

Permeabilität von feuerfesten Baustoffen während des Pressvorganges

Diplomarbeit am Lehrstuhl für Gesteinshüttenkunde
der Montanuniversität Leoben

Eidesstattliche Erklärung:

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, keine anderen als die angeführten Quellen verwendet und die wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe, sowie mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, im September 2011

Christina Atzenhofer

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Lehrstuhl für Gesteinshüttenkunde an der Montanuniversität Leoben. Ich möchte Herrn Univ. Prof. Dr. H. Harmuth für die Möglichkeit zur Durchführung dieser Arbeit , sowie für die fachliche Betreuung danken.

Ich bedanke mich bei Herrn DI Dr. Dietmar Gruber für die Betreuung und für die Bemühungen bei der Planung und Gestaltung der Diplomarbeit und dafür, dass er sich immer Zeit für Besprechungen und die Beantwortung von Fragen genommen hat.

Ein weiterer Dank gilt Herrn Christian Schober und DI Robert Emler sowie allen anderen Mitarbeitern des Lehrstuhls für die Unterstützung bei der Durchführung der praktischen Untersuchungen und der Herstellung der Prüfkörper.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|--------|---|----|
| 1 | Kurzfassung..... | 3 |
| 2 | Problemstellung und Zielsetzung | 4 |
| 3 | Stand des Wissens..... | 5 |
| 3.1 | Strömungsgesetze bei ruhenden Partikelmassen | 5 |
| 3.2 | Durchströmung von granularen Materialien | 6 |
| 3.3 | Bestimmung der Permeabilität..... | 7 |
| 3.3.1 | <i>Messung</i> | 7 |
| 3.3.2 | <i>Berechnung</i> | 9 |
| 4 | Durchführung der Untersuchung..... | 11 |
| 4.1 | Rezepturen | 11 |
| 4.2 | Bestimmung des Feuchtegehalts der Rezeptkomponenten | 12 |
| 4.3 | Siebanalyse..... | 12 |
| 4.4 | Prüfkörperherstellung..... | 13 |
| 4.5 | Messung der Permeabilität..... | 13 |
| 4.6 | Bestimmung des E-Moduls | 15 |
| 4.7 | Bestimmung der Reindichte..... | 15 |
| 4.8 | Bestimmung der spezifischen Oberfläche | 15 |
| 4.9 | Zeitabhängigkeit | 16 |
| 4.10 | Berechnung der Permeabilität | 16 |
| 4.10.1 | <i>Modell nach O. Molerus</i> | 16 |
| 4.10.2 | <i>Carman-Kozeny</i> | 18 |
| 5 | Ergebnisse | 19 |
| 5.1 | Gemessene Permeabilität | 19 |
| 5.2 | Berechnete Permeabilität | 19 |
| 5.2.1 | <i>Ergebnisse nach O. Molerus</i> | 19 |
| 5.2.2 | <i>Ergebnisse nach Carman-Kozeny</i> | 21 |
| 5.3 | E-Modul..... | 22 |
| 5.4 | Rohdichte | 23 |
| 5.5 | Porosität..... | 23 |
| 5.6 | Zeitabhängigkeit | 24 |
| 5.7 | Reynoldszahlen | 25 |
| 5.8 | Spezifische Oberfläche in Abhängigkeit der Feuchte..... | 26 |

| | | |
|----------|------------------------------------|-----------|
| 5.9 | Beobachtungen | 27 |
| 5.9.1 | <i>Prüfserie 1</i> | 27 |
| 5.9.2 | <i>Prüfserie 2</i> | 27 |
| 5.9.3 | <i>Prüfserie 3</i> | 29 |
| 5.9.4 | <i>Prüfserie 4</i> | 30 |
| 5.9.5 | <i>Prüfserie 5</i> | 31 |
| 5.9.6 | <i>Prüfserie 6</i> | 32 |
| 5.9.7 | <i>Prüfserie 7</i> | 32 |
| 6 | Schlussfolgerungen | 33 |
| 6.1 | Messung der Permeabilität | 33 |
| 6.2 | Berechnung der Permeabilität | 33 |
| 7 | Abbildungsverzeichnis | 38 |
| 8 | Tabellenverzeichnis | 39 |
| 9 | Quellen | 40 |

1 Kurzfassung

Bei der Formgebung von feuerfesten Baustoffen spielt die Permeabilität eine wesentliche Rolle. Diese Kenngröße bestimmt den Zeitanspruch des Pressvorgangs. Im Zuge dieser Arbeit wurden ungebrannte feuerfeste Baustoffe unterschiedlicher Rezeptur auf ihre Permeabilität geprüft. In Abhängigkeit des Materials, der Korngrößenverteilung, des Pressdrucks und des Bindemittels wurden Unterschiede hinsichtlich der Permeabilität festgestellt. Des Weiteren wurde an den Prüfzylindern der E-Modul mit Hilfe der Schalllaufzeit bestimmt.

Um das aufwendige Herstellen und Prüfen der Probekörper zu umgehen wurde versucht mit geeigneten Modellen die Permeabilität zu berechnen. Die Rechenmodelle verwenden unterschiedliche Ansätze zur Beschreibung des Strömungswiderstandes. Der Vergleich zwischen gemessenen und berechneten Daten zeigt allerdings deutliche Unterschiede. Die Rechenmodelle basieren auf der Vorstellung, dass die Permeabilität von den in der Probe vorhandenen Strömungskanälen abhängt. Diese Kanäle werden durch die Porosität und die spezifische Oberfläche beschrieben.

Des Weiteren fließt der Sauter-Durchmesser in die Berechnung mit ein.

Es wurde weder bei der Berechnung des Sauter-Durchmessers noch bei der Bestimmung der spezifischen Oberfläche der Einfluss des Bindemittels berücksichtigt. Aus diesem Grund lässt sich schlussfolgern, dass der Sauter-Durchmesser der Mischung größer ist als der berechnete.

Um abzuschätzen, wie stark der Einfluss der flüssigen Bindemittelkomponente auf die spezifische Oberfläche ist, wurde diese an Proben unterschiedlicher Feuchte bestimmt. Aus den Ergebnissen lässt sich ableiten, dass die spezifische Oberfläche durch den flüssigen Anteil an Bindemittel stark reduziert wird.

2 Problemstellung und Zielsetzung

Die Permeabilität feuerfester Baustoffe ist der geschwindigkeitsbestimmende Faktor bei der Entlüftung während dem Pressvorgang. Feuerfeste Baustoffe zeigen in Abhängigkeit der Rezeptur (Material, Korngrößenverteilung, Bindemittel) und des Verdichtungsgrades unterschiedliche Permeabilitäten. Diese Zusammenhänge sollen in dieser Diplomarbeit verdeutlicht werden. Dazu werden nach der Bestimmung des Feuchtegehalts der Rezeptkomponenten die Prüfzylinder (Durchmesser 50 mm) mit unterschiedlichen Drücken verpresst und hinsichtlich ihrer Permeabilität geprüft. Des weiteren wird mittels Schalllaufzeit der E-Modul bestimmt. Zusätzlich wird mit Hilfe von Berechnungsmodellen die Permeabilität der Proben berechnet und mit den gemessenen Daten verglichen.

3 Stand des Wissens

Die Permeabilität verschiedener Materialien ist in vielen Bereichen der Technik von großer Bedeutung. Untersucht wird in den meisten Fällen die Gas- und Wasserdurchlässigkeit anhand von Bodenproben oder Bohrkernen. Wichtig sind diese Permeabilitätsbestimmungen unter anderem für die Sohlabdichtung von Deponien sowie für die Bewertung von Erdöl- und Erdgaslagerstätten, denn man benötigt die Permeabilität und die Porosität des Gesteins, um deren Vorrat abschätzen zu können. Immer wichtiger wird die Durchlässigkeit bei der Speicherung von Gasen in Behälterbauwerken oder in radioaktiven Endlagern. Um die Gaspermeabilität diverser Stoffe zu bestimmen wurden unterschiedlichste Ansätze entwickelt.

3.1 Strömungsgesetze bei ruhenden Partikelmassen

Einphasig durchströmte, ruhende Füllkörperschichten spielen bei vielen technischen Anwendungen eine große Rolle. Besonders wichtig werden diese bei Problemen des Wärme- und Stoffaustauschs, wie z.B. beim Hochofen. Die Füllkörper haben innerhalb der Schicht eine bestimmte Anordnung, welche durch den Lückengrad beschrieben wird. Um die Strömung in der Schicht beschreiben zu können wird der hydraulische Durchmesser herangezogen, welcher die Größe der verfügbaren Strömungskanäle kennzeichnet. Der Lückengrad soll Aufschluss über die Struktur einer Füllkörperschicht geben, denn diese ist von der Form und Größe der Füllkörper und deren Orientierung abhängig. Diese Struktur entsteht zufällig und lässt sich über Wahrscheinlichkeitsgesetze beschreiben. Es ist aber nicht ausreichend, Kenntnisse über das insgesamt verfügbare freie Volumen oder die gesamte verfügbare Querschnittsfläche zu haben. Eine Füllkörperschicht, aus großen Partikeln bestehend, hat wenige große Poren und eine mit kleinen Partikeln wird viele kleine Poren besitzen, obwohl der mittlere Lückengrad für beide Fälle nahezu gleich sein wird. Die Größe der mittleren Einzelporen lässt sich mit dem hydraulischen Durchmesser beschreiben. Es wird davon ausgegangen, dass sich das freie Volumen in Strömungskanäle einteilen lässt [1].

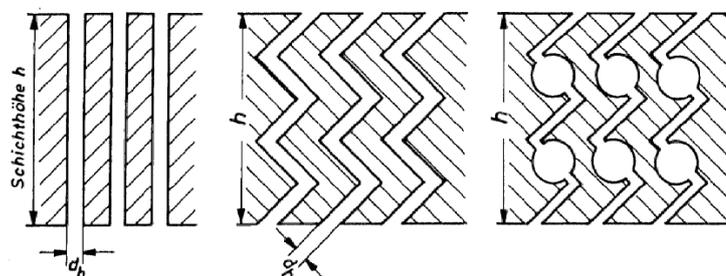


Abbildung 3-1: Schematische Darstellung von Strömungskanälen [1]

Für diese können wie in Abbildung 3-1 verschiedene Geometrien angenommen werden. Allerdings beziehen sich alle Überlegungen und Untersuchungen nur auf kugelförmige Partikel [1].

3.2 Durchströmung von granularen Materialien

Strömungen, die eine Vielzahl von Einzelpartikeln enthalten, haben charakteristische Eigenschaften. Untersucht wird vor allem das Widerstandsverhalten der Einzelpartikel, welche dabei meist als Kugel betrachtet werden. Vom Fluid wird auf ein Partikel eine Kraft ausgeübt. Diese Kraft wird z.B. in dimensionsloser Schreibweise durch die Eulerzahl beschrieben.

$$Eu = \frac{4}{3} \cdot \frac{\Delta p}{\rho_f \cdot v^2} \cdot \frac{d_p}{\Delta L} \cdot \frac{\psi^2}{1-\psi} \quad \text{Gleichung 1}$$

In Gleichung 1 bedeuten Δp die Druckdifferenz in Pa, d_p der Sauter-Durchmesser in m, ψ die Porosität, ρ_f die Dichte der Luft in kg/m^3 , v die Leerrohrgeschwindigkeit in m/s und ΔL die Höhe der Probe in m.

Dieser Zusammenhang beschreibt den Strömungswiderstand eines Partikels mit der Porosität und dem Druckabfall über die gesamte Schüttungshöhe. Um allerdings die Geometrie des durchströmten Mediums berücksichtigen zu können, entwickelt O. Molerus ein Zellenmodell. Daraus erhält er ein charakteristisches Längenverhältnis zur Beschreibung der Geometrie des Strömungsraumes zwischen den Partikeln. Jede Zelle besteht aus einem Partikel mit einem zugehörigen Leervolumen. Wobei r_0 die charakteristische Länge eines Partikels beschreibt. Das Längenmaß δ , das sich von der Oberfläche des Partikels bis zum Rand der Zelle erstreckt, beschreibt den Raum, welcher dem Fluid zum Strömen zur Verfügung steht [2].

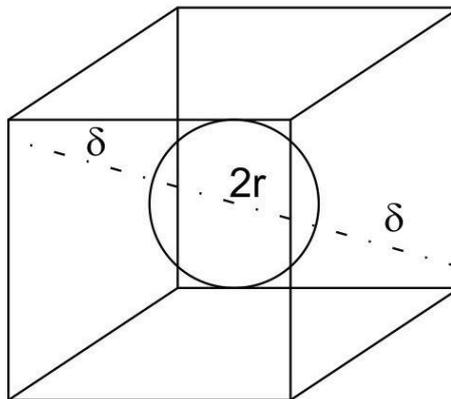


Abbildung 3-2: Zellenmodell [2]

$$\frac{r_0}{\delta} = \left[\frac{\zeta}{\sqrt[3]{1-\psi}} - 1 \right]^{-1} \quad \text{Gleichung 2}$$

In obiger Gleichung ist r_0/δ das charakteristische Längenverhältnis, ζ ist der Packungsparameter, welcher für Festbetten den Zahlenwert 0,95 erreicht [3] und ψ die Porosität [2].

Mit diesem Längenverhältnis, der Reynoldszahl und durch geeignete Auswertungen von Experimenten entwickelt er eine weitere Formel für die Eulerzahl für kugelige Partikel [2]. Durch Druckverlustmessungen an Festbetten und der Einführung eines Kornformfaktors Φ_d kann diese Formel auch für nicht kugelförmige Partikel anwendbar gemacht werden [3].

Details zu dieser Vorgehensweise werden in Kapitel 4.10.1 erläutert.

3.3 Bestimmung der Permeabilität

3.3.1 Messung

Im Laufe der Zeit wurden je nach Anwendungszweck unterschiedlichste Messvorrichtungen und Auswertungsmethoden zur Bestimmung der Permeabilität entwickelt. Viele Messprinzipien arbeiten mit den bei der Durchströmung der Probe entstehenden Druckunterschieden. Zur Berechnung der Permeabilität wird in vielen Fällen zusätzlich auch die Durchströmzeit benötigt. Einige dieser Prinzipien werden nachfolgend erläutert.

Zur Berechnung der Permeabilität tiefgefrorener Tone nach dem Auftauen, wurde eine Durchströmanlage (siehe Abbildung 3-3) gebaut und folgende Formel angegeben [4]:

$$k_f = \frac{r_k^2 \cdot s \cdot l}{h \cdot r_p^2 \cdot t} \quad \text{Gleichung 3}$$

k_f ist die Durchlässigkeit in cm/s, r_k der Innenradius des Glaskolbens in cm, s die Länge der Messstrecke in cm, t die Zeit für das Durchströmen der Luftblase in sec, l die Probenhöhe in cm, h der Druckhöhenunterschied in cm und r_p der Radius der Probe in cm [4].

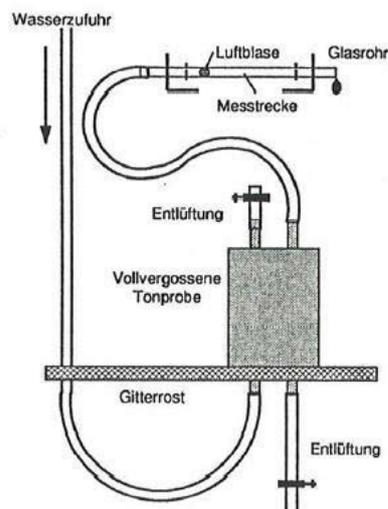


Abbildung 3-3: Schematischer Aufbau der Messstrecke [4]

Um die Gasdurchlässigkeit von Asphaltproben zu messen wurde folgende Versuchsanordnung gewählt:

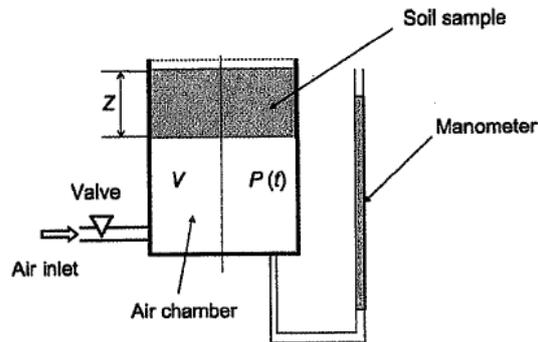


Abbildung 3-4: Schematische Darstellung der Druckverlustmessung [5]

Bei dieser Testmethode wird die Luft als komprimierbares Fluid betrachtet. Die Proben sind zylindrisch und werden in einen Stahlzylinder gegeben. Die Oberseite ist in direktem Kontakt mit der Atmosphäre. Die Unterseite und der Stahlzylinder bilden eine Luftkammer. Um den Luftdruck darin zu messen wird ein Wassermanometer angebracht und der Druck in der Luftkammer mit einer Fußpumpe erhöht. Nach Schließen des Ventils kann die Luft in der Kammer nur durch die Probe entweichen, gleichzeitig wird über das Manometer der Druckverlust gemessen. Die Berechnung der Gasdurchlässigkeit erfolgt nach folgender Gleichung [5].

$$k = - \frac{V \cdot Z \cdot \mu \cdot s}{A \cdot P_{atm}}$$

Gleichung 4

k entspricht der Gasdurchlässigkeit in m^2 , V dem Volumen der Luftkammer in m^3 , μ der dynamische Viskosität des Gases in $Pa \cdot s$, Z ist die Höhe der Probe in m , s die Steigung der Kurve von $\ln[(c(P-P_{atm})/(P+P_{atm}))]$ und der Zeit, mit c als konstant in $1/sec$, A der Querschnittsfläche in m^2 und P_{atm} dem Atmosphärendruck in Pa [5].

Im Zusammenhang mit Anpackungen und Aluminiumablagerungen an Aggregaten der Stahlindustrie, wurde die Heißgasdurchlässigkeit von kohlenstoffhaltigen feuerfesten Materialien untersucht. Die Änderung der Gaszusammensetzung beim Durchströmen der Probe wurde kontinuierlich mit einem Gaschromatographen gemessen. Die Änderung der Gasdurchlässigkeit der Probe über die Temperatur wurde mit unterschiedlichen Gasen ermittelt [6]. Der Versuchsaufbau sieht folgendermaßen aus:

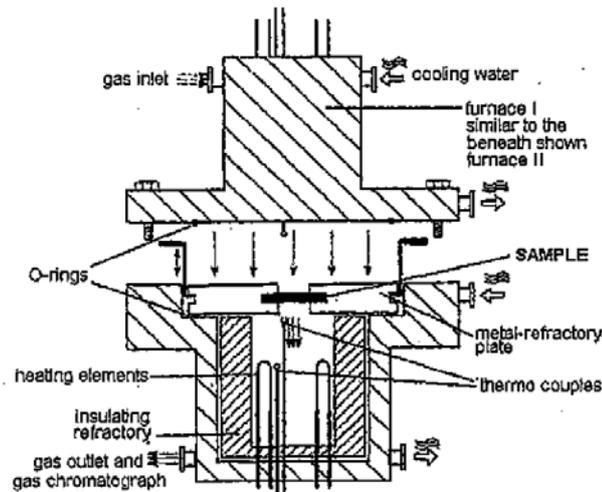


Abbildung 3-5: Versuchsaufbau für die Bestimmung der Heißgaspermeabilität [6]

Eine bekannte Gleichung zur Berechnung der Permeabilität ist das Gesetz von Darcy. Dieses leitet sich aus der Navier-Stokes Gleichung ab und bringt die durch eine bestimmte Fläche A hindurchströmende Fluidmenge Q , den Druckhöhenunterschied ΔL , die dabei entstehende Druckdifferenz Δp und die Viskosität η des durchströmenden Mediums in Zusammenhang.

$$K = \frac{Q \cdot \eta \cdot \Delta L}{\Delta p \cdot A}$$

Gleichung 5

In Gleichung 5 bedeutet K die Permeabilität in m^2 , Q ist der Volumenstrom in m^3/s , η die dynamische Viskosität des Fluids in $Pa \cdot s$, ΔL die Höhe der Probe in m , Δp die Druckdifferenz in Pa und A die Querschnittsfläche der Probe in m^2 .

3.3.2 Berechnung

Für die Berechnung der Permeabilität wird der bei der Durchströmung der Probe entstehende Differenzdruck Δp benötigt. Dieser kann während der Permeabilitätsmessung bestimmt, oder mit Hilfe von Berechnungsmodellen ermittelt werden. Auf Basis von Aussagen, dass der Druckverlust durch gleichzeitige kinetische und viskose Energieverluste verursacht wird, wurde das Festbett durch parallel laufende Strömungskanäle ersetzt und eine Gleichung zur Berechnung des Druckverlustes entwickelt. Die Druckverlustberechnung nach Ergun berücksichtigt die Fließrate, die Eigenschaften des Fluids, das Leervolumen, die Orientierung, Größe, Form und Oberfläche der Feststoffpartikel.

$$\frac{\Delta p}{\Delta L} = 150 \cdot \frac{(1-\psi)^2}{\psi^3} \cdot \frac{\eta \cdot v}{d_p^2} + 1,75 \cdot \frac{1-\psi}{\psi^3} \cdot \frac{\rho_f v^2}{d_p}$$

Gleichung 6

In der Gleichung nach Ergun bedeutet $\Delta p/\Delta L$ den Druckverlust über die Länge in Pa/m , d_p ist der charakteristische Durchmesser in m , ψ die Porosität, ρ_f die Dichte der Luft in kg/m^3 , v die Leerrohrgeschwindigkeit in m/s und η die dynamische Viskosität in $Pa \cdot s$.

Die Konstanten 150 und 1,75 repräsentieren die Einflüsse der Partikel in Bezug auf Form, Größe und Orientierung und wurden aus 640 Experimenten ermittelt. Der erste Term auf der rechten Seite der Gleichung bestimmt den Druckverlust bei laminarer Strömung, der zweite Teil den Einfluss bei turbulenter Strömung. Das Problem ist allerdings, dass meist ein Übergangsbereich existiert. Dieser ist in der Gleichung nicht berücksichtigt. Ein weiterer Nachteil ist, dass das Modell des hydraulischen Durchmessers nach Ergun nur für den turbulenten Bereich angewendet werden kann [7].

Eine bessere Möglichkeit den Differenzdruck zu bestimmen ist die in Kapitel 3.2 behandelte Eulerzahlenberechnung nach Molerus [2]. Bei dieser Berechnung wird der Übergangsbereich zwischen laminarer und turbulenter Strömung berücksichtigt.

$$Eu(\phi_D) = \frac{24}{\text{Re} \cdot \Phi_D^2} \cdot \left\{ 1 + 0,685 \cdot \left[\frac{r_0}{\delta} + 0,5 \cdot \left(\frac{r_0}{\delta} \right)^2 \right] \right\} +$$

$$\frac{4}{\sqrt{\text{Re}} \cdot \Phi_D^{1,5}} \cdot \left[1 + 0,289 \cdot \left(\frac{r_0}{\delta} \right)^{1,5} \right] + \frac{1}{\phi_D} \cdot \left[0,4 + 0,514 \cdot \frac{r_0}{\delta} \right]$$

Gleichung 7

In obiger Gleichung bedeutet Re die Reynoldszahl, Φ_D ist der Kornformfaktor und r_0/δ das charakteristische Längenverhältnis.

Durch Berechnen der Eulerzahl nach Gleichung 7 und anschließendem Einsetzen in die auf Δp umgeformte Gleichung 1, erhält man die bei der Durchströmung vorliegende Druckdifferenz. Eine weitere Möglichkeit den Differenzdruck direkt zu berechnen bietet die Carman-Kozeny Gleichung. Diese ist ein Sonderfall der Ergun Gleichung. Die Carman-Kozeny Gleichung gilt nur für Reynolds-Zahlen im laminaren Strömungsbereich, somit ist nur der erste Term der Ergun Gleichung von Bedeutung.

$$\Delta p = K' \cdot \frac{(1-\psi)^2}{\psi^3} \cdot S_V^2 \cdot \eta_F \cdot v_F \cdot h$$

Gleichung 8

Δp ist die Druckdifferenz in Pa, K' bedeutet die Carman-Kozeny Konstante, welche zwischen 3,5 und 5,5 liegt (hier wurde 4 gewählt), ψ die Porosität, S_V die volumenspezifische Oberfläche in $1/m$, η_F die dynamische Viskosität der Luft in Pas, v die Leerrohrgeschwindigkeit in m/s und h die Probenhöhe in m .

Anstelle des Sauter-Durchmessers steht in der Carman-Kozeny Gleichung die volumenspezifische Oberfläche des Festbetts. Die Proportionalitätskonstante hängt von der Partikelform, der Partikelgrößenverteilung und der Festbettporosität ab und nimmt meistens Werte zwischen 3,5 und 5,5 an [8].

4 Durchführung der Untersuchung

4.1 Rezepturen

Alle Rezepturen enthalten als mineralischen Anteil Magnesiasinter mit folgender chemischen Zusammensetzung:

| | MgO | SiO ₂ | Fe ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | CaO | Cr ₂ O ₃ |
|------------|------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|--------------------------------|
| Gehalt [%] | 98,5 | 0,15 | 0,45 | 0,05 | 0,80 | 0,05 |

Tabelle 4-1: Chemische Analyse des Magnesiasinters

| Körnung [mm] | Fraktion [%] | Einwaage [g] |
|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3-5 | 13,5 | 1188 |
| 1-3 | 34,0 | 2992 |
| 0-1 | 24,0 | 2112 |
| Mehl | 28,5 | 2508 |
| Summe | 100 | 8800 |

Tabelle 4-2: Grundrezeptur mit Magnesiasinter

Hergestellt wurden verschiedene Rezepturen mit unterschiedlichen Bindemitteln und Bindemittelgehalten. Trockenbinderit und pulverförmiges Kunstharz, sowie flüssiges Ligninsulfonat und flüssiges Kunstharz dienten als Bindemittel. Die Gehalte an pulverförmigen Bindemittel wurden von der Mehlkomponente abgezogen.

| Prüfserie | Beschreibung |
|-----------|---|
| 1 | 0,5% Trockenbinderit und 2,5% Ligninsulfonat, 24 Stunden nach dem Verpressen geprüft |
| 2 | 0,5% Trockenbinderit und 2,5% Ligninsulfonat, sofort nach dem Verpressen geprüft |
| 3 | 1,5% Trockenbinderit und 2,5% Ligninsulfonat, sofort nach dem Verpressen geprüft |
| 4 | 1,5% Trockenbinderit und 2,5% Ligninsulfonat, 24 Stunden nach dem Verpressen geprüft |
| 5 | 1% Kunstharz (Pulver) und 2,5% Kunstharz (flüssig), sofort nach dem Verpressen geprüft |
| 6 | 1% Kunstharz (Pulver) und 2,5% Kunstharz (flüssig), sofort nach dem Verpressen geprüft °) |
| 7 | 1% Trockenbinderit und 2,5% Ligninsulfonat, sofort nach dem Verpressen geprüft |
| 8 | 5% Trockenbinderit und 2,5% Ligninsulfonat *) |

Tabelle 4-3: Bindemittelregime und Zeitdauer bis zur Permeabilitätsbestimmung

*) Auf Grund des hohen Bindemittelgehalts war das Vermischen dieser Rezeptur nicht möglich.

°) Um ein zu rasches Austrocknen zu verhindern, wurde diese Mischung versuchsweise bis zum Verpressvorgang in einem Plastikbeutel aufbewahrt.

4.2 Bestimmung des Feuchtegehalts der Rezeptkomponenten

Bestimmt wurde die Feuchte der einzelnen Rezeptkomponenten durch trocknen bis zur Massekonstanz im Trockenschrank bei 120°C.

| Fraktion | 3-5mm | 1-3mm | 0-1mm | Mehl |
|-------------|-------|-------|-------|------|
| Feuchte [%] | 0,00 | 0,025 | 0,00 | 0,05 |

Tabelle 4-4: Feuchtegehalt der Rezeptkomponenten

4.3 Siebanalyse

Es wurden 300 g der Grundrezeptur (siehe Tabelle 4-2) eingewogen und in einem Siebturm für 10 min gesiebt. Die Siebanalyse wurde mit 300 g wiederholt und der Mittelwert beider Versuchsreihen gebildet. Die Trockensiebung brachte im Feinkornbereich keine zufriedenstellenden Ergebnisse und wurde deshalb im Bereich 0-1 mm mittels Laserpartikelmessung ermittelt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4-1 ersichtlich.

Die Rohstoffe sind in bestimmten Körnungen verfügbar. Die Durchgangsberechnung nach Alfred (Gleichung 9) und Fuller (Gleichung 10) wird verwendet, um dichte Kugelpackungen zu erreichen.

Die Durchgangskurve der hergestellten Mischung ist in Abbildung 4-1 mit den beiden genannten Kurven dargestellt.

$$D = \frac{d^n - d_{\min}^n}{d_{\max}^n - d_{\min}^n} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 9}$$

In obiger Gleichung ist D die Durchgangssumme in %, d der Durchmesser der Kornfraktion in m , d_{\min} der Durchmesser der kleinsten Kornfraktion der Rezeptur in m , d_{\max} der Durchmesser der größten Kornfraktion in m und n ein Exponent, hier 0,37.

$$D = \sqrt{\frac{d}{d_{\max}}} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 10}$$

In Gleichung 10 ist D die Durchgangssumme in %, d der Durchmesser der Kornfraktion in m und d_{\max} der Durchmesser der größten Kornfraktion in m .

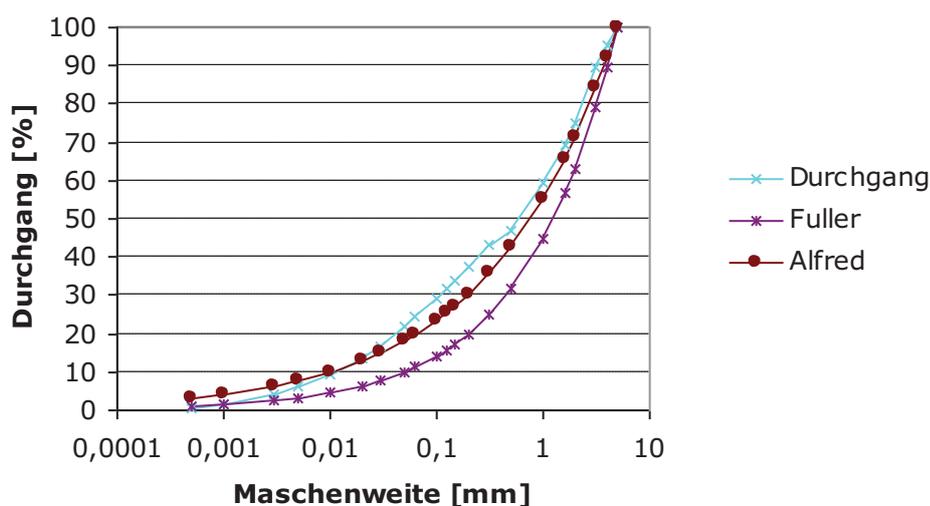


Abbildung 4-1: Siebanalyse und Durchgang nach Alfred und Fuller

4.4 Prüfkörperherstellung

Die Komponenten wurden laut Rezeptur (siehe Tabelle 4-2) eingewogen und mit einem Eirich Mischer gemischt. Der Grobanteil mit der flüssigen Bindemittelkomponente wurde vorgelegt, nach zwei Minuten folgte die Zugabe des Mehls und des pulverförmigen Bindemittels und die Durchmischung für weitere drei Minuten. Es folgte die Feuchtebestimmung der fertigen Mischung, durch trocknen im Trockenschrank bis zur Massekonstanz bei 120°C. Die Verpressung erfolgte mit einer Universalpresse des chemischen Laboratoriums für Tonindustrie, Nr. 2560/136 (Baujahr 1968), die Pressformfüllung gravimetrisch. Zylinder mit einem Durchmesser von 50 mm sind bei Pressdrücken von 150, 120, 100, 80, 60, 40, 20, 10 und 5 MPa gepresst worden. Die Herstellung umfasst jeweils drei Proben pro Pressdruck, wobei bei jedem Mischvorgang immer mit dem höchsten Pressdruck begonnen wurde.

4.5 Messung der Permeabilität

Die Ermittlung der Permeabilität erfolgte mit einem Gerät gemäß ÖNORM EN 993-4 [9], dabei wird Gas durch die Probe gesaugt (siehe Abbildung 4-2). Der Durchfluss jedes Zylinders wird dabei bei vier verschiedenen Druckdifferenzen ermittelt und die Permeabilität mit einem auf das Prüfgerät abgestimmten Modell aus den vier Messungen berechnet.

Die Probe wird in eine Vorrichtung eingesetzt und an der Mantelfläche luftdicht abgeschlossen. Dafür wird eine Gummimanschette verwendet, welche an die Probe gepresst wird. Die Ablesung des Gasdurchflusses erfolgt unmittelbar am Gasdurchflussmessgerät (Rotameter), welches nach dem Schwebekörperprinzip arbeitet. Die Permeabilität in Nanoperm [nPm] ergibt sich folgendermaßen:



Abbildung 4-2: Versuchsapparat

$$D = \frac{h}{50} \cdot J \cdot \frac{129,6 \cdot 0,5 \cdot (T - 18)}{\Delta p} \quad \text{Gleichung 11}$$

In Gleichung 11 bedeutet D die Gasdurchlässigkeit in nPm , h die Höhe des Zylinders in mm , J der Durchfluss, T die Temperatur in $^{\circ}C$ und Δp die Druckdifferenz in $mmWS$. Die Konstanten ergeben sich aus der DIN 51058 Blatt 1 [10].

$$J = (K_1 + A + K_2) \cdot A + K_3 + K_4 \cdot A^4 \quad \text{Gleichung 12}$$

J ist der Durchfluss, K_1 , K_2 , K_3 und K_4 sind Gerätekonstanten abhängig vom Rotameter (siehe Tabelle 4-5) und A ist die Ablesung am Gerät.

| Rotameter- messbereich | K_1 | K_2 | K_3 | K_4 |
|---------------------------|---------|--------|---------|----------|
| 1 Ablesung < 9 | 0,017 | 0,1167 | -0,01 | 0 |
| 1 Ablesung > 9 | 0,00667 | 0,54 | -2,9667 | 0 |
| 2 | 0,0677 | 4,33 | -2,4 | 0,000017 |
| 3 | 0,41666 | 27,4 | -40,5 | 0 |

Tabelle 4-5: Gerätekonstanten zur Permeabilitätsberechnung

Je nach Gasdurchlässigkeit ergibt sich ein anderer Rotametermessbereich. Mit zunehmender Durchlässigkeit steigt die Rotameternummer. In Tabelle 4-5 sind die Gerätekonstanten, welche für die Berechnung der Permeabilität Verwendung finden, angegeben. Die Konstanten sind aus den Datenblättern der Rotameter ersichtlich.

4.6 Bestimmung des E-Moduls

Die Prüfung des E-Moduls erfolgte an den Proben nach der Permeabilitätsuntersuchung. Ermittelt wurde dieser mit Hilfe der Schalllaufzeit und dem Schalllaufzeitmessgerät von Eichkamp. Dieses Gerät hat einen Impulsgeber welcher auf die Probenoberfläche aufgesetzt wird. Auf der gegenüberliegenden Seite wird der Empfänger aufgesetzt. Gemessen wird die Zeit, welche der Impuls zum durchqueren der Probe benötigt. Mit Hilfe von Gleichung 13 erfolgt die Berechnung des mittleren E-Modul sowohl in Pressrichtung als auch normal dazu.

$$E_{dyn} = \frac{l}{t^2} \cdot \frac{(1-\nu) \cdot (1+\nu)}{(1-\nu)} \cdot \rho \quad \text{Gleichung 13}$$

E_{dyn} ist der dynamische E-Modul in Pa, l ist der Abstand zwischen Impulsgeber und Empfänger in m, t ist die Zeit in sec, ν ist die Poissonzahl (hier wurde 0,2 gewählt) und ρ ist die Rohdichte der Probe in kg/m^3 .

4.7 Bestimmung der Reindichte

Je ein Probekörper jeder Rezeptur wurde mit einer Scheibenschwingmühle für zwei Minuten gemahlen. Die Reindichtebestimmung erfolgte mit Hilfe eines Heliumpyknometers.

Weiters wurde die Reindichte mit Hilfe der bekannten Dichten der einzelnen Komponenten berechnet und mit der gemessenen verglichen.

4.8 Bestimmung der spezifischen Oberfläche

Zur Ermittlung der spezifische Oberfläche dient das Luftdurchlässigkeitsverfahren nach Blaine (ASTM C 204-55). Zuerst wird die Einwaage mit untenstehender Formel berechnet.

$$W = 1,676 \cdot cm^3 \cdot \rho \cdot (1-\psi) \quad \text{Gleichung 14}$$

W ist die Probeneinwaage in g, ρ ist die Massendichte der Probe in g/cm^3 und ψ die Porosität der Probe (ist ψ nicht bekannt so wird es mit 0,5 angenommen).

Die Untersuchung erfolgt mit einem Blainemessgerät der Firma Seger Tonindustrie Nr. 7201/276/67. Auf die Siebplatte in der Durchlässigkeitszelle wird ein Filterpapier gelegt und die Einwaage eingefüllt. Um eine ebene Probenoberfläche zu erhalten klopft man seitlich auf die Messzelle und legt eine zweite Filterscheibe auf die Einwaage. Dann folgt das Einschieben des Tauchkolbens in die Messzelle, um die Probe mit dem Kolben leicht zu verdichten. Anschließend wird der Tauchkolben wieder herausgezogen und die Messzelle luftdicht auf das Manometerrohr aufgesetzt. Die Messflüssigkeit muss bei geöffnetem Hahn bis zur obersten Markierung geführt werden. Der Hahn wird geschlossen und die Flüssigkeitssäule beginnt abzusinken. Die Zeit t , welche die Flüssigkeit braucht um von der zweiten Markierung bis zur dritten abzusinken, wird gestoppt.

Die spezifische Oberfläche berechnet sich nach unten stehender Formel, mit Hilfe des Mittelwerts der Durchlaufzeit aus mehreren Versuchen.

$$a_{sp} = \frac{K \cdot \sqrt{\psi^3} \cdot \sqrt{t}}{\rho \cdot (1 - \psi) \cdot \sqrt{\eta}} \quad \text{Gleichung 15}$$

a_{sp} ist die Spezifische Oberfläche der Probe in cm^2/g , K ist die Gerätekonstante von $6,8279 \text{ Pa}^{0,5} \text{ cm}^{-1}$, ρ die Dichte der Probe in g/cm^3 , η ist die dynamische Viskosität der Luft in Pas , ψ die Porosität und t die gemessene Durchlaufzeit in sec .

4.9 Zeitabhängigkeit

Von der Herstellung der Prüfkörper bis zur Überprüfung der Gasdurchlässigkeit der Zylinder erfolgte ein Transport der Proben von ca. 20 Minuten. Um den Einfluss der Zeitspanne, die zwischen dem Pressen der Prüfkörper und der Permeabilitätsbestimmung liegt, untersuchen zu können, wurden mit der Rezeptur von Prüfserie 1 zehn Zylinder des selben Pressdrucks von 80 MPa direkt vor Ort des Permeabilitätsmessgerätes hergestellt. Die Permeabilitätsbestimmung dieser Zylinder erfolgte in verschiedenen Zeitabständen.

4.10 Berechnung der Permeabilität

Die Permeabilität wurde mit Hilfe der Gleichung von Darcy (Gleichung 5) berechnet und mit den gemessenen Werten verglichen. Für diese Berechnung ist es notwendig Kenntnisse über die vorliegende Druckdifferenz zu haben. Diese wurde mit Hilfe von zwei verschiedenen Berechnungsmodellen ermittelt. Das erste Modell basiert auf der Permeabilitätsberechnung von O. Molerus [2]. Das zweite Modell rechnet mit der Gleichung nach Carman-Kozeny [8].

4.10.1 Modell nach O. Molerus

In diese Berechnung fließen der Sauter-Durchmesser, die Porosität, sowie der Kornformfaktor und das charakteristische Längenverhältnis mit ein.

Für die Berechnung der Druckdifferenz wird die Mischung durch einen charakteristischen Partikeldurchmesser, dem sogenannten Sauter-Durchmesser d_p beschrieben. Der Sauter-Durchmesser wurde über drei verschiedene Wege ermittelt.

Die Berechnung von d_p erfolgt unter Berücksichtigung der spezifischen Oberfläche nach Blaine der Fraktionen kleiner 0,125 mm.

$$d_p = 6 \cdot \left(\rho \cdot \frac{V_{<125\mu\text{m}}}{V} \cdot A_{\text{Blaine}} + 6 \sum \frac{V_i}{V} \cdot \frac{1}{d_i} \right)^{-1} \quad \text{Gleichung 16}$$

In Gleichung 16 ist d_p der Sauter-Durchmesser in m , A_{Blaine} die spezifische Oberfläche in m^2/g , ρ die Dichte der Probe in kg/m^3 , V_i das Volumen des i -ten Korngrößenintervalls in m^3 , V das gesamte analysierte Kornvolumen in m^3 und d_i der mittlere Korndurchmesser des Intervalls in m .

Für die zweite Berechnung findet eine Formel, welche für Verteilungen nach Alfred gültig ist, Anwendung. Hier fließt nur das Maximal- und Minimalkorn der Rezeptur mit ein.

$$d_p = \frac{n-1}{n} \cdot \frac{k_{\max}^n - k_{\min}^n}{k_{\max}^{n-1} - k_{\min}^{n-1}} \quad \text{Gleichung 17}$$

d_p ist der Sauter-Durchmesser in m , k_{\max} ist das Maximalkorn der Mischung und k_{\min} das Kleinstkorn der Mischung, n ist ein Exponent (hier 0,37).

Für die dritte Berechnung wurde die Siebanalyse aus Kapitel 4.3 herangezogen.

$$d_p = \left(\sum \frac{V_i}{V} \cdot \frac{1}{d_i} \right)^{-1} \quad \text{Gleichung 18}$$

In obiger Gleichung ist d_p der Sauter-Durchmesser in m , V_i das Volumen des i -ten Korngrößenintervalls in m^3 , V das gesamte analysierte Kornvolumen in m^3 und d_i der mittlere Korndurchmesser des Intervalls in m .

Die Ergebnisse der Sauter-Durchmesserberechnung sind im Anhang zu finden.

Für die Berechnung wird die Porosität jeder Probe benötigt. Eine experimentelle Bestimmung der offenen Porosität nach Pukall war nicht durchführbar, da die ungebrannten Proben zerfallen wären. Deshalb erfolgte die Berechnung der Gesamtporosität.

$$\psi = \frac{\text{Reindichte} - \text{Rohdichte}}{\text{Reindichte}} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 19}$$

Der Kornformfaktor dient dazu die Abweichung von der kugeligen Partikelform zu beschreiben. In [3] finden sich folgende in Tabelle 4-6 dargestellte Werte. Für die Berechnung in dieser Arbeit wurde ein Kornformfaktor von 0,6 gewählt.

| Versuchsgut | Bettporosität | Φ_D |
|--|---------------|----------|
| Quarzsand | 0,395 | 0,74 |
| Quarzsand | 0,447 | 0,74 |
| Edelstahl | 0,441 | 0,80 |
| Tongranulat | 0,387 | 0,80 |
| Straßensplitt (Originalzustand) | 0,470 | 0,52 |
| Straßensplitt (gerundetes Korn nach langem Verdichten) | 0,415 | 0,63 |

Tabelle 4-6: Kornformfaktoren [3]

Gleichung 2 dient zur Berechnung des in Kapitel 3.2 beschriebenen charakteristischen Längenverhältnisses.

Für nachfolgende Berechnungen ist es notwendig die Reynoldszahl, sowie die Leerrohrgeschwindigkeit zu bestimmen. Dies erfolgt folgendermaßen:

$$v = \frac{Q}{A} \qquad \text{Gleichung 20}$$

In Gleichung 20 bedeuten v die Leerrohrgeschwindigkeit in m/s , Q der Volumenstrom in m^3/s und A die durchströmte Querschnittsfläche in m^2 .

$$Re = \frac{v \cdot \bar{d}_p}{\psi \cdot \nu} \qquad \text{Gleichung 21}$$

In Gleichung 21 bedeutet Re die Reynoldszahl, v die Leerrohrgeschwindigkeit in m/s , d_p der Sauter-Durchmesser in m , ψ die Porosität und ν die kinematische Viskosität von Luft in m^2/s .

Die ermittelten Kennzahlen dienen zur Ermittlung der Eulerzahl. Diese entspricht der vom Fluid auf eine Partikel im Mittel ausgeübte Kraft in dimensionsloser Schreibweise [2]. Sie wird nach Gleichung 7 berechnet.

Mit Hilfe der bereits ermittelten Eulerzahl kann mit Gleichung 1 die Druckdifferenz Δp berechnet werden.

4.10.2 Carman-Kozeny

Mit der Gleichung von Carman-Kozeny (Gleichung 8) wurde ebenfalls eine Druckdifferenz ermittelt, welche zur Berechnung der Permeabilität mit Gleichung 5 dient.

5 Ergebnisse

Alle dargestellten Ergebnisse sind aus jeweils drei Einzelwerten gemittelt. Die Daten zu den Abbildungen sind im Anhang zu finden.

5.1 Gemessene Permeabilität

In nachfolgendem Diagramm sind die gemessenen Permeabilitäten über den Pressdruck dargestellt.

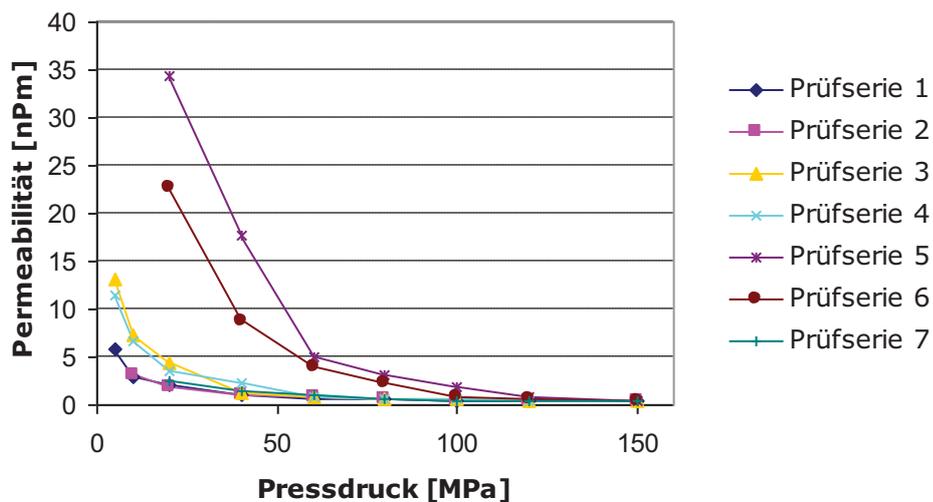


Abbildung 5-1: Permeabilität gemessen

5.2 Berechnete Permeabilität

Wie bereits erwähnt erfolgte die Bestimmung der Permeabilität auch rechnerisch. Verwendet wurden dazu das auf dem Sauter-Durchmesser und der Eulerzahl beruhende Modell nach Molerus und die Carman-Kozeny Gleichung.

5.2.1 Ergebnisse nach O. Molerus

Die Porosität wurde sowohl mit der gemessenen als auch mit der berechneten Reindichte ermittelt. Aus diesem Grund erfolgten auch alle weiteren Berechnungen, wo diese benötigt wurden mit beiden Porositäten.

Die in untenstehenden Diagrammen abgebildeten Permeabilitäten wurden mit der Porosität, welche auf der berechneten Reindichte basiert, ermittelt. Die Permeabilitätsberechnung erfolgte sowohl mit dem Sauter-Durchmesser nach Blaine (Gleichung 16), als auch nach Maximal- und Minimalkorn (Gleichung 17).

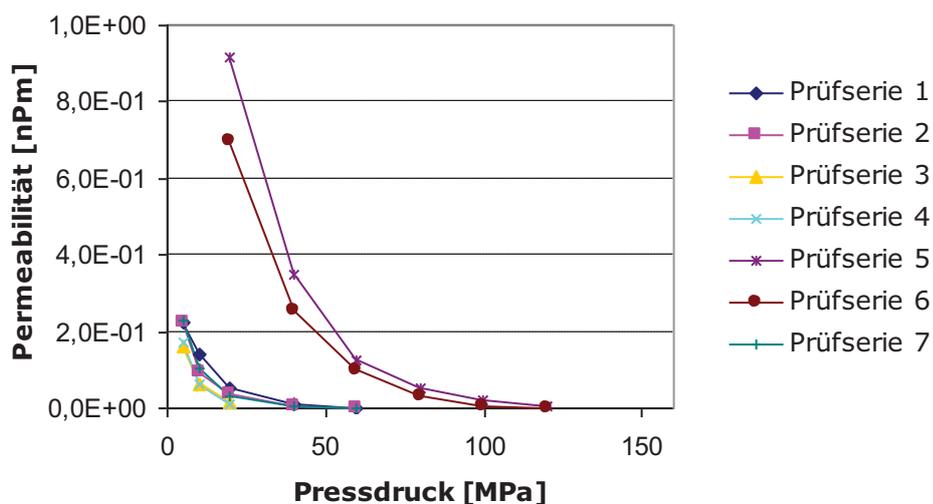


Abbildung 5-2: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17

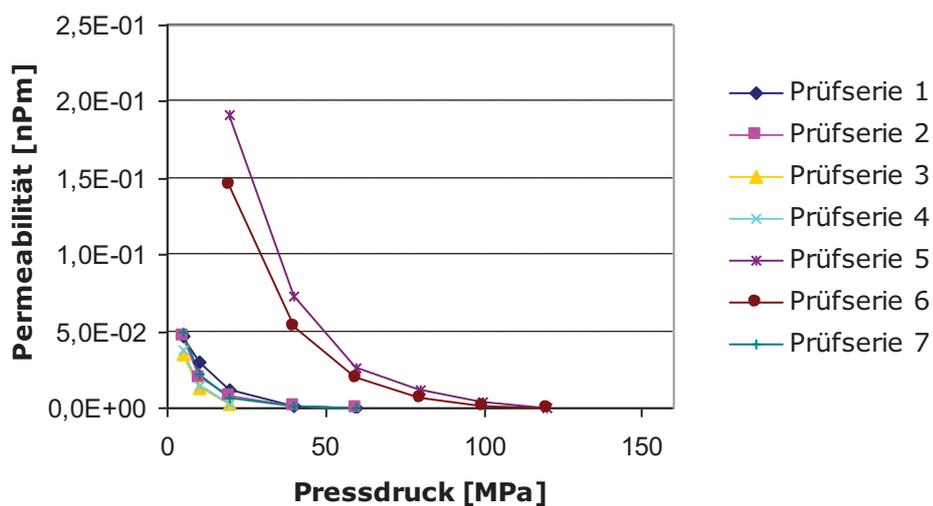


Abbildung 5-3: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16

Die in Abbildung 5-4 und Abbildung 5-5 dargestellten Permeabilitäten basieren auf der Porosität, welche mit Hilfe der gemessenen Reindichte ermittelt wurde. Auch hier erfolgte die Berechnungen mit beiden Sauter-Durchmessern.

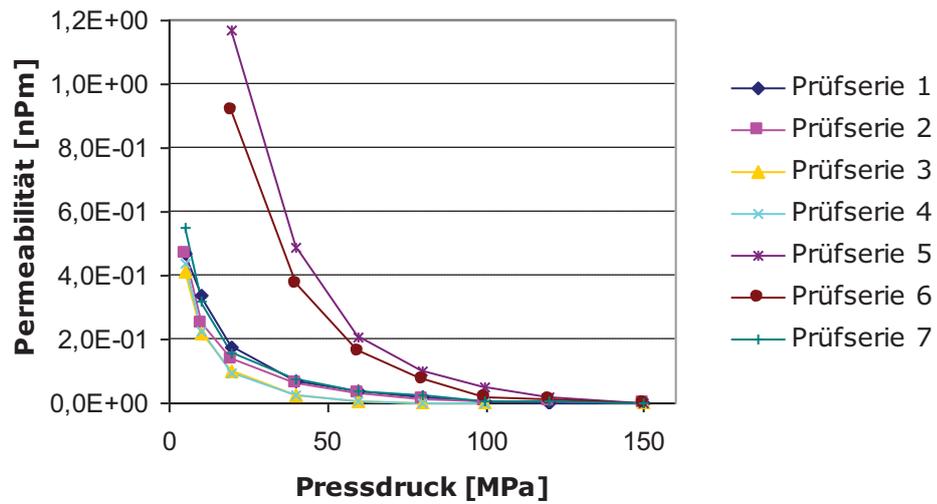


Abbildung 5-4: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17

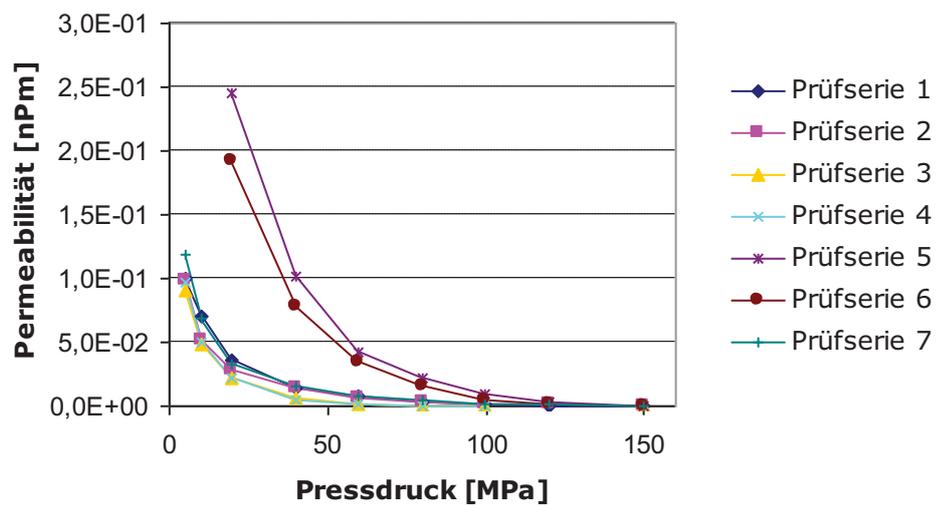


Abbildung 5-5: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16

5.2.2 Ergebnisse nach Carman-Kozeny

In nachfolgendem Diagramm ist die gemittelte Permeabilität, welche mit Hilfe der Druckdifferenz nach Carman-Kozeny berechnet wurde, über den Pressdruck aufgetragen.

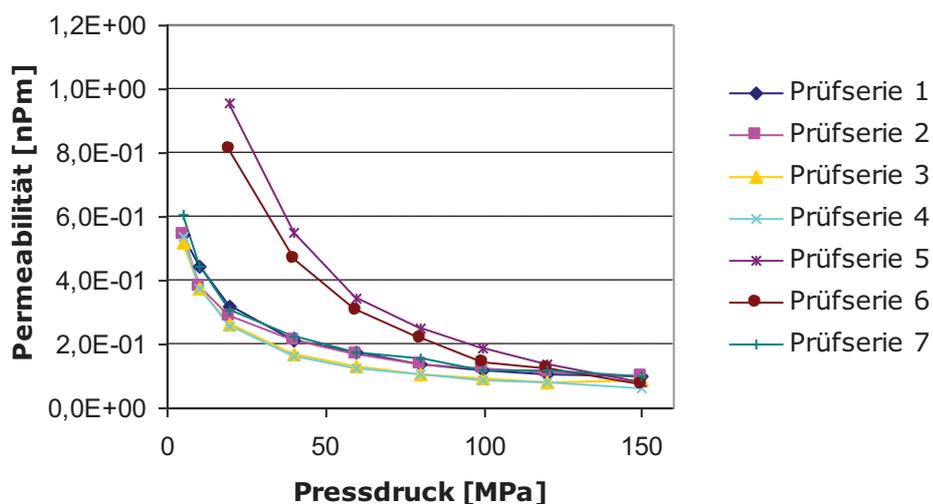


Abbildung 5-6: Permeabilität berechnet mit Carman-Kozeny

5.3 E-Modul

Abbildung 5-7 zeigt den E-Modul in Pressrichtung über den Pressdruck.

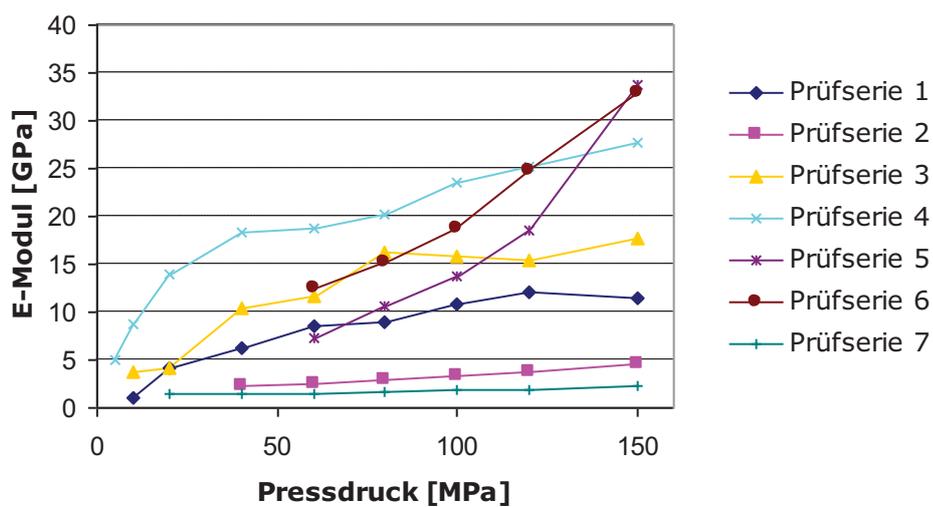


Abbildung 5-7: E-Modul in Pressrichtung berechnet mit Schalllaufzeit

5.4 Rohdichte

In Abbildung 5-8 sind die mittleren Rohdichten über den Pressdruck dargestellt.

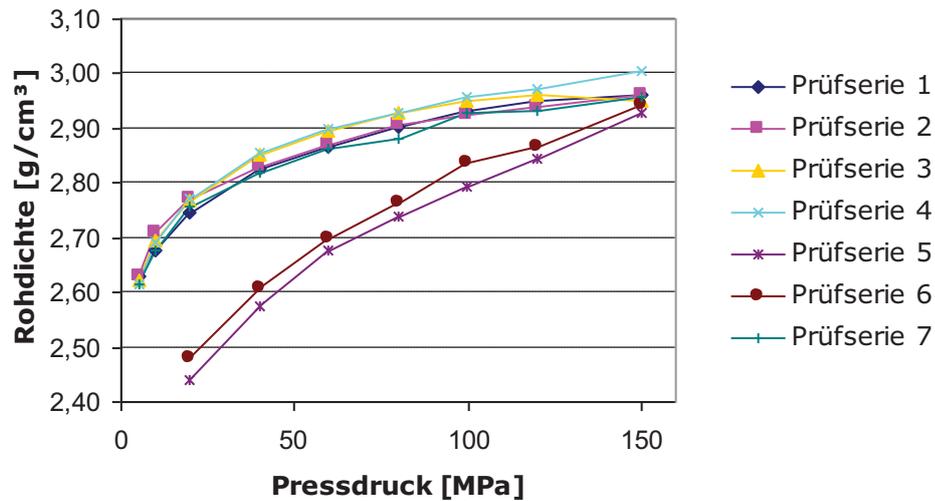


Abbildung 5-8: Rohdichte

5.5 Porosität

Die Berechnung der Porositäten erfolgte wie in Kapitel 4.10.1 beschrieben, sowohl mit der berechneten, als auch mit der gemessenen Reindichte.

Die mit Hilfe der berechneten Reindichte ermittelte Porosität ist in Abbildung 5-9 dargestellt.

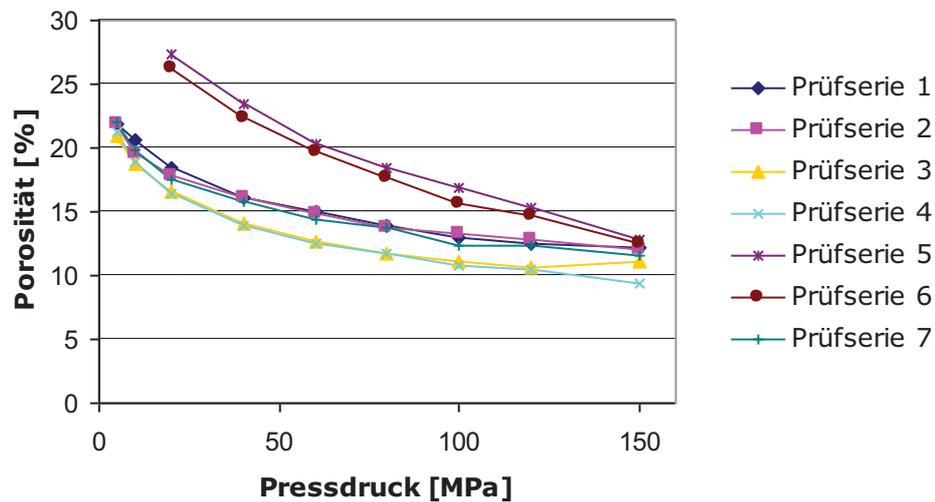


Abbildung 5-9: Berechnete Porosität auf Basis berechneter Reindichte

Abbildung 5-10 zeigt die mit der gemessenen Reindichte berechnete Porosität der sieben Prüfserien in Abhängigkeit des Pressdrucks.

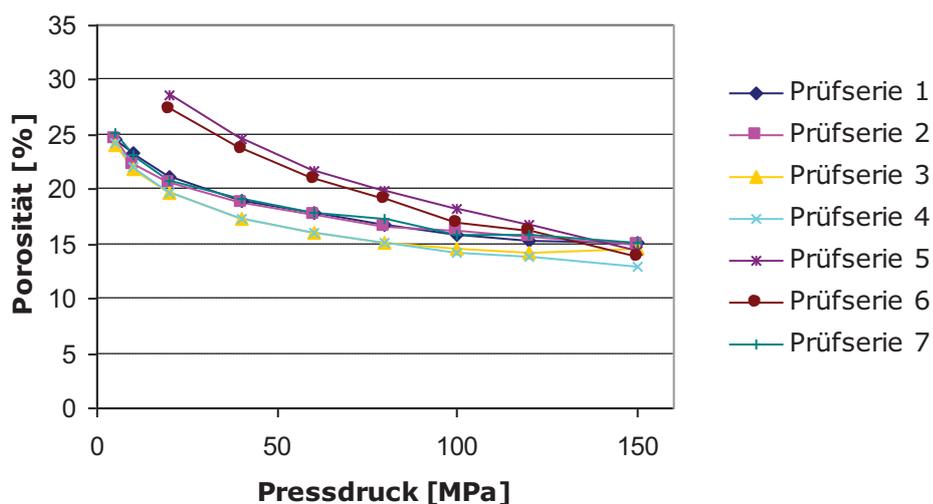


Abbildung 5-10: Porosität berechnet auf Basis gemessener Reindichte

Bei den Prüfserien 5 und 6 liegen die mit der gemessenen und berechneten Reindichte ermittelten Porositäten nahe beieinander. Bei den übrigen Prüfserien beträgt die Differenz ca. 3%.

5.6 Zeitabhängigkeit

Wie in 4.9 beschrieben, wurde um zeitliche Einflüsse auf die Permeabilität zu überprüfen, eine eigene Prüfserie hergestellt. Die Idee war jeden Zylinder nach verschiedenen Zeitspannen auf seine Gasdurchlässigkeit zu überprüfen. Dies erwies sich allerdings als schwierig, da kein Zylinder dem Druck der Abdichtungsmanschette in der Prüfvorrichtung zweimal standhalten konnte. Die Proben sind genau in der Mitte gebrochen. Möglicherweise war die kurze Zeit nicht ausreichend, dass die Proben eine gewisse Festigkeit entwickeln konnten. Da alle hergestellten Probekörper der selben Rezeptur und mit dem selben Pressdruck hergestellt wurden, konnte zu jedem Zeitpunkt ein neuer Zylinder getestet werden.

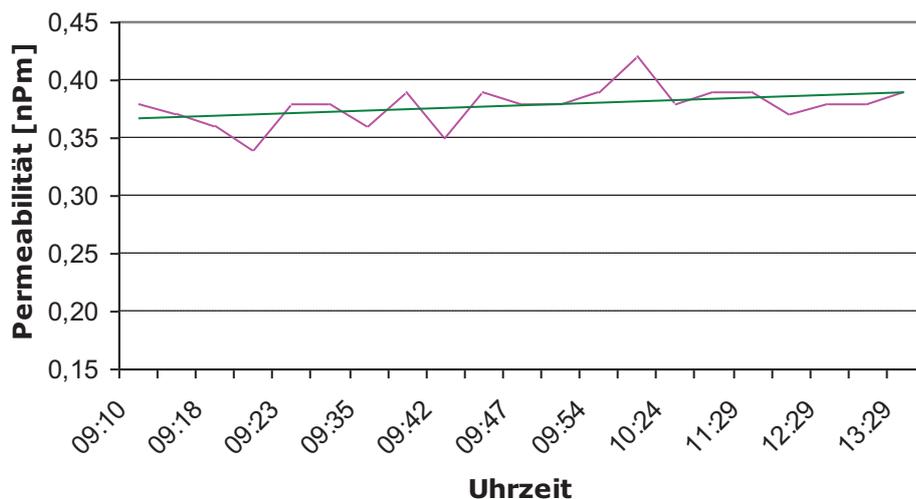


Abbildung 5-11: Versuch Zeitabhängigkeit

In obigen Diagramm lässt sich erkennen, dass zwischen dem als erstes getesteten Zylinder und dem 3 Stunden und 19 Minuten später getesteten Zylinder kein wesentlicher Permeabilitätsunterschied entstanden ist.

5.7 Reynoldszahlen

In Abbildung 5-12 sind die Reynoldszahlen, welche mit dem nach Maximal- und Minimalkorn berechneten Sauter-Durchmesser ermittelt wurden, über den Pressdruck dargestellt. Die Berechnung erfolgte nach Gleichung 21.

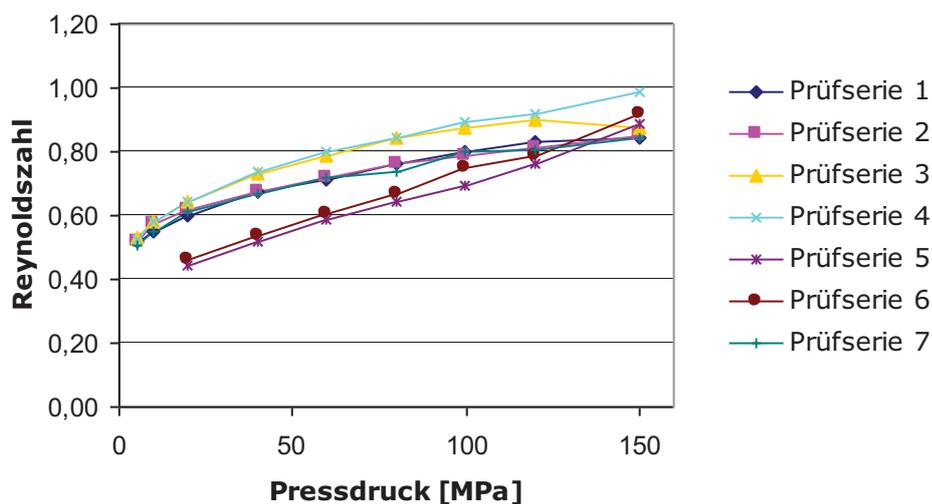


Abbildung 5-12: Reynoldszahlen mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17

Nachfolgende Abbildung zeigt die Reynoldszahlen, berechnet mit dem Sauter-Durchmesser nach Blaine, über den Pressdruck.

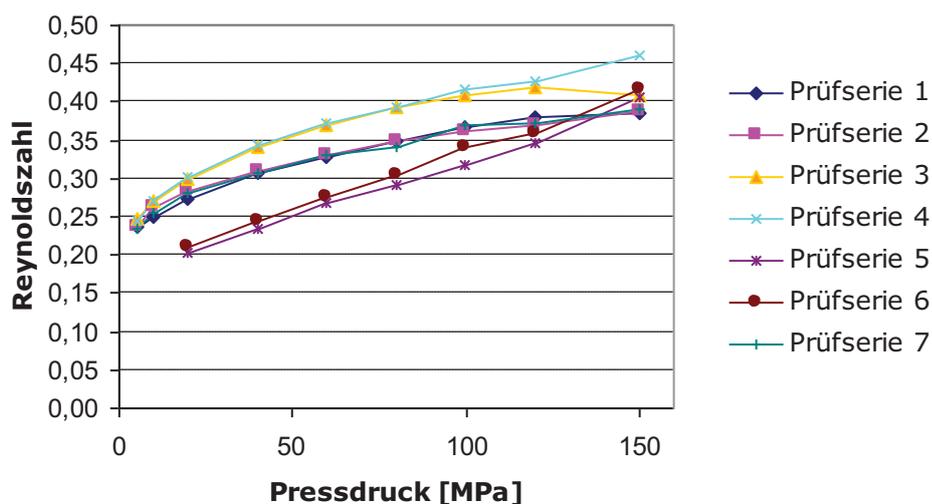


Abbildung 5-13: Reynoldszahlen mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16

5.8 Spezifische Oberfläche in Abhängigkeit der Feuchte

Die flüssige Bindemittelkomponente wurde bei der Berechnung der spezifischen Oberfläche nicht berücksichtigt. Um deren Einfluss abschätzen zu können wurden mit der Mehlkomponente und Wasser Proben unterschiedlicher Feuchte hergestellt und deren spezifische Oberfläche mit dem Verfahren nach Blaine bestimmt. Abbildung 5-14 zeigt die Abnahme der volumenspezifischen Oberfläche mit zunehmender Feuchte.

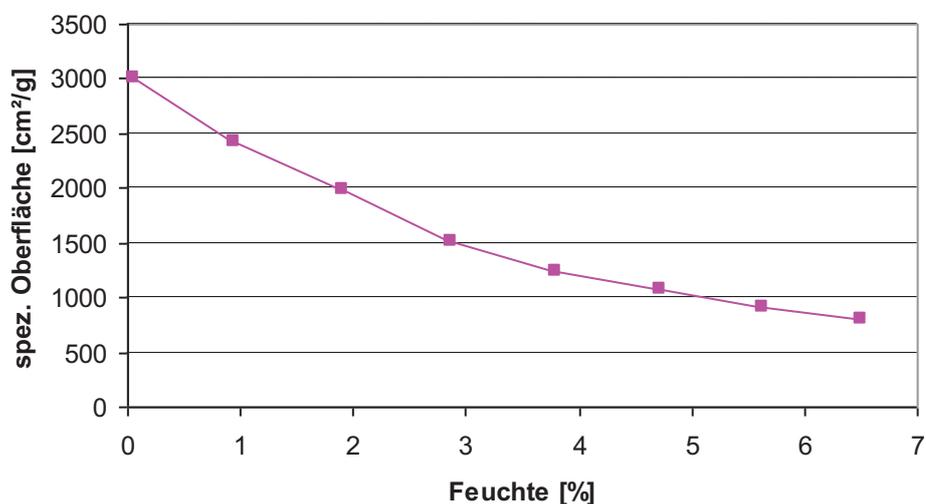


Abbildung 5-14: Spezifische Oberfläche in Abhängigkeit der Feuchte

5.9 Beobachtungen

Bei der Herstellung der Probekörper, sowie bei der Permeabilitätsbestimmung, konnten zahlreiche Beobachtungen gemacht werden. Diese werden in diesem Kapitel näher erläutert.

5.9.1 Prüfserie 1

Die Kantenfestigkeit bei niedrigen Pressdrücken bei Prüfserie 1 ist sehr gering. Die Zylinder, welche mit einem Pressdruck von 5 MPa hergestellt wurden, sind direkt nach der Gasdurchlässigkeitsprüfung zerfallen (siehe Abbildung 5-15). Eine Probe des Pressdrucks von 10 MPa ist beim Transport nach der Untersuchung zerbrochen. Die Schalllaufzeit hat bei einigen Proben sehr stark gependelt.

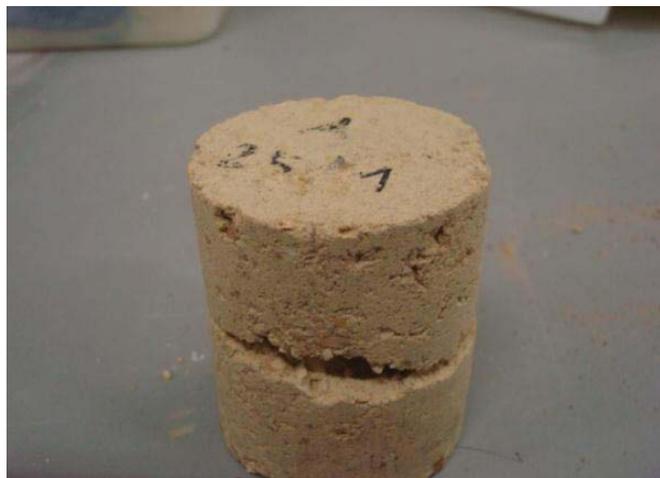


Abbildung 5-15: Probekörper der Prüfserie 1 hergestellt mit 5 MPa Pressdruck

5.9.2 Prüfserie 2

Wie in Abbildung 5-16 dargestellt, wird auch bei Prüfserie 2 die Kantenfestigkeit mit sinkendem Pressdruck immer geringer. Die Probekörper des Pressdrucks von 5 MPa sind bereits in der Prüfvorrichtung zerbrochen (siehe Abbildung 5-18 und Abbildung 5-19). Zum Teil wurden sie von dem Druck der anliegenden Gummimanschette zerdrückt. Nach der Untersuchung sind die Zylinder mit einem Pressdruck von 10 MPa zerbrochen. Auffallend ist dabei, dass sie alle im unteren Drittel abgebrochen sind (siehe Abbildung 5-17).

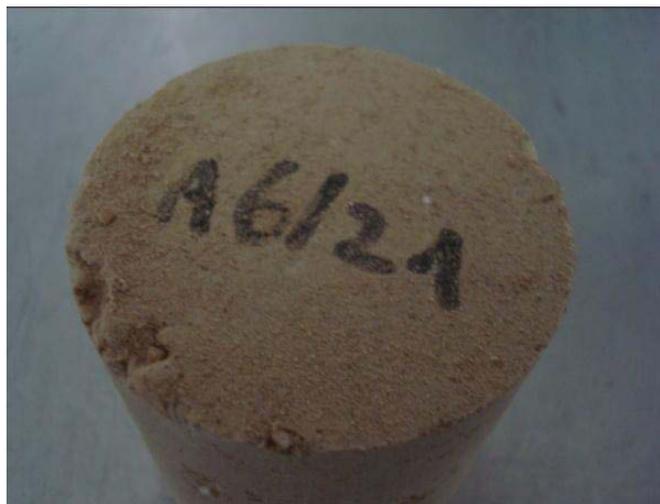


Abbildung 5-16: Prüfkörper der Prüfserie 2, hergestellt mit 20 MPa Pressdruck



Abbildung 5-17: Prüfkörper der Prüfserie 2 hergestellt mit 10 MPa Pressdruck



Abbildung 5-18: Zerbrochene Prüfkörper der Prüfserie 2



Abbildung 5-19: Prüfvorrichtung mit zerbrochenem Prüfkörper

5.9.3 Prüfserie 3

Es konnte beobachtet werden, dass die Mischung bei den letzten Proben (Pressdrücke 20, 10 und 5 MPa) sehr ausgetrocknet und klumpig war. Dadurch wurden auch die Probekörper stark porös und inhomogen (siehe Abbildung 5-22). Die Zylinder mit dem Pressdruck von 5 MPa sind unmittelbar nach der Gasdurchlässigkeitsprüfung zerfallen (siehe Abbildung 5-21). Bei manchen Proben kann man beobachten, dass sie von der Prüfvorrichtung verformt wurden (siehe Abbildung 5-20). Der Durchmesser der verformten Proben beträgt auf der Oberseite 50 mm und auf der Unterseite nur 46 mm. Die Proben der Pressdrücke mit 80, 60, 40, 20, 10 und 5 MPa wurden bei dieser Prüfserie nicht gravimetrisch in die Pressvorrichtung eingebracht. Dies ist ein möglicher Grund für die zu beobachtende Entmischung bei diesen Proben.



Abbildung 5-20: Verformter Prüfkörper der Prüfserie 3



Abbildung 5-21: Prüfkörper der Prüfserie 3 mit starken Ausbrüchen



Abbildung 5-22: Stark inhomogener Prüfkörper der Prüfserie 3

5.9.4 Prüfserie 4

Bei dieser Serie war zu beobachten, dass die Kantenfestigkeit wesentlich größer ist als bei den Prüfserien 1 und 2 (siehe Abbildung 5-23). Die Proben mit einem Pressdruck von 5 MPa sind nach der Durchlässigkeitsprüfung beim Transport zerbrochen (siehe Abbildung 5-24).

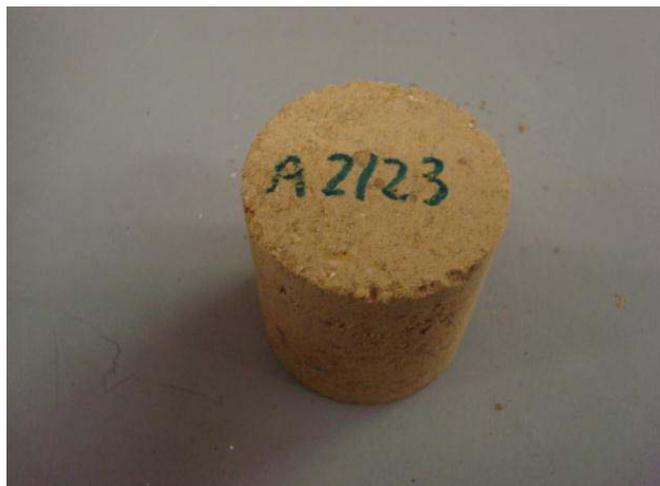


Abbildung 5-23: Prüfkörper der Prüfserie 4 hergestellt mit 10 MPa Pressdruck



Abbildung 5-24: Zerbrochener Prüfkörper der Prüfserie 4

5.9.5 Prüfserie 5

Die Mischung war bereits nach der Herstellung von vier Probekörpern, also nach sehr kurzer Zeit stark ausgetrocknet und wies eine sandige Konsistenz auf. Die Herstellung von Proben mit 10 und 5 MPa war nicht mehr möglich. Die Proben mit einem Pressdruck von 20 und 40 MPa sind nach der Permeabilitätsbestimmung zerbrochen (siehe Abbildung 5-25).



Abbildung 5-25: Zerbrochener Prüfkörper der Prüfsreihe 5

5.9.6 Prüfsreihe 6

Wie bereits erwähnt, wurde bei dieser Prüfsreihe die Mischung in einem Plastikbeutel aufbewahrt. Diese ist bereits nach der achten Probe, also wieder nach kürzester Zeit, ausgetrocknet. Die Proben der Pressdrücke 5 und 10 MPa konnten nicht verpresst werden. Nach der Untersuchung sind die Probekörper mit dem Pressdruck von 20 MPa gleich wie bei Prüfsreihe 5 zerbrochen.

5.9.7 Prüfsreihe 7

Die Zylinder mit den Pressdrücken von 5 und 10 MPa sind während der Gasdurchlässigkeitsprüfung zerfallen. Die Kantenfestigkeit wurde mit sinkendem Pressdruck immer geringer und die Schallaufzeit hat bei einigen Proben sehr stark gependelt.

6 Schlussfolgerungen

6.1 Messung der Permeabilität

Wie bereits in Kapitel 5.9 beschrieben, konnten nicht alle Probekörper hergestellt und auf ihre Gasdurchlässigkeit geprüft werden. Die Herstellung der Proben mit den niedrigsten Pressdrücken mit 5 und 10 MPa erwies sich als schwierig. Proben mit diesen Pressdrücken konnten entweder, so wie bei den Prüferien 5 und 6 gar nicht hergestellt werden, oder wiesen eine sehr geringe Festigkeit auf. Die meisten dieser Proben sind bei der Permeabilitätsbestimmung in der Prüfvorrichtung zerbrochen. Die Permeabilitäten dieser Proben wurden trotzdem in den Abbildungen dargestellt, sind allerdings zweifelhaft. Der Grund für die geringe Festigkeit ist einerseits der geringe Pressdruck, andererseits konnte beobachtet werden, dass die Mischung mit zunehmender Zeit auszutrocknen begann. Die Zeitspanne zwischen dem Mischen der Rezeptkomponenten und der Herstellung des letzten Probekörpers betrug ca. 2,5 Stunden. Am schnellsten trockneten die kunstharzgebundenen Rezepturen aus. Auch die Aufbewahrung der Mischung in einem Plastikbeutel konnte den Vorgang nicht erheblich verzögern. Ein möglicher Grund für dieses scheinbare Austrocknen ist die Reaktion des Bindemittels.

Aus den Messungen geht hervor, dass die Permeabilität mit zunehmenden Trockenbinderitgehalt steigt. Erkennbar ist dies bei Pressdrücken kleiner 80 MPa. Die Permeabilitäten der hohen Pressdrücke liegen alle in einem ähnlichen Größenbereich. Die kunstharzgebundenen Prüfkörper weisen insgesamt die höchste Permeabilität im Bereich niedriger Pressdrücke auf.

6.2 Berechnung der Permeabilität

Es wurde versucht mit Hilfe von geeigneten Berechnungsmodellen die Permeabilität zu ermitteln und mit den Messdaten zu vergleichen.

Für die Berechnung nach dem in Kapitel 4.10.1 beschriebenen Modell nach Molerus, wurde ein charakteristischer Durchmesser, der sogenannte Sauter-Durchmesser, herangezogen. Dieser wurde auf drei unterschiedliche Arten berechnet und liegt nach Gleichung 16 und Gleichung 17 in einem Größenbereich von 10^{-5} Meter, nach Gleichung 18 in einem Bereich von 10^{-6} Meter. Die genauen Daten finden sich im Anhang. Für die Druckdifferenzberechnung nach O. Molerus wurde der Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16 und nach Gleichung 17 herangezogen. In beiden Fällen konnte eine große Abweichung zwischen den berechneten und gemessenen Daten beobachtet werden. Der Sauter-Durchmesser, welcher mit Hilfe der Siebung ermittelt wurde, ist geringer als die beiden anderen. Die damit ermittelten Permeabilitäten würden noch mehr von den gemessenen Daten abweichen. Aus diesem Grund wurde er nicht für die Permeabilitätsberechnung herangezogen. Die nachfolgend beispielhaft dargestellten Ergebnisse sind mit der Porosität auf Basis gemessener Reindichte ermittelt worden.

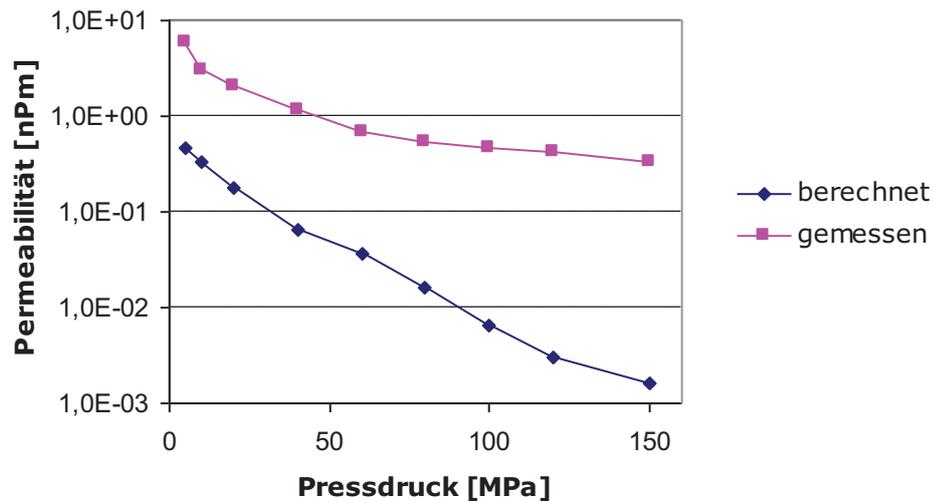


Abbildung 6-1: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17

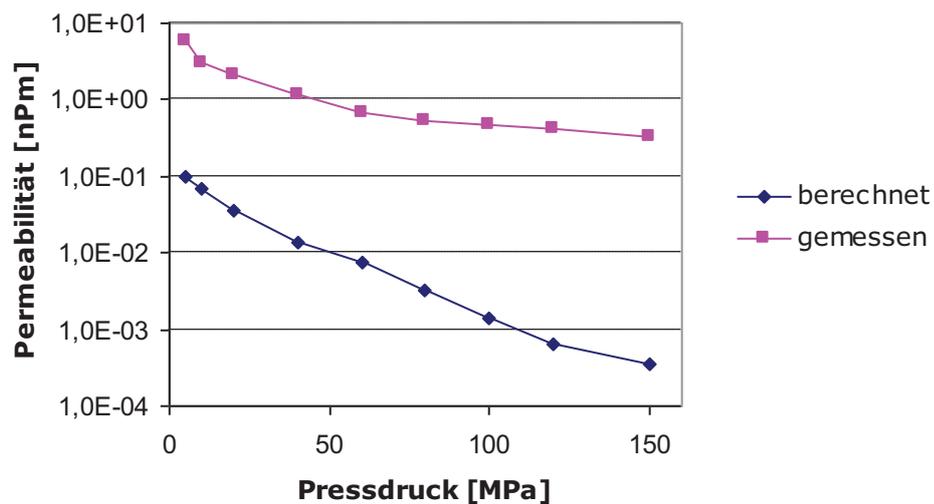


Abbildung 6-2: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16

Abbildung 6-1 zeigt exemplarisch die Abweichung zwischen gemessener und berechneter Permeabilität der Prüfserie 1. Die Permeabilität wurde mit der Porosität auf Basis gemessener Reindichte und mit dem Sauter-Durchmesser nach Maximal- und Minimalkorn berechnet. Abbildung 6-2 zeigt ebenfalls die Abweichung der Permeabilitäten der Prüfserie 1, aber mit dem Sauter-Durchmesser berechnet nach Blaine. Es lässt sich beobachten, dass keine der beiden Berechnungen mit den gemessenen Werten übereinstimmt, aber die Berechnung mit dem Durchmesser nach Gleichung 17 näher bei der Messung liegt als die andere. Mögliche Ursachen für die große Abweichung könnte der Gültigkeitsbereich des Berechnungsmodells sein. Das Modell liefert bei Porositäten kleiner 15% kein Ergebnis, denn es ist nur in einem Porositätsbereich von $36,6\% < \psi < 64\%$ bestätigt. Sämtliche hergestellte

Proben liegen in einem Bereich von $8\% < \psi < 22\%$, also außerhalb des Gültigkeitsbereiches. Um auszuschließen, dass das Bindemittel einen Einfluss auf die Permeabilität hat, wurde versucht die Rezeptur ohne Bindemittel zu mischen und zu verpressen. Die Mischung war allerdings zu trocken um damit Prüfkörper herzustellen. Eine weitere Einschränkung des Berechnungsmodells ist, dass es nur für lose Schüttungen gültig ist. Alle Proben sind aber verdichtet. Deshalb wurden Permeabilitätsuntersuchungen an unverdichteten Proben durchgeführt. Die Permeabilität dieser Proben ist vergleichsweise hoch und liegt an den Grenzen des Messbereiches des verwendeten Gerätes. Die Messung ergab für eine unverdichtete Mischung eine Permeabilität von 200,93 nPm, die Berechnung lieferte 48,91 nPm. Die Porosität der untersuchten Probe liegt im Gültigkeitsbereich des Berechnungsmodells und trotzdem weichen der gemessene und der berechnete Wert beträchtlich voneinander ab. Ein Grund hierfür könnte sein, dass bei der Berechnung der Sauter-Durchmesser immer von kugelförmigen Partikeln ausgegangen wurde. Eine andere Möglichkeit könnte sein, dass das Bindemittel den Sauter-Durchmesser erhöht. Deshalb wurde versucht einen Sauter-Durchmesser zu ermitteln, bei dem die Differenz zwischen den gemessenen und berechneten Permeabilitäten ein Minimum erreicht (siehe Abbildung 6-3).

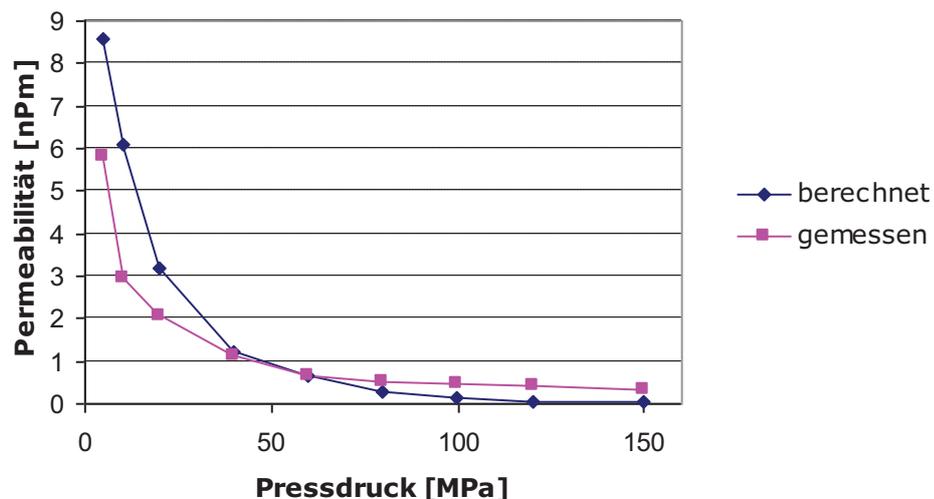


Abbildung 6-3: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit einem angepassten Sauter-Durchmesser

Aus obigen Diagramm lässt sich erkennen, dass eine Anpassung sehr schwierig ist, weil nicht alle Pressdrücke erfasst werden können, da die Kurvencharakteristik nicht übereinstimmt. In dem Berechnungsmodell nach Molerus werden für die Berechnung der Eulerzahl der Packungsparameter ζ , sowie von diesem Parameter abhängige Konstanten verwendet. In [3] wird für Festbetten ein Packungsparameter von 0,95 vorgeschlagen. Es ist nicht erwiesen, dass dies auch für die untersuchten Rezepturen gültig ist. Wenn der Parameter variiert wird, ändern sich die für die Eulerzahlenberechnung verwendeten Konstanten. Auch ist es

wahrscheinlich dass für jede Rezeptur andere Konstanten gelten. Dies ist eine mögliche Ursache für die starke Abweichung der Kurvencharakteristik.

Für die exemplarisch dargestellten Ergebnisse der Prüfserie 1 ergab sich ein angepasster Sauter-Durchmesser von $1,648E-04$ Meter. Aber auch dieser liefert nur im Bereich mittlerer Pressdrücke nahezu gleiche Ergebnisse. Es lässt sich zusammenfassend nur sagen, dass die berechneten Sauter-Durchmesser möglicherweise nicht dem tatsächlich vorliegenden charakteristischen Durchmesser entsprechen. Aus den Berechnungen geht hervor, dass der tatsächliche Sauter-Durchmesser der Rezeptur größer ist als die berechneten. Die Abweichung im Bereich niedriger Pressdrücke resultiert wie bereits erwähnt aus den nicht glaubwürdigen Ergebnissen der Messung.

Die Berechnung der Druckdifferenz mit der Gleichung nach Carman-Kozeny benötigt keinen Sauter-Durchmesser. Zur Beschreibung der Beschaffenheit der Mischung wird die volumenspezifische Oberfläche herangezogen. Die Permeabilitäten, die mit der nach Carman-Kozeny berechneten Druckdifferenz ermittelt werden, unterscheiden sich von den gemessenen Werten (siehe Abbildung 6-4).

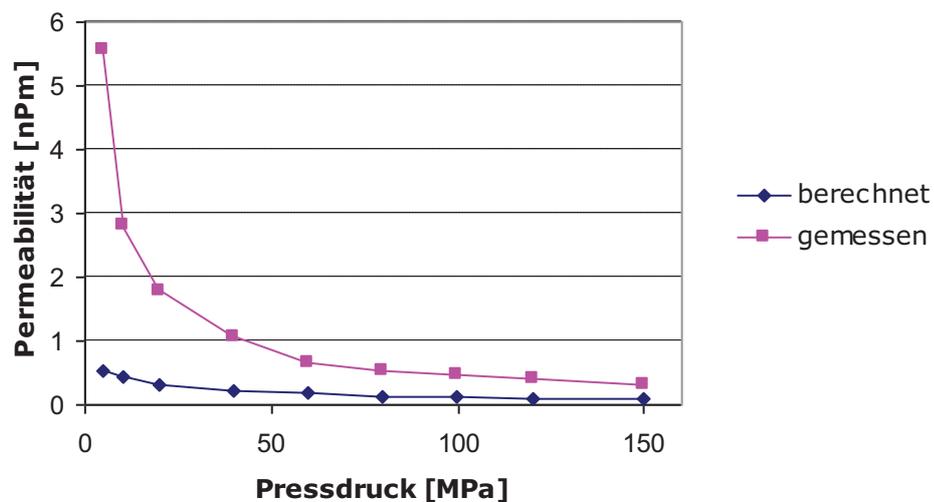


Abbildung 6-4: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1

Die Parameter, welche die Permeabilität wesentlich beeinflussen sind die Porosität sowie die Carman-Kozeny Konstante und die volumenspezifische Oberfläche. In der Literatur gibt es keinen Hinweis auf die richtige Wahl der Konstante, nur den Vorschlag, dass 4 eine gute Näherung wäre. Für sämtliche Berechnungen wurde 4 gewählt. Den größten Einfluss hat die volumenspezifische Oberfläche, welche quadratisch in die Berechnung mit einfließt. Diese wurde für jede Mischung aus den vorliegenden Daten der Blaine Untersuchung und der Siebung berechnet. Nicht miteinbezogen wurde die flüssige Bindemittelkomponente. Deshalb entsprechen die berechneten Werte nicht der tatsächlich vorliegenden spezifischen Oberfläche. Durch die flüssige Bindemittelkomponente wird die spezifische Oberfläche

verringert. Eine Abschätzung wie stark die Abnahme sein könnte, ist nur schwer möglich.

Es wurde versucht die volumenspezifische Oberfläche so anzupassen, dass die Differenz zwischen gemessenen Permeabilitäten und berechneten ein Minimum wird.

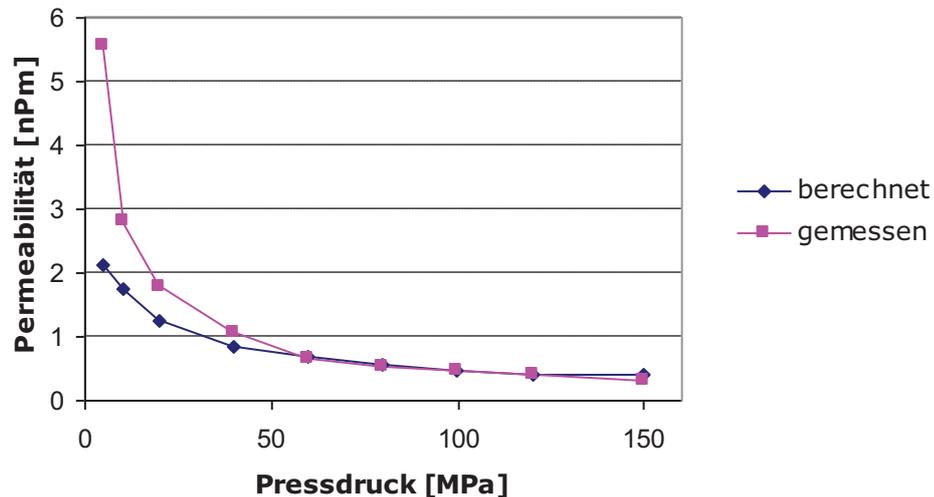


Abbildung 6-5: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit angepasster spezifischer Oberfläche

Aus Abbildung 6-5 lässt sich erkennen, dass eine Anpassung nur im Bereich hoher Pressdrücke fast gleiche Permeabilitäten liefert wie die Messung. Eine totale Angleichung der beiden Kurven ist allerdings nicht möglich. Bei der dargestellten Prüfserie ergab sich eine um das 1,88 fache kleinere volumenspezifische Oberfläche als ursprünglich berechnet.

Um den Einfluss der flüssigen Bindemittelkomponente auf die spezifische Oberfläche besser abschätzen zu können, wurde diese an Proben mit unterschiedlichen Feuchtegehalten bestimmt (siehe Kapitel 5.8). Abbildung 5-14 zeigt deutlich, dass die Feuchte einen wesentlichen Einfluss auf die spezifische Oberfläche hat. Die Abnahme bei einem Feuchtegehalt von 2,5%, was dem Anteil an flüssigem Bindemittel in den hergestellten Prüfserien entspricht, beträgt ungefähr die Hälfte. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass der bei der Anpassung herausgefundene Faktor von 1,88 eine gute Näherung ist.

Abschließend kann schlussgefolgert werden, dass die Messung der Permeabilität an Proben mit hohen Pressdrücken mit der verwendeten Prüfeinrichtung ohne Probleme durchgeführt werden kann. Die Proben niedriger Pressdrücke bereiteten Schwierigkeiten bei der Untersuchung. Um die Permeabilität in diesen Pressdruckbereichen zu bestimmen und um das aufwendige Herstellen der Probekörper zu umgehen ist ein Berechnungsmodell bzw. andere Prüfverfahren notwendig. Die in dieser Diplomarbeit verwendeten Modelle sind nicht geeignet, um die Permeabilität der untersuchten Proben zu berechnen. Dafür wäre die Anpassung oder Entwicklung eines Modells erforderlich.

7 Abbildungsverzeichnis

| | |
|---|----|
| Abbildung 3-1: Schematische Darstellung von Strömungskanälen [1] | 5 |
| Abbildung 3-2: Zellenmodell [2] | 6 |
| Abbildung 3-3: Schematischer Aufbau der Messstrecke [4]..... | 7 |
| Abbildung 3-4: Schematische Darstellung der Druckverlustmessung [5] | 8 |
| Abbildung 3-5: Versuchsaufbau für die Bestimmung der Heißgaspermeabilität [6] .. | 9 |
| Abbildung 4-1: Siebanalyse und Durchgang nach Alfred und Fuller | 13 |
| Abbildung 4-2: Versuchsapparat..... | 14 |
| Abbildung 5-1: Permeabilität gemessen | 19 |
| Abbildung 5-2: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17..... | 20 |
| Abbildung 5-3: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16..... | 20 |
| Abbildung 5-4: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17..... | 21 |
| Abbildung 5-5: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16..... | 21 |
| Abbildung 5-6: Permeabilität berechnet mit Carman-Kozeny..... | 22 |
| Abbildung 5-7: E-Modul in Pressrichtung berechnet mit Schalllaufzeit..... | 22 |
| Abbildung 5-8: Rohdichte..... | 23 |
| Abbildung 5-9: Berechnete Porosität auf Basis berechneter Reindichte | 23 |
| Abbildung 5-10: Porosität berechnet auf Basis gemessener Reindichte | 24 |
| Abbildung 5-11: Versuch Zeitabhängigkeit | 25 |
| Abbildung 5-12: Reynoldszahlen mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17 | 25 |
| Abbildung 5-13: Reynoldszahlen mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16 | 26 |
| Abbildung 5-14: Spezifische Oberfläche in Abhängigkeit der Feuchte..... | 26 |
| Abbildung 5-15: Probekörper der Prüfserie 1 hergestellt mit 5 MPa Pressdruck ... | 27 |
| Abbildung 5-16: Prüfkörper der Prüfserie 2, hergestellt mit 20 MPa Pressdruck | 28 |
| Abbildung 5-17: Prüfkörper der Prüfserie 2 hergestellt mit 10 MPa Pressdruck | 28 |
| Abbildung 5-18: Zerbrochene Prüfkörper der Prüfserie 2 | 28 |
| Abbildung 5-19: Prüfvorrichtung mit zerbrochenem Prüfkörper | 29 |
| Abbildung 5-20: Verformter Prüfkörper der Prüfserie 3 | 29 |
| Abbildung 5-21: Prüfkörper der Prüfserie 3 mit starken Ausbrüchen..... | 30 |
| Abbildung 5-22: Stark inhomogener Prüfkörper der Prüfserie 3 | 30 |
| Abbildung 5-23: Prüfkörper der Prüfserie 4 hergestellt mit 10 MPa Pressdruck | 31 |
| Abbildung 5-24: Zerbrochener Prüfkörper der Prüfserie 4..... | 31 |
| Abbildung 5-25: Zerbrochener Prüfkörper der Prüfserie 5..... | 32 |
| Abbildung 6-1: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17 | 34 |
| Abbildung 6-2: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16 | 34 |
| Abbildung 6-3: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit einem angepassten Sauter-Durchmesser..... | 35 |
| Abbildung 6-4: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 | 36 |
| Abbildung 6-5: Vergleich gemessene und berechnete Permeabilität von Prüfserie 1 mit angepasster spezifischer Oberfläche | 37 |

8 Tabellenverzeichnis

| | |
|---|----|
| Tabelle 4-1: Chemische Analyse des Magnesiasinters | 11 |
| Tabelle 4-2: Grundrezeptur mit Magnesiasinter | 11 |
| Tabelle 4-3: Bindemittelregime und Zeitdauer bis zur Permeabilitätsbestimmung . | 11 |
| Tabelle 4-4: Feuchtegehalt der Rezeptkomponenten | 12 |
| Tabelle 4-5: Gerätekonstanten zur Permeabilitätsberechnung | 14 |
| Tabelle 4-6: Kornformfaktoren [3] | 17 |

9 Quellen

- [1] Brauer, H.: Grundlagen der Einphasen- und Mehrphasenströmungen. Sauerländer Verlag, Aarau u. Frankfurt 1971
- [2] Molerus, O.: Fluid-Feststoff-Strömungen. Strömungsverhalten feststoffbeladener Fluide und kohäsiver Schüttgüter. Springer-Verlag., Berlin Heidelberg New York, 1982
- [3] Schweinzer, J.: Druckverlust in und gaskonvektiver Wärmeübergang an Festbetten und Wirbelschichten. Diss., Univ. Erlangen-Nürnberg 1987
- [4] Grübler, G.: Untersuchungen zur Durchlässigkeit tiefgefrorener Tone nach dem Auftauen. Diss., Techn. Univ. Berlin, 1994
- [5] Li H., Jiao J.J., Luk M.: A falling-pressure method for measuring air permeability of asphalt in laboratory. Journal of Hydrology 286 (2004), S.69/77.
- [6] Thiesen M., Routschka G., Pötschke J.: Alumina build-up on submerged nozzles. Steel Technology International 2001.
- [7] Ergun S.: Fluid flow through packed columns. Chem. Engng. Prog.48 (1952) 2, S. 89/94.
- [8] VDI Wärmeatlas 9. Auflage: Druckverlust bei der Strömung durch Schüttungen. Springer Verlag, Berlin Heidelberg 2002.
- [9] ÖNORM EN 993-4: Gasdurchlässigkeitsbestimmung feuerfester Baustoffe, 1995
- [10] DIN 51058 Blatt 1: Gasdurchlässigkeitsbestimmung feuerfester Baustoffe, 1963

Anhang

Siebanalyse

| Maschenweite [mm] | Masse [g] | Fraktion [%] | Rückstand [%] | Siebung [%] | Fuller [%] | Alfred [%] |
|----------------------|--------------|-----------------|------------------|----------------|---------------|---------------|
| 5 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 |
| 4 | 13,70 | 4,57 | 4,57 | 95,43 | 89,44 | 92,08 |
| 3,15 | 17,26 | 5,75 | 10,32 | 89,68 | 79,37 | 84,29 |
| 2 | 44,66 | 14,89 | 25,21 | 74,79 | 63,25 | 71,25 |
| 1,6 | 16,86 | 5,62 | 30,83 | 69,17 | 56,57 | 65,60 |
| 1 | 29,81 | 9,94 | 40,77 | 59,23 | 44,72 | 55,13 |
| 0,5 | 36,43 | 12,14 | 52,91 | 47,09 | 31,62 | 42,66 |
| 0,315 | 11,63 | 3,88 | 56,79 | 43,21 | 25,10 | 35,95 |
| 0,2 | 17,48 | 5,83 | 62,62 | 37,38 | 20,00 | 30,39 |
| 0,15 | 10,87 | 3,62 | 66,24 | 33,76 | 17,32 | 27,32 |
| 0,125 | 6,31 | 2,10 | 68,35 | 31,65 | 15,81 | 25,54 |
| 0,1 | 7,24 | 2,41 | 70,76 | 29,24 | 14,14 | 23,52 |
| 0,063 | 14,56 | 4,85 | 75,62 | 24,38 | 11,22 | 19,82 |
| 0,05 | 7,31 | 2,44 | 78,05 | 21,95 | 10,00 | 18,20 |
| 0,03 | 15,09 | 5,03 | 83,08 | 16,92 | 7,75 | 15,06 |
| 0,02 | 9,76 | 3,25 | 86,34 | 13,66 | 6,32 | 12,96 |
| 0,01 | 13,13 | 4,38 | 90,71 | 9,29 | 4,47 | 10,03 |
| 0,005 | 9,69 | 3,23 | 93,94 | 6,06 | 3,16 | 7,76 |
| 0,003 | 5,29 | 1,76 | 95,70 | 4,30 | 2,45 | 6,43 |
| 0,001 | 8,17 | 2,72 | 98,43 | 1,57 | 1,41 | 4,28 |
| 0,0005 | 3,05 | 1,02 | 99,44 | 0,56 | 1,00 | 3,31 |
| 0 | 1,68 | 0,56 | 100,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |

Tabelle A-1: Siebanalyse und Durchgang nach Alfred und Fuller

Sauter-Durchmesser

Die nachfolgende Tabelle enthält die berechneten Sauter-Durchmesser in m.

| d_p | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|---------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| k_{\max}/k_{\min} | 3,826E-05 |
| Blaine | 1,751E-05 | 1,751E-05 | 1,784E-05 | 1,784E-05 | 1,744E-05 | 1,744E-05 | 1,768E-05 |
| Siebung | 7,905E-06 |

Tabelle A-2: Sauter-Durchmesser der Prüfserien

In nachfolgenden Tabellen sind die Daten zu den in Kapitel 5 dargestellten Diagrammen zusammengefasst:

Permeabilität

In untenstehenden Tabellen sind die Permeabilitäten in nPm und der Pressdruck in MPa angegeben.

Tabelle A-3 zeigt die Daten der gemessenen Permeabilitäten:

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 150 | 0,328 | 0,363 | 0,364 | 0,352 | 0,326 | 0,324 | 0,348 |
| 120 | 0,415 | 0,413 | 0,452 | 0,467 | 0,856 | 0,680 | 0,400 |
| 100 | 0,463 | 0,448 | 0,583 | 0,548 | 1,841 | 0,853 | 0,493 |
| 80 | 0,537 | 0,558 | 0,721 | 0,670 | 3,075 | 2,212 | 0,595 |
| 60 | 0,666 | 0,920 | 0,882 | 0,863 | 4,987 | 3,989 | 1,048 |
| 40 | 1,136 | 1,025 | 1,246 | 2,266 | 17,677 | 8,689 | 1,494 |
| 20 | 2,073 | 1,903 | 4,419 | 3,555 | 34,348 | 22,633 | 2,533 |
| 10 | 2,950 | 3,147 | 7,358 | 6,709 | | | |
| 5 | 5,823 | | 13,078 | 11,551 | | | |

Tabelle A-3: Permeabilität gemessen

Nachfolgende Tabellen beinhalten die nach Molerus berechneten Permeabilitäten:

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 150 | | | | | | | |
| 120 | | | | | 2,995E-03 | 8,796E-04 | |
| 100 | | | | | 1,857E-02 | 4,028E-03 | |
| 80 | | | | | 5,328E-02 | 3,373E-02 | |
| 60 | 1,337E-03 | 6,765E-04 | | | 1,254E-01 | 9,658E-02 | 3,206E-05 |
| 40 | 8,653E-03 | 7,743E-03 | | | 3,471E-01 | 2,557E-01 | 5,260E-03 |
| 20 | 5,368E-02 | 3,572E-02 | 1,364E-02 | 1,264E-02 | 9,150E-01 | 6,999E-01 | 3,081E-02 |
| 10 | 1,406E-01 | 9,150E-02 | 6,079E-02 | 6,360E-02 | | | 1,042E-01 |
| 5 | 2,234E-01 | 2,226E-01 | 1,595E-01 | 1,744E-01 | | | 2,318E-01 |

Tabelle A-4: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17 und Porosität auf Basis berechneter Reindichte

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| 150 | | | | | | | |
| 120 | | | | | 6,235E-04 | 1,831E-04 | |
| 100 | | | | | 3,869E-03 | 8,386E-04 | |
| 80 | | | | | 1,111E-02 | 7,031E-03 | |
| 60 | 2,805E-04 | 1,419E-04 | | | 2,616E-02 | 2,015E-02 | 6,847E-06 |
| 40 | 1,818E-03 | 1,626E-03 | | | 7,247E-02 | 5,338E-02 | 1,125E-03 |
| 20 | 1,129E-02 | 7,509E-03 | 2,977E-03 | 2,757E-03 | 1,912E-01 | 1,462E-01 | 6,599E-03 |
| 10 | 2,958E-02 | 1,925E-02 | 1,327E-02 | 1,389E-02 | | | 2,234E-02 |
| 5 | 4,703E-02 | 4,685E-02 | 3,484E-02 | 3,810E-02 | | | 4,970E-02 |

Tabelle A-5: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16 und Porosität auf Basis berechneter Reindichte

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 1,650E-03 | 1,372E-03 | 1,647E-04 | | 4,611E-04 | 7,634E-06 | 1,494E-03 |
| 120 | 3,044E-03 | 5,197E-03 | | | 1,643E-02 | 9,469E-03 | 5,828E-03 |
| 100 | 6,499E-03 | 8,934E-03 | 1,943E-04 | 1,363E-04 | 4,788E-02 | 1,960E-02 | 6,458E-03 |
| 80 | 1,579E-02 | 1,481E-02 | 1,940E-03 | 1,684E-03 | 1,028E-01 | 7,295E-02 | 2,386E-02 |
| 60 | 3,637E-02 | 3,200E-02 | 8,550E-03 | 7,041E-03 | 2,040E-01 | 1,645E-01 | 3,505E-02 |
| 40 | 6,634E-02 | 6,347E-02 | 2,700E-02 | 2,452E-02 | 4,891E-01 | 3,741E-01 | 7,278E-02 |
| 20 | 1,744E-01 | 1,360E-01 | 9,977E-02 | 9,682E-02 | 1,171E+00 | 9,171E-01 | 1,532E-01 |
| 10 | 3,344E-01 | 2,474E-01 | 2,195E-01 | 2,257E-01 | | | 3,171E-01 |
| 5 | 4,718E-01 | 4,703E-01 | 4,125E-01 | 4,399E-01 | | | 5,514E-01 |

Tabelle A-6: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17 und Porosität auf Basis gemessener Reindichte

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 3,463E-04 | 2,880E-04 | 3,585E-05 | | 9,591E-05 | 1,586E-06 | 3,194E-04 |
| 120 | 6,390E-04 | 1,091E-03 | | | 3,424E-03 | 1,972E-03 | 1,247E-03 |
| 100 | 1,365E-03 | 1,877E-03 | 4,231E-05 | 2,967E-05 | 9,983E-03 | 4,084E-03 | 1,382E-03 |
| 80 | 3,318E-03 | 3,111E-03 | 4,228E-04 | 3,670E-04 | 2,144E-02 | 1,521E-02 | 5,109E-03 |
| 60 | 7,647E-03 | 6,727E-03 | 1,865E-03 | 1,535E-03 | 4,258E-02 | 3,432E-02 | 7,507E-03 |
| 40 | 1,395E-02 | 1,335E-02 | 5,893E-03 | 5,351E-03 | 1,021E-01 | 7,812E-02 | 1,560E-02 |
| 20 | 3,669E-02 | 2,863E-02 | 2,179E-02 | 2,115E-02 | 2,447E-01 | 1,916E-01 | 3,285E-02 |
| 10 | 7,042E-02 | 5,208E-02 | 4,796E-02 | 4,932E-02 | | | 6,802E-02 |
| 5 | 9,936E-02 | 9,905E-02 | 9,018E-02 | 9,618E-02 | | | 1,183E-01 |

Tabelle A-7: Permeabilität mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16 und Porosität auf Basis gemessener Reindicht

Tabelle A-8 beinhaltet die Permeabilitäten berechnet mit Carman-Kozeny:

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 5,255E-05 | 6,765E-06 | | 1,132E-05 | 3,397E-05 | 2,176E-07 | 2,903E-05 |
| 120 | 5,817E-05 | 1,092E-06 | | 2,443E-04 | 1,221E-04 | 1,829E-04 | 1,369E-04 |
| 100 | 1,877E-04 | 4,997E-06 | 4,033E-06 | 1,097E-03 | 2,229E-04 | 4,985E-04 | 1,748E-04 |
| 80 | 3,662E-04 | 4,582E-05 | 4,380E-05 | 2,316E-03 | 3,485E-04 | 1,529E-03 | 5,035E-04 |
| 60 | 8,679E-04 | 1,961E-04 | 1,475E-04 | 4,741E-03 | 7,405E-04 | 3,542E-03 | 8,941E-04 |
| 40 | 1,460E-03 | 6,252E-04 | 5,565E-04 | 1,144E-02 | 1,512E-03 | 9,094E-03 | 1,760E-03 |
| 20 | 4,164E-03 | 2,413E-03 | 2,266E-03 | 2,659E-02 | 3,172E-03 | 2,150E-02 | 3,481E-03 |
| 10 | 7,634E-03 | 5,322E-03 | 5,337E-03 | 3,600E-02 | 5,867E-03 | 2,554E-02 | 7,614E-03 |
| 5 | 1,208E-02 | 9,584E-03 | 1,092E-02 | | 1,144E-02 | | 1,339E-02 |

Tabelle A-8: Permeabilität berechnet mit Carman-Kozeny

E-Modul

Der E-Modul ist in GPa und der Pressdruck in MPa angegeben.

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 11,55 | 4,56 | 17,63 | 27,67 | 33,78 | 32,87 | 2,20 |
| 120 | 12,04 | 3,83 | 15,47 | 25,19 | 18,61 | 24,88 | 1,91 |
| 100 | 10,91 | 3,32 | 15,85 | 23,54 | 13,77 | 18,78 | 1,89 |
| 80 | 9,00 | 2,98 | 16,33 | 20,15 | 10,71 | 15,21 | 1,66 |
| 60 | 8,48 | 2,56 | 11,60 | 18,77 | 7,22 | 12,46 | 1,52 |
| 40 | 6,23 | 2,39 | 10,42 | 18,37 | | | 1,35 |
| 20 | 4,09 | | 4,18 | 13,98 | | | 1,44 |
| 10 | 1,02 | | 3,78 | 8,77 | | | |
| 5 | | | | 4,92 | | | |

Tabelle A-9: E-Modul in Pressrichtung berechnet mit Schalllaufzeit

Rohdichte

Die Einheit der Rohdichte ist g/cm³ und des Pressdrucks MPa.

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 2,96 | 2,96 | 2,95 | 3,01 | 2,93 | 2,94 | 2,96 |
| 120 | 2,95 | 2,94 | 2,96 | 2,97 | 2,85 | 2,87 | 2,93 |
| 100 | 2,93 | 2,92 | 2,95 | 2,96 | 2,79 | 2,84 | 2,93 |
| 80 | 2,90 | 2,91 | 2,93 | 2,93 | 2,74 | 2,77 | 2,88 |
| 60 | 2,87 | 2,87 | 2,90 | 2,90 | 2,68 | 2,70 | 2,86 |
| 40 | 2,83 | 2,83 | 2,85 | 2,86 | 2,57 | 2,61 | 2,82 |
| 20 | 2,75 | 2,77 | 2,77 | 2,77 | 2,44 | 2,48 | 2,76 |
| 10 | 2,68 | 2,71 | 2,70 | 2,69 | | | 2,68 |
| 5 | 2,63 | 2,63 | 2,62 | 2,61 | | | 2,62 |

Tabelle A-10: Rohdichte

Porosität

Untenstehende Tabellen beinhalten die mit der gemessenen und berechneten Reindichte ermittelten Porositäten in %, der Pressdruck ist in MPa:

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 12,18 | 12,10 | 11,06 | 9,39 | 12,88 | 12,45 | 11,52 |
| 120 | 12,46 | 12,82 | 10,68 | 10,41 | 15,31 | 14,73 | 12,31 |
| 100 | 12,97 | 13,26 | 11,09 | 10,79 | 16,89 | 15,56 | 12,39 |
| 80 | 13,83 | 13,78 | 11,72 | 11,68 | 18,48 | 17,72 | 13,79 |
| 60 | 15,01 | 14,81 | 12,72 | 12,56 | 20,32 | 19,68 | 14,37 |
| 40 | 16,11 | 16,02 | 14,06 | 13,92 | 23,40 | 22,36 | 15,73 |
| 20 | 18,50 | 17,81 | 16,53 | 16,47 | 27,41 | 26,19 | 17,55 |
| 10 | 20,62 | 19,59 | 18,74 | 18,83 | | | 19,89 |
| 5 | 21,95 | 21,94 | 20,95 | 21,22 | | | 22,06 |

Tabelle A-11: Berechnete Porosität auf Basis berechneter Reindichte

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 15,11 | 15,03 | 14,51 | 12,91 | 14,35 | 13,92 | 15,05 |
| 120 | 15,38 | 15,73 | 14,15 | 13,89 | 16,73 | 16,16 | 15,81 |
| 100 | 15,87 | 16,15 | 14,55 | 14,26 | 18,29 | 16,98 | 15,89 |
| 80 | 16,70 | 16,65 | 15,15 | 15,11 | 19,85 | 19,10 | 17,23 |
| 60 | 17,84 | 17,65 | 16,11 | 15,95 | 21,66 | 21,03 | 17,78 |
| 40 | 18,90 | 18,82 | 17,40 | 17,27 | 24,69 | 23,66 | 19,10 |
| 20 | 21,22 | 20,55 | 19,78 | 19,71 | 28,63 | 27,43 | 20,84 |
| 10 | 23,27 | 22,26 | 21,89 | 21,98 | | | 23,09 |
| 5 | 24,55 | 24,54 | 24,02 | 24,28 | | | 25,17 |

Tabelle A-12: Porosität berechnet auf Basis gemessener Reindichte

Reynoldszahlen

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 8,431E-01 | 8,777E-01 | 9,865E-01 | 8,891E-01 | 8,477E-01 | 9,161E-01 | 8,463E-01 |
| 120 | 8,285E-01 | 9,002E-01 | 9,169E-01 | 7,618E-01 | 8,098E-01 | 7,888E-01 | 8,055E-01 |
| 100 | 8,027E-01 | 8,757E-01 | 8,935E-01 | 6,967E-01 | 7,885E-01 | 7,504E-01 | 8,016E-01 |
| 80 | 7,627E-01 | 8,410E-01 | 8,430E-01 | 6,418E-01 | 7,649E-01 | 6,670E-01 | 7,393E-01 |
| 60 | 7,141E-01 | 7,905E-01 | 7,985E-01 | 5,883E-01 | 7,218E-01 | 6,060E-01 | 7,162E-01 |
| 40 | 6,739E-01 | 7,321E-01 | 7,377E-01 | 5,159E-01 | 6,768E-01 | 5,384E-01 | 6,670E-01 |
| 20 | 6,003E-01 | 6,443E-01 | 6,462E-01 | 4,450E-01 | 6,200E-01 | 4,644E-01 | 6,114E-01 |
| 10 | 5,475E-01 | 5,818E-01 | 5,794E-01 | | 5,721E-01 | | 5,516E-01 |
| 5 | 5,188E-01 | 5,304E-01 | 5,246E-01 | | 5,191E-01 | | 5,060E-01 |

Tabelle A-13: Reynoldszahlen mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 17

| Press- druck | Prüfserie 1 | Prüfserie 2 | Prüfserie 3 | Prüfserie 4 | Prüfserie 5 | Prüfserie 6 | Prüfserie 7 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 150 | 3,859E-01 | 3,880E-01 | 4,093E-01 | 4,600E-01 | 4,052E-01 | 4,175E-01 | 3,910E-01 |
| 120 | 3,792E-01 | 3,706E-01 | 4,198E-01 | 4,276E-01 | 3,472E-01 | 3,595E-01 | 3,721E-01 |
| 100 | 3,674E-01 | 3,609E-01 | 4,084E-01 | 4,167E-01 | 3,175E-01 | 3,420E-01 | 3,703E-01 |
| 80 | 3,491E-01 | 3,501E-01 | 3,922E-01 | 3,932E-01 | 2,925E-01 | 3,040E-01 | 3,416E-01 |
| 60 | 3,268E-01 | 3,304E-01 | 3,686E-01 | 3,724E-01 | 2,681E-01 | 2,762E-01 | 3,309E-01 |
| 40 | 3,084E-01 | 3,098E-01 | 3,414E-01 | 3,440E-01 | 2,351E-01 | 2,454E-01 | 3,081E-01 |
| 20 | 2,747E-01 | 2,837E-01 | 3,005E-01 | 3,014E-01 | 2,028E-01 | 2,116E-01 | 2,824E-01 |
| 10 | 2,506E-01 | 2,619E-01 | 2,713E-01 | 2,702E-01 | | | 2,548E-01 |
| 5 | 2,374E-01 | 2,376E-01 | 2,473E-01 | 2,447E-01 | | | 2,338E-01 |

Tabelle A-14 Reynoldszahlen mit Sauter-Durchmesser nach Gleichung 16