der BU Weimar) zu halten, wurde durch die Begleitheizung erreicht.

Die Kanalbelegung entspricht aufsteigend von MDL 12 = 2.1 bis MDL 19 = 2.8 der Eintauchtiefe der Messfühler in der Darstellung der kleintechnischen Versuchsanlage (Anlage 3.1). Nach Abschalten der Begleitheizung fiel innerhalb von ca. 10 Tagen die Temperatur des Baukörpers nahezu gleichförmig auf die Umgebungstemperatur ab.

Die durch die BU Weimar angefertigten Feuchtesensoren, die mit einer Temperaturmessung gekoppelt sind, zeigten - auch unter Berücksichtigung der Randnähe und des deutlich geringeren Maximalwertes (73 °C anstelle 107 °C) - eine in Größenordnung vergleichbare Tendenz (Anlage 3.3).

Baustoffsystem DBM 3

Der Temperaturverlauf vom Einbringen des Baustoffs DBM 3 bis zum Versuchsende nach 218 Tagen ist nahezu identisch dem Temperaturverlauf von DBM 2, lediglich der Spitzenwert der exothermen Abbindereaktion liegt um ca. 7 K niedriger (Anlage 3.4).

Die Belegung der Temperaturkanäle entspricht ebenfalls aufsteigend von MDL 32 = 2.1 bis MDL 39 = 2.8 der Eintauchtiefe der Messfühler entsprechend der Darstellung in Anlage 3.1. Ein Vergleich der Temperaturverläufe mit den Messfühlern der Feuchtesensoren ist nicht möglich, da dieses System vermutlich durch das Auftreten von Kriechströmen keine auswertefähigen Ergebnisse lieferte.

5.4.2 Spannungszustand im Baukörper

Baustoffsystem DBM 2

Die entwickelten Dammbaumörtel wurden grundsätzlich quellend eingestellt. Die konzipierte kleintechnische Versuchseinrichtung ermöglichte eine triaxiale Einspannung, wenngleich die Dehnung aus den bereits ausgeführten Gründen nicht vollständig verhindert werden konnte. Zum Nachweis des Spannungszustandes im Baukörper wurden Druckmesskissen eingebaut und Spannungsmessgeber auf der Stahloberfläche installiert. Die Positionierung der Messgeber ist Anlage 3.1 zu entnehmen. Die exotherme Abbindereaktion mit einer kurzzeitigen Maximaltemperatur von 107 °C führte sowohl zu einem entsprechenden Druckanstieg im Baukörper (Anlage 3.5) als auch zu einer starken Dehnung des Stahlmantels (Anlage 3.6).

Die Dehnung verlief hauptsächlich in radialer Richtung, in Längsrichtung war sie schwach ausge-

prägt und signifikant nur durch die Stahldehnungsgeber nachweisbar.

Der Druckverlauf entspricht in der Phase des Ablaufs der Abbindereaktion im Wesentlichen dem Temperaturverlauf, um dann wieder bis zur Abschaltung der Begleitheizung anzusteigen. Nach dem Abschalten der Begleitheizung war ein gewisser Rückgang des Druckes festzustellen, der sich im weiteren Verlauf bis zum Versuchsende einem konstanten Niveau näherte. Die geringen Schwankungen sind vermutlich dem Einfluss der Umgebungstemperatur zuzuordnen.

Überraschender Weise ist in radialer Ausrichtung eine Differenzierung des Druckverlaufs oben/unten und seitlich (rechts/links) vorhanden, die nicht eindeutig geklärt werden konnte. Der in Bodennähe angebrachte Druckmessgeber zeigte Messausfälle und ein deutliches Rauschen, so dass diese Messwerte nicht verwertbar sind.

Da die Stahldehnung der radial angeordneten Messgeber Werte erreichte, die teilweise deutlich über der Messbereichsgrenze von 500 μm lagen und über die Versuchsdauer nahezu konstante Werte annahm, wurde ein Quervergleich (Umrechnung der gemessenen Druckerhöhung in die entsprechende Dehnung und Umrechnung der gemessenen Stahldehnung in den Quelldruck) gemäß Gleichung (4), Abschnitt 1.4.1 des Schlussberichts der BU Weimar vorgenommen (Anlage 3.7 und 3.8).

Dieser Quervergleich zeigt, dass die gemessenen Stahldehnungswerte zumindest in radialer Richtung deutlich über den zu erwartenden Werten (bis etwa Faktor 8) liegen und für weitergehende Betrachtungen nicht herangezogen werden können. Die betreffenden Stahldehnungsgeber sind vermutlich durch die große Anfangsdehnung infolge des Abbindeprozesses beschädigt worden.

Im Ergebnis der Untersuchungen über einen Zeitraum von 188 Tagen konnte eine dauerhafte Einspannung des Baustoffsystems DBM 2 mit Drücken von ca. 5 bis 23 bar in radialer Richtung festgestellt werden. Ein Druckaufbau in tangentialer Richtung wurde möglicherweise durch die plastisch verformbare Filtertresse zur Behinderung des Auslaufs der Magnesiabindersuspension aus der Versuchseinrichtung verhindert. Der vertikal angeordnete Messgeber weist jedoch eine positive Spannung aus.

Der durchgeführte kleintechnische Versuch bestätigt die Untersuchungen der BU Weimar zum Quelldruck im Labormaßstab [1] in Größenordnung. Diese hatten für alle 3 getesteten Temperaturen (20, 40, 60 °C) und für beide untersuchten Rohrdurchmesser (70 bzw. 150 mm) am Versuchsende nach 7 Wochen anhaltende Quelldrücke zwischen 16 und 57 bar ausgewiesen.

Baustoffsystem DBM 3

Den Druckverlauf über die Versuchsdauer von 218 Tagen zeigt die Anlage 3.9. Die Verlängerung der Versuchsdauer wurde notwendig, um das Einschwingen des Systems auf ein konstantes Niveau, das nach einer Versuchsdauer von 188 d noch nicht gegeben war, dokumentieren zu können.

Die Druckverläufe der radial angeordneten Messgeber unterscheiden sich deutlich vom Baustoffsystem DBM 2. Nach dem Abklingen der Abbindereaktion bei proportionalem Druckaufbau verhartete das System auf einem Niveau von 5 - 8 bar, um dann nach dem Abschalten der Begleitheizung und einem geringen Druckabfall wieder einen rasanten Druckanstieg zu nehmen. Das Maximum des Druckanstiegs wurde nach 70 bis 80 Tagen Versuchsdauer erreicht. Danach setzte für die radial angeordneten Messgeber ein nahezu gleichförmiges Abklingen des aufgebauten Druckes bis zu einer Versuchsdauer von 193 Tagen ein. Anschließend erfolgte eine Druckstabilisierung, die aus zeitlichen Gründen nicht weiter verfolgt werden konnte.

Im Vergleich zum Baustoffsystem DBM 2 zeigt in der radialen Einspannung nur der obere Messgeber um etwa 8 bar geringere Werte im Endzustand an. Das Baustoffsystem DBM 3 wies am Versuchsende nach 218 Tagen eine radiale Einspannung mit Drücken von 8 - 18 bar auf.

In tangentialer Richtung ist analog zu DBM 2 ein signifikanter Druckaufbau nicht nachweisbar.

Die laborativen Quelldruckuntersuchungen der BU Weimar [1] am DBM 3 im Temperaturbereich 20 - 60 °C zeigen im Mittel einen Quelldruck von maximal 28 bar, der am Versuchsende nach 42 Tagen noch bei 14 bar (gemittelt über alle Versuchsergebnisse) lag.

Die zeitliche Entwicklung der Stahldehnungsgebermesswerte zeigt die Anlage 3.10. Der Kurvenverlauf entspricht in Größenordnung dem Kurvenverlauf der Druckmessgeber. Die Messwerte sind im Wesentlichen kompatibel, der durchgeführte Quervergleich (Umrechnung der gemessenen Druckerhöhung in die entsprechende Dehnung und Umrechnung der gemessenen Stahldehnung in den Quelldruck) gemäß Gleichung (4), Abschnitt 1.4.1 des Schlussberichts der BU Weimar bestätigt die Versuchsergebnisse.

Die Messgeber in horizontaler Ausrichtung weisen über den gesamten Versuchszeitraum eine signifikante Dehnung aus. Die verhältnismäßig großen Unterschiede im Stahldehnungsverhalten sind nicht erklärbar, möglicherweise sind die Geometrie der Versuchseinrichtung und visuell nicht sichtbare Inhomogenitäten des geschweißten Stahlrohres dafür verantwortlich.

5.4.3 Relative Feuchte und Saugspannung im DBM 2

Die Untersuchungen zur Feuchteentwicklung und die Ableitung der Saugspannung konnte nur am Baustoffsystem DBM 2 durchgeführt werden, da die in der DBM 3-Versuchseinrichtung einge-

bauten Sensoren durch das Auftreten von Kriechströmen (vermutlich durch das Eindringen von Fluid in den luftgefüllten Sensorinnenraum) keine plausiblen Messwerte lieferten.

Die aus der Kapazitätsmessung berechneten Ergebnisse für die relative Feuchte im Baustoff DBM 2 zeigt die Anlage 3.11. Die Messwerte (Anordnung der Messgeber Kanal 3 bis 8 siehe Anlage 3.1; Kanäle 1 und 2 sind ausgefallen) weisen eine vergleichsweise große Schwankungsbreite auf, die sicherlich auch dem einfachen Aufbau (und damit auch geringen Kosten) der Sensoren geschuldet ist.

Durch die Begrenzung der Messwerte mit einer Hüllkurve lassen sich folgende Tendenzen im Saumbereich des Baukörpers ableiten:

- Im Einbauzustand (frische Suspension) ist der luftgefüllte Hohlraum nahezu wasserdampf-gesättigt.
- Mit zunehmender Standzeit nimmt die relative Feuchte infolge des Abbindevorgangs ab. Die Abschaltung der Heizung nach 21 Tagen, verbunden mit einer Abkühlung des Baukörpers, beschleunigt die Feuchteabnahme durch Kondensation.
- Mit zunehmender Versuchsdauer und ansteigender Umgebungstemperatur stellt sich ein Feuchtegleichgewicht ein (beide Hüllkurven streben einem Grenzwert zu).
- Die nach 46 Tagen gestartete Lösungsbeaufschlagung (Aufsättigungsphase, siehe nächster Abschnitt) und die nach 55 Tagen begonnene Druckbeaufschlagung haben keinen Einfluss auf den Feuchteverlauf der in 50 mm Abstand zur Lösungskammer installierten Sensoren.

Die aus den Feuchte- und Temperaturmessungen der 6 Sensoren durch die BU Weimar berechneten Saugspannungen (Anlage 3.12) verhalten sich umgekehrt proportional zur relativen Feuchte. Die Zunahme der Saugspannung wird auf Rekristallisationsvorgänge (Baustoff wird trockener) zurückgeführt. Die Abnahme der Saugspannung nach dem Durchlaufen des Maximums ist auf die Einstellung eines Feuchtegleichgewichts bei der allmählich ansteigenden Umgebungstemperatur zurückzuführen.

Die Ergebnisse der Feuchtemessung mit dem Stabsensor HMT 331 (Einbautiefe 80 mm, 100 mm von der Lösungskammer entfernt) zeigt Anlage 3.13.

Aufgrund des erwarteten Temperaturprofils wurde der Stabsensor als Vorsichtsmaßnahme erst nach 4 Tagen (nach dem Durchlaufen des anfänglichen Temperaturmaximums) eingebaut.

Das Feuchteprofil wird hier eindeutig vom Temperaturprofil geprägt. Das Feuchtegleichgewicht stellt sich nur wenige Tage nach dem Abstellen der Begleitheizung auf einen Wert von etwa 25 % relative Feuchte ein, der mit zunehmender Umgebungstemperatur auf 27,5 % Feuchte ansteigt.

5.5 Ergebnisse der Lösungsdruckbeaufschlagung

Baustoff DBM 2

Mit der Lösungsdruckbeaufschlagung des im zylindrischen Stahlrohr verspannten Baukörpers wurden folgende Zielstellungen verfolgt:

- Nachweis der dichten Anbindung des Sorelbetons an die Stahlhülle (Wirksamkeit des Spannungsaufbaus)
- Beobachtung bzw. Nachweis des Entstehens von Kluffstrukturen durch die thermische Spannung beim Abbindeprozess (Nachweis der Überdrückung von Rissen bzw. Mikrorissstrukturen)
- Permeabilitätsnachweis durch maximale Lösungsdruckbeaufschlagung

Die Lösungsbeaufschlagung begann nach einer Versuchslaufzeit von 46 Tagen. Die Lösungsdruckkammer fasste 78 l S30-Lösung, 3 l S30-Lösung wurden zur Nachsättigung in einem Kunststoffbehälter vorgelegt und mit einem Ölfilm abgedeckt. Nach einer Standzeit von 8 Tagen wurde die Aufsättigung beendet (Zulauf von 120 ml S30-Lösung innerhalb von 2 Tagen in die Lösungskammer) und mit der Druckbeaufschlagung begonnen.

In ein Vorlagegefäß (Druckgefäß PN 50) wurden 10,5 l S30-Lösung vorgelegt und die Druckpumpe mit 1 l Öl aufgefüllt. Die messbare vorgelegte Ölmenge entspricht der in die Lösungsdruckkammer eingetragenen S30-Lösung.

Die erste Druckstufe betrug 1 bar, der Zustand wurde unverändert 21 Tage gehalten und daran anschließend der Druck unter Zuführung von 4 l Öl auf 11 bar angehoben. Diese Druckerhöhung führte zur Verformung des 20 mm starken Deckels der Versuchseinrichtung (Durchbiegung um etwa 10 mm), so dass davon auszugehen ist, dass das verbrauchte Ölvolumen etwa zur Hälfte der Durchbiegung entspricht. Der Versuch wurde bis zum Versuchsende (d. h. 143 Tage) auf dieser Druckstufe belassen, wobei in diesem Zeitraum 0,2 l Öl nachgefüllt wurden. Auf eine weitere Druckerhöhung musste verzichtet werden.

Nach Versuchsende wurde die frontal angeströmte Fläche bemustert. Diese Fläche wies einen Feuchtefilm auf, jedoch war ein Übergang des Films auf den Randbereich - und damit eine Randgängigkeit - nicht festzustellen. Die Oberfläche des Sorelbetons erwies sich als duktil und rissfrei.

Beim Anschlagen der Oberfläche des Betonkörpers war ein dünner, durchgängiger, ca. 5 mm starker dunkelgrauer Farbsaum erkennbar, der möglicherweise der eingedrungenen Lösungsfront entspricht. Die nachfolgende Abbildung 15 zeigt den Baukörper DBM 2 nach dem Entfernen der Stahlhülle und der Gewinnung von Probekörpern für Festigkeitsuntersuchungen.

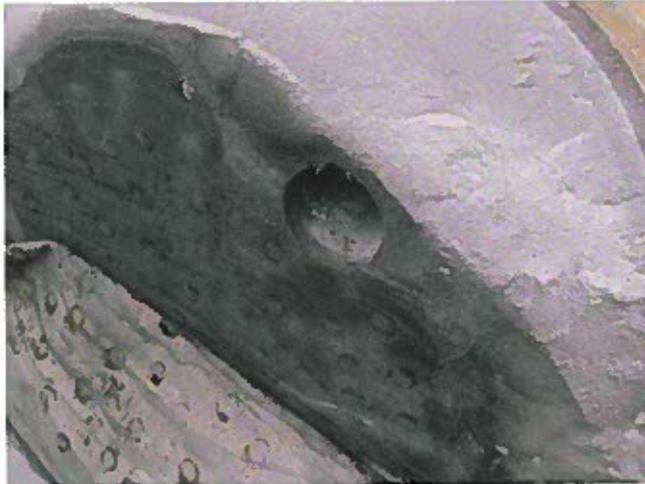


Abbildung 15: Anströmfläche der S30-Lösung nach Entfernung der Filtertresse (links) und Gesamtansicht von DBM 2 nach Entfernung der Stahlhülle bei Versuchsende

Die Beprobung des oberflächennahen Bereichs der Anströmfläche von DBM 2 unmittelbar nach dem Entfernen der Stahlhülle ergab nach DIN 18121-1 folgende Wassergehalte (Tabelle 12):

Prüfbereich	Wassergehalt [%]	
	Trocknung bei 60 °C	Trocknung bei 105 °C
Vergleichsprobe A (Einstiegsbereich 0 - 10 mm Tiefe)	1,31	6,77
Vergleichsprobe B (Einstiegsbereich 0 - 10 mm Tiefe)	1,25	6,65
Anströmfläche 0 - 2 mm Tiefe	2,91	7,99
Anströmfläche 0 - 5 mm Tiefe	2,33	7,80
Anströmfläche 5 - 10 mm Tiefe	1,41	7,33
Anströmfläche 0 - 15 mm Tiefe	1,82	7,82

Tabelle 12: Wassergehalt des oberflächennahen Bereichs der Lösungsanströmfläche von DBM 2

Die Proben aus den oberflächennahen Bereichen wurden aus 4 Segmenten entnommen und stellen Vor-Ort-Mischproben dar. Dabei zeigte die Probe aus der 2 mm-Saumzone bei der 60 °C-Trocknung bis zur Massekonstanz eine deutliche Erhöhung des Wassergehaltes. Die Ergebnisse sind jedoch in sich nicht schlüssig.

Auf Basis des aufgefüllten Ölvolumens (ca. 3 l), der Anströmfläche und unter Annahme einer Eindringtiefe der S30-Lösung von 5 bis 20 mm wurde eine Lösungspermeabilität von 10^{-20} m² berechnet.

Als wesentliches Ergebnis des kleintechnischen Versuches ist festzustellen, dass der Kontaktbereich Baukörper - Stahl nicht durchströmt wurde und dass Risse (einschließlich Mikrorisse) in

Größenordnung nicht aufgetreten sind, da sonst die randnahen Feuchtesensoren angesprochen hätten.

Die Bewertung zur Permeabilität des Versuchs-Baukörpers wurde anhand der Vermessung der Bohrung (Gaspermeabilität) und der Bohrkerne vorgenommen.

Baustoff DBM 3

Die Lösungsbeaufschlagung erfolgte nach einer Versuchszeit von 44 Tagen. Aufgegeben wurden 81 Liter S30-Lösung - 78 l fasste die Lösungsdruckkammer, 3 l wurden in einen Kunststoffbehälter zur Nachsättigung - analog DBM 2 vorgelegt.

Nach einer Aufsättigungsphase von 11 Tagen (Zulauf von 140 ml Lösung innerhalb von 3 Tagen) wurde mit der Druckbeaufschlagung auf 1 bar analog DBM 2 begonnen.

Nach einer Druckhaltephase über 29 Tage bei $p = 1$ bar erfolgte die Druckerhöhung auf 5 bar. Nach einer weiteren Standzeit von 22 Tagen wurde die Druckerhöhung auf 10 bar durchgeführt. Dabei traten Undichtigkeiten an der Schweißnaht der Druckkammer auf. Nach dem Absenken des Drucks und des Lösungsspiegels wurde versucht, durch Überschweißen die beiden Leckstellen abzudichten. Dieser Versuch misslang jedoch. So konnte über den weiteren Zeitraum bis zum Versuchsende nur ein Lösungsdruck von 3 bar aufrechterhalten werden. Eine Bilanzierung der in den Versuchskörper eingeströmten Lösungsmenge ist aufgrund der Leckage nicht möglich.

Nach dem Abschalen des Versuchskörpers zeigte sich hinsichtlich der Durchfeuchtung der Anströmoberfläche und der augenscheinlichen Fluideindringtiefe ein zu DBM 2 analoges Bild.

6 Betrachtungen zur Volumendehnung

6.1 Thermische Dehnung infolge der Abbindereaktion und zeitlich versetzte Quellung

Die Volumendehnung der Baukörper DBM 2 und 3 tritt intensiv begleitend zur exotherm verlaufenden Abbindereaktion ein. Wie die Ergebnisse der kleintechnischen Versuche zum Druckaufbau zeigen (Abschnitt 5.4.2) geht die Volumendehnung nach dem Abklingen der Abbindereaktion nicht auf den Anfangszustand (verbleibender Quelldruck etwa 5 bar) zurück.

Der zeitlich begrenzte, durch die exotherme Reaktion bewirkte hohe Druckaufbau führte zu Druckspitzen von ca. 30 bar. Damit ist die Volumendehnung des Baukörpers noch nicht abgeschlossen, da Nachreaktionen noch anhängig sind. Nach der jetzigen Datenlage (Auswertung der kleintechnischen Versuche) wird ein stabiler Spannungszustand im Baukörper - und damit auch ein quasi-Endzustand der Volumendehnung - approximativ erst nach Versuchszeiten von 200 - 250 Tagen erreicht.

Für den Vergleich der Quellfähigkeit der entwickelten Magnesiabindersysteme DBM 1 bis 4 mit den Kennwerten bereits bestehender Rezepturen für Strömungsbarrieren/Dammbauwerke wurde die dreidimensionale Quelldehnung von zylindrischen, luftdicht gelagerten Probekörpern (\varnothing 100 mm, h = 200 mm) mittels Ausmessverfahren und Volumenberechnung bei Raumtemperatur über einen Zeitraum von etwa 100 Tagen bestimmt. Dabei zeigten alle Untersuchungsproben bereits nach 40 - 60 Tagen eine weitgehende Volumenkonstanz.

Auf das Problem der Maßstabsübertragung und den nicht auszuschließenden Einfluss einer oberflächlichen Austrocknung der Prüfkörper sei an dieser Stelle hingewiesen.

Folgende Volumendehnungen wurden für die Dammbaussysteme DBM 1 bis 4 unter Laborbedingungen gemessen (Tabelle 13):

Dammbausystem	Volumendehnung [%]
DBM 1	2,5 ± 0,7
DBM 2	2,1 ± 0,3
DBM 3	2,8 ± 0,6
DBM 4	5,8 ± 0,8

Tabelle 13: 3-dimensionale Volumendehnung von DBM 1 - 4 unter Laborbedingungen

Wie diese Ergebnisse zeigen, ist die Volumendehnung neben der optimierten MgO-Qualität durch die Rezepturgestaltung in Größenordnungen steuerbar. Das Magnesiabindersystem DBM 4 wurde insbesondere durch ein höheres MgO:MgCl₂-Molverhältnis auf eine ungefähre Verdopplung der Volumenquellung ausgerichtet.

Der thermischen Dehnung wird im Komplex der Volumendehnung eine besondere Bedeutung beigemessen, weil sie in Analogie zum Beton (Hydratationswärme) für mögliche Rissbildungen einschließlich Mikrorisse verantwortlich gemacht wird. Unter Berücksichtigung der Erfahrungen und Erkenntnisse an realen Magnesiabinderbauwerken (Strömungsbarriere Asse, temporäre Dämme Bischofferode) sind folgende Feststellungen möglich:

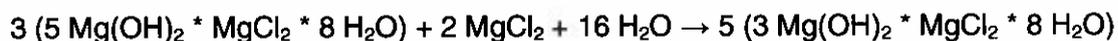
- Die in den kleintechnischen Versuchen aufgetretenen maximalen Abbinde Temperaturen von etwa 100 °C sind bei Errichtung von massiven Bauwerken durch den lagenweisen Aufbau bis auf etwa 60 °C (bezogen auf das Gesamtbauwerk) reduzierbar.
- Durch den hohen Wärmeinhalt des Baukörpers und die vergleichsweise geringe Wärmeableitung über das Wirtsgestein verläuft die Temperaturangleichung an die Umgebungstemperatur über Monate (Strömungsbarriere Asse etwa 6 Monate), so dass ein abrupter Temperatur- bzw. Spannungsabbau, der zu Schädigungen des Baukörpers führen würde, nicht stattfindet.

- Das Magnesiabindersystem, insbesondere die thermodynamisch stabile 3:1:8-Phase ist gekennzeichnet durch hochfeste, nadelförmige Phasen, denen in einem gewissen Umfang die Funktion einer Bewehrung zugeordnet werden kann.
- Um den positiven Effekt der Quellung des Baukörpers und damit einer langzeitsicheren Einspannung nutzen zu können, ist der Einbau zwischen Widerlagern erforderlich. Dies führt aber auch dazu, dass mögliche, durch Thermospannungen verursachte Risse/Mikrorisse durch den Quelldruck überdrückt werden.
- Im Gegensatz dazu besteht bei zementgebundenen Systemen die Schwierigkeit, diese quellfähig (d. h. nach unseren Zielvorgaben auf eine Volumendehnung $\geq 0,3\%$) einzustellen.

6.2 ESEM- und Mikrosondenuntersuchungen zur Aufklärung der Volumendehnung

Im Ergebnis umfangreicher Untersuchungen zum Leimsystem $\text{MgO-MgCl}_2\text{-H}_2\text{O}$ (siehe Abschnitt 3.2) und mikrostruktureller Untersuchungen der BU Weimar am beispielhaft ausgewählten Dammbausystem DBM 1 konnte aufgezeigt werden, dass ein sehr enger Zusammenhang zwischen der Sorelphasenbildung sowie der Phasenumwandlung zur thermodynamisch stabilen 3:1:8-Phase und den makroskopischen Erscheinungen und Eigenschaften, wie z. B. der Reaktionstemperatur, der Volumendehnung und der Festigkeit besteht.

Der Hauptanteil an der bleibenden Volumendehnung (Quellung) wird der Umwandlung der 5:1:8- in die 3:1:8-Sorelphase entsprechend folgender Reaktionsgleichung zugeschrieben:



Die Phasenumbildung verläuft unter dem Verbrauch von Porenlösung und der Erhöhung des Feststoffanteils pro Masseinheit im Sorelbeton. Da die 3:1:8-Phase nach [5] mit $1,858 \text{ g/cm}^3$ im Vergleich zur 5:1:8-Phase ($1,885 \text{ g/cm}^3$) eine niedrigere Dichte aufweist, ist die daraus resultierende Volumendehnung zwangsläufig.

Darüber hinaus ist davon auszugehen, dass das eingesetzte Bindemittel MgO nicht vollständig in Sorelphasen umgesetzt wird. Der Anteil an nicht umgesetztem MgO ist quantitativ nur schwer zu erfassen, da die Sorelphasenbildung von der Oberfläche des Periklaskornes ausgeht und nicht umgesetzter Periklas mittels ESEM und gekoppelter EDX nicht oder nicht immer nachweisbar ist. Damit besteht jedoch die Möglichkeit des Ablaufens von Sekundärreaktionen bei Kontakt mit anströmender, MgCl_2 -haltiger Lösung.

Solche Sekundärreaktionen, die zu einer zeitabhängigen Reduzierung der Permeabilität durch sekundäre Nachquellung führen, wurden am Dammbaumörtel DBM 2 durch die IBeWa Freiberg [8,9] festgestellt. Ob die sekundäre Nachquellung allein durch nicht umgesetzten Periklas oder

durch Reste der 5:1:8-Phase verursacht wurde, kann nicht eindeutig beantwortet werden.

Langzeitlich weitere Möglichkeiten einer Volumendehnung und damit zum sekundären Quellen bzw. zur Verringerung der Durchlässigkeit ergeben sich aus Reaktionen mit Zuschlagstoffen in Richtung Magnesiumschiefsilikate (Serpentin oder Talk).

7 Nachweis der geomechanischen Eigenschaften und der Permeabilität präferierter Magnesiabindersysteme

Die nachfolgend in der Tabelle 14 zusammengestellten Ergebnisse zu den wesentlichen geomechanischen Kennwerten der Magnesiabindersysteme DBM 2 und 3 resultieren aus den Untersuchungen des IfG Leipzig an Rückstellproben (abgegossen von der jeweiligen Suspensionsmischung der kleintechnischen Versuche) und der nach Versuchsende und Entfernung der Stahlhülle gewonnenen Bohrkerne [2]:

Probebezeichnung	Elastische Konstanten		Scherfestigkeiten			Ersatzkompaktionsmodul [GPa]
	E-Modul [GPa]	Querdehnzahl [-]	einaxiale Druckfestigkeit [MPa]	Reibungswinkel [-]	Kohäsion [MPa]	
DBM 2 Rückstellproben	20,6	0,21	56,8 (66,9*)	29**	17,5**	1,4 - 1,8
DBM 2 Bohrkerne	21,7	0,17	61,8			
DBM 3 Rückstellproben	12,6	0,22	29,7 (48,1*)	29**	8,9**	< 1
DBM 3 Bohrkerne	17,5	0,27	30,5			

* Messwerte K-UTEC, 28 d-Wert

** Mittelwerte

Tabelle 14: Zusammenfassung der geomechanischen Kennwerte der Sorelbetonproben DBM 2 und 3 aus den kleintechnischen Versuchen

Weitere Kennwerte und die detaillierte Ergebnisdarstellung sind dem IfG-Bericht zu entnehmen.

Die Untersuchungen zu den fluidmechanischen Eigenschaften erfolgten durch die IBeWa in Freiberg. Die Gaspermeabilitätsmessungen wurden bei K-UTEC an den jeweils aus der Stahlhülle entfernten Sorelbetonblöcken DBM 2 und 3 durchgeführt (Abbildung 16). Dazu wurde in jeden Materialblock eine Bohrung mit 70 mm Durchmesser gestoßen und die Permeabilitätsmessungen nach dem instationären Mehrkammerprinzip durchgeführt [10].



Abbildung 16: Gaspermeabilitätsmessungen an den Sorelbetonblöcken DBM 2 und 3

Die Permeabilität mit S30- und NaCl-Lösung wurde unter Laborbedingungen gemessen (siehe Abschnitt 4.3.7).

Folgende Ergebnisse liegen vor (Tabelle 15):

Probebezeichnung	Gaspermeabilität [m ²]	Lösungspereabilität [m ²]
DBM 2	$< 2,5 \cdot 10^{-19}$	$2 \cdot 10^{-18}$ bis $< 1 \cdot 10^{-20}$ *
DBM 3	$< 4,5 \cdot 10^{-18}$	$9,0 \cdot 10^{-19}$

* zeitabhängige Reduzierung der Permeabilität durch Sekundärreaktionen

Tabelle 15: Zusammenfassung der Gas- und Lösungspereabilitäten für DBM 2 und 3

Die Untersuchungen zur Gaspermeabilität der Sorelbetonblöcke aus den kleintechnischen Versuchen deuten für DBM 3 auf eine geringere Dichtigkeit im Vergleich zu DBM 2 hin.

Insgesamt wurde mit den erzielten Kennwerten die Zielstellung - einen Dammbaustoff mit einer Steifigkeit in der Größenordnung $K_{\text{Ersatz}} = 1$ bis 2 GPa und einer geringen Permeabilität zu entwickeln - mit der Rezeptur DBM 2 voll erreicht.

Die gegenüber den Rückstellproben etwas geringeren Steifigkeiten der Bohrkernproben sind vermutlich auf das Nassbohren mit S30-Lösung zurückzuführen.

8 Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Die Weiterentwicklung von Magnesiabindern von der Strömungsbarriere hin zu einem Verschlusselement im Salinar erfolgte im Rahmen eines Verbundprojektes mit den beteiligten Partnern

- Bauhaus-Universität Weimar, Projektleiter Herr Univ. Prof.-Dr.-Ing. habil. Schanz
- Institut für Gebirgsmechanik GmbH, Leipzig, Projektleiter Frau Dipl.-Ing. Weise

Die Arbeitsteilung erfolgte auf der Basis von Meilensteinen, für die jeder Partner eigenverantwortlich zeichnete.

Durch K-UTEC wurden im Rahmen des Hauptprojektes folgende Schwerpunkte bearbeitet:

- Weiterentwicklung des lastabtragenden Systems (Meilenstein 1)
- Untersuchungen zur Beeinflussung des Quellverhaltens und der Möglichkeit der Reduzierung der Abbindetemperatur (Meilenstein 2)
- Erprobung optimierter Systeme in einer kleintechnischen Versuchseinrichtung (Meilenstein 6)

Parallel zur Aufnahme der Baustoffuntersuchungen wurden beim IfG Leipzig die Untersuchungen zur Ableitung wesentlicher geomechanischer Bemessungsparameter für ein Dichtelement im Salinar auf der Grundlage numerischer Modellrechnungen unter Berücksichtigung der Standortfrage und der zur Verfügung stehenden Parameter des Magnesiabindersystems begonnen. Im Ergebnis dieser Modellrechnungen wurde folgende Zielstellung für die Entwicklung des Dammbaumaterials formuliert:

- steifes Material mit Ersatzkompaktionsmoduln im Bereich von 1 bis 2 GPa
- besondere Anforderungen an die Festigkeit und das deviatorische Kriechverhalten des MgO-Bindersystems, die über die bekannten Kennwerte hinausgehen, sind nicht zu stellen

Auf der Grundlage der Rezeptur 29.6 A2 für die Strömungsbarriere Asse wurde ein wesentlich steiferes Magnesiabindersystem entwickelt und ausgetestet. Für dieses Dammbausystem, als Standardrezeptur DBM 1 ausgewiesen, wurde ein Ersatzkompaktionsmodul von 1,3 GPa ermittelt, das im gewünschten Zielfeld lag. Diese Standardrezeptur wurde als Grundlage für die methodische Entwicklung durch die Verbundpartner genutzt.

Da aufgrund der Maßstabsübertragung (Laborwerte → großtechnisches Bauwerk) mit geringeren Steifigkeiten gerechnet werden muss, erfolgte ein weiterer Rezepturausbau. Insgesamt wurden 4 Rezepturen entwickelt, die folgenden Grundaufbau aufweisen:

- DBM 1: Standardrezeptur (Hauptbestandteile Quarzsand, Anhydritmehl)
- DBM 2: modifizierte Standardrezeptur unter Zusatz von Microsilica mit hoher Steifigkeit
- DBM 3: Steinsalzdominierte Rezeptur mit hoher Steifigkeit
- DBM 4: Quarzmehldominierte Rezeptur mit hohem Quellvermögen und geringer Permeabilität

Bei der Rezepturentwicklung wurde ein besonderer Schwerpunkt darauf gelegt, neben den mechanischen und hydraulischen Zielen eine entsprechende Gebrauchsfähigkeit (Topfzeit, Verpumpbarkeit und Fließfähigkeit) bei anzustrebender niedriger Porosität zu gewährleisten.

Im Rahmen der Rezepturentwicklung und später beim Aufbau der kleintechnischen Versuchsanlage wurden die Forschungsergebnisse der Verbundpartner (Sorelphasenbildung und Quellverhalten, Porosität und Steifigkeit) eingepflegt.

Im Ergebnis der Untersuchungen und unter Abwägung der Vor- und Nachteile einschließlich genehmigungsrechtlicher Vorbehalte wurden die Rezepturen DBM 2 und 3 präferiert und einer vertiefenden Bewertung unterzogen. Die umfangreichen Untersuchungsergebnisse wurden im vorliegenden Schlussbericht und in den Berichten der Partner dokumentiert.

Der Schwerpunkt der Zusammenfassung wird auf die Rezepturen DBM 2 und 3 und insbesondere auf die Ergebnisse der kleintechnischen Versuche gelegt, die die Grundlage für weitere Anwendungen bilden. Die beiden Baustoffe weisen folgende qualitative Zusammensetzung auf (Tabelle 16):

Einsatzstoff	Rezeptur DBM 2	Rezeptur DBM 3
Bindemittel	MgO	MgO
Zuschlagstoffe	Quarzsand Anhydritmehl	Steinsalz Anhydritmehl
Zusatzstoffe	Microsilica Fließmittel	- Fließmittel
Anmischflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung (410 - 430 g MgCl ₂ /l)	MgCl ₂ -Lösung (370 - 390 g MgCl ₂ /l)

Tabelle 16: Qualitative Zusammensetzung der Rezepturen DBM 2 und 3

Beide Baustoffsysteme sind auf eine Verarbeitungszeit von 2 Stunden ausgelegt. Die Magnesiabindersuspensionen neigen zur Thixotropie, sie sind verpumpbar mit Druckverlusten von 7 - 11 bar/100 m im laminaren Bereich (Fließgeschwindigkeiten 0,4 - 1 m/s).

Die Fließmaße (Fließrinnenmaß) liegen annähernd im Bereich 500 mm ± 20 mm. Die Mörtel sind als nahezu selbstnivellierend mit Fließwinkeln von maximal 3° nach dem Anmischen zu betrachten.

Die anwendungsbestimmenden Kennwerte wurden an Rückstellproben im Rahmen der kleintechnischen Versuche und an Bohrkernen des Baukörpers (\varnothing 1,0 m, Länge 2,0 m) gewonnen. Diese Kennwerte liegen unter den labortechnisch gewonnenen Ergebnissen. Sie sind als konservativ einzustufen, da wie sich nachträglich gezeigt hat, mit der vorhandenen Mischtechnik der Materialaufschluss im kleintechnischen Versuch hinter den Laborwerten zurückblieb.

Die kleintechnischen Untersuchungen wurden nach einer Standzeit von 188 Tagen für DBM 2 und 218 Tagen für DBM 3 und dem Gesichtspunkt eines sich annähernd konstant einstellenden Quelldruckes beendet.

Folgende Versuchsergebnisse wurden erreicht:

- 10 - 12 Stunden nach dem Einbringen der Magnesiabindersuspensionen (in einem Schritt) erfolgte die bekannte exotherme Abbindereaktion unter den besonderen Einbaubedingungen (60 °C-Begleitheizung) mit Maximaltemperaturen von 107 °C (DBM 2) bzw. 100 °C (DBM 3). Der reale Temperaturanstieg (ohne Begleitheizung) würde 45 - 50 K betragen. Die Temperaturunterschiede zwischen DBM 2 und 3 sind auf den höheren MgCl_2 -Lösungsanteil bei Rezeptur DBM 3 zurückzuführen. Eine Verringerung der Maximaltemperatur lässt sich bei diesen hohen Anforderungen an die Steifigkeit des Baustoffs nur durch technische Maßnahmen, wie lagenweiser Einbau und Kühlung der eingesetzten MgCl_2 -Lösung erreichen.
- Der Abbindeprozess führte in der Versuchseinrichtung (quasi triaxiale Verspannung) zu einem Druckanstieg, der in der ersten Phase überwiegend der Thermospannung zuzuordnen ist und im weiteren Versuchsabschnitt (nach Abschalten der Begleitheizung) durch Quellprozesse gesteuert wird. Der Quelldruck pegelt sich am Versuchsende auf einen konstanten Endbereich von etwa 5 - 23 bar ein.
Die Druckspannungen in radialer Richtung sind größer als in horizontaler Richtung.
Die Druckverläufe sind in beiden untersuchten Dammbausystemen unterschiedlich. Eine plausible Erklärung liegt z. Z. nicht vor (möglicherweise ist der größere Fluidanteil ausschlaggebend).
- Die im Technikumsmaßstab gemessenen Quelldrücke stimmen in Größenordnung mit den Laborwerten der BU Weimar überein.
- Als wesentliche Ursache für die Quellung wurde die Umwandlung der Sorelphase $5:1:8$ ($5 \text{ Mg(OH)}_2 * \text{MgCl}_2 * 8 \text{ H}_2\text{O}$) in die $3:1:8$ -Phase ($3 \text{ Mg(OH)}_2 * \text{MgCl}_2 * 8 \text{ H}_2\text{O}$) durch ESEM und XRD-Untersuchungen nachgewiesen.
- Da Verschlussbauwerke zwischen Widerlagern (triaxiale Einspannung) eingebaut werden und die Wärmeableitung aus dem Bauwerk sich über längere Zeiträume (Monate) erstreckt,

führen selbst hohe Temperaturen vermutlich nicht zu Ausbildung von Rissen /Mikrorissen, da der Quelldruck dem entgegenwirkt (Überdrückung).

In Auswertung der Rückstellproben und der Bohrkern aus den kleintechnischen Versuchen wurden folgende wichtige mechanische Kennwerte ermittelt (Tabelle 17).

Probebezeichnung	Elastische Konstanten		Scherfestigkeiten			Ersatzkompaktionsmodul [GPa]
	E-Modul [GPa]	Querdehnzahl [-]	einaxiale Druckfestigkeit [MPa]	Reibungswinkel [-]	Kohäsion [MPa]	
DBM 2 Rückstellproben	20,6	0,21	56,8 (66,9*)	29**	17,5**	1,4 - 1,8
DBM 2 Bohrkern	21,7	0,17	61,8			
DBM 3 Rückstellproben	12,6	0,22	29,7 (48,1*)	29**	8,9**	< 1
DBM 3 Bohrkern	17,5	0,27	30,5			

* Messwerte K-UTEK, 28 d Wert

** Mittelwerte

Tabelle 17: Geomechanische Kennwerte der kleintechnischen Versuche

Weitere abgeleitete Kennwerte aus Laborversuchen für die Modellrechnungen (Scher- und Zugfestigkeit im Kontaktbereich Dammbaumörtel - Salinar, Porosität, Laugensättigung u. a.) sind im Teilbericht des IfG Leipzig dargestellt.

Die Untersuchungen zu den fluidmechanischen Eigenschaften durch die IBeWa Freiberg führten zu folgenden Ergebnissen (Tabelle 18):

Probebezeichnung	Gaspermeabilität [m ²]	Lösungspermeabilität [m ²]
DBM 2	< 2,5 * 10 ⁻¹⁹	2 * 10 ⁻¹⁸ bis < 1 * 10 ^{-20*}
DBM 3	< 4,5 * 10 ⁻¹⁸	9,0 * 10 ⁻¹⁹

* zeitabhängige Reduzierung der Permeabilität durch Sekundärreaktionen

Tabelle 18: Fluidmechanische Eigenschaften

Die eigenen Untersuchungen zur Lösungsdruckbeaufschlagung der kleintechnischen Versuchseinrichtungen ergaben für den Sorelbeton DBM 2 eine abgeschätzte Lösungspermeabilität von etwa 10⁻²⁰ m², für DBM 3 konnte aufgrund technischer Probleme keine befriedigende Aussage

erzielt werden. Es wurde jedoch nachgewiesen, dass bei beiden Dammbausystemen kein Fluid in die Kontaktzone Baustoff - Stahlummantelung eingedrungen ist.

Rein visuell wurden an den Sorelblocken keine Rissbildungen wahrgenommen. Erst bei längerer Freiluftlagerung und Feuchteinfluss traten Entspannungsrisse auf.

Zusammenfassend wird eingeschätzt, dass die geomechanische Zielstellung, einen Baustoff mit hoher Steifigkeit im Bereich $K_{\text{Ersatz}} = 1$ bis 2 GPa und guten Verbundeigenschaften zum Salinar zu entwickeln, mit der Rezeptur DBM 2 erreicht wurde. Darüber hinaus weist dieser Baustoff geringe Lösungspermeabilitäten von $< 10^{-19} \text{ m}^2$ auf.

Im Rahmen des Forschungsverbundes wurden neue Erkenntnisse zu den Abbindemechanismen und zur Quellung der Magnesiabindersysteme gefunden, die weiterentwickelt werden sollten und zu einem besseren Verständnis dieser Spezialbaustoffe führen.

Mit der Durchführung und Auswertung der kleintechnischen Versuche und der Schaffung einer Datenbasis für weitergehende Modellrechnungen wurde der Grundstein für ein anwendungsfähiges Verschlusselement im Salinar gelegt.

Quellenverzeichnis

- [1] Bauhaus-Universität Weimar: Teilprojekt: Experimentelle Untersuchungen zur Struktur, dem Abbindeverhalten, der Kompressibilität und den volumetrischen Eigenschaften. FKZ 02C1224. Weimar, 12.02.2008
- [2] Institut für Gebirgsmechanik GmbH Leipzig: Teilprojekt: Untersuchung der mechanischen Anforderungen und Eigenschaften eines Dichtelements auf der Basis eines Magnesiabindersystems. FZK 02C1234. Leipzig, 20.02.2008
- [3] Deng, D.; Zhang, C.: The formation mechanism of the hydrate phases in magnesium oxychloride cement. Cement and Concrete Research 29 (1999), S. 1365 - 1371
- [4] Deng, D.; Zhang, C.: The effect of aluminate minerals on the phases in magnesium oxychloride cement. Cement and Concrete Research 26 Nr. 8 (1996), S. 1203 - 1211
- [5] Müller, A: Gutachten zur langfristigen chemischen Stabilität der Mineralphasen auf Basis $MgCl_2$ -Lösung und Dolomit-Kalk-Bindemittel. Weimar, 07.04.1997
- [6] Voigt, W., TU Bergakademie Freiberg: Nachweisführung der chemischen und geochemischen Langzeitbeständigkeit für ein Abdichtungsbauwerk im Hauptanhydrit aus Magnesiabinder. Freiberg, 12.02.2008
- [7] Kecke, H. J., Institut für Rohrleitungs- und Apparatechnik GmbH: Ergebnisbericht zur rheologischen Charakterisierung von 3 übergebenen Mischungen. Magdeburg, 19.02.2007
- [8] Wilsnack, T., IBeWa-Ingenieurpartnerschaft: Vorläufiger Laborbericht der Proben P170-1 und P170-2. Freiberg, 12.09.2007
- [9] Wilsnack, T., IBeWa-Ingenieurpartnerschaft: Vorläufiger Ergebnisbericht der Proben P170-1 bis P170-5. Freiberg, 27.02.2008
- [10] Wilsnack, T., IBeWa-Ingenieurpartnerschaft: In situ Gaspermeabilitätsuntersuchungen in Großblöcken aus Magnesiabinder. Freiberg, September 2007

Anhangverzeichnis

Anhang 1: Zusammenfassung der Laborergebnisse

Anlage 1.1: Baustoffliche Charakterisierung der Magnesiabindersysteme DBM 1 - 4

Anhang 2: Untersuchung des Kompressionsverhaltens der Magnesiabindersysteme

Anlage 2.1: Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung bis 20 MPa, DBM 1

Anlage 2.2: Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung bis 20 MPa, DBM 2

Anlage 2.3: Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung bis 20 MPa, DBM 3

Anlage 2.4: Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung bis 20 MPa, DBM 4

Anhang 3: Untersuchungsergebnisse der kleintechnischen Versuche mit den Magnesiabindersystemen DBM 2 und 3

Anlage 3.1: Ausführungszeichnung kleintechnische Versuchseinrichtung (2 m³-Maßstab)

Anlage 3.2: Temperaturverlauf (PT 100) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.3: Temperaturverlauf (Sensoren BU Weimar) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.4: Temperaturverlauf (PT 100) DBM 3, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.5: Druckerhöhung (gemessen) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.6: Dehnungsverlauf (gemessen) der Stahldehnungsgeber DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.7: Dehnungsverlauf (aus Druckmessung berechnet) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.8: Quelldruckverlauf (aus Dehnung berechnet) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.9: Druckerhöhung (gemessen) DBM 3, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.10: Dehnungsverlauf (gemessen) der Stahldehnungsgeber DBM 3, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.11: Verlauf der relativen Feuchte (Sensoren BU Weimar) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.12: Saugspannungsverlauf (Sensoren BU Weimar) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anlage 3.13: Luftfeuchtigkeits- und Temperaturverlauf (Stabsensor HMT 331) DBM 2, kleintechnischer Versuch

Anhang 4: Erfolgskontrollbericht

Anhang:

Anhang 1

Zusammenfassung der Laborergebnisse

Baustoffliche Charakterisierung der Magnesiabindersysteme DBM 1 - 4 Zusammenstellung der Messergebnisse der Laborversuche

Parameter	Dimension	Prüfverfahren	DBM 1	DBM 2	DBM 3	DBM 4
Verarbeitungseigenschaften/ Abbindeverhalten						
garantierte Verpumpbarkeit	h	intern	1 - 2	ca. 3	ca. 3	ca. 2
Thixotropie beim Anmischen		intern	gering	gering	gering	gering
Sedimentationsstabilität		intern	ja	ja	ja	ja
Suspensionsdichte	g/cm ³	intern	2,24 ± 0,05	2,24 ± 0,02	2,07 ± 0,02	2,05 ± 0,01
pH-Wert		DIN 38404-5	6,8 ± 0,1	6,4 ± 0,2	6,7 ± 0,3	6,8 ± 0,2
Fließmaß nach dem Anmischen	mm	DBV-Merkblatt*	380 ± 15	545 ± 30	480 ± 25	630 ± 35
Fließmaß nach 2 h	mm	DBV-Merkblatt*	425 ± 20	520 ± 30	485 ± 10	395 ± 10
Fließmaß nach 3 h	mm	DBV-Merkblatt*	380 ± 25	405 ± 15	415 ± 10	300 ± 20
Erstarrungsbeginn	h	DIN EN 196-3	8,4 ± 0,3	11,2 ± 0,3	7,8 ± 0,8	8,8 ± 0,1
Erstarrungsende	h	DIN EN 196-3	9,9 ± 0,6	13,1 ± 0,6	8,8 ± 0,8	8,9 ± 0,4
max. Reaktionstemperatur**	°C	DIN 38404-4	44 ± 4	45 ± 3	43 ± 2	52 ± 3
Quellung	%	Messverfahren	2,5 ± 0,7	2,1 ± 0,3	2,8 ± 0,6	5,8 ± 0,8
Festkörpereigenschaften						
7-d Biegezugfestigkeit	MPa	DIN EN 196-1	11,3 ± 0,3	12,3 ± 1,7	10,4 ± 1,0	8,9 ± 1,1
14-d Biegezugfestigkeit	MPa	DIN EN 196-1	n.b.***	13,9 ± 0,6	10,4 ± 0,8	9,0 ± 0,3
28-d Biegezugfestigkeit	MPa	DIN EN 196-1	10,4 ± 0,7	16,7 ± 0,1	10,2 ± 2,1	9,6 ± 0,5
7-d Druckfestigkeit	MPa	DIN EN 196-1	64,8 ± 3,0	63,2 ± 5,1	55,4 ± 2,0	45,0 ± 1,9
14-d DF-Festigkeit	MPa	DIN EN 196-1	n.b.***	78,3 ± 4,4	60,1 ± 2,7	56,3 ± 4,0
28-d Druckfestigkeit	MPa	DIN EN 196-1	73,6 ± 3,3	89,2 ± 5,0	62,2 ± 4,5	62,7 ± 2,3
7-d Druckfestigkeit	MPa	DIN 1048-5	51,6 ± 6,1	50,9 ± 11,3	44,1 ± 6,2	34,2 ± 0,8
28-d Druckfestigkeit	MPa	DIN 1048-5	n.b.***	52,4 ± 12,4	48,6 ± 3,9	n.b.***
90-d Druckfestigkeit	MPa	DIN 1048-5	n.b.***	63,0 ± 7,5	58,4 ± 0,4	n.b.***
Kompaktion bei 20 MPa	%	intern	1,6	1,5	0,5	2,1
k _f -Wert Durchströmung MgCl ₂ -Lösung	m/s	DIN 18130-1	n.b.***	1,0E-10	9,5E-11	1,0E-11

*DBV-Merkblatt für die Anwendung von werkgemischtem Vergussmörtel

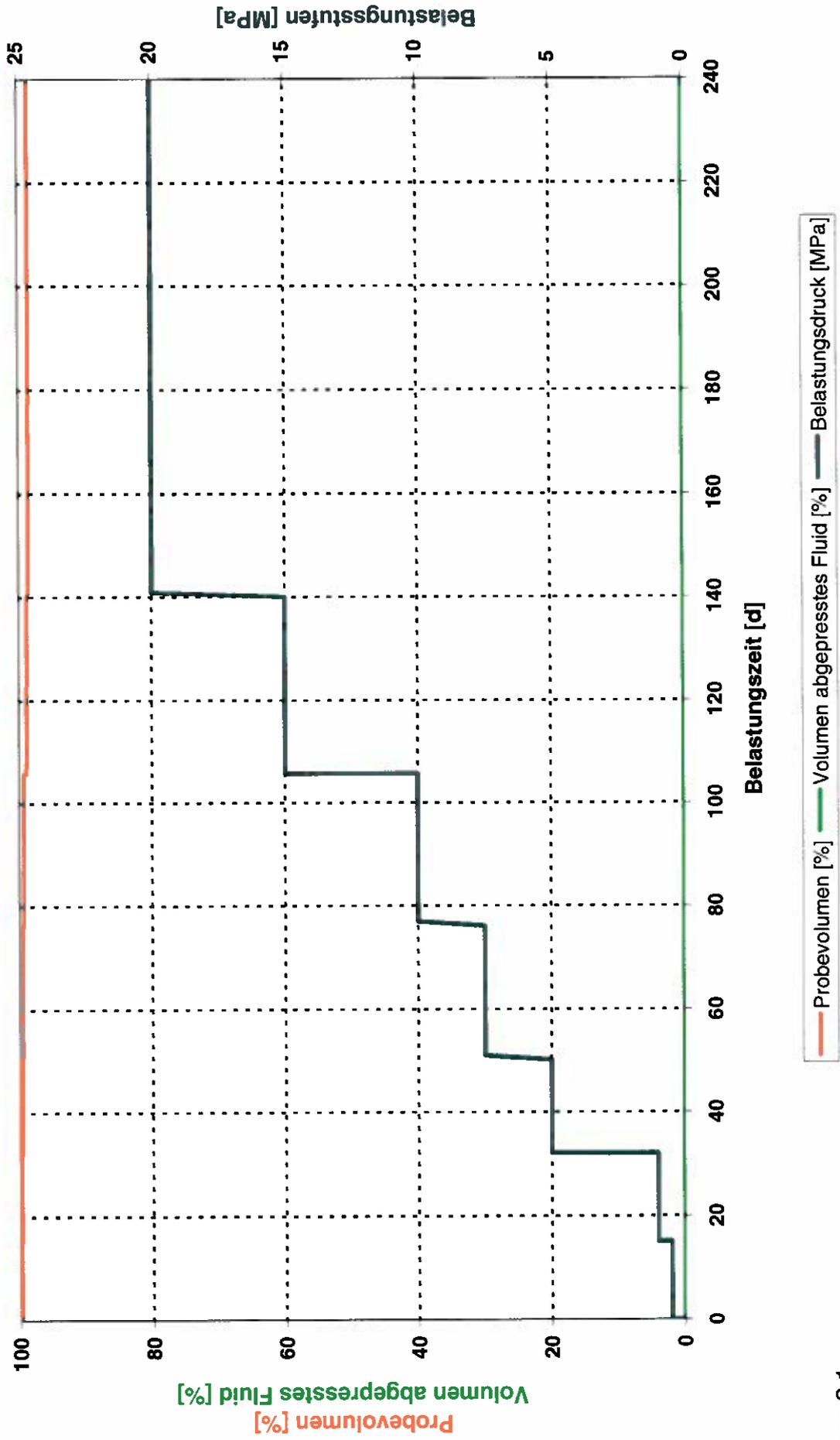
** bei Untersuchung von 500 g Suspension

*** nicht bestimmt

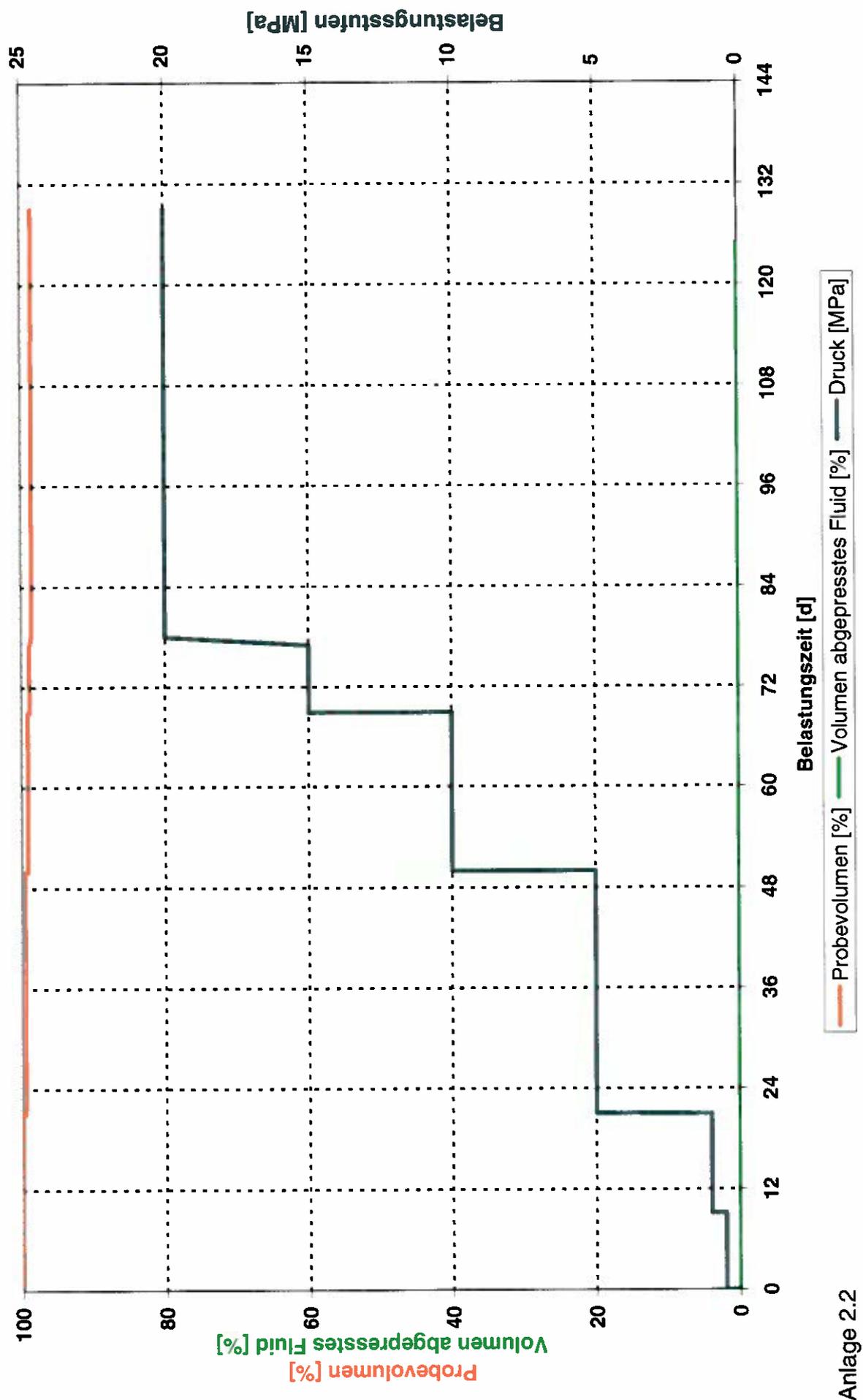
Anhang 2

Untersuchung des Kompressionsverhaltens der Magnesiabindersysteme

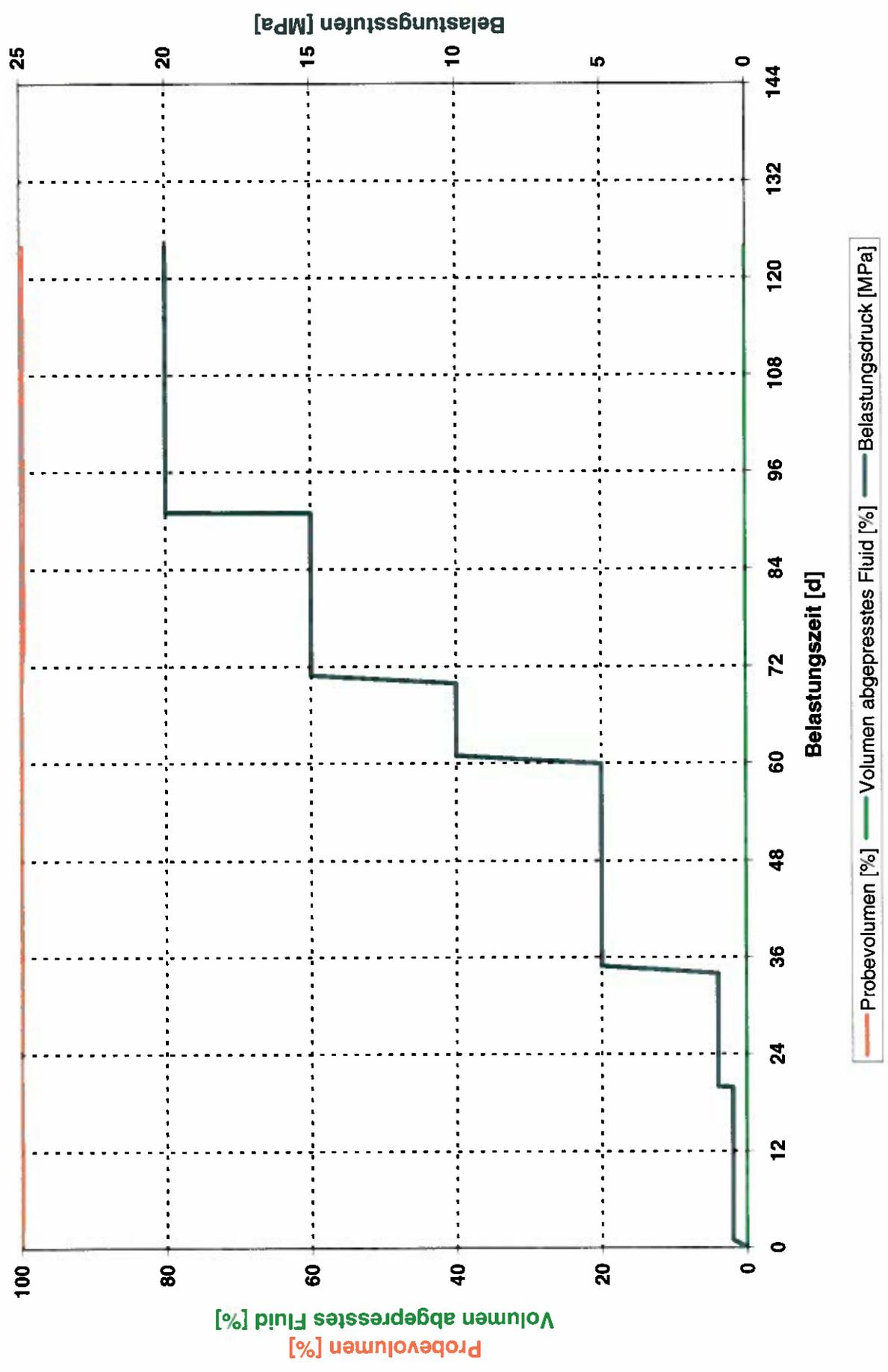
Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung, Sorelbeton DBM 1



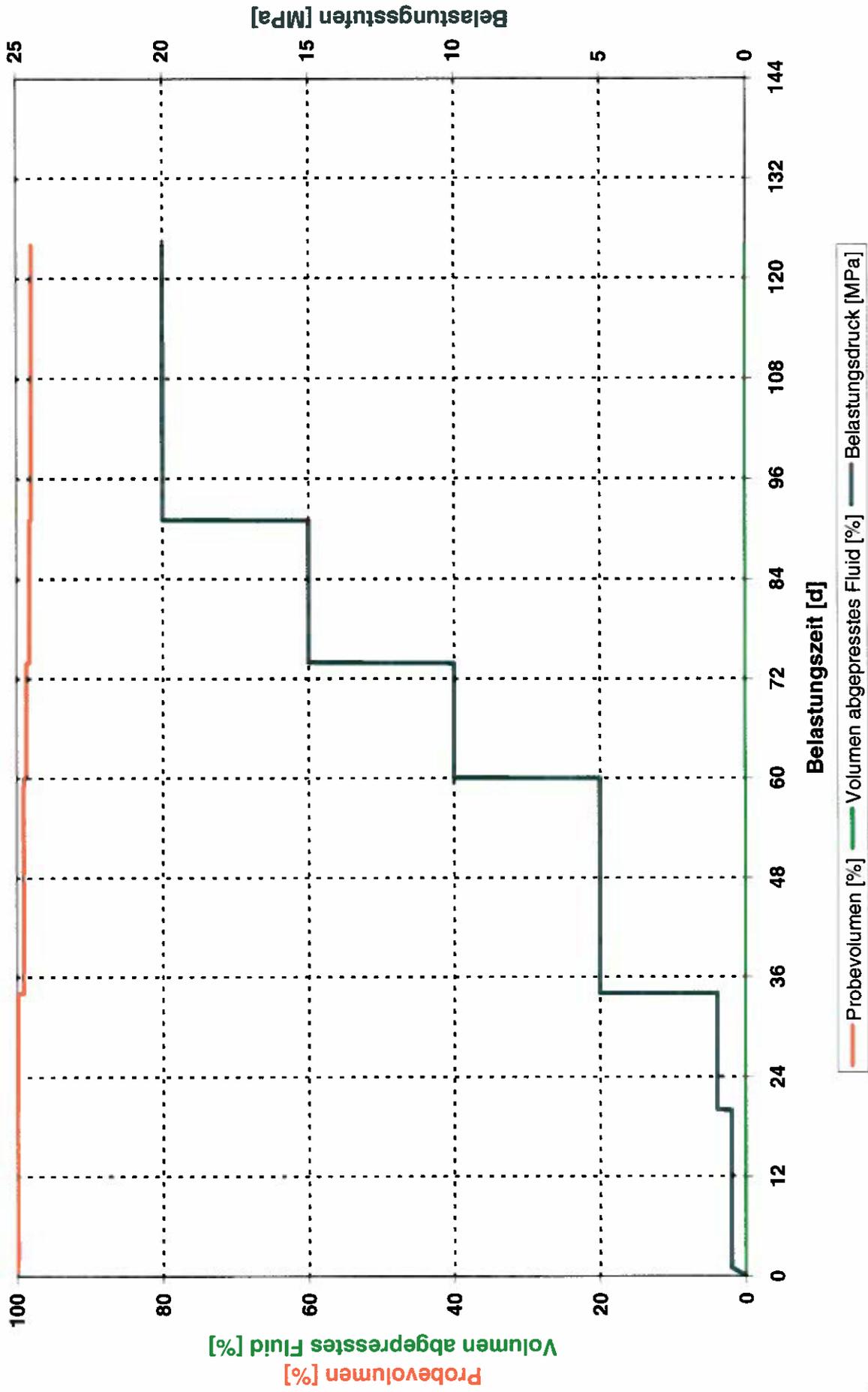
Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung, Sorelbeton DBM 2



Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung, Sorelbeton DBM 3



Veränderung des Probevolumens und Fluidabpressung bei einaxialer Druckbelastung, Sorelbeton DBM 4

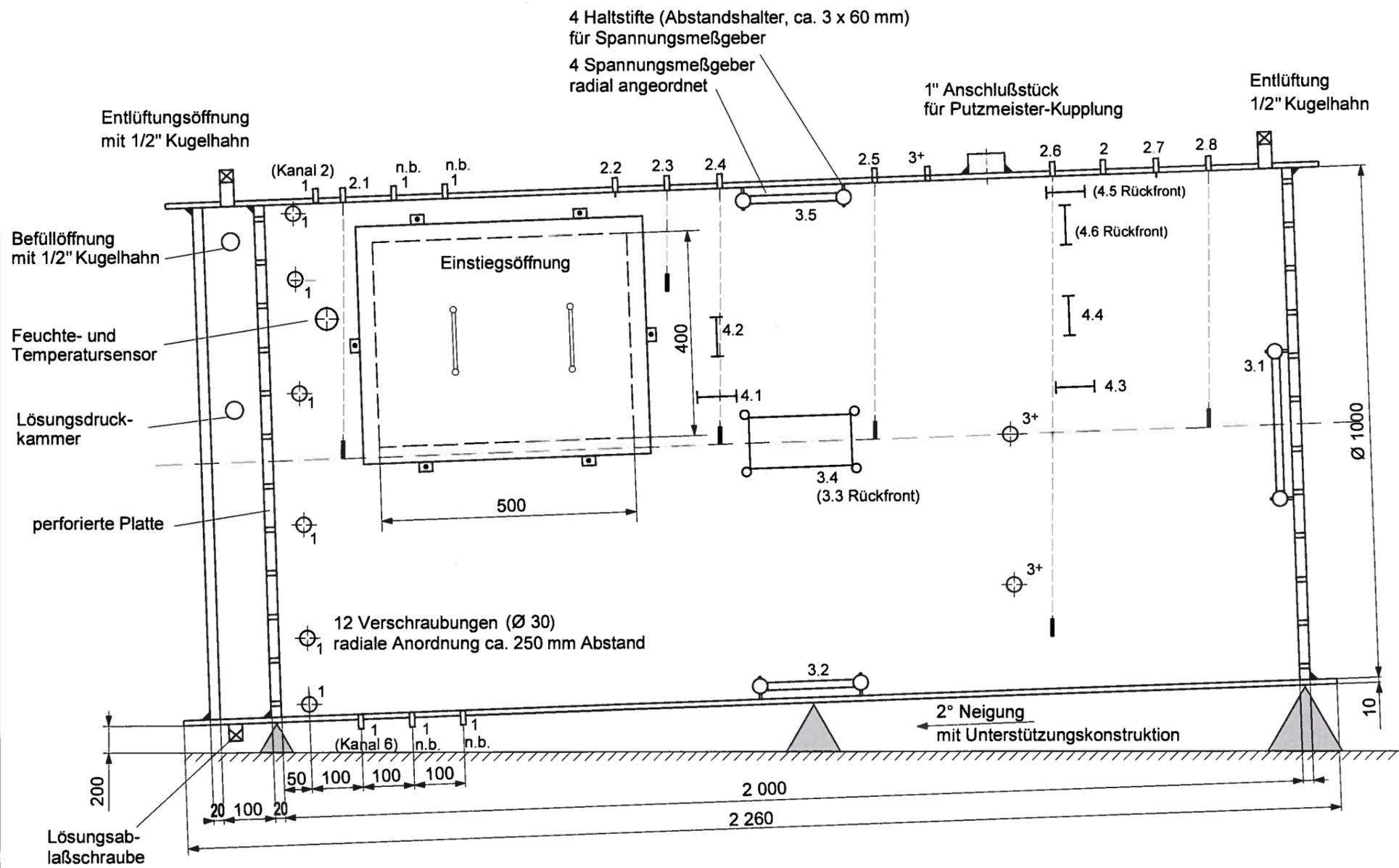


Anhang 3

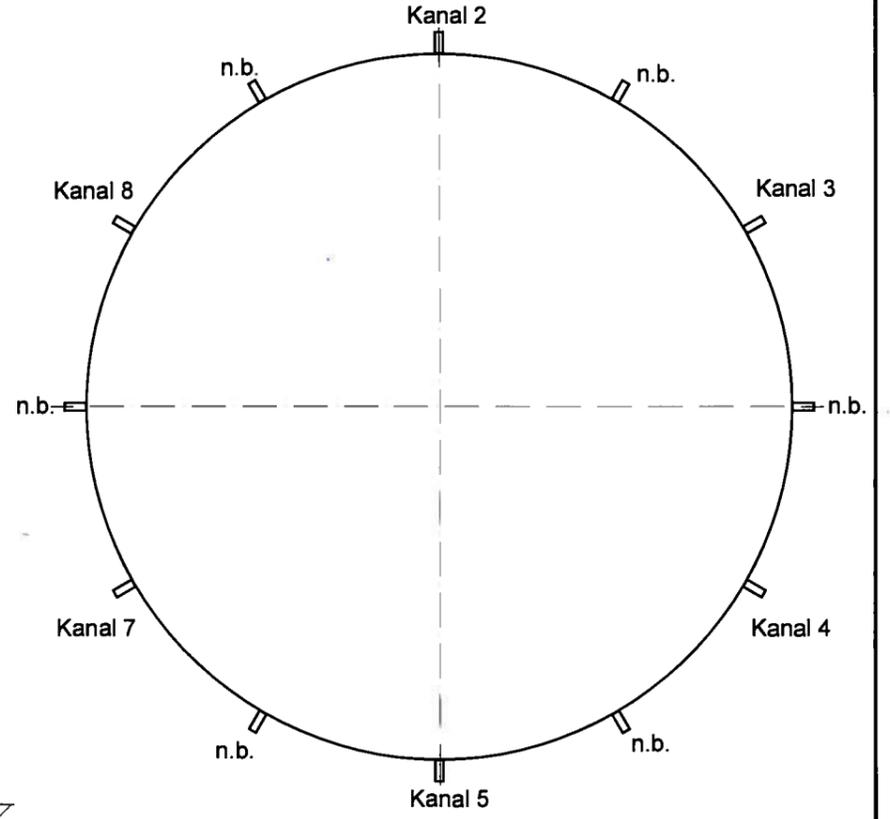
Untersuchungsergebnisse der kleintechnischen

Versuche mit den Magnesiabindersystemen DBM 2 und 3

Eintauchtiefe Temperaturmessfühler	
2.1	50 cm
2.2	5 cm
2.3	20 cm
2.4	50 cm
2.5	50 cm
2.6	90 cm
2.7	5 cm
2.8	50 cm



Positionierung der Feuchtesensoren (Pos. 1)



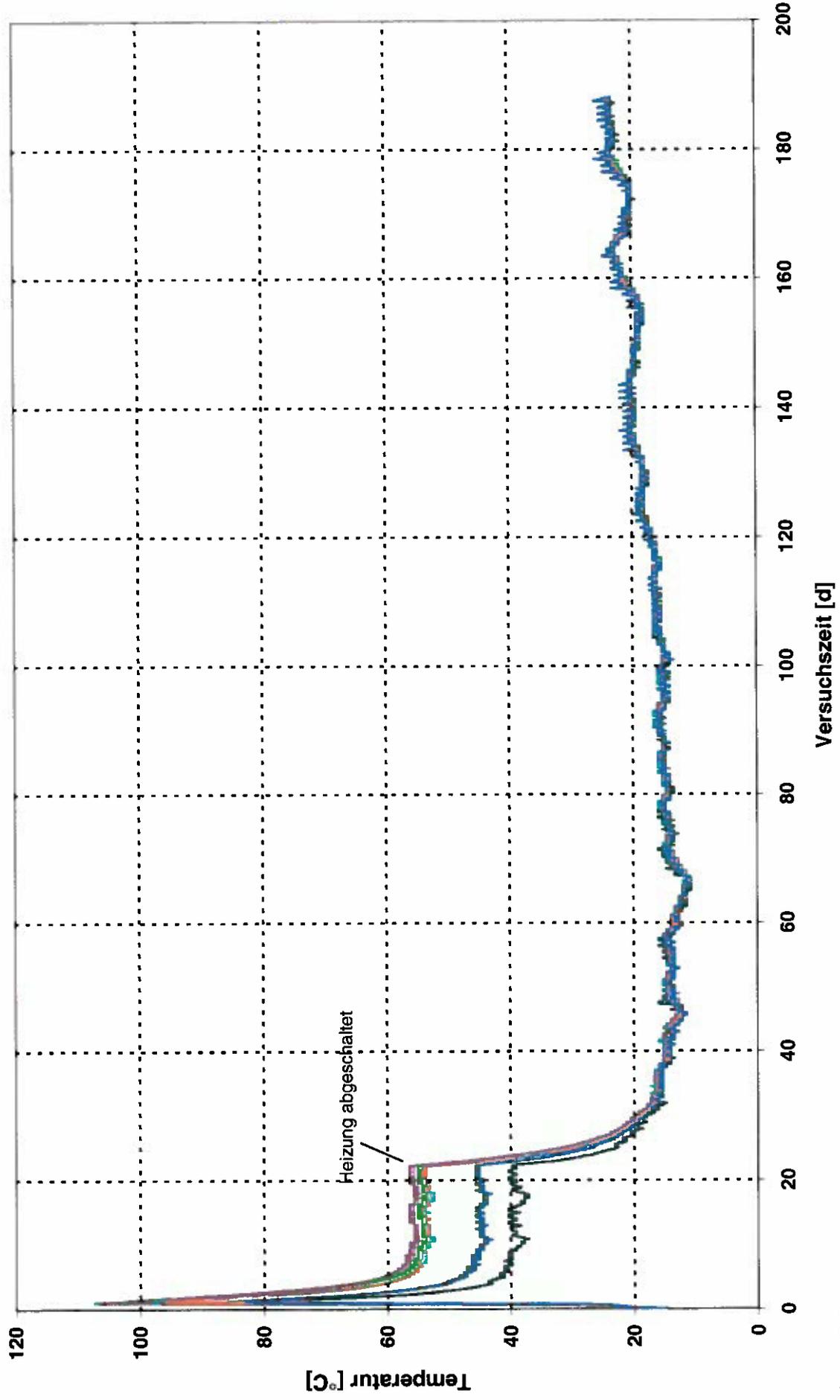
- 1 Feuchtesensoren
- 2 Temperaturmessfühler (Kabel Ø 10 mm)
- 3 Spannungsmeßgeber (100 x 200 mm mit 4 angeschweißten Ösen)
- 3+ Kabeldurchführung für Spannungsmeßgeber (Kabel Ø 10 mm)
- 4 Stahldehnungsgeber (horizontale und vertikale Anordnung)

n.b. - nicht belegt
[Maßangaben in mm]

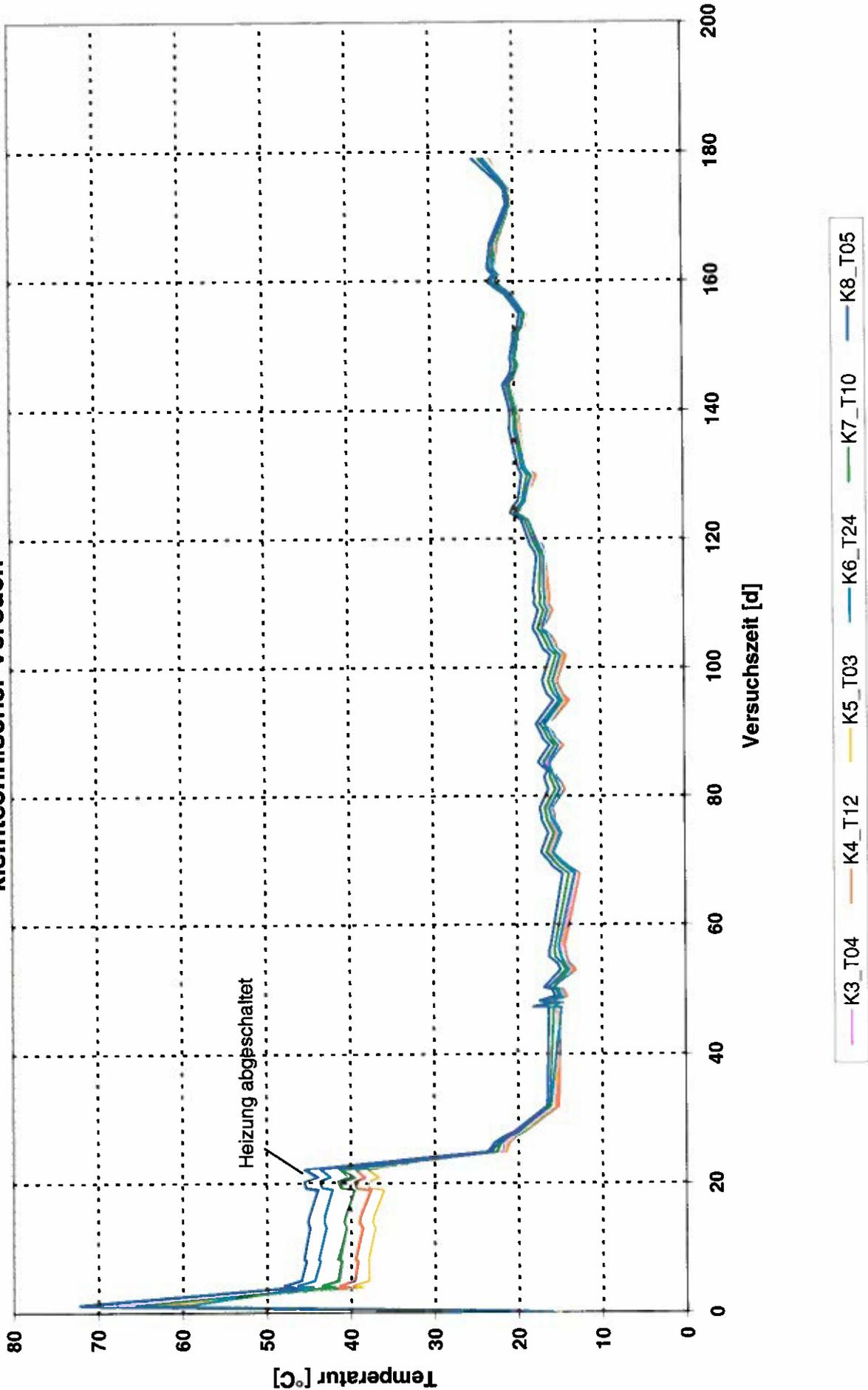
Anlage 3.1

Projekt	FuE 02C1214	
	Auftraggeber	Auftragnehmer
	BMBF	K-UTEC SONDERSHAUSEN
	Maßstab	Datum
	ca. 1 : 10	10.05.2007
	Bearbeiter	Datenset
	W. Krauke	FUE02C1214\Konstruktion
Anlagenbezeichnung	Kleintechnische Versuchseinrichtung (2 m³-Maßstab)	

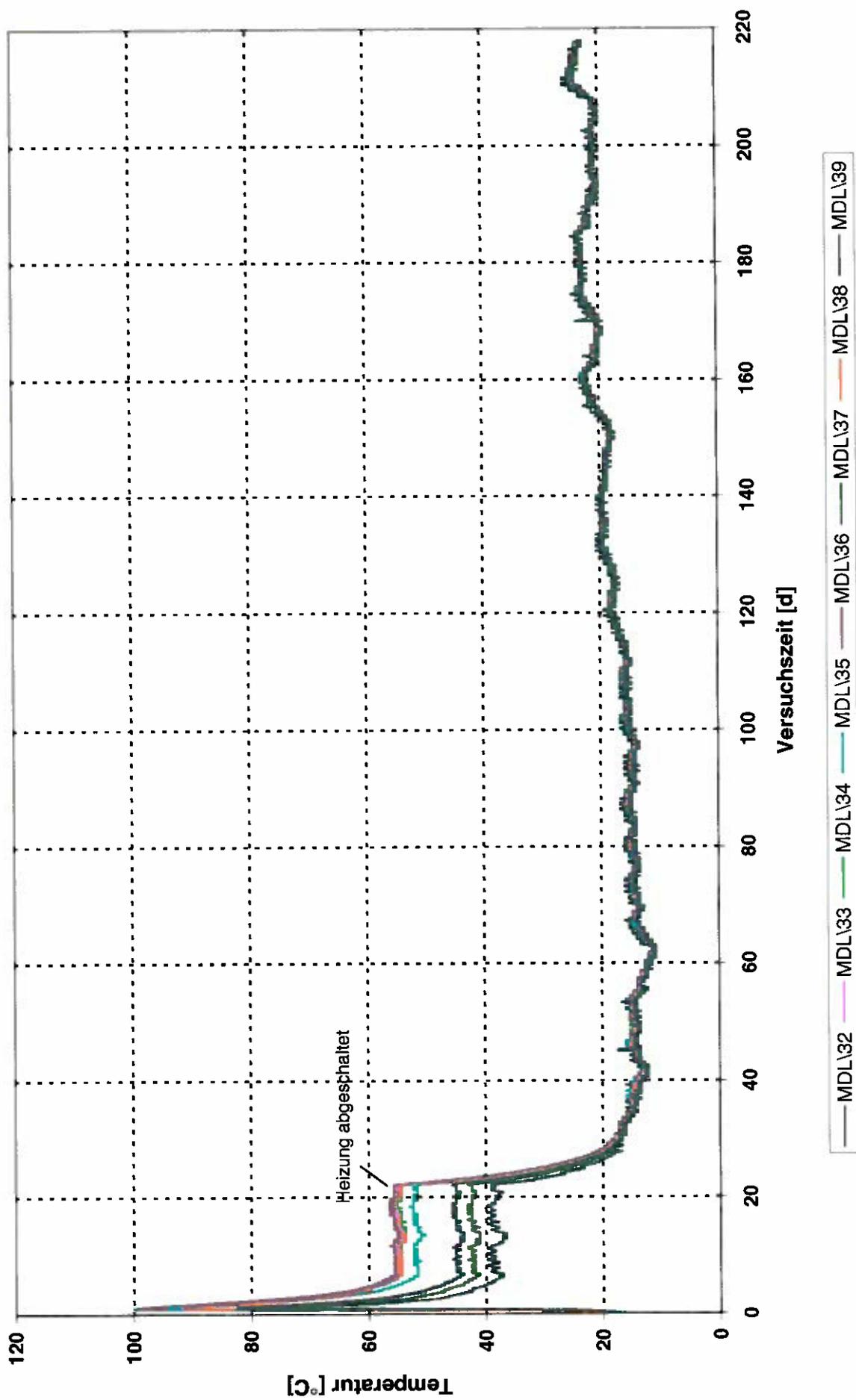
Temperaturverlauf (PT 100) DBM 2, kleintechnischer Versuch



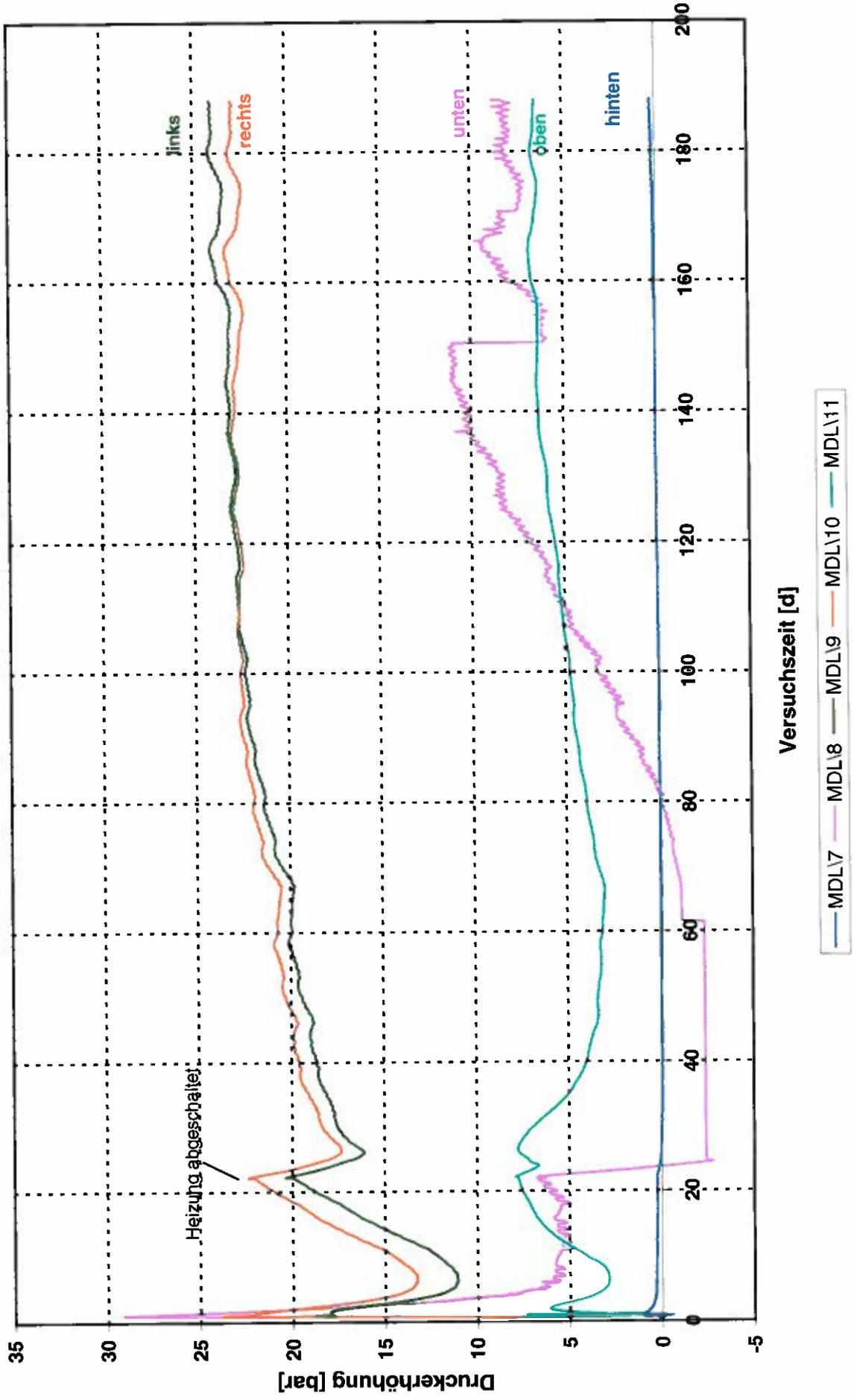
Temperaturverlauf (Sensoren BU Weimar) DBM 2, kleintechnischer Versuch



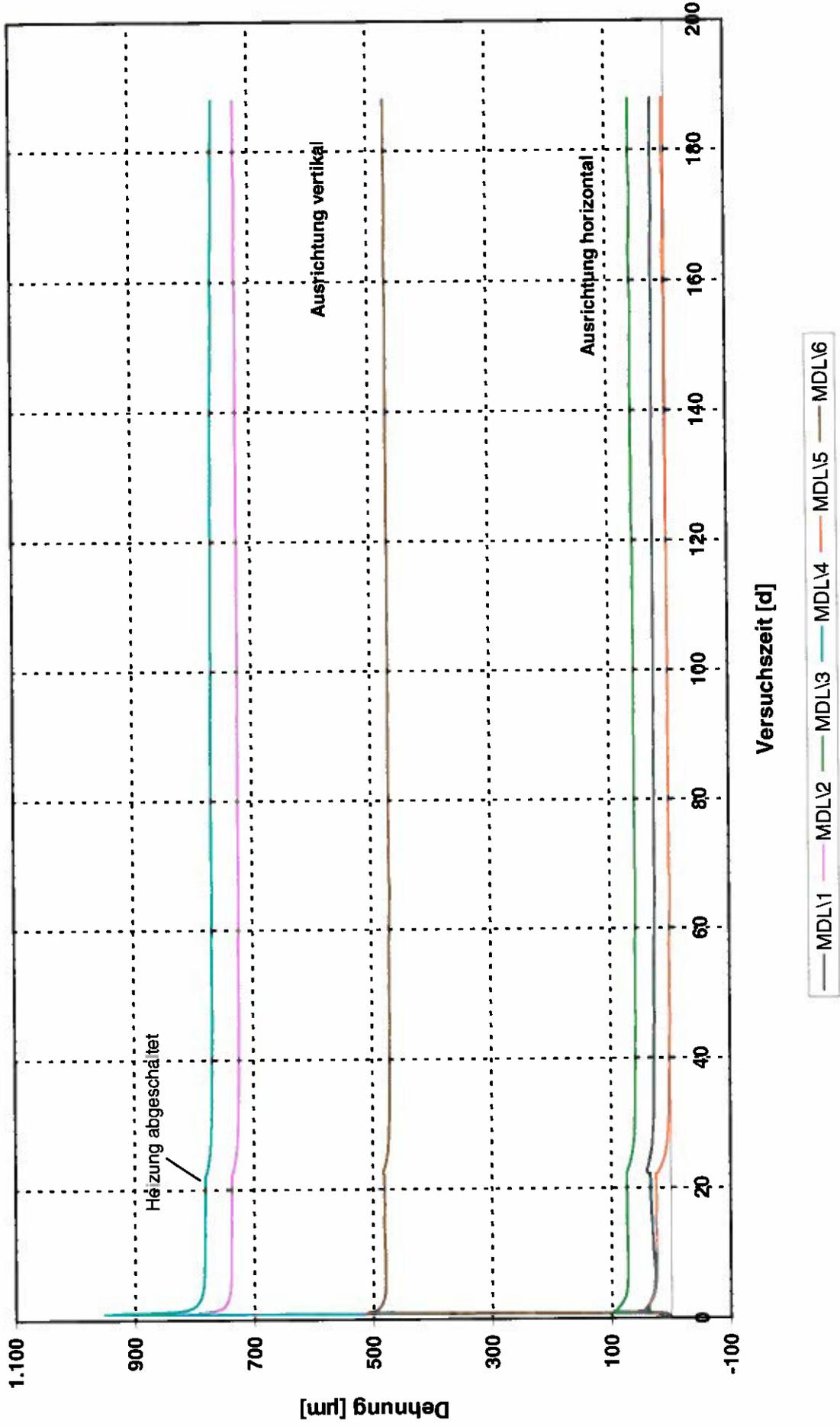
Temperaturverlauf (PT 100) DBM 3, kleintechnischer Versuch



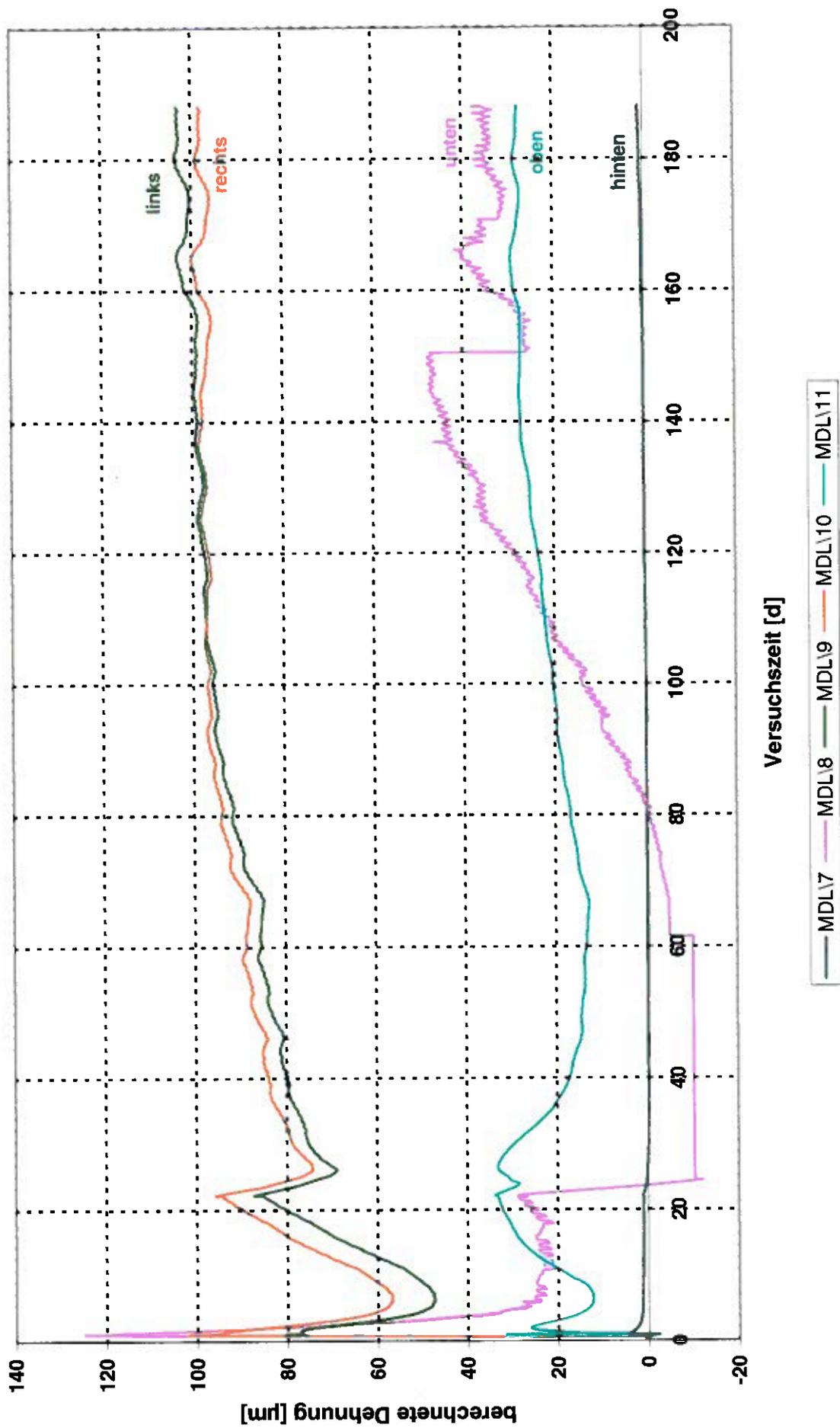
Druckerhöhung (gemessen) DBM 2, kleintechnischer Versuch



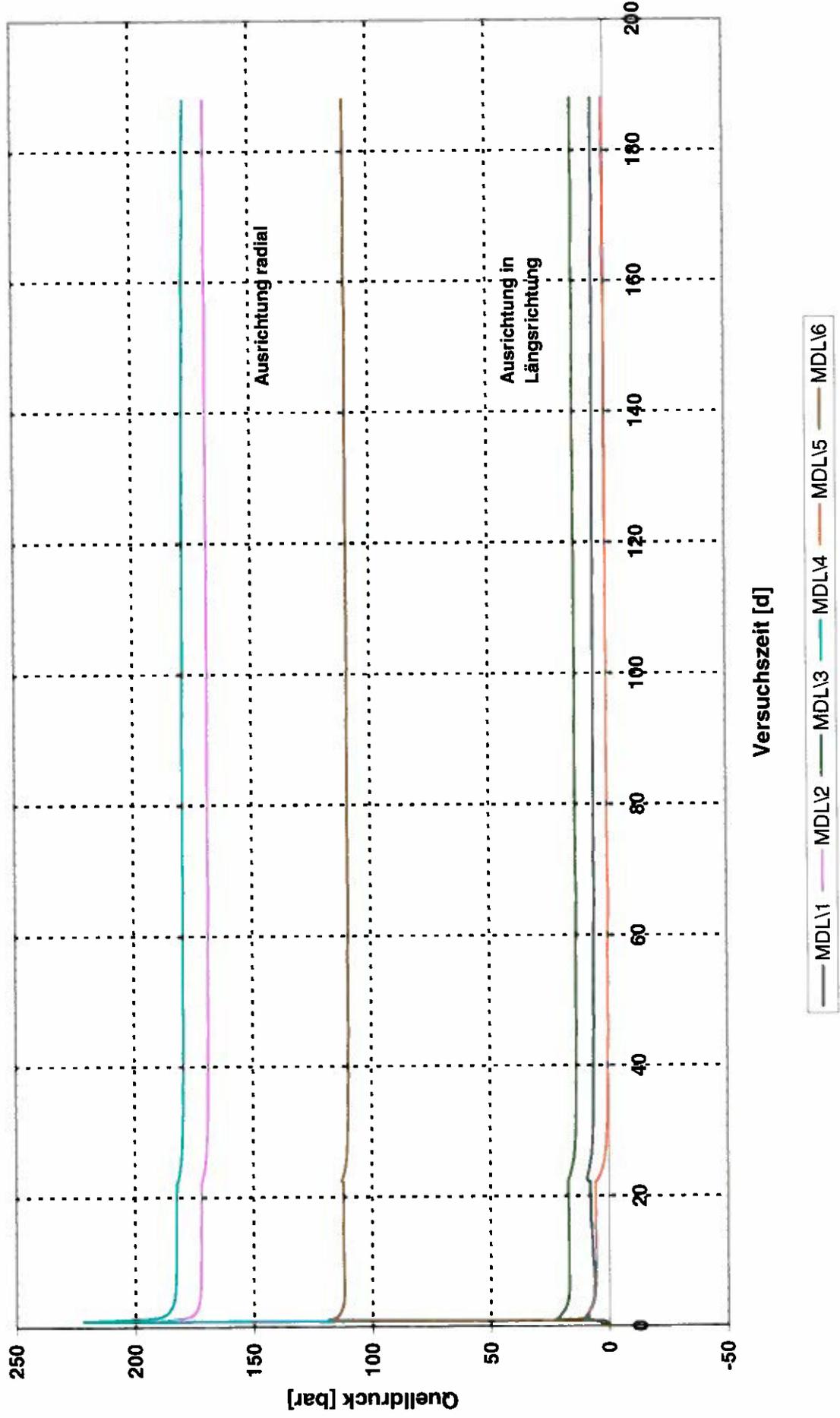
**Dehnungsverlauf (gemessen) der Stahldehnungsgeber DBM 2,
kleintechnischer Versuch**



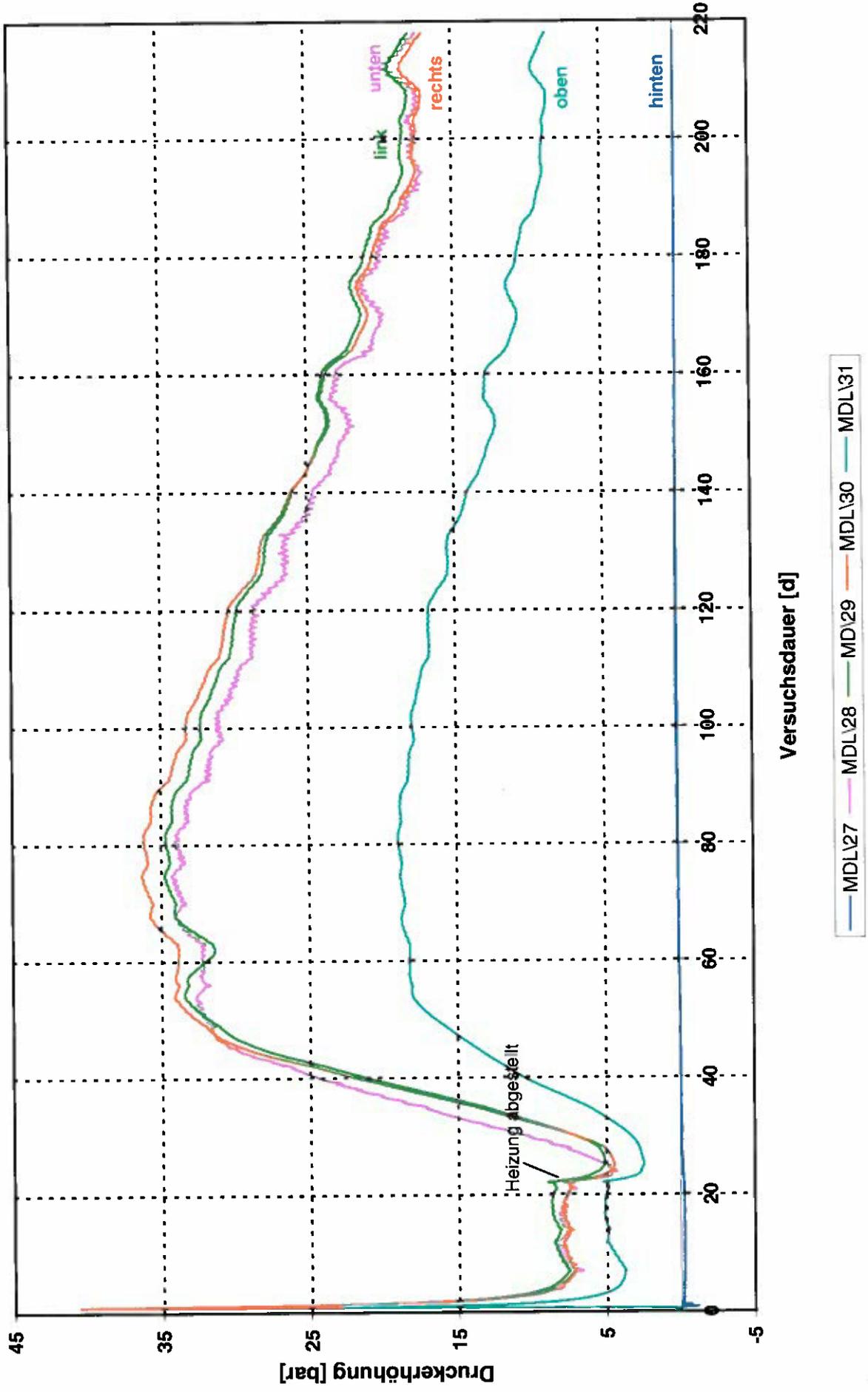
**Dehnungsverlauf (aus Druckmessung berechnet) DBM 2,
kleintechnischer Versuch**



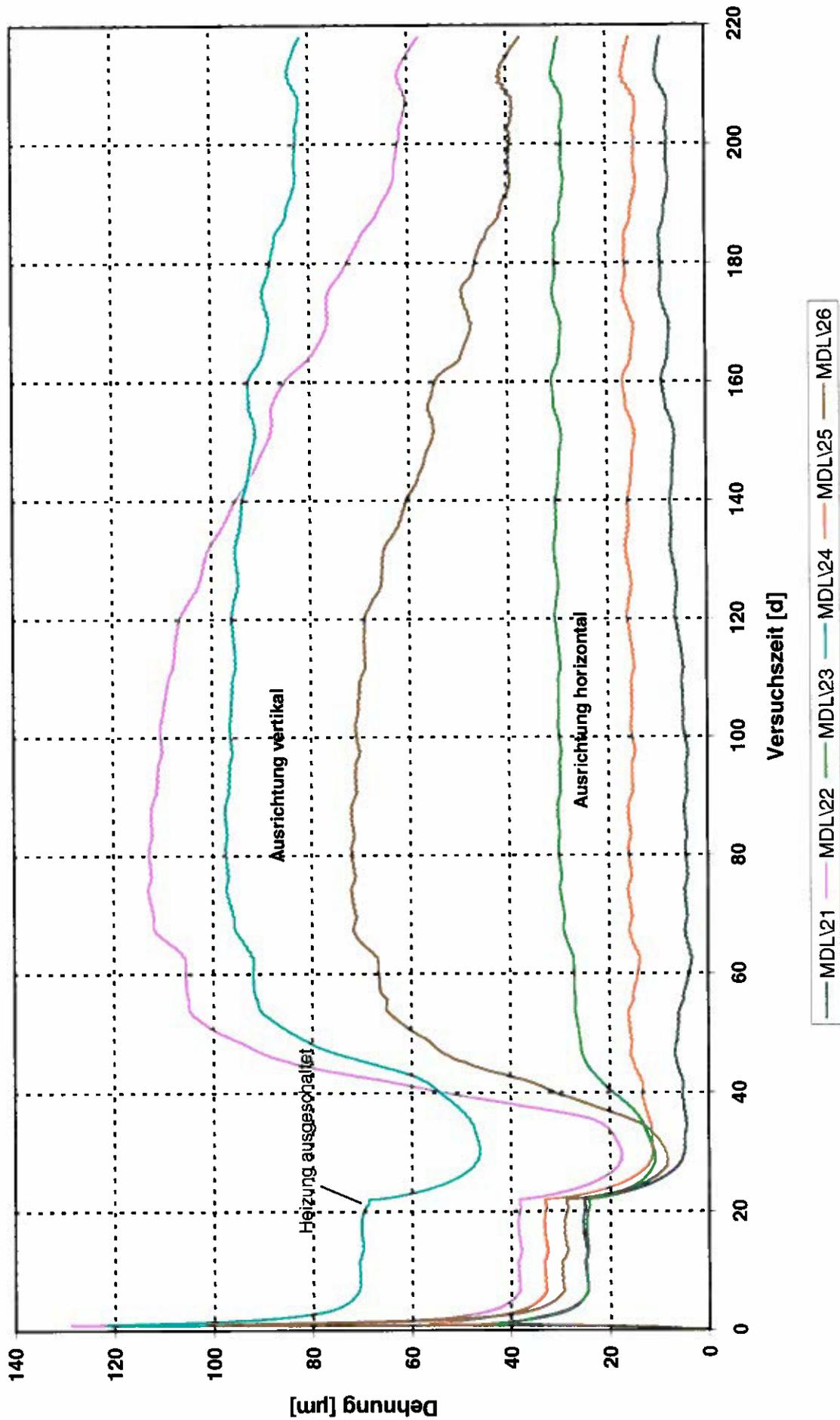
Quelldruckverlauf (aus Dehnung berechnet) DBM 2, kleintechnischer Versuch



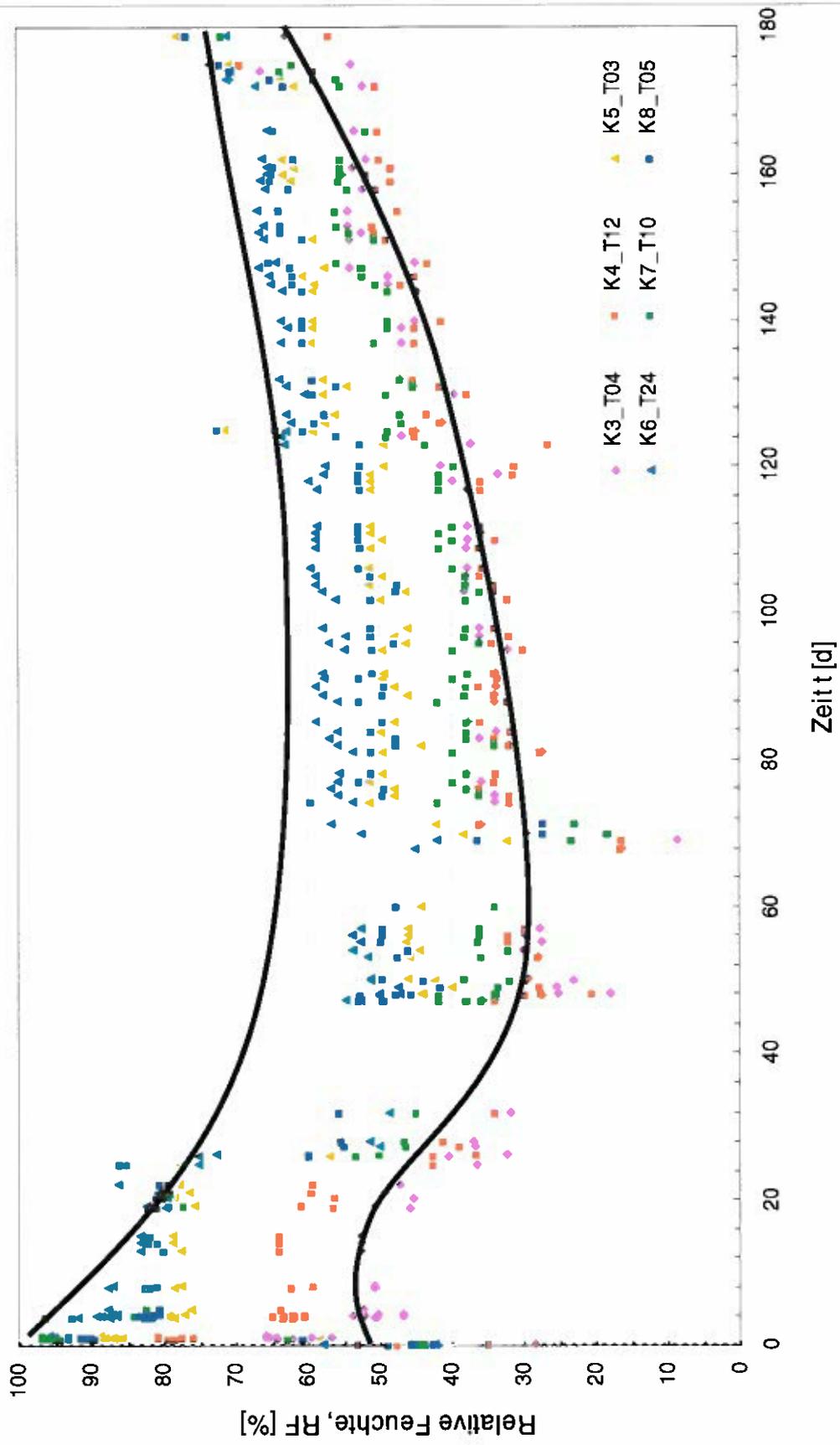
Druckerhöhung (gemessen) DBM 3, kleintechnischer Versuch

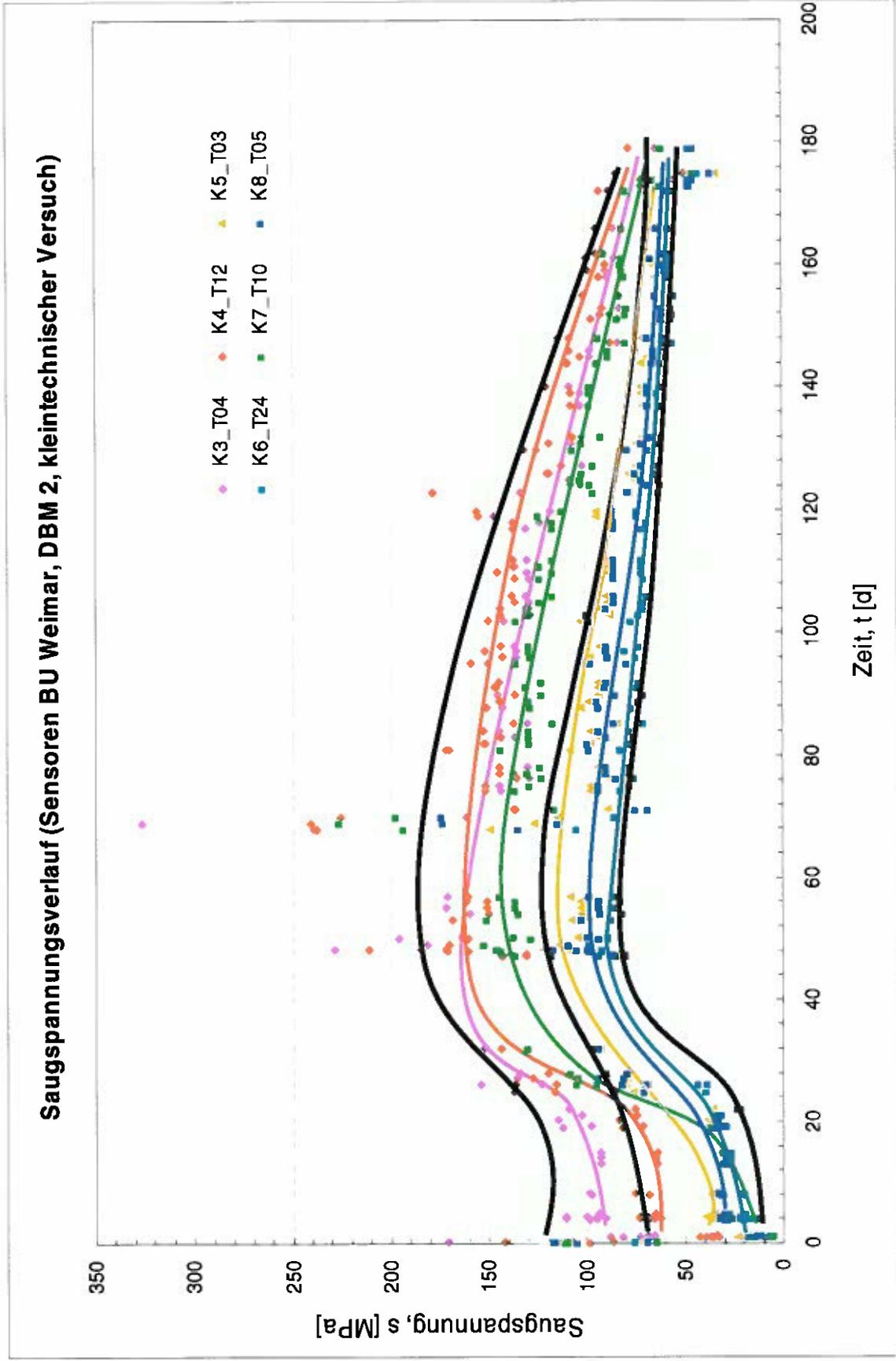


Dehnungsverlauf (gemessen) der Stahldehnungsgeber DBM 3, kleintechnischer Versuch

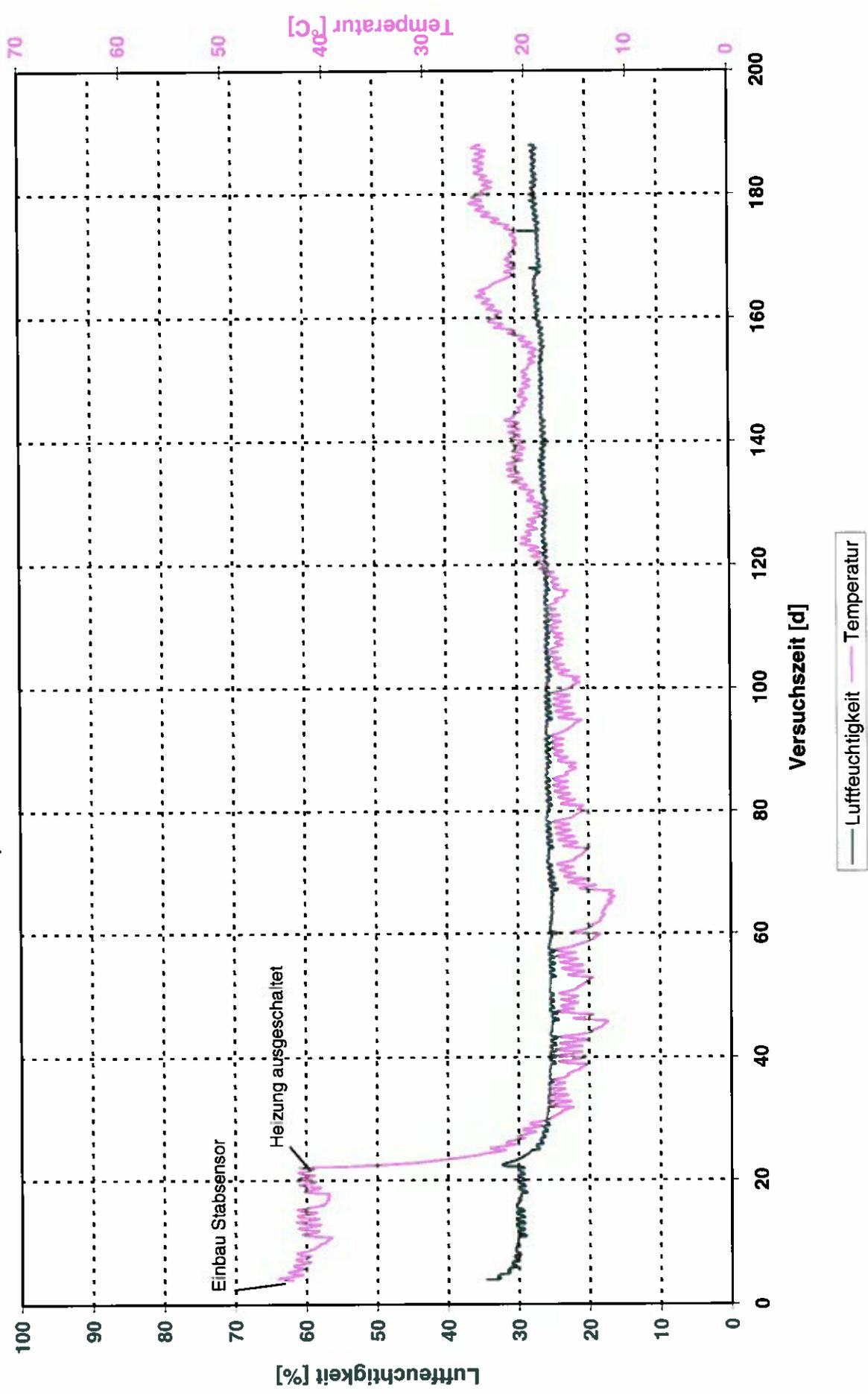


Verlauf der relativen Feuchte (Sensoren BU Weimar, DBM 2, kleintechnischer Versuch)





**Luftfeuchtigkeits- und Temperaturverlauf (Stabsensor HTM 331)
DBM 2, kleintechnischer Versuch**



Anhang 4

Erfolgskontrollbericht

Erfolgskontrollbericht zum Fördervorhaben 02C1214

Verbundprojekt: Weiterentwicklung von Magnesiabindern von der Strömungsbarriere hin zu einem Verschlusselement im Salinar - Hauptprojekt

1 Beitrag zu den förderpolitischen Zielen des Förderprogramms

Der Bund fördert seit über 10 Jahren anwendungsbezogene Grundlagenforschung zu Verschlussmaßnahmen für Untertagedeponien und Endlager. Während mit erfolgreichem Abschluss des FuE-Vorhabens „Schachtverschluss Salzdetfurth II“ in 2002 nach dem Stand von Wissenschaft und Technik ein langzeitsicherer Schachtverschluss vorliegt, besteht für horizontale Streckenverschlussbauwerke noch Forschungsbedarf.

Im Rahmen dieses Forschungsprojektes erfolgte eine Weiterentwicklung eines Magnesiabindersystems, das erfolgreich als Strömungsbarriere (K-UTEK-Rezeptur 29.6 A2) auf dem Forschungsbergwerk Asse eingesetzt wird, hin zu einem Verschlusselement im Salinar mit entsprechenden geomechanischen und hydraulischen Kennwerten.

2 Wissenschaftlich-technischer Erfolg des Vorhabens

Der vorliegende Schlussbericht umfasst folgende Aufgabenschwerpunkte:

- Weiterentwicklung des Strömungsbarrieresystems auf der Basis eines Magnesiabinders zu einem Verschlussystem
- Untersuchungen zur Beeinflussung des Quellverhaltens und der Möglichkeit der Reduzierung der Abbinde temperatur
- Erprobung optimierter Systeme in einer kleintechnischen Versuchseinrichtung

Wesentliche Forschungsergebnisse der Verbundpartner *Bauhaus-Universität Weimar* und *Institut für Gebirgsmechanik GmbH, Leipzig* wurden in den Schlussbericht mit aufgenommen.

Auf der Grundlage numerischer Modellrechnungen wurden von der Institut für Gebirgsmechanik GmbH (IfG) die mechanischen Anforderungen und Eigenschaften eines Dichtelements postuliert. Als geomechanische Zielvorgabe galt die Entwicklung eines steifen Materials mit Ersatzkompaktionsmoduln im Bereich von 1 bis 2 GPa. Besondere Anforderungen an die Festigkeit bzw. an das deviatorische Kriechverhalten der Magnesiabindersysteme, die über die bekannten Eigenschaften hinausgehen, waren nicht zu stellen.

Unter Einbeziehung der Ergebnisse umfangreicher Voruntersuchungen zu MgO-Qualitäten und zur Sorelphasenbildung wurde die Entwicklung der Rezepturen für ein Verschlussbauwerk aufge-

nommen. Zunächst wurden an einer Standardrezeptur (DBM 1) wesentliche geomechanische Kennwerte ermittelt, aus denen ein Ersatzkompaktionsmodul von 1,3 GPa abgeleitet wurde. Das vorgegebene Zielfeld wurde damit erreicht.

Da aufgrund der Maßstabsübertragung (Laborwerte → großtechnische Anwendung) mit geringeren Steifigkeiten gerechnet werden muss, erfolgte ein weiterer Rezepturausbau. Insgesamt wurden 4 Rezepturen entwickelt, die folgenden Grundaufbau haben:

- DBM 1:** Standardrezeptur (Hauptbestandteile Quarzsand, Anhydritmehl)
- DBM 2:** modifizierte Standardrezeptur unter Zusatz von Microsilica mit hoher Steifigkeit
- DBM 3:** Steinsalzdominierte Rezeptur mit hoher Steifigkeit
- DBM 4:** Quarzmehldominierte Rezeptur mit hohem Quellvermögen und geringer Permeabilität

Die umfangreichen Kennwerte der einzelnen Rezepturen sind dem Schlussbericht zu entnehmen.

Unter Berücksichtigung verarbeitungstechnischer Eigenschaften (Verarbeitungszeit, Verpumpbarkeit, Ausbreitverhalten), der Reaktionstemperatur und des Quellverhaltens sowie geomechanischer und hydromechanischer Kennwerte wurden die beiden Dammbaumörtelsysteme DBM 2 und 3 präferiert. Die beiden Baustoffe weisen folgende qualitative Zusammensetzung auf:

Einsatzstoff	Rezeptur DBM 2	Rezeptur DBM 3
Bindemittel	MgO	MgO
Zuschlagstoffe	Quarzsand Anhydritmehl	Steinsalz Anhydritmehl
Zusatzstoffe	Microsilica Fließmittel	- Fließmittel
Anmischflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung (410 - 430 g MgCl ₂ /l)	MgCl ₂ -Lösung (370 - 390 g MgCl ₂ /l)

Tabelle 1: Qualitative Zusammensetzung der Rezepturen DBM 2 und 3

Beide Baustoffsysteme sind auf eine Verarbeitungszeit von 2 Stunden ausgelegt. Die Mörtel neigen zur Thixotropie, sie sind verpumpbar mit Druckverlusten von 7 - 11 bar/100 Meter im laminaren Bereich. Die Fließmaße (Fließrinnenmaße) liegen im Bereich von 500 mm ± 20 mm, die Mörtel sind als nahezu selbstnivellierend mit Fließwinkeln von maximal 3° zu betrachten.

An den erhärteten Baustoffsystemen wurden umfangreiche Laboruntersuchungen zur Kennwertbestimmung durchgeführt und im Schlussbericht dokumentiert.

Als anwendungstechnisch bestimmende Kennwerte sollen nur die Werte, die im Rahmen des kleintechnischen Versuches im Kubikmeter-Maßstab als Rückstellproben bzw. aus Bohrkernen

gewonnen wurden, dargestellt werden. Diese Kennwerte sind als konservativ einzustufen, da wie sich nachträglich gezeigt hat, bei den kleintechnischen Versuchen nicht die optimale Mischtechnik zur Verfügung stand und der Materialaufschluss hinter den Laborwerten zurückblieb.

3 Schutzrechtsanmeldungen

Eine Schutzrechtsanmeldung ist übergeordnet für quellfähige Magnesiabindersysteme (Damm-
baumörtel und Injektionssysteme) am 07.03.2008 erfolgt.

4 Wissenschaftliche und/oder technische Erfolgsaussichten nach Projekt- ende

Im Ergebnis dieses Forschungsprojektes steht ein anwendungsreifes Verschlusselement (DBM 2) zur Verfügung, das sowohl als horizontales als auch vertikales Verschlusselement im Salinar genutzt werden kann. Die auslegungsrelevanten Kennwerte und eine weiterentwickelte Nachweismethodik für horizontale Streckenverschlussbauwerke liegen vor.

Die vorliegende Entwicklung kann für Verschlussmaßnahmen für Untertagedeponien und Endlager genutzt werden.

Eine mögliche Anwendung als Verschlussbauwerk im Anhydrit wird konzeptionell vorbereitet.

Die mit Spannungsaufnehmern, Temperaturmessgebern, Feuchtesensoren und Stahldehnungsmessgebern ausgerüstete Versuchseinrichtung wurde zügig verfüllt und die Messwerte kontinuierlich aufgezeichnet. Die Untersuchungen wurden nach einer Standzeit von 188 Tagen für DBM 2 und 218 Tagen für DBM 3 abgebrochen.

Folgende Versuchsergebnisse wurden erreicht:

- 10 - 12 Stunden nach dem Einbringen der Magnesiabindersuspension erfolgte die bekannte exotherme Abbindereaktion unter den besonderen Einbaubedingungen (60 °C-Begleitheizung) auf Temperaturen von 107 °C (DBM 2) bzw. 100 °C (DBM 3). Der reale Temperaturanstieg bezogen auf die Umgebungstemperatur beträgt 45 - 50 K.
- Der Abbindeprozess führte in den Versuchseinrichtungen zu einem Druckanstieg, der in der ersten Phase überwiegend der Thermospannung geschuldet ist. In einem zweiten Versuchsabschnitt (nach Abschalten der Begleitheizung) wurde der Druckanstieg durch die Quellung gesteuert, die sich auf einen konstanten Endbereich von 5 - 23 bar einpegelte. Die Druckeinspannung in radialer Richtung ist größer als in vertikaler Richtung. Die Druckverläufe sind in beiden untersuchten Dammbausystemen unterschiedlich.
- Die in den kleintechnischen Versuchen gefundenen Quelldrücke stimmen in Größenordnung mit den Laborwerten der Bauhaus-Universität Weimar überein.

- Als wesentliche Ursache für die Quellung wurde die Umwandlung der Sorelphase 5:1:8 ($5 \text{ Mg(OH)}_2 \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 8 \text{ H}_2\text{O}$) in die thermodynamisch stabile 3:1:8-Phase ($3 \text{ Mg(OH)}_2 \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 8 \text{ H}_2\text{O}$) durch ESEM- und XRD-Untersuchungen nachgewiesen.

In Auswertung der Rückstellproben und der Bohrkerns wurden folgende wichtige geomechanische Kennwerte ermittelt:

Probebezeichnung	Elastische Konstanten		Scherfestigkeiten			Ersatzkompaktionsmodul [GPa]
	E-Modul [GPa]	Querdehnzahl [-]	einaxiale Druckfestigkeit [MPa]	Reibungswinkel [-]	Kohäsion [MPa]	
DBM 2 Rückstellproben	20,6	0,21	56,8 (66,9*)	29**	17,5**	1,4 - 1,8
DBM 2 Bohrkerns	21,7	0,17	61,8			
DBM 3 Rückstellproben	12,6	0,22	29,7 (48,1*)	29**	8,9**	< 1
DBM 3 Bohrkerns	17,5	0,27	30,5			

- * Messwerte K-UTEC, 28 d Wert
 ** Mittelwerte

Tabelle 2: Geomechanische Kennwerte der kleintechnischen Versuche

Weitere abgeleitete Kennwerte aus Laborversuchen für die Modellrechnungen (Scher- und Zugfestigkeit im Kontaktbereich Dammbaumörtel - Salinar, Porosität, Laugensättigung u. a.) sind im Teilbericht des IfG dargestellt.

Die Untersuchungen zu den fluidmechanischen Eigenschaften führten zu folgenden Ergebnissen:

Probebezeichnung	Gaspermeabilität [m ²]	Lösungspermeabilität [m ²]
DBM 2	$< 2,5 \cdot 10^{-19}$	$2 \cdot 10^{-18}$ bis $< 1 \cdot 10^{-20}$ *
DBM 3	$< 4,5 \cdot 10^{-18}$	$9,0 \cdot 10^{-19}$

- * zeitabhängige Reduzierung der Permeabilität durch Sekundärreaktionen

Tabelle 3: Fluidmechanische Eigenschaften

Zusammenfassend wird eingeschätzt, dass die geomechanische Zielstellung, einen Baustoff mit hoher Steifigkeit im Bereich $K_{\text{Ersatz}} = 1$ bis 2 GPa und guten Verbundeigenschaften zum Salinar zu entwickeln, mit der Rezeptur DBM 2 erreicht wurde. Darüber hinaus weist dieser Baustoff geringe

Lösungspermeabilitäten von $< 10^{-19}$ m² auf.

Im Rahmen des Forschungsverbundes wurden neue Erkenntnisse zu den Abbindemechanismen und zur Quellung der Magnesiabindersysteme gefunden, die weiterentwickelt werden sollten und zu einem besseren Verständnis dieser Spezialbaustoffe führen.

Mit der Durchführung und Auswertung der kleintechnischen Versuche und der Schaffung einer Datenbasis für weitergehende Modellrechnungen wurde der Grundstein für ein anwendungsfähiges Verschlusselement im Salinar gelegt.

5 Einhaltung des Finanzierungs- und Zeitplanes

Die Bearbeitung des Forschungsvorhabens erfolgt mit einer Verlängerung der Laufzeit um 6 Monate im Zeitraum vom 01.01.2005 bis 31.07.2007. Die Gesamtkosten der Vorkalkulation wurden eingehalten.