Berichtsband zur 9. CMM-Tagung
Innovative Feuchtemessung in Forschung und Praxis –
Material – Prozesse – Systeme
Karlsruhe, 18. September 2017

Herausgegeben von Rainer Schuhmann CMM, Karlsruher Institut für Technologie

> Unter Mitarbeit von Anke Ehbrecht Katja Emmerich Franz Königer Stephan May

Die Tagung 2017

Innovative Feuchtemessung in Forschung und Praxis – Material – Prozesse – Systeme

wird durch das
Kompetenzzentrum für Materialfeuchte am
Karlsruher Institut für Technologie

unter Mitwirkung von
Hochschule Karlsruhe
-Technik und Wirtschaft
Hochschule Mannheim
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Materialforschungs- und -prüfungsanstalt
an der Bauhaus-Universität Weimar
ausgerichtet.

Ausgewählte Aspekte zum Einfluss des Flüssigkeitsgehaltes auf die Strömungsprozesse in Verschlussbauwerken

Thomas Wilsnack¹, Matthias Gruner²

Schlagworte: Verschlussbauwerk, Trocknungsbedingungen, Flüssigkeitsgehalt, strömungstechnische Parameter, Methodik

Zusammenfassung

Die Trocknung eines Materials ist eine mögliche Methode für die Bestimmung des Flüssigkeitsgehaltes und vielfach Aufbereitungsmethode für die Ermittlung einer Vielzahl weiterer Parameter. Für ausgewählte Materialien, wie z.B. Bentonit, Sorelbeton, bewirken die unterschiedlichen Bindungsformen des Wassers die Ermittlung unterschiedlicher Flüssigkeitsgehalte und Probenzustände in Abhängigkeit von den angewendeten Trocknungsmethoden und -bedingungen. Dies sollte für die Ermittlung der strömungstechnischen Eigenschaften eines Materials, wie Flüssigkeitsgehalt, Dichten, Porosität, Sättigung, Kapillardruck-Sättigungsfunktion und relative Permeabilität, in Abhängigkeit der Verwendung der Parameter berücksichtigt werden. Am Beispiel der Materialuntersuchungen an Bau- und Dichtmaterialien im Zusammenhang mit der Errichtung von Verschlussbauwerken im Salinargebirge werden dazu ausgewählte Aspekte und die Notwendigkeit der anwendungsorientierten Auswahl der Trocknungsbedingungen dargestellt.

Keywords: sealing systems, drying conditions, liquid content, fluid-mechanical parameters, methods

Abstract

The drying of materials is a method the determination of the liquid content and the preparation for many further parameter identifications. For specific materials, e.g. bentonite, MgO-concrete, the different types of water binding in the material effecting the determined liquid content and the sample state depend on the drying conditions. For the determination of porosity, liquid saturation, capillary pressure, and relative permeability this influence should be considered depending on the application these parameters. Focused on the investigation of sealing materials and construction materials for underground sealing systems in salt mines several aspects in this context, and the need of application-oriented choice of drying conditions will be discussed.

Kontaktadresse:

Thomas Wilsnack
IBeWa-Ingenieurpartnerschaft
Lessingstraße 46

¹ IBeWa-Ingenieurpartnerschaft, Lessingstraße 46, D-09599 Freiberg

² TU Bergakademie Freiberg, Institut für Bergbau und Spezialtiefbau, Gustav-Zeuner-Straße 1A, D-09599 Freiberg

¹ IBeWa-Ingenieurpartnerschaft

² TU Bergakademie Freiberg, Institut für Bergbau und Spezialtiefbau Berichtsband zur 9. CMM Tagung 2017 "Material – Prozesse – Systeme" in Karlsruhe

D-09599 Freiberg

Telefon: +49-3731-207350 Fax: +49-3731-2073525 Email: th.wilsnack@ibewa.de

1 Sachverhalt

Im Zusammenhang mit der Errichtung von Verschlussbauwerken im Salinargebirge ist der Parameter Einbauwassergehalt/Einbauflüssigkeitsgehalt des Dichtmaterials von Bedeutung u.a. für:

- die Beurteilung der Ein- und Zweiphasenströmung in den Bauwerken,
- die Langzeitbeständigkeit der Dicht- und Baumaterialien unter dem Einfluss von Strömungsprozessen → Korrosionsvorgänge,
- das Quellverhalten quellfähiger Dichtmaterialien sowie
- das Kristallisationsverhalten von hydraulisch abbindenden Materialien und die daran gebundene Ausbildung von strömungstechnischen Wegsamkeiten (Schwerpunkt Rissbildung).

Die genannten, zum Teil sehr spezifischen Fragestellungen erfordern vielfach eine präzise Ermittlung der Wasser- und Flüssigkeitsgehalte, eine Beurteilung der Herkunft der Flüssigkeitsgehalte und eine Prognose der Folgen für die Prozesse in den Verschlussbauwerken. Insbesondere für Materialien, die Wasser als unterschiedlich fest gebundenen Bestandteil ihrer Kristallstruktur beinhalten, ist der Flüssigkeitsgehalt vielfach ein wichtiger Parameter für die Ermittlung anderer beschreibender Eigenschaften, wie der Trockenrohdichte und der Reindichte. Im Zusammenhang mit Strömungsprozessen in Verschlussbauwerken im Salinargebirge soll nachfolgend auf ausgewählte Zusammenhänge eingegangen werden.

2 Methodik

Grundlage der nachfolgenden Erläuterungen sind Untersuchungen zur Dichte, Porosität und Porenraumsättigung von hoch quellfähigen, kompaktierten Bentonitpresslingen und hydraulisch abbindenden Baustoffen auf MgO-Basis (Sorelbeton). Die Untersuchungen erfolgten im Zusammenhang mit der modellgestützten Prognose der Strömungsprozesse in einem Schachtverschlusssegment aus Bentonit im Rahmen des Forschungsvorhabens ELSA-II [7] sowie den Materialuntersuchungen an Streckenverschlussbauwerken in der Grube Teutschenthal im Rahmen des Forschungsvorhabens MgO-SEAL [9].

Die untersuchten Bentonitpresslinge wurden aus Calciumbentonit aus ausgewählten bayrischen Rohtonen mit der Markenbezeichnung Calcigel® [3] durch die K+S KALI GmbH hergestellt.

Bei dem untersuchten Sorelbeton handelt es sich um einen MgO-Spritzbeton mit der Rezepturbezeichnung MB10, welcher für die Errichtung des Großversuches 2 im Rahmen des Vorhabens CARLA [8] entwickelt und angewendet wurde. Der Baustoff wurde hergestellt aus 15 Ma.-% MgO, 15 Ma.-% R-Lösung, 8,75 Ma.-% Quarzmehl, 61,25 Ma.-% Quarzsand 0 – 8 mm [8].

Der Wassergehalt³ der Materialien wurde über folgende Methoden ermittelt:

- Ofentrocknung in Anlehnung an DIN EN ISO 17892-1 [1] bei unterschiedlichen Trocknungstemperaturen, Bentonit: 40°C, 60°C, 105°C und 250°C, Sorelbeton: 105°C.
- schonende Trocknung bei einer relativen Luftfeuchte von ca. 33 % über Bischofit (MgCl₂·6 H₂O) bei ca. 25°C.

Die schonende Trocknung erfolgte als Referenz für die sich unter den thermodynamischen Bedingungen eines Kalisalzbergwerkes in situ einstellenden Sättigungsbedingungen der Materialien.

An den getrockneten Bentonitproben wurde je Trocknungsmethodik die Trockenrohdichte⁴ ρ_d (bulk density) in Anlehnung an DIN EN 11272 [6] mit Volumenbestimmung über Tauchwägung und die Rein- oder Korndichte⁵ ρ_S (true density, grain density) im Gaspyknometer in Anlehnung an DIN 18124 [4] ermittelt. Jeder Parameter wurde im Ergebnis einer Dreifachbestimmung gemittelt.

Die Porosität⁶ n des Bentonits wurde auf der Basis der Dichten nach der Gleichung

$$n=1-\frac{\rho_d}{\rho_s} \ \ berechnet.$$

Die Porosität und Porengrößenverteilung des Sorelbetons wurde über Quecksilberporosimetrie nach DIN 66133 [5] für die nach unterschiedlichen Methoden getrockneten Proben ermittelt. Für die Untersuchungen wurden unterschiedlich große Dilatometer verwendet. Die hier dokumentierten Ergebnisse wurden unter Verwendung von Dilatometern vom Typ CD 3 für Proben mit Kantenlängen von 6 mm bis 7 mm ermittelt. Auf der Grundlage des je Trocknungsmethodik ermittelten Flüssigkeitsgehaltes w_L, der Trockenrohdichte pd, der Porosität n und der Dichte der Flüssigkeit pL im Porenraum Porenraumsättigung Flüssigkeit⁷ wurde die mit S_L über die Gleichung $S_L = \frac{V_L}{V_P} = \frac{w_L \cdot \rho_d}{\rho_I \cdot n}$ berechnet.

Für die Berechnung der Sättigung wurde jeweils die als flüssigkeitszugängig angesehene Porosität angewendet. Für den Bentonit wurde die aus den Dichten berechnete Porosität angesetzt. Für den Sorelbeton wurde die durch Quecksilber injizierbare Porosität der Sättigungsberechnung zu Grunde gelegt.

3 Porosität und Sättigung

Das Porengefüge eines Materials ist bestimmend für die Strömungs- und Transportprozesse und die daran geknüpften Aussagen zu Durchtrittsraten, zu transportierten Stofffrachten und zum Langzeitverhalten vor dem Hintergrund von Korrosionsprozessen und Phasenveränderungen. Neben der Permeabilität k, sollen als wesentliche beschreibende Größen und Zusammenhänge zur Charakterisierung des Porengefüges

³ Masse Wasser / Trockenmasse Feststoff

⁴ Trockenmasse Feststoff / Volumen Feststoff mit Porenraum

⁵ Trockenmasse Feststoff / Volumen Feststoff

⁶ Porenvolumen / Volumen Feststoff mit Porenraum

⁷ Flüssigkeitsvolumen / Porenvolumen

die Porosität und die Porengrößenverteilung genannt werden. Klassisch werden die genannten Größen an getrocknetem Probenmaterial ermittelt. So basiert die einfachste Möglichkeit der Ermittlung der Porosität auf der Bestimmung der Trockenrohdichte und der Reindichte einer getrockneten Materialprobe.

Auch die Ermittlung der Porengrößenverteilung eines Festgesteins, z.B. über Quecksilberporosimetrie oder Computertomographie, erfordert in der Regel eine Trocknung des Materials.

Für Gesteine und Materialien, die im Gefüge und/oder in der Kristallstruktur Wasser eingebaut haben, sind die Trocknungsmethodik und Trocknungsbedingungen bestimmend für den ermittelten Flüssigkeitsgehalt und die an den Proben ermittelten Dichten. Beispiele für entsprechende Materialien im Zusammenhang mit den untertägigen Verschlussbauwerken im Salinar sind die unterschiedlichen Salzminerale (z.B. Bischofit, Kieserit, Epsomit, Polyhalit), Gips, Tone (natürliche Tone, Bentonit) und hydraulisch abbindende Materialien (z. B. Salzbeton, Solebeton, Sorelbeton). Für die Anwendung der genannten Materialien im Salzbergbau, ist zusätzlich vielfach der Einfluss der Mineralisation der Porenlösung auf die ermittelten Wasser- und Flüssigkeitsgehalte sowie die Porenstruktur zu berücksichtigen. Dieser Aspekt soll jedoch nachfolgend nicht weiter betrachtet werden.

Zur Darstellung der Auswirkungen der Trocknungsbedingungen auf die ermittelten Materialparameter sind in Abb. 1 die Wassergehalte von Bentonitpresslingen in Abhängigkeit von vier unterschiedlichen Trocknungstemperaturen und einer Trocknung bei relativer Luftfeuchte von ca. 33 % (bei ca. 25°C) dargestellt. Im Anschluss an die Trocknung wurden für die gleichen Proben die in Abb. 2 dargestellten Reindichten⁵ durch Messung im Helium-Pyknometer ermittelt.

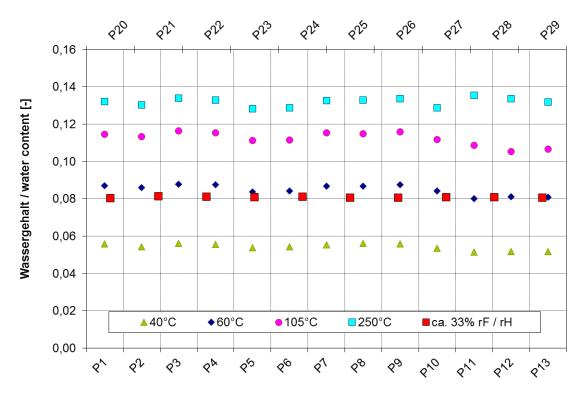


Abb. 1: Probenbezogene Wassergehalte³ in Abhängigkeit von unterschiedlichen Trocknungsbedingungen (Ofentrocknung bei Temperaturen 40°C, 60°C, 105°C, 250°C und Trocknung bei relativer Luftfeuchte von ca. 33 %) für den Referenzbentonit (rF – relative Luftfeuchte, rH relative humidity)

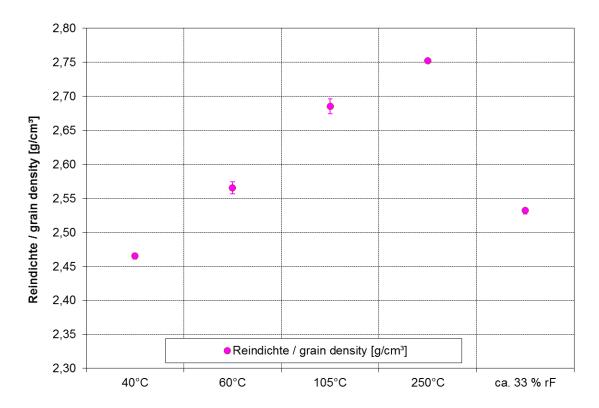


Abb. 2: Probenbezogene Reindichte⁵ in Abhängigkeit von unterschiedlichen Trocknungsbedingungen (Ofentrocknung bei Temperaturen 40°C, 60°C, 105°C, 250°C und Trocknung bei relativer Luftfeuchte von ca. 33 %) für den Referenzbentonit (rF – relative Luftfeuchte, rH relative humidity)

Die Ergebnisse verdeutlichen, dass es in Abhängigkeit von den Trocknungsbedingungen zu einem maximalen Unterschied von ca. 0,08 für den Wassergehalt kommt. Die unterschiedlichen Wassergehalte führen, auf Grund der sich daraus ergebenden unterschiedlichen Trockenmassen, zu unterschiedlichen Trockenrohdichten.

Die an den unterschiedlich getrockneten Proben mittels Gaspyknometer ermittelten Reindichten (nach DIN 18124) unterscheiden sich in einem Wertebereich von 2,465 g/cm³ bis 2,753 g/cm³.

Die unterschiedlichen Wassergehalte und die Auswirkungen auf die ermittelten Dichten im Ergebnis der variierenden Trocknungsbedingungen werden auf die Mobilisierung unterschiedlich stark gebundener Wasseranteile aus dem Bentonit zurückgeführt. Diese resultieren im Wesentlichen aus der:

- Mobilisierung des im Porengefüge kapillar gebundenen Wassers in Abhängigkeit von der Porengrößenverteilung, den Flüssigkeitseigenschaften, den thermodynamischen Bedingungen und dem Gradienten des Wasserdampfpartialdruckes (äquivalente Saugspannung) bei den angewendeten Trocknungsbedingungen,
- Mobilisierung von hydratgebundenem Wasser aus der Kristallstruktur des Bentonits.

Diese Prozesse überlagern sich in Abhängigkeit von den thermodynamischen Bedingungen bei der Trocknung. Ohne weitere Berücksichtigung und Diskussion der dafür bestimmenden Tonmineralogie und den Bindungsformen des Wassers (Adsorptionswasser - an der Oberfläche des Tons, Kapillarwasser - zwischen den Mineralaggrega-

ten, Schichtwasser - Einlagerung im Mineral), verdeutlichen die Ergebnisse die Bedeutung der Trocknungsbedingungen für den ermittelten Wassergehalt, die Dichten und die daraus berechneten Materialparameter Porosität und Porenraumsättigung. Für Quelldruckuntersuchungen wurden aus dem Bentonit CALCIGEL® 4 Proben mit unterschiedlichen Einbaufeuchtdichten zwischen 1,45 g/cm³ und 1,81 g/cm³ hergestellt. Für diese Proben ergeben sich für die ermittelten Wassergehalte und Dichten die in Abb. 3 dargestellten Porositäten³. In Abhängigkeit von den unterschiedlichen Trocknungsbedingungen wird im Maximum für die Probe mit der geringsten Einbaudichte ein Porositätsunterschied von ca. 0,12 ermittelt. Für die unterschiedlichen Wassergehalte und Porositäten ergeben sich für die 4 Proben unterschiedlicher Einbaufeuchtdichte die in Abb. 4 dargestellten Sättigungen mit einer maximalen Abweichung 0,20 für die Probe mit der höchsten Einbaudichte. Die gestrichelte blaue Linie und die blauen Zahlenwerte kennzeichnen die Ergebnisse für diese Probe mit der Einbaufeuchtdichte 1,81 g/cm³.

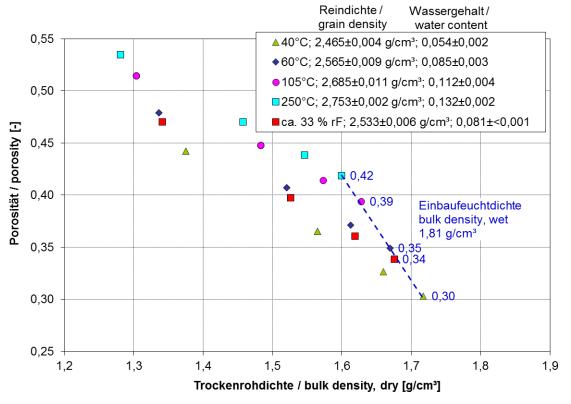


Abb. 3: Porosität in Abhängigkeit von der Trockenrohdichte für Proben mit unterschiedlicher Einbaufeuchtdichte

⁸ auf die Schwierigkeiten bei der Definition der Porosität eines Bentonits soll hier nicht eingegangen werden

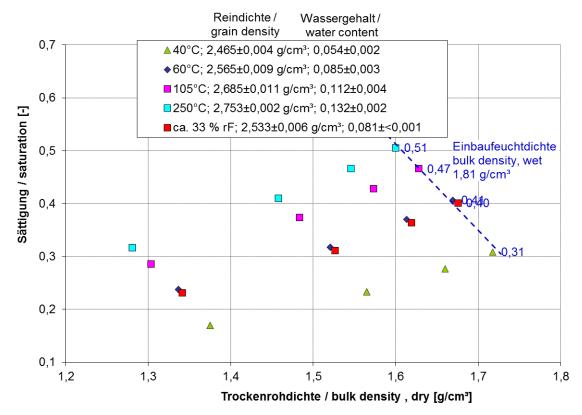


Abb. 4: Porenraumsättigung mit Wasser in Abhängigkeit von der Trockenrohdichte für Proben mit unterschiedlicher Einbaufeuchtdichte

Der Einfluss der Trocknungsbedingungen auf die ermittelten Materialparameter und die daraus abgeleitete Prozessbeurteilung besteht für die hier betrachteten Materialien ebenfalls für die Ermittlung der Porengrößenverteilung und das sich daraus ergebende Kapillardruckverhalten.

Die vergleichende Darstellung der Porengrößenverteilungen für einen bei ca. 33 % relativer Luftfeuchte (25°C) und bei 105 °C (Ofentrocknung, relative Luftfeuchte ca. 0 %) getrockneten Sorelbeton in Abb. 5 verdeutlicht, dass die Trocknungsbedingungen nicht alleine Einfluss auf die absolute Größe der ermittelten Porosität sondern auch auf die Porengrößenverteilung nehmen.

Die Kurvenverläufe weisen eine deutliche Erhöhung der Porosität der bei 105°C getrockneten Proben im Vergleich zu den schonend bei ca. 33 % relativer Luftfeuchte getrockneten Proben nach (nahezu Verdoppelung). Gleichzeitig wird deutlich, dass es bei dieser Trocknung zu einer deutlichen Erhöhung des im Quecksilberporosimetrieversuch erfassten Porenanteils kleiner ca. 40 µm kommt.

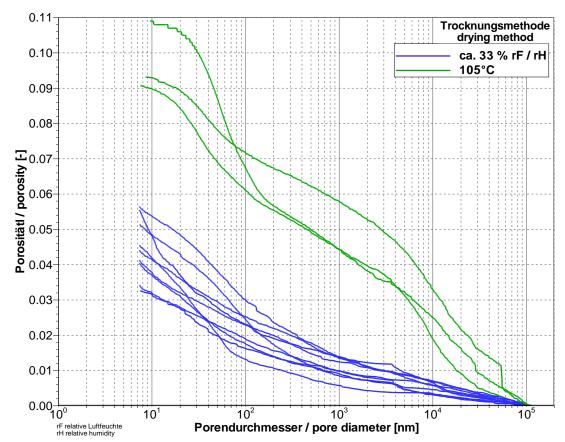


Abb. 5: Porengrößenverteilung eines Sorelbetons für unterschiedliche Trocknungsbedingungen

Generell ist davon auszugehen, dass bei einer Trocknung bei 105 °C, im Vergleich zu einer Trocknung bei relativer Luftfeuchte von ca. 33 %, auf Grund des sich einstellenden Gleichgewichtes zwischen dem Gradienten des Wasserdampfpartialdruckes (äquivalente Saugspannung) und dem Kapillardruck, zur Erfassung des Wassergehaltes aus kleineren Poren kommt. Dies würde prinzipiell die höhere Gesamtporosität der 105 °C getrockneten Proben, jedoch nicht den höheren Volumenanteil der Poren je Porengröße erklären. Es wird vermutet, dass es im Ergebnis der Trocknung bei 105 °C zu einer Erfassung von hydratgebundenem Wasser und in der Folge zu einer Veränderung des Porengefüges und der Porengrößenverteilung kommt.

Die Interpretation dieses Ergebnisses muss vor dem Hintergrund der Zielstellung der Untersuchungen zur Porengrößenverteilung erfolgen. Die unterschiedlichen Porositäten und die Unterschiede in den Porengrößenverteilungen lassen für den Sorelbeton einen Einfluss auf das Kapillardruckverhalten, die Permeabilität, auf den Stofftransport, die Wechselwirkungen zwischen Fluid und Feststoff und das zeitabhängige Verhalten des Materials erwarten. Je nach Zielstellung der Untersuchungen ist es daher erforderlich, die Trocknungsbedingungen und die sich daran anschließenden Untersuchungen an dem spezifischen Materialverhalten und der Zielstellung der Untersuchungen (ggf. Standortbezug) auszurichten.

4 Strömungsprozesse

Die im vorangegangenen Abschnitt erläuterten Auswirkungen der Trocknungsbedingungen auf die Materialparameter Porosität, Porengrößenverteilung und Sättigung haben im Weiteren Folgen auf die Strömungsprozesse in dem porösen Material.

Für den etwas einfacheren Fall der Einphasenströmung im mit einer Phase (Flüssigkeit oder Gas; keine Phasengrenze) vollständig gesättigten Porenraum, bestimmt die ermittelte Porosität die Strömungsgeschwindigkeit (auch Abstandsgeschwindigkeit) des strömenden Fluides im Porenraum. Im Unterschied zu der Mittelung der Strömung über den gesamten Querschnitt über die fiktive DARCY-Geschwindigkeit beschreibt die Abstandsgeschwindigkeit als Quotient aus DARCY-Geschwindigkeit und Porosität (eigentlich strömungswirksame Porosität) die mittlere Strömungsgeschwindigkeit im Porenraum. Für die Beurteilung des Zeithorizontes bis zum Beginn des Austritts von Flüssigkeitsraten oder Stofffrachten für die Einphasenströmung kommt daher, neben der Permeabilität des Materials, der Ermittlung der für die Strömung und den Transport wirksamen Porosität (auch effektive und/oder mobile Porosität) eine Bedeutung zu. Die oben beschriebenen Unterschiede in der ermittelten Porosität in der Größenordnung bis zu 0,12 gehen linear in die Berechnung der Abstandsgeschwindigkeit ein und führen entsprechend zu einer Beeinflussung der Dauer der Strömungsprozesse für die zu beurteilenden Strömungspfade.

An dieser Stelle ist es erforderlich, auf den Unterschied von Gesamtporosität und effektiv durchströmbarer Porosität kurz einzugehen. Die Definition und die Methodik der Ermittlung der effektiven Porosität sind erfahrungsgemäß unterschiedlich. In Abhängigkeit vom zu beschreibenden Strömungs- und Transportprozess (z.B. Tracerausbreitung, Stofffreisetzung unter Berücksichtigung von chemischen Reaktionen und damit verbundenen Lösungs- und/oder Kristallisationsprozessen, Adsortions- und/oder Desorptionsvorgänge) werden in den Fachgebieten unterschiedliche Modellvorstellungen und Versuchskonzepte angewendet. In jedem Fall kann davon ausgegangen werden, dass, insbesondere für die geringpermeablen Materialien, nur ein geringer Teil der ermittelten Porosität strömungswirksam wird. Für die Beurteilung der Strömungsprozesse in den Dichtmaterialien für untertägige Verschlussbauwerke mit Permeabilitäten <<1·10⁻¹⁶ m² ist, unter Berücksichtigung des Beispiels der Porengrößenverteilung in einem Sorelbeton in Abb. 5, von einer Beschränkung der Strömung auf einen Bruchteil des Porenraumes auszugehen. Im Ergebnis der Auswertung von einer Fülle an Labor- und in situ-Untersuchungen kann für die hydraulisch abbindenden Materialien von einer Größenordnung der strömungswirksamen, effektiven Porosität von kleiner 0,03 ausgegangen werden. Die Unsicherheit für die Prognose von Austrittszeitpunkten von Fluiden oder Durchtrittszeiten für Stofffrachten oder auch die Beurteilung von Stoffaustrag im Zusammenhang mit Korrosionsprozessen erhöht sich, ohne die Ermittlung repräsentativer Kenntnisse zur Porosität und zur effektiven Porosität.

In der Realität sind die Strömungsprozesse in Verschlussbauwerken, meistens bedingt durch die mit den Dichtbaustoffen eingebaute Feuchtigkeit und/oder durch die langfristige Flüssigkeitsanströmung der Verschlussbauwerke, als Zweiphasenströmungsprozesse in einem ungesättigten Porenraum (Phasengrenze Gas/Flüssigkeit) anzusehen. Bedingt durch die geringe Permeabilität der Systeme, ist dies vielfach für große

Zeiträume zu unterstellen. Erst über große Zeiten ist von einer vollständigen Aufsättigung in den durchströmten Bereichen und der Einstellung der absoluten Flüssigkeitspermeabilität als größtmögliche Permeabilität in dem jeweils betrachteten Strömungsraum auszugehen. Ohne auf die ohnehin bestehenden Schwierigkeiten und Grenzen der repräsentativen Parametrisierung der Strömungsräume zur Beschreibung der Zweiphasenströmung für das genannte Permeabilitätsniveau einzugehen, soll auf die Folgen der trocknungsbedingten Unschärfen für Porosität, Porengrößenverteilung und Porenraumsättigung eingegangen werden.

Die wesentlichen bestimmenden und beschreibenden Parameter der Zweiphasenströmung sind der Kapillardruck und die Porenraumsättigung sowie die sich in der Folge ergebenden effektiven Permeabilitäten für Gas und Flüssigkeit.

Der wirksame Kapillardruck eines porösen Materials gegenüber der benetzenden Phase wird bestimmt von der Porengrößenverteilung und der sich darin an der Grenze zwischen benetzender und nichtbenetzender Phase (in diesem Fall in der Regel Gas und Flüssigkeit – Salzlösung) einstellenden Energie- und Kräftegleichgewichte. Die Aufsättigung eines initial trockenen Porenraumes beginnt mit der Benetzung der kleinsten Poren mit dem höchsten Kapillardruck. Mit fortschreitender Aufsättigung des Porenraumes vergrößert sich der Porenquerschnitt der sich füllenden Poren und reduziert sich der wirksam werdende Kapillardruck. In Abhängigkeit von der fortschreitenden Sättigungsänderung ändert sich ebenfalls die effektive Permeabilität der strömenden Phasen Gas und Flüssigkeit.

Am Beispiel der Abhängigkeit des Kapillardruckes und der relativen Permeabilitäten von der Porenraumsättigung für ein geringpermeables Karbonatgestein aus der Formation Wabamun, Alberta, Canada, ($k_{abs}=1,8E-16~m^2-2,5E-16~m^2$) [1], [2] sind diese Zusammenhänge in Abb. 6 dargestellt. An dem Beispiel werden in der Graphik die Folgen einer Sättigungsdifferenz von $\Delta S_L=0,20$ im Ergebnis unterschiedlicher Trocknungsbedingungen (s. Abschnitt 3) für den Kapillardruck und die relativen Phasenpermeabilitäten abgeleitet.

Für das Porengefüge des hier beispielhaft betrachteten Materials ergibt sich für den Sättigungsbereich von 0,65 bis 0,85 (ΔS_{L} =0,2) ein relativ geringer Unterschied für den Kapillardruck von 0,18 MPa zu 0,13 MPa. Gleichzeitig ergibt sich für diesen Sättigungsunterschied ein Unterschied der relativen Gaspermeabilität von 0,230 zu 0,004 (Faktor ca. 58) und ein Unterschied in der relativen Flüssigkeitspermeabilität von 0,060 zu 0,520 (Faktor ca. 0,12).

Die Verwendung dieser Daten für die Beurteilung der Strömungsprozesse und/oder als Startparameter in einem numerischen Programm zur Simulation und Prognose von Zweiphasenströmungsprozessen lässt deutliche Unterschiede in den Ergebnissen erwarten. Der Unterschied im Kapillardruck und der große Unterschied in der relativen Permeabilitäten würden zu einem deutlichen Unterschied im abgebildeten Zeitregime

 $k_{sel} = \frac{k_{eel}}{k_{abs}}$ Konzept der relativen Permeabilität: k_{rel} relative Permeabilität [-]; $k(S_L)$ Permeabilität in Abhängigkeit von der Porenraumsättigung [m²]; k_{abs} relative Permeabilität [-]

¹⁰ Kapillardruck aus Quecksilberporosimetrie, relative Permeabilitäten aus Durchströmungsversuchen bei unterschiedlichen CO₂-Sättigungen im Porenraum

der prognostizierten Strömung führen. Diese werden zusätzlich durch die Sättigungsdifferenz und die daraus resultierende, unterschiedliche Speicherkapazität des Materials gegenüber der Flüssigkeit beeinflusst.

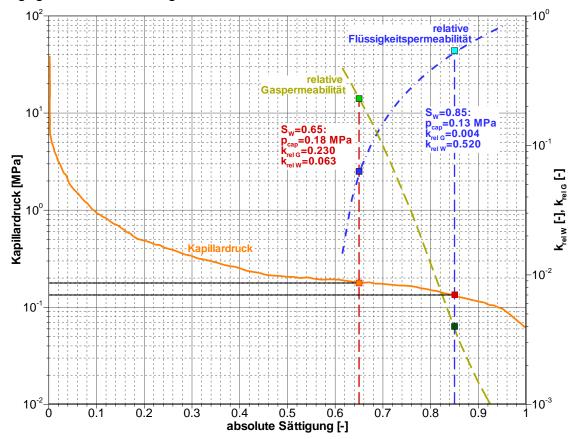


Abb. 6: Kapillardruck und relative Permeabilitäten eines Sorelbetons in Abhängigkeit von der Sättigung

$k_{rel\ G},\ k_{rel\ W}$	relative Permeabilität Gas (G) und Wasser (W)	[-];
p_{cap}	Kapillardruck	[MPa, Pa],
S_W	Porenraumsättigung mit Wasser	[-]

5 Fazit

Im Zusammenhang mit dem Bau von Verschlussbauwerken werden geringpermeable Gesteine und Materialien untersucht, die Wasser in unterschiedlichen Bindungsformen enthalten. Der Wassergehalt der Materialien sowie die Parameter, welche an den getrockneten Proben dieser Materialien ermittelt werden, sind daher sensitiv gegenüber der Trocknungsmethodik und den Trocknungsbedingungen. Die ermittelten Parameter werden für die Prognose von langfristig, unter spezifischen thermodynamischen Bedingungen ablaufende Prozesse verwendet. Vor diesem Hintergrund ergibt sich die Notwendigkeit der Auswahl der Trocknungsmethoden und -bedingungen in Abhängigkeit von den jeweiligen strömungstechnischen und thermodynamischen Bedingungen sowie der Zielstellung der Untersuchungen.

Aus den vorliegenden Erfahrungen gibt es bezüglich der Wahl der Bedingungen kein Optimum. Die Anwendung der standardisierten Trocknung bei 105°C ist im Rahmen der Vergleichsuntersuchungen von Baustoffrezepturen oder die begleitende Qualitätssicherung eines Einbauprozesses geeignet.

Für die modellgestützte Langzeitprognose von Strömungs- und Stofftransportprozessen in den betrachteten Dicht- und Baumaterialien ist eine gezielte Auswahl der Versuchsmethodik für die Parameterbestimmung erforderlich. Ausschlaggebend dafür sind die Porenstrukturen, die mineralogische Zusammensetzung und die daraus resultierenden Wasserbindungsformen in den Materialien sowie die thermodynamischen Bedingungen am Standort. Bei der Definition des Untersuchungsprogramms sollten diese Informationen für alle Parameter zu Charakterisierung der Strömungsprozesse (Flüssigkeitsgehalt, Dichten, Porositäten, Sättigungen, Kapillardruck, relative Permeabilitäten) sowie der den Stoffaustausch zwischen Feststoff und Flüssigkeit bestimmenden Größen (effektive Porosität, Dichten, Feststoffzusammensetzung, thermodynamische Daten Minerale und Verbindungen) Berücksichtigung finden.

Literatur

- [1] Bennion, B.; Bachu, S. (2005): Relative Permeability Characteristics for Supercritical CO2 Displacing Water in a Variety of Potential Sequestration Zones in the Western Canada Sedimentary Basin. Society of Petroleum Engineers, SPE 95547
- [2] Bennion, B.; Bachu, S. (2006): The Impact of Interfacial Tension and Pore-Size Distribution/Capillary Pressure Character on CO₂ Relative Permeability at Reservoir Conditions in CO₂-Brine Systems. In: Society of petroleum engineers, SPE 99325
- [3] Clariant (k.A.): Produktdatenblatt CALCIGEL®. Clariant Produkt GmbH
- [4] DIN 18124 (2011): Baugrund, Untersuchung von Bodenproben Bestimmung der Korndichte Kapillarpyknometer, Weithalspyknometer, Gaspyknometer. Beuth-Verlag, 04/2011
- [5] DIN 66133 (1993): Bestimmung der Porenvolumenverteilung und der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Quecksilberintrusion. Beuth Verlag, 06/1993
- [6] DIN EN 11272 (2014): Bodenbeschaffenheit Bestimmung der Trockenrohdichte. Beuth-Verlag, 06/2014
- [7] Glaubach, U.; Hofmann, M.; Königer, F.; Emmerich, K.; Schuhmann, R.; Viertel, Th.; Schrickel, C.; Schieweg, A.; Wilsnack, Th.: (2017): Schachtverschlüsse für Endlager für hochradioaktive Abfälle, ELSA-Phase 2: Konzeptentwicklung für Schachtverschlüsse und Test von Funktionselementen von Schachtverschlüssen, Teilbericht zum Arbeitspaket 3: Laborversuche zu den Arbeitsschritten 2.1 bis 2.6. Forschungsvorhaben gefördert vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Förderkennzeichen 02E11193A, 03.03.2017
- [8] Kudla, W.; Priestel, U.; Kawka, A.; Gruner, M.; Hofmann, M.; Glaubach, U.; Wasowiecz, B. (Entwicklung eines Grundkonzeptes für langzeitstabile Streckendämme im leichtlöslichen Salzgestein (Carnallitit) für UTD/UTV (CARLA). Forschungsvorhaben gefördert vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Förderkennzeichen 02C1204, 2004-2010
- [9] MgO-SEAL: (2017): MgO-Spritzbeton: Verhalten bei Angriff von MgCl2-Lösung. Forschungsvorhaben gefördert vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Förderkennzeichen 02E11435, laufendes Vorhaben

Variablen

k	Permeabilität	[m²]
S	Sättigung	[-]
n	Porosität	[-]
ρ	Dichte	[kg/m³]
S	Porenraumsättigung mit Flüssigkeit	[-]
W	Flüssigkeitsgehalt	[-]

Indizes

abs	absolut
G	Gas
d	Index zur Kennzeichnung der Trockenrohdichte
L	Liquid, Flüssigkeit
Р	Poren
rel	relativ
S	Index zur Kennzeichnung der Reindichte
W	Wasser

13

Abkürzungen

rF relative Luftfeuchte rH VDG

relative humidity
Verein Deutscher Giessereifachleute

9. CMM-Tagung, Material – Prozesse – Systeme, 20.-21.09.2017, Karlsruhe

Ausgewählte Aspekte zum Einfluss des Flüssigkeitsgehaltes auf die Strömungsprozesse in Verschlussbauwerken

- 1. Sachverhalt
- 2. Material und Methodik
- 3. Porosität / Sättigung
- 4. Strömungsprozesse
- 5. Zusammenfassung

M. Gruner, TU Bergakademie Freiberg, Institut für Bergbau und Spezialtiefbau

Th. Wilsnack, IBeWa-Ingenieurpartnerschaft, Freiberg



1. Sachverhalt

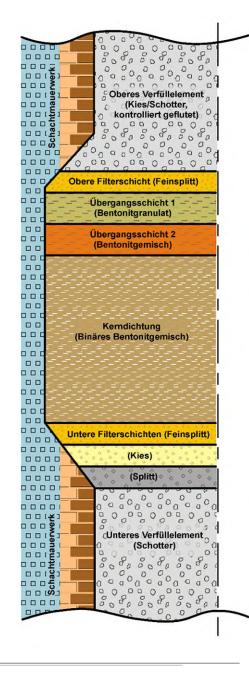
- 2. Material und Methodik
- 3. Porosität / Sättigung
- 4. Strömungsprozesse
- 5. Zusammenfassung



achverhalt

Sachverhalt

- Strömungsprozesse in Verschlussbauwerken
 - •in Schächten Bsp. 3 Schächte Salzdetfurth



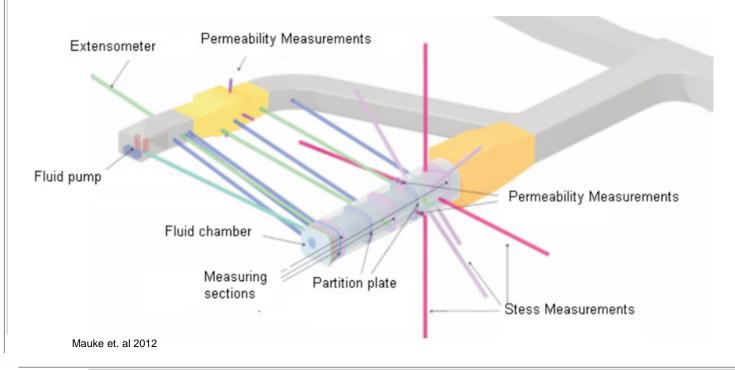


- Strömungsprozesse in Verschlussbauwerken
 - •in Schächten Bsp. 3 Schächte Salzdetfurth

FuE ELSA – Endlager-Schachtverschluss

•in Strecken – Salzbeton-Dam Endlager Morsleben





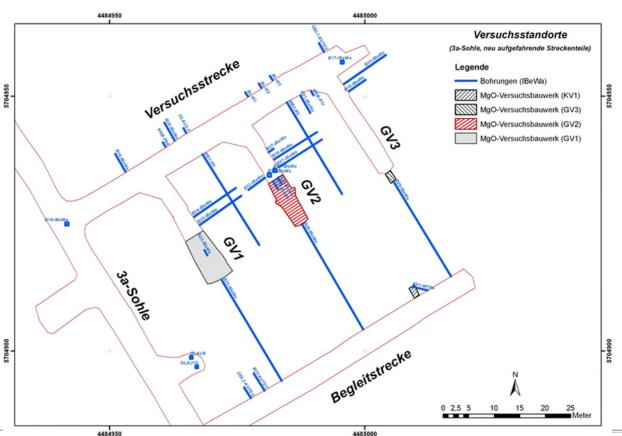


•in Schächten – Bsp. 3 Schächte Salzdetfurth

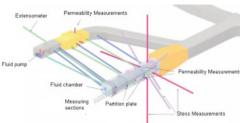
FuE ELSA – Endlager-Schachtverschluss

•in Strecken – Salzbeton-Dam Endlager Morsleben

FuE- Sorelbeton-Dämme Teutschenthal







Sachverhalt



•in Schächten – Bsp. 3 Schächte Salzdetfurth

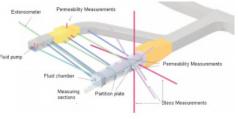
FuE ELSA – Endlager-Schachtverschluss

•in Strecken – Salzbeton-Dam Endlager Morsleben

FuE- Sorelbeton-Dämme Teutschenthal

- → Strömungsprozesse für Gas und Flüssigkeiten
- → sättigungsabhängige Ein- und Zweiphasenströmung
- → erforderliche Kenntnis zur Porosität, Porengrößenverteilung, Wassergehalt und Sättigung







- 1. Sachverhalt
- 2. Material und Methodik
- 3. Porosität / Sättigung
- 4. Strömungsprozesse
- 5. Zusammenfassung



Material - Bentonit Calcigel® Zusammensetzung

Montmorillonit $60 - 70 \% (Na,Ca)_{0,3}(AI,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$

Quarz 6-9% SiO₂

Feldspat 1-4% (Ba,Ca,Na,K,NH₄)(Al,B,Si)₄O₈

Kaolinit $1 - 2 \% \text{ Al}_{4}[(OH)_{8}|Si_{4}O_{10}]$

Glimmer 1-6%

andere Minerale 5 – 10 %

Verwendung

- durch Quellung aktiv dichtendes, langzeitbeständiges, gering permeables Dichtmaterial
- als Presslinge, Granulat, binäres Gemisch, Formsteine
- in Kombination mit anderen langzeitbeständigen Materialien,
 z.B. Basaltsplitt, Silikatsande

Untersuchungen

Wassergehalt, Porosität, Sättigung (Quelldruck, Permeabilität, Gaseindringdruck)

FuE: ELSA-Phase 2: Konzeptentwicklung für Schachtverschlüsse und Test von Funktionselementen von Schachtverschlüssen. Forschungsvorhaben gefördert vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Förderkennzeichen 02E11193A









Material - Sorelbeton Zusammensetzung

Beton auf MgO-Basis mit Silikatzuschlag (Spritz- und Ortbeton)

Bindemittelphasen z.B. 5-1-8 Phase 5 Mg(OH)₂ · 1 MgCl₂ · 8 H₂O

3-1-8 Phase **3** Mg(OH)₂ · **1** MgCl₂ · **8** H₂**O**

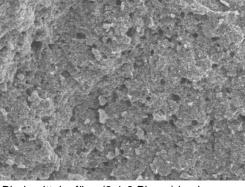
Verwendung

- hydraulisch abbindendes Material auf MgO-Basis
- Volumenzunahme beim Abbinden → Kristallisationsdruck
- gering permeables Dichtmaterial

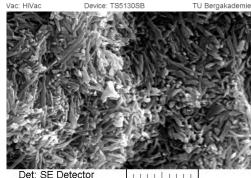
Untersuchungen

Wassergehalt, Porosität, Porengrößenverteilung, Sättigung (Gasund Lösungspermeabilität)

FuE: MgO-SEAL MgO-Spritzbeton: Verhalten bei Angriff von MgCl₂-Lösung. Forschungsvorhaben gefördert vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, Förderkennzeichen 02E11435

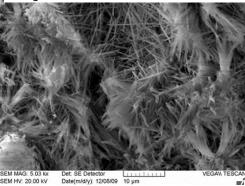


Bindemittelgefüge (3-1-8 Phase) hoch reaktives MgO



Date(m/d/y): 02/05/09 5 µm

Gefüge 3-1-8 nach kurzen Abbindezeiten



Gefüge 3-1-8 nach Abbinden bei 80°C für 5 d

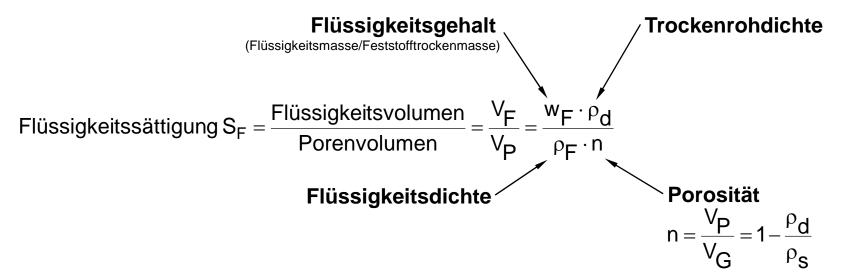
+ Raumtemp, für 30 d

[Carla, IfAC, 2011]



Strömungsprozesse - Zielstellung der Untersuchungen Ermittlung der Porosität und Porenraumsättigung mit Flüssigkeit

- → Beurteilung der Phasenverteilung im Porenraum → 1- oder Mehrphasenströmung
- \rightarrow Parameterbedarf: [S_F, p_{cap}=f(S_F), k, k_{rel}=f(S_F) = f(x, y, z, t)]



→ Differenzierung in totale und effektive Porosität → in DARCY- und Abstandsgeschwindigkeit

PF		[9,]	Ps	Tremainte i estatori (erine i eremaarri)	[1(9/11)]
ρ_{F}	Flüssigkeitsdichte	[kg/m³]	0	Reindichte Feststoff (ohne Porenraum)	[kg/m³]
$ ho_{\sf d}$	Trockenrohdichte Feststoff (mit Porenraum)	[kg/m³]	V_{G}	Gesamtvolumen Feststoff (mit Porenraum)	$[m^3]$
w_F	Flüssigkeitsgehalt (Flüssigkeitsmasse/Feststofftrockenmasse)	[-]	n	Porosität	[-]
V_P	Porenvolumen	[m³]			
V_{F}	Flüssigkeitsvolumen	[m³]			
k .	Permeabilität (S _F =1)	[m²]			
p_{cap}	Kapillardruck	[Pa]			
S_F	Flüssigkeitssättigung	[-]			



Methoden Wassergehalt	Bentonit	Sorelbeton	
Ofentrocknung bei in Anlehnung an DIN EN ISO 17892-1	40°C, 60°C, 105°C, 250°C	105°C	
schonende Trocknung bei ca. 32,5 % rF (25°C) über Bischofit (MgCl ₂ ·6 H ₂ O)	X	X	
Trockenrohdichte Volumen Tauchwägung + Wägung in Anlehnung an DIN EN 11272	X	X	
Reindichte Gaspyknometer in Anlehnung an DIN 18124	X	Х	
Porengrößenverteilung Porosimeter PASCAL 240 der Fa. Porotec GmbH 200 MPa, 3,7 nm≤r _P ≤ca. 55 μm -			



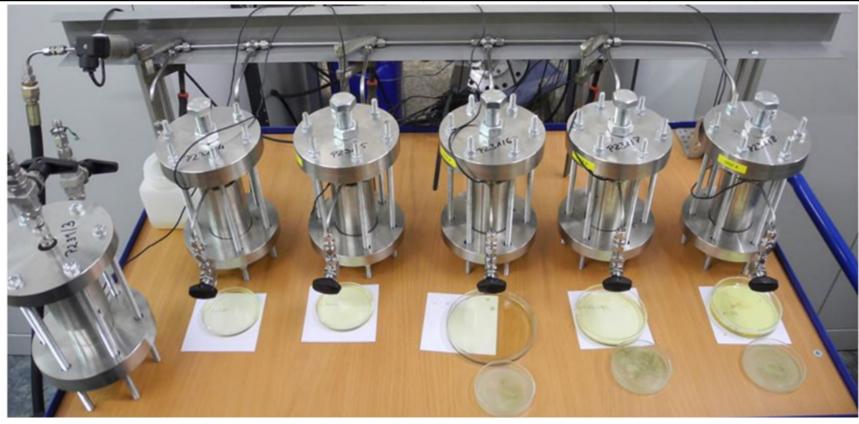
- 1. Sachverhalt
- 2. Material und Methodik
- 3. Porosität / Sättigung
- 4. Strömungsprozesse
- 5. Zusammenfassung



Porosität und Sättigung

Porosität Bentonit – Einbaufeuchtdichte ρ_{f}

	P231-1/31	P231-1/32	P231-1/33	P231-1/34	P231-1/35	P231-1/36
Einbaudichte (feucht) [g/cm³]	1,81±0,04	1,75±0,04	1,65±0,03	1,65±0,03	1,45±0,03	1,45±0,03



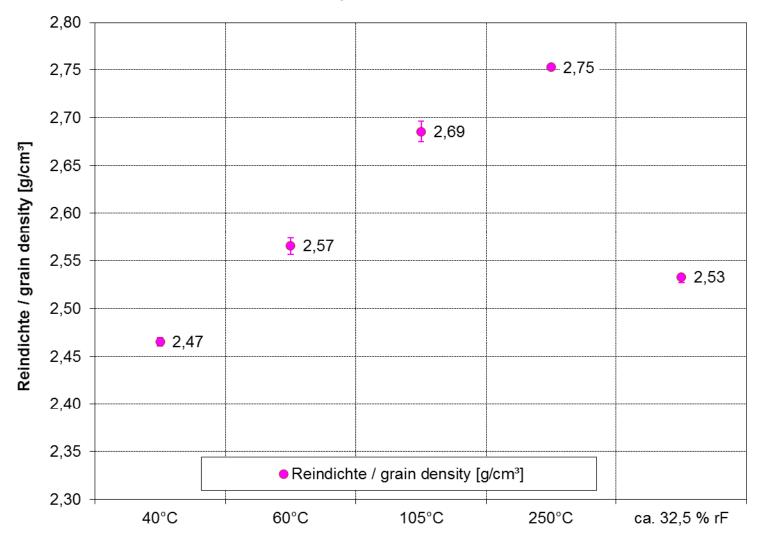




Porosität und Sättigung

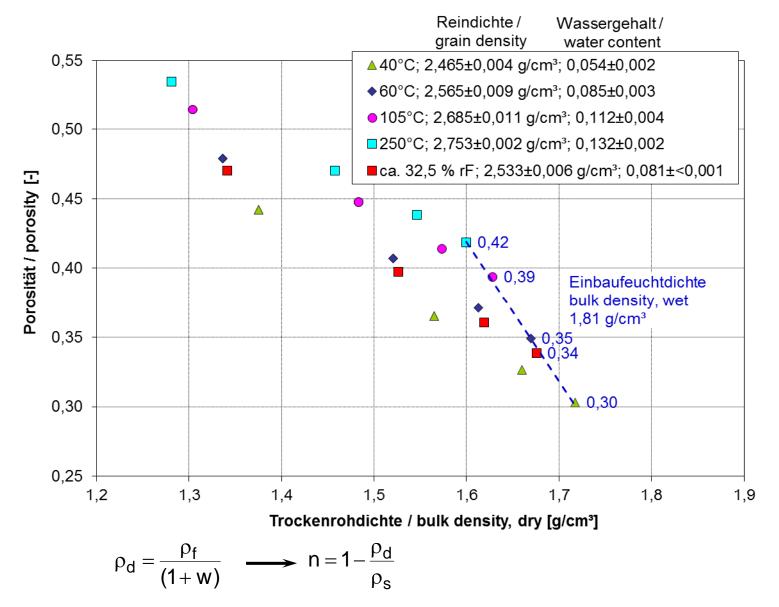
Porosität und Sättigung

Porosität Bentonit – Reindichte ρ_s in Abhängigkeit von der Trocknungsmethode





Porosität Bentonit in Abhängigkeit von der Trockenrohdichte ρ_d





Sättigung Bentonit

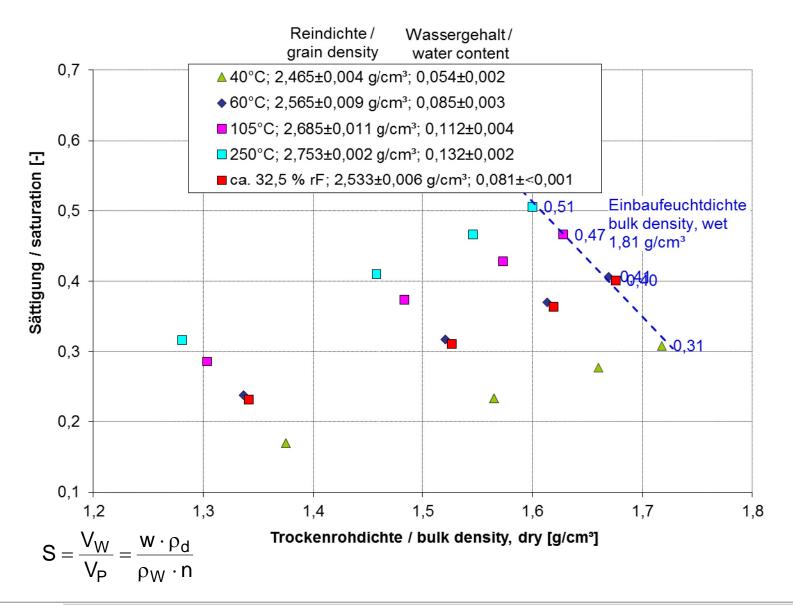
- Sättigung abhängig von der angewendeten Trocknungsmethodik
- Abweichung von bis zu 0,20
- Ursachen
 - Mobilisierung von kapillar gebundenem Wasser in Abhängigkeit von Porengrößenverteilung, Flüssigkeitseigenschaften, thermodynamischen Bedingungen Trocknung → Gradient Wasserdampfpartialdruck
 - Mobilisierung von hydratgebundenem Wasser aus der Kristallstruktur des Bentonits. (Adsorptionswasser an Tonoberfläche, Kapillarwasser zwischen Mineralaggregaten, Schichtwasser in Mineralen)

Überlagerung in Abhängigkeit von den thermodynamischen Bedingungen bei Trocknung

$$S = \frac{V_W}{V_P} = \frac{w \cdot \rho_d}{\rho_W \cdot n}$$



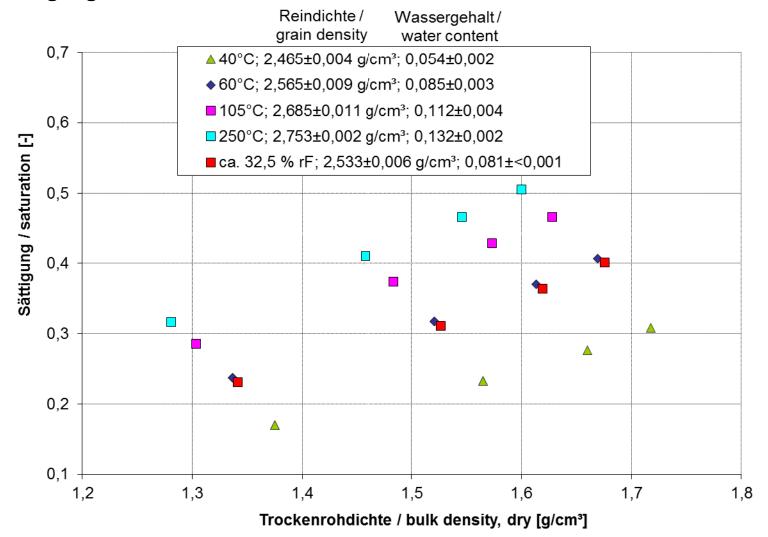
Sättigung Bentonit





Porosität und Sättigung

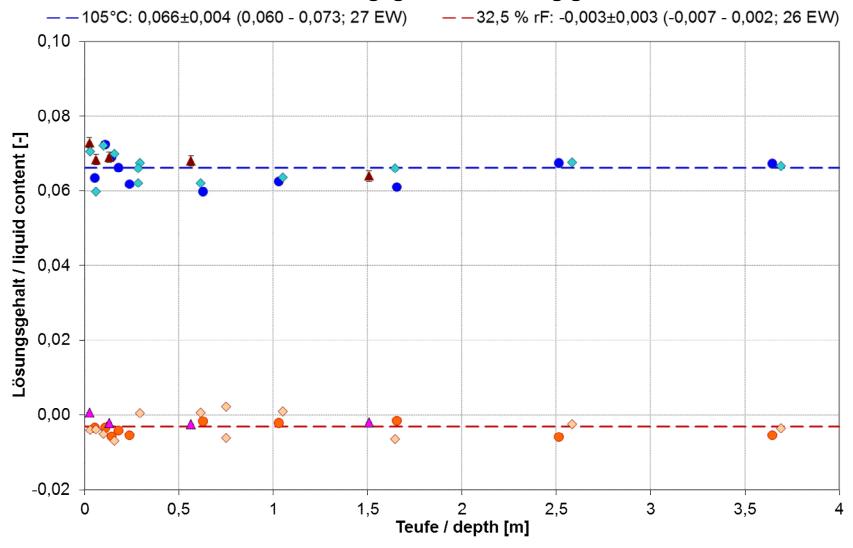
Sättigung Bentonit



$$S = \frac{V_W}{V_P} = \frac{w \cdot \rho_d}{\rho_W \cdot n}$$



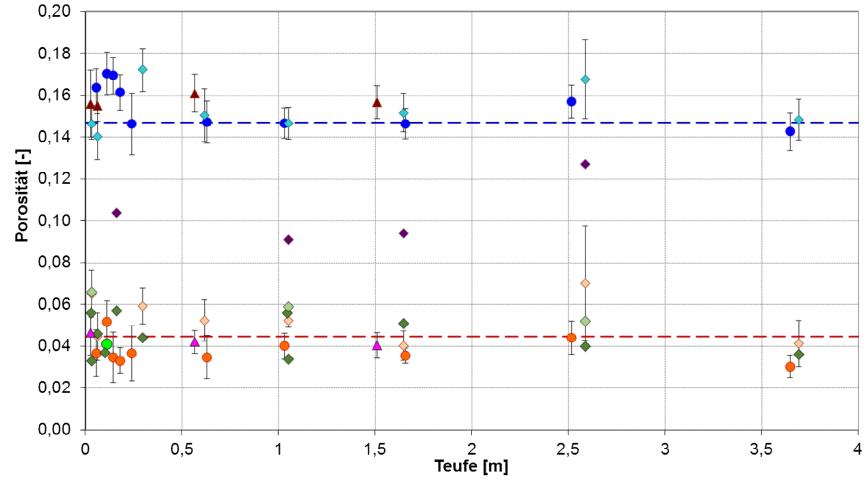
Porosität Sorelbeton MB10 – Lösungsgehalt in Abhängigkeit von der Teufe





Porosität Sorelbeton MB10 - in Abhängigkeit von der Bohrungsteufe

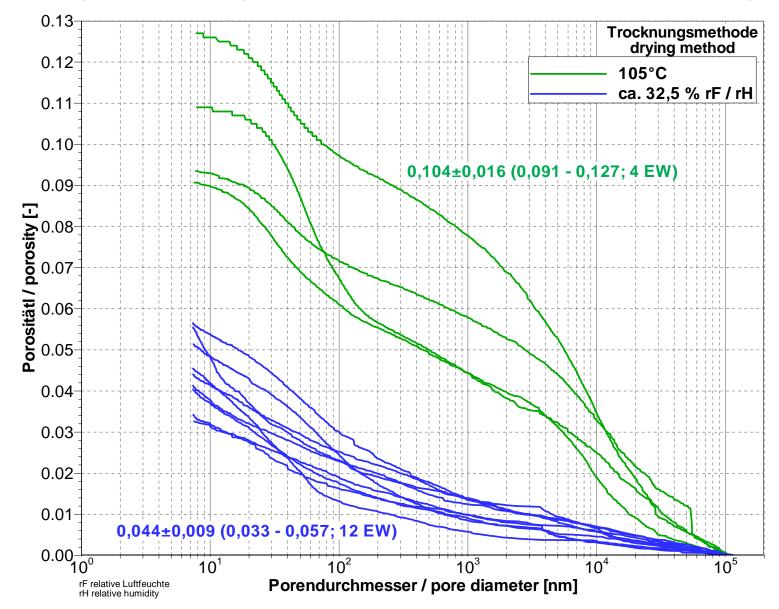
- 105°C (aus Hg-Porosimetrie)
- -- 105°C (aus Dichten): 0,15±0,02 (0,09-0,17; 26 EW)
- -- 32,5 % rF (aus Dichten und Hg-Porosimetrie): 0,04±0,01 (0,03-0,07; 31 EW)





Porosität und Sättigung

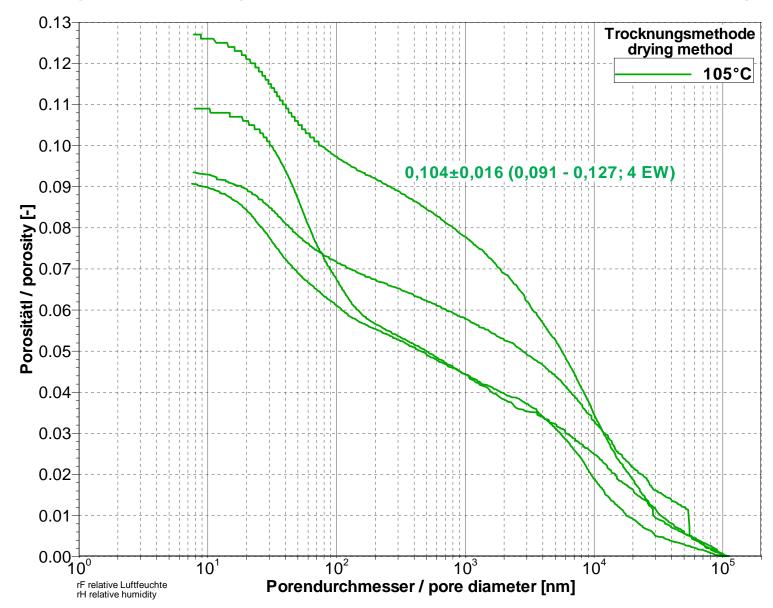
Porengrößenverteilung Sorelbeton MB10 für unterschiedliche Trocknungsmethoden





Porosität und Sättigung

Porengrößenverteilung Sorelbeton MB10 für unterschiedliche Trocknungsmethoden



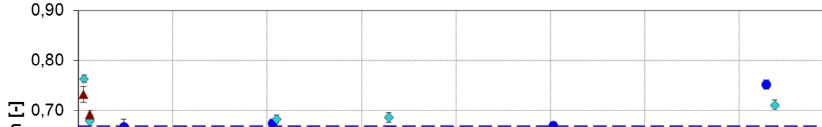


Sättigung Sorelbeton MB10 - in Abhängigkeit von der Bohrungsteufe

- Sättigung abhängig von der angewendeten Trocknungsmethodik
- Abweichung von bis zu 0,67
- Ursachen
 - Mobilisierung von hydratgebundenem Wasser aus der Kristallstruktur des Betons für T≥80°C → 9-1-4 Phase 9 Mg(OH)₂ · 1 MgCl₂ · 4 H₂O [Freyer et. al, 2014 – FKZ 02E10880]
 - Änderung Porosität und Porengefüge



— 105°C: 0,67±0,04 (0,60 - 0,76; 22 EW)
— 32,5 % rF: 0,02±0,01 (0,02 - 0,03; 4 EW)



Sattigung / saturation [-] 0,70 0,0 0,0 0,40

0,30

0,20 0,10

> 0,5 1,5

2,5 Teufe / depth [m]

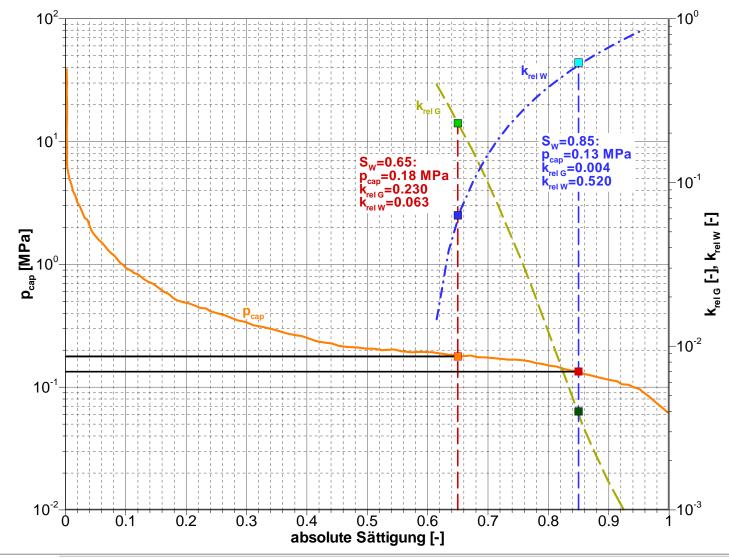
3,5

Porosität und Sättigung

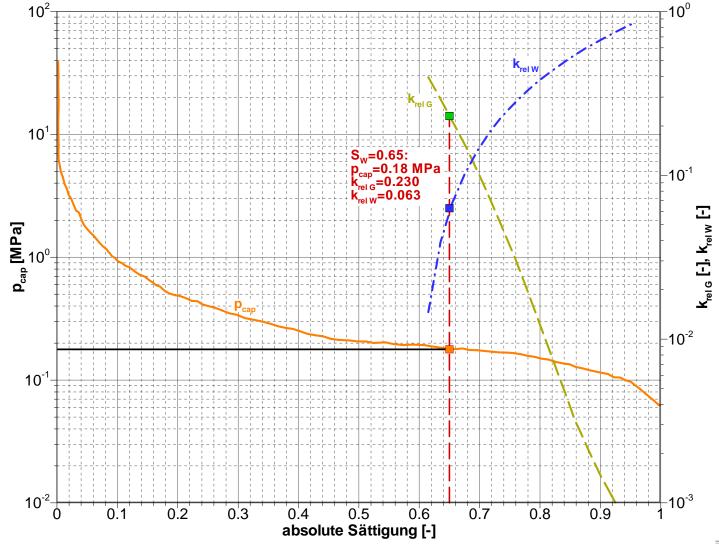
0,00

- 1. Sachverhalt
- 2. Material und Methodik
- 3. Porosität / Sättigung
- 4. Strömungsprozesse
- 5. Zusammenfassung

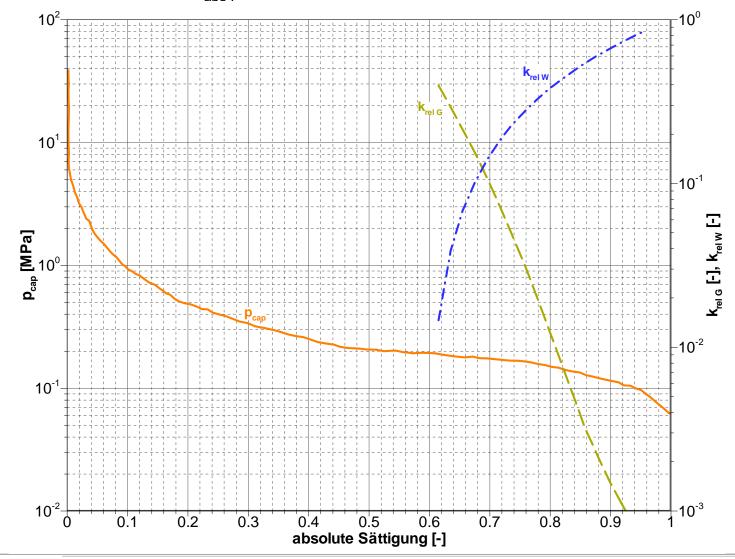




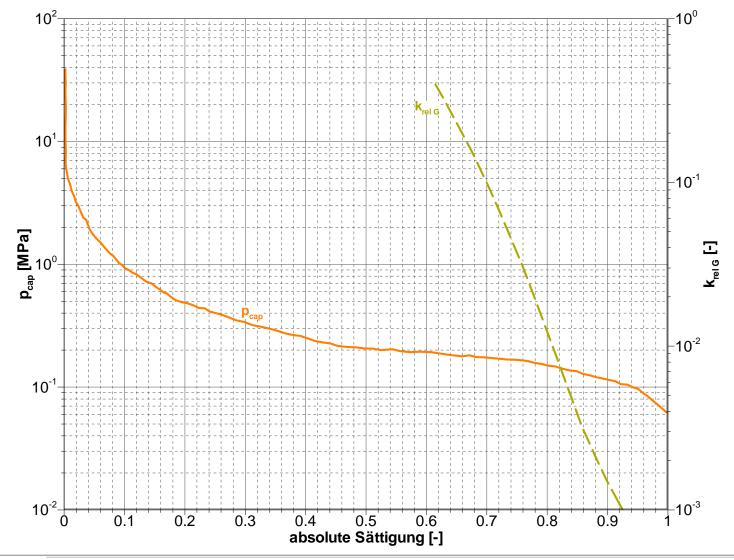




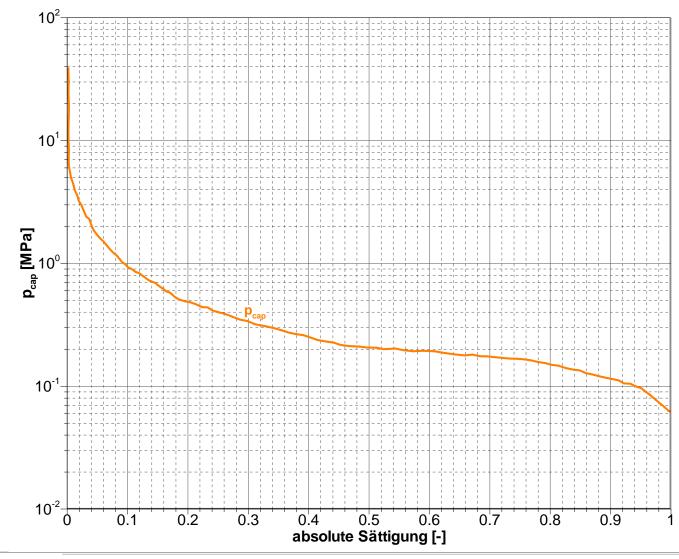














- 1. Sachverhalt
- 2. Material und Methodik
- 3. Porosität / Sättigung
- 4. Strömungsprozesse
- 5. Zusammenfassung



Zusammenfassung

- 1. material- und prozessabhängige Auswahl der Trocknungsmethoden und -bedingungen in Abhängigkeit von
 - → strömungstechnischen + thermodynamischen Bedingungen sowie
 - → Zielstellung der Untersuchungen
- 2. erfahrungsgemäß kein Optimum bezüglich Wahl der Trocknungsbedingungen
 - → standardisierte Verfahren z.B. Ofentrocknung bei 105°C für Vergleichsuntersuchungen und/oder Qualitätssicherung
 - → gezielte Auswahl Versuchsmethodik für Parameterermittlung für modellgestützte Langzeitprognose von Strömungs- und Transportprozessen für standort- und prozessspezifische Bedingungen
- 3. abgestimmte Methodik für alle Parameter zur Charakterisierung der Strömungsprozesse \rightarrow w, ρ , n, S, p_{cap} , k_{abs} , k_{rel} , Stoffaustauschparameter, Feststoffzusammensetzung



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit! Glückauf!

