

## 2 Experimentelle Methodik

Der methodische Ablauf der Untersuchungen ist schematisch in Abbildung 11 dargestellt und wird in den folgenden Kapiteln näher erläutert. Im ersten Teil der Beschreibung der experimentellen Methodik wird die Herstellung der Abmischungen und deren Behandlung erläutert. Im darauffolgenden Teil werden die Methoden zur Untersuchung der mineralogischen, chemischen und physikalischen Parameter beschrieben.

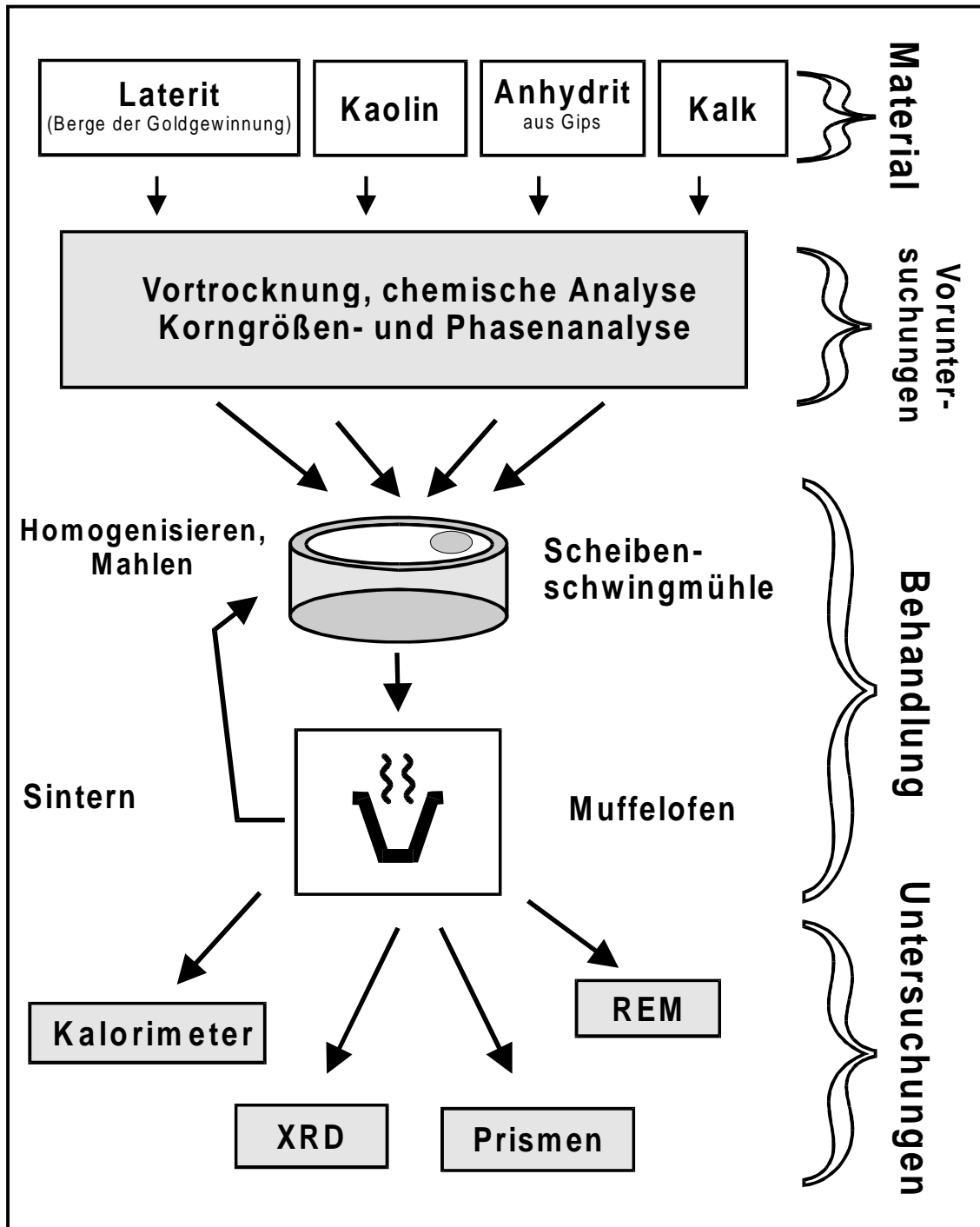


Abbildung 11: Schema der experimentellen Methodik

## 2.1 Präparationsverfahren

Bei der Beschreibung der Präparationsverfahren wird auf die Herstellung der Abmischungen und deren thermische Behandlung im Muffelofen eingegangen

### 2.1.1 Herstellung der Abmischungen

Zur Herstellung der Abmischungen für die Sinterversuche wurden die Komponenten LA, Kaolin und Kalk bei 105 °C im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz vorgetrocknet. Anhydrit wurde durch die thermische Behandlung von Gips bei 1000 °C hergestellt. Soweit es nötig war, wurden die Komponenten für 2 Minuten in der Scheibenschwingmühle homogenisiert. Bei den Einwaagen wurde bei allen Komponenten der Gewichtsverlust bei 1000 °C berücksichtigt und entsprechend mehr eingewogen.

Die eingewogenen Abmischungen wurden vor dem ersten und nach jedem Sintergang 2 Minuten lang bei 700 U/min in der Scheibenschwingmühle (Typ Retsch RS1) gemahlen und homogenisiert. Als Mahlbehälter wurde für die Versuche mit LA ein Stahleinsatz verwendet, da hierbei die Kontaminierung des Probenmaterials mit Abrieb aus dem Mahlbehälter vernachlässigbar ist.

### 2.1.2 Sinterversuche

Die eingewogenen und homogenisierten Proben wurden in Korundtieglern in den bei 600 °C vorgeheizten Muffelofen gebracht. Anschließend wurde der Ofen in ½ h bis ¾ h auf die vorgewählte Temperatur hochgeheizt, um eine langsame Entwässerung des Tonanteiles des LA und eine langsame Entsäuerung des CaCO<sub>3</sub> zu ermöglichen. Die Proben wurden für 1½ h bei der Zieltemperatur im Ofen belassen und anschließend an Luft abgeschreckt. Danach wurden die Proben erneut aufgemahlen. Dieser Vorgang wurde einmal wiederholt.

Bei der thermischen Behandlung von mineralischen Rohstoffen können drei Reaktionsarten unterschieden werden (KÜHL, 1958):

1. **Fritten:** Erhitzungsvorgang, bei dem sich das behandelte Material im festen Zustand verdichtet, ohne daß eine flüssige Phase auftritt
2. **Sintern:** Erhitzungsvorgang, bei dem sich das behandelte Material verdichtet und teilweise in die flüssige Phase übergeht, ohne daß die feste Phase auch nur zeitweise verschwindet oder tropfbar flüssig wird
3. **Schmelzen:** Erhitzungsvorgang, bei dem sich das behandelte Gut verflüssigt

Die Mineralsynthesen in den vorliegenden Untersuchungen sollten hauptsächlich durch Sintern erzielt werden. Die Mineralbildung beim Fritten sind stark von der Korngröße des eingesetzten Materials und von dessen Homogenisierung abhängig.

Tritt Schmelzen auf, sind die gebildeten Phasen stark von der Abkühlgeschichte der Schmelze abhängig. Eine Unterscheidung der einzelnen Reaktionsarten ist im Laborversuch nicht immer eindeutig möglich. Wenn sich die Oberfläche der Probe dem Probengefäß angepaßt hatte und keine Kornaggregate mehr erkennbar waren, wurde von einem Schmelzen ausgegangen. Um zu einer Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gelangen, wurden die Syntheseparameter, wie Probenmenge, Aufmahldauer, Tiegelmaterial und Abkühlgeschwindigkeit gleich gehalten.

Es war nicht beabsichtigt, die Versuchsdauer solange auszudehnen, bis sich ein Gleichgewicht einstellte, da dies unter technischen Bedingungen auch nicht angestrebt bzw. erreicht wird (HERATH-BANDA & GLASSER, 1978). Durch die Versuchsführung sollten reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden, was durch stichprobenartig durchgeführte Wiederholungsversuche überprüft wurde. Die Sinterung wurde in Korundtieglern durchgeführt. Nach SOURIE & GLASSER (1991) ist der Eintrag von Aluminium durch das Tiegelmaterial vernachlässigbar.

## 2.2 Charakterisierung des Untersuchungsmaterials

Die Ausgangsstoffe vor der Herstellung der Rohmehle und die Endprodukte nach der thermischen Behandlung wurden mineralogisch und chemisch charakterisiert.

Die gewählten Parameter der verwendeten Methoden werden im folgenden näher erläutert.

Die chemische Zusammensetzung des LA wurde mit RFA und ICP-OES bestimmt. Die Haupt- und Nebenbestandteile (>1 M.-%) wurden mit RFA ermittelt, die Spurenbestandteile wurden mit einem Königswasseraufschluß mittels ICP-OES gemessen. Die qualitative und semiquantitative Phasenanalytik wurde mit Röntgenpulverdiffraktometrie durchgeführt. Zur semiquantitativen Bestimmung des Kaolinitgehaltes des LA wurde die Thermogravimetrie/Differentialthermoanalytik eingesetzt. Das Reaktionsverhalten der Proben mit Wasser wurde mittels Wärmeflußkalorimetrie untersucht.

### 2.2.1 Röntgenpulverdiffraktometrie

Zur Durchführung der phasenanalytischen Untersuchungen stand ein Röntgenpulverdiffraktometer der Firma Siemens mit Bragg-Brentano-Geometrie ( $\Theta$ - $2\Theta$ ) zur Verfügung.

Die Bestimmung des qualitativen Phasenbestandes anhand der Röntgenpulverdiagramme wurde mit der Software Diffrac-AT (EVA 3.03) von SOCABIM (1993a) durchgeführt. Als Datenbank dienen die ICDD (JCPDS PDF-44). Dabei wurden die Richtlinien der JCPDS (HUBBARD, 1980) zur Auswertung von Röntgenpulverdiagrammen berücksichtigt.

Zur Untersuchung mittels Röntgenpulverdiffraktometrie (XRD) wurden die Proben nach dem letzten Durchgang im Muffelofen erneut aufgemahlen und in einem Probenträger präpariert.

Das Standardmeßprogramm für qualitative Messungen ist in Tabelle 4 angegeben.

Messung	
Schrittweite [ $^{\circ} 2\Theta$ ]	0.03
Betriebsart	kontinuierlich
Zählzeit [s]	1
Röhrenspannung [kV]	40
Anodenstrom [mA]	30
Röntgenstrahlung	Cu $K_{\alpha 1,2}$
Sekundärmonochromator	ja
Divergenzblende	variabel
Sollerblende	variabel
Bereich [ $^{\circ} 2\Theta$ ]	5-65

Tabelle 4: Meßparameter für die Röntgenpulveraufnahmen

Im allgemeinen sind mit der Pulverdiffraktometrie unter den beschriebenen Aufnahmebedingungen Phasen mit mindestens 2 M.-% Anteil erfaßbar.

Die Abschätzung der relativen Anteile einer Phase innerhalb einer Versuchsreihe wurde anhand der Peakhöhen charakteristischer Peaks durchgeführt. Aufgrund unterschiedlicher Überlagerungen der Peaks wurden nicht immer die gleichen Peaks ausgewählt. Die Bestimmung der Phasengehalte über die Peakflächenmethode erschien nicht sinnvoll, da nicht ausreichend überlagerungsfreie Peaks vorhanden waren.

Der relative Anteil einer Phase in den Tabellen des Ergebnisteiles wird durch die Anzahl der Kreuze (+) symbolisiert (Tabelle 5). Ein Strich (-) bedeutet, daß die Phase nicht nachweisbar war.

Symbole	Bedeutung
++++	sehr viel vorhanden
+++	viel vorhanden
++	wenig vorhanden
+	sehr wenig vorhanden
-	röntgenographisch nicht nachgewiesen

Tabelle 5: Einteilung zur semiquantitativen Phasenbestimmung

Die auf diese Weise vorgenommenen Abschätzungen sind nur innerhalb der jeweiligen Versuchsreihen vergleichbar. Quervergleiche der Abschätzungen zwischen verschiedener Versuchsreihen sind nur eingeschränkt möglich.

Die Aussagekraft der angewandten Methode reicht aus, um Schlüsse über die Phasenbildung bei Zu- oder Abnahme einer Zumischungskomponente machen zu können.

### 2.2.2 Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen ermöglichen es, die Morphologie und Detaileigenschaften einzelner Körner zu untersuchen. Über die Korngestalt und die Elementbestimmung mittels EDX lassen sich Aussagen über die vorliegende Mineralphase treffen.

Diese Untersuchungen wurden mit einem Rasterelektronenmikroskop der Firma JEOL (JSM 6300) mit gekoppelter energiedispersiver Röntgenanalytik (EDX) durchgeführt. Um die Probenoberfläche elektrisch leitend zu machen, wurden die Proben für 200 Sekunden mit Gold bedampft. Für die EDX-Analysen wurden die Proben mit Kohlenstoff bedampft. Als Anregungsspannung des Elektronenstrahls wurden 15 kV gewählt. Es wurde ein Arbeitsabstand von 15 mm und ein Strahlstrom von  $1 \cdot 10^{-8}$  A eingestellt.

### 2.2.3 Röntgenfluoreszenzanalytik

Zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Ausgangsmaterialien wurden Röntgenfluoreszenzanalysen an einem Spektrometer der Firma Siemens (SRS 3000) durchgeführt. Die Auswertung der Meßergebnisse für die Hauptelemente erfolgte über das Auswerteprogramm „Geoquant“ (SOCABIM, 1993b). Dazu wurde eine Kalibrierung mit einem Bauxit und einem Granit bekannter Zusammensetzung vorgenommen.

Für die Messung mittels RFA wurden Pulvertabletten aus einer Mischung von Probenmaterial und Wachs (Verhältnis Probe:Hoechstwachs=6:1) hergestellt. Das Probenmaterial wurde für die Herstellung der Tabletten für 10 Minuten bei 1200 U/min in der Scheibenschwingmühle aufgemahlen.

### 2.2.4 ICP-OES (optische Emissionsspektroskopie)

Die Bestimmung der Spurenelemente des LA wurde mittels ICP-OES (induktiv-gekoppeltes Plasma optische-Emissionsspektrometrie, Zeiss-Jena Plasmaquant 110) durchgeführt.

Bei dem Verfahren werden die zu analysierenden Flüssigkeiten zu einem feinen Aerosol zerstäubt und in einer Plasmaflamme bei etwa 10 000 °C ionisiert. Die durch die thermische Anregung gebildeten charakteristischen Emissionslinien werden über einen Gittermonochromator und einen Photomultiplier erfaßt und digital registriert. Die Bestimmung der Konzentration erfolgt über die Kalibrierung mit Standardlösungen.

Für die Herstellung der Lösungen wurden die aufgemahlenen Proben mit Königswasser im Autoklaven bei 95 °C aufgeschlossen. Ein geringer unlöslicher Rest wurde abfiltriert.

## 2.2.5 UV-VIS-Spektroskopie

Zur Bestimmung des  $\text{Fe}^{2+}$ -Gehaltes wurde ein Spektrometer der Firma Dr. Lange (CADAS 100) verwendet. Die Methode nützt aus, daß  $\text{Fe(II)}$ - Ionen mit 1,10-Phenantrolin eine orange-rote Komplexverbindung bilden. Die Konzentrationsbestimmung erfolgt über die Messung der Lichtabsorption bei einer Wellenlänge von 428 nm.

10 mg der Probe wurden mit 1m HCl im Autoklaven bei 80 °C vollständig aufgeschlossen. Die Lösung wurde mit Phenantrolin-Lösung versetzt und mit NaOH auf einen pH-Wert von 1 eingestellt und anschließend im Spektrometer vermessen.

## 2.2.6 Thermogravimetrie/Thermodifferentialanalyse

Die thermogravimetrischen Untersuchungen und Thermodifferentialanalysen wurden mit einer TG/DTA der Firma Seiko (TG/DTA 320 U) durchgeführt.

Dazu wurden 10 mg der zu untersuchenden Probe in einen Pt-Tiegel eingewogen. Als Referenz diente ein leerer Pt-Tiegel. Der untersuchte Temperaturbereich betrug 50 °C bis 1100 °C mit einer Aufheizrate von 10 °K/min.

## 2.2.7 Wärmeflußkalorimetrie

Die Beurteilung der hydraulischen Reaktivität der Proben erfolgte mittels Wärmeflußkalorimetrie. Bei der Wärmeflußkalorimetrie wird die Hydrationswärme einer Substanz als Funktion der Zeit gemessen. Für die Untersuchung der bei der Hydratation der synthetisierten Phasen frei werdenden Wärmemenge wurde ein von KUZEL (1984) konstruiertes und von PÖLLMANN *et al.* (1991) weiterentwickeltes Wärmeflußkalorimeter verwendet.

### 2.2.7.1 Geräteparameter

Bei dem verwendeten Typ von Wärmeflußkalorimeter wird über ein Bi-Te-Thermoelement die Temperaturdifferenz zwischen einem Meß- und einem Referenztiegel erfaßt. Das Kalorimeter ist mit der Umgebung durch eine definierte Wärmeleitstrecke verbunden. Bei exothermen oder endothermen Reaktionen entsteht eine Temperaturdifferenz zwischen dem Referenz- und dem Meßtiegel und bis zur Einstellung von isothermalen Bedingungen fließt Strom. Der schematische Versuchsaufbau ist in Abbildung 12 wiedergegeben.

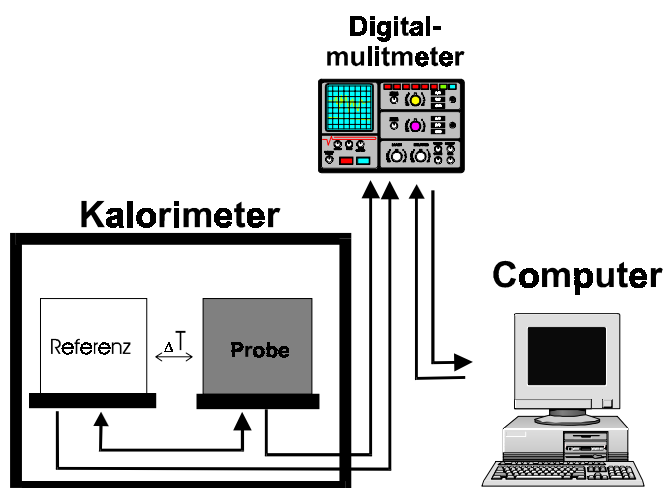


Abbildung 12: Schema des Versuchsaufbaus zur Wärmeflußkalorimetrie

Für die rechnergesteuerte Meßwertnahme und Datenverarbeitung wurde ein eigenes Computerprogramm auf Basis der Entwicklersoftware Testpoint 3.0 (CAPITAL EQUIPMENT COOPERATION, 1995) programmiert. Das Programm ermöglicht die rechnergesteuerte Abfrage der über ein Digitalmultimeter ermittelten Spannungsdifferenz zwischen Referenz- und Probetiegel. Diese Spannungsdifferenz wird über einen vorher ermittelten Kalibrationsfaktor in einen Wärmewert [mW] umgerechnet.

Das speziell auf die Anforderungen der Wärmeflußkalorimetrie angepaßte Steuer- und Auswerteprogramm ermöglicht die online-Darstellung und -Auswertung der Meßergebnisse.

Für die Auswertung der Wärmeflußkurven durch Integration des Wärmehalts wurde ein eigenes Modul programmiert.

Die für Standardmessungen verwendeten Parameter sind in Tabelle 6 dargestellt.

Meßintervall	90 sec
Probenmenge	1 g
Wasser/Feststoff	1/1
Integrationszeit	5 sec
Referenztiegel	leer
Meßbereich	0.2 V

Tabelle 6: Geräteparameter des Wärmeflußkalorimeters

Die Kalibrierung des Gerätes erfolgte über einen Metallfilmwiderstand von 10000  $\Omega$ , der direkt in die Probenziegel eingesetzt wurde. Über den Widerstand wird eine definierte elektrische Leistung abgegeben. Aus dem Verhältnis von abgegebener Leistung zu dem am Digitalmultimeter gemessenen Signal ergibt sich der Kalibrationsfaktor K, der temperaturabhängig ist.

### 2.2.7.2 Versuchsaufbau

Für die Untersuchung der Reaktionswärme wurde jeweils ein Gramm Substanz verwendet. Das Anmachwasser wurde nach der Herstellung des thermischen Ausgleichs im Kalorimeter mit einer Spritze in die Tiegel eingespritzt, so daß der Wärmeeintrag durch die Präparation so gering wie möglich gehalten wurde (CEMBUREAU, 1977; HILLS *et al.*, 1994).

Es wurde jeweils 1 ml Wasser zu 1 g Probe gegeben (W/F=1). Die Wärmemenge, die mit dem Einspritzen des Wassers in das System eingetragen wird und unvermeidbar ist, ist nach spätestens 15 bis 20 Minuten vernachlässigbar klein.

### 2.2.7.3 Auswertung und Bestimmung der hydraulischen Reaktivität

Die bei der Hydratation ablaufenden exothermen Reaktionen umfassen Adsorptions-, Hydrolyse- und Hydratationsreaktionen. Die Einteilung der Stadien der Hydratation erfolgte entsprechend der Einteilung der Hydratationsphasen von Portlandzementen nach TAYLOR (1997) und HENNING *et al.* (1989):

#### I. präinduktive Phase bzw. Anfangsperiode:

sofort nach dem Kontakt mit dem Anmachwasser kommt es zu einer starken, relativ kurzen Anfangsreaktion

#### II. induktive (dormante) Phase oder Ruheperiode:

nach der präinduktiven Phase folgt eine Phase, in der sich die Reaktion verlangsamt und ein Wärmeminimum erreicht

#### III. Beschleunigungsphase:

nach der induktiven Phase beschleunigt sich die Reaktion und erreicht typischerweise nach mehreren Stunden ein Hydratationsmaximum

#### IV. Verzögerungsphase oder Abklingperiode

die Reaktionsgeschwindigkeit nimmt langsam in einem Zeitraum von mehreren Stunden bis mehreren Tagen wieder ab

Bei der Beurteilung der Ergebnisse der Kalorimeterversuche muß berücksichtigt werden, daß mehrere Faktoren Einfluß auf das Hydratationsverhalten der Substanzen haben:

1. Phasenbestand und „Phasenbildung“ (Abkühlgeschwindigkeit etc.)
2. spezifische Oberfläche bzw. Korngrößenspektrum
3. Druckbeanspruchung beim Aufmahlen der Körner
4. Hydratationstemperatur
5. Wasser/Feststoff-Verhältnis

Es wurde versucht, die oben genannten Einflüsse durch gleiche Behandlung aller Proben möglichst zu minimieren. An Stichproben wurde die Kornverteilung mittels Lasergranulometrie überprüft.

Zur Abschätzung der bei der Hydratation frei werdenden Energie, die ein Maß für die hydraulische Reaktivität der Proben ist, wurde jeweils die Fläche unter dem Hauptpeak bis zur Basislinie berechnet. Die über den Zeitraum  $t_1$  bis  $t_2$  abgegebene Wärmemenge  $Q$  berechnet sich über folgende Formel (Gleichung 3).

$$Q = \int_{t_1}^{t_2} P dt = \int_{t_1}^{t_2} K(T) \cdot U dt - Q_0$$

$P$  = Wärmefluß in [mW]  
 $K$  = Kalibrationsfaktor  
 $U$  = gemessene Spannung [mV]  
 $T$  = Temperatur  
 $Q_0$  = Wärmemenge der Basislinie

Gleichung 3: Berechnung der Wärmemenge

Zur rechnergestützten Auswertung wird diese Formel für zwischen den Einzelmessungen gleichbleibende Zeitabstände  $\Delta t$  mit der SIMPSON-Regel (Gleichung 4) angenähert.

für  $y=f(t)$  von  $t=t_0$  bis  $t=t_2$  gilt näherungsweise:  $\frac{1}{3} [f(t_0) + 4f(t_1) + f(t_2)] \cdot [t_2 - t_0]$

Gleichung 4: Formel zur Berechnung der Wärmemenge

Als Anfang der Integration ( $t_1$ ) wurde das erste Minimum nach der Anfangsreaktion (präinduktive Phase) gewählt. Als Endpunkt der Integration ( $t_2$ ) wurden Zeitwerte ausgesucht, nach denen keine wesentliche Wärmereaktion mehr feststellbar war. Trat kein ausgeprägter Wärmepeak auf, konnte kein Wert für den Wärmepeak angegeben werden.

## 2.2.8 Wassergehalt und Glühverlust

Der Wassergehalt wurde nach DIN 38414 TEIL 2 (1985) durch Trocknung der feuchten Probe bei 105 °C bestimmt. Die Bestimmung des Glühverlustes wurde in Anlehnung an DIN 38414 TEIL 3 (1985) durchgeführt. Anstatt der in der Norm vorgeschriebenen Temperatur von 550 °C wurde abweichend davon bei 1000 °C geglüht, da die Proben einen hohen Anteil an Tonmineralen erwarten ließen, die bei 550 °C nur teilweise dehydratisieren bzw. dekarbonatisieren.

## 2.2.9 Korngrößenanalyse und Bestimmung der spezifischen Oberfläche

Für die kalorimetrischen Bestimmungen und die Festigkeitsuntersuchungen ist zum Vergleich der Proben ein annähernd gleiches Korngrößenspektrum bzw. eine ähnliche spezifische Oberfläche wichtig. An ausgewählten Proben wurde das Korngrößenspektrum für die kalorimetrischen Untersuchungen überprüft. Für die Festigkeitsuntersuchungen wurden die spezifische Oberfläche nach Blaine bestimmt.

### 2.2.9.1 Korngrößenanalyse durch Siebung und Lasergranulometrie

Die Korngrößenverteilung des LA wurde bis zu einer Korngröße >20 µm durch Naßsiebung bestimmt.

Die Korngrößenverteilung an den aufgemahlene Syntheseprodukten wurde mit Hilfe eines Lasergranulometers (CILAS 920) in einer Suspension mit Isopropanol durchgeführt. Das Gerät erfaßt die Korngrößenverteilung in einem Bereich zwischen 0,7 und 400 µm und untergliedert in 30 Korngrößenklassen.

Die Korngrößenbestimmung mittels Lasergranulometrie ist eine Methode, die die Projektionsfläche der Teilchen anhand der Beugung des Laserstrahls an den Teilchenrändern ermittelt. Über die Fläche wird auf das Volumen der Teilchen geschlossen. Bei der Berechnung der Volumenanteile einer bestimmten Korngröße wird davon ausgegangen, daß die Teilchen annähernd kugelförmig sind.

### 2.2.9.2 Spezifische Oberfläche nach Blaine

Bei der Bestimmung der spezifischen Oberfläche nach Blaine wird der Widerstand eines definierten Schüttbetts gegen durchströmende Luft gemessen. Je feiner das zu untersuchende Material ist, desto weniger Luft kann bei gleicher Porosität des Schüttbetts (d.h. Packungsdichte) durchströmen.

Die spezifische Oberfläche wurde nach Gleichung 5 berechnet:

$$O_{sp} = \frac{K \cdot \sqrt{e^3}}{\rho \cdot (1-e) \cdot \sqrt{10\eta}} \cdot \sqrt{t}$$

$O_{sp}$  = Spezifische Oberfläche in cm<sup>2</sup>/g

$e$  = Porosität

$t$  = Durchlaufzeit in Sekunden

$\rho$  = Dichte des Materials in g/cm<sup>3</sup>

$\eta$  = Dynamische Viskosität der Luft in Pa s

$K$  = Gerätekonstante

Gleichung 5: Spezifische Oberfläche nach BLAINE

Das Meßgerät wurde mit zwei Quarzstandards bekannter spezifischer Oberfläche kalibriert (2910 cm<sup>2</sup>/g und 4100 cm<sup>2</sup>/g). Als Dichte der Sinterprodukte wurde ein Wert von 3,0 g/cm<sup>3</sup> eingesetzt.

## 2.2.10 Festigkeitsmessungen an Kleinprismen

Zur Bestimmung der Festigkeitseigenschaften der Syntheseprodukte wurden nach 28 Tagen Biegezugfestigkeiten an Prismen gemessen. Wegen der geringen Probenmengen mußten die Untersuchungen an Kleinprismen im Format 1,5 cm • 1,5 cm • 6 cm durchgeführt werden. Die Festigkeiten von Kleinprismen sind nach MÜLLER *et al.* (1985) nicht direkt mit den Festigkeiten von Prismen, die nach EN 196 TEIL 1 (Prüfverfahren für Zement. Bestimmung der Festigkeit) hergestellt wurden, korrelierbar. Zum Vergleich wurden Kleinprismen aus einem handelsüblichem Portlandzement (CEM I 32,5R) hergestellt.

Das Verfahren zur Herstellung der Prismen wurde in Anlehnung an die EN 196 TEIL 1 durchgeführt. Die davon abweichenden Methoden zur Herstellung und Messung werden im folgenden erläutert.

### Probenpräparation

Zur Herstellung der Kleinprismen wurden jeweils 200 g Probenmaterial nach dem bereits beschriebenen Verfahren (Kapitel 2.1.1) hergestellt. Die Proben wurden durch Nachmahlung auf einem Blaine-Wert von 4800 cm<sup>2</sup>/g ± 100 cm<sup>2</sup>/g eingestellt.

Für die Abmischungen mit Portlandzement wurde den Proben ein handelsüblicher Portlandzement (CEM I 32,5R) zugemischt und anschließend durchmischt.

### Herstellung und Lagerung der Kleinprismen

Zur Herstellung der Kleinprismen wurden Kleinprismenformen der Prismengröße 1.5 cm • 1.5 cm • 6 cm verwendet. Die Herstellung der Prismen erfolgte in Anlehnung an die EN 196. Die hier verwendeten kleineren Prismenformen machten Abweichungen von dem in der Norm beschriebenen Verfahren notwendig. Das Verfahren zur Herstellung der Prismen ist in Tabelle 7 zusammenfaßt. Um eine gleichmäßige Verarbeitung aller Proben und eine gute Homogenisierung des Leims zu gewährleisten, wurde ein W/F von 0.6 gewählt.

Zeit	Vorgang
0...45 sec	Zugabe der Probe zum Anmachwasser und Durchmischung
60...90 sec	Einfüllen der ersten Schicht in die Prismen auf dem Vibrationstisch (etwa Hälfte der Prismenform)
90...120 sec	Vibrieren auf dem Vibrationstisch
120...150 sec	Einfüllen der zweiten Schicht in die Prismen auf dem Vibrationstisch
150...210 sec	Vibrieren Prismenform wird bei 100% Raumfeuchtigkeit gelagert
24 h	Entformung und anschließende Unterwasserlagerung
28 Tage	Messung der Biegezugfestigkeit

Tabelle 7: Verfahren zur Herstellung der Kleinprismen

### Biegezugfestigkeiten

Die Biegezugfestigkeit der Prismen wurde nach 28 Tagen mittels Dreipunktbiegung bestimmt. Zur Berechnung der Festigkeitswerte ( $R_f$ ) wurde folgende Formel verwendet:

$$R_f = \frac{1.5 \cdot F \cdot l}{b \cdot h^2} \left[ \frac{N}{m^2} \right]$$

F: am Probekörper wirkende Höchstkraft beim Bruch  
l: Länge des Abstands zwischen den Auflagern (25 mm)  
b: Breite des Probekörpers  
h: Dicke des Probekörpers

Gleichung 6: Berechnung der Biegezugfestigkeit

## **2.3 Berechnungen zum Phasengehalt der Sinterprodukte**

Anhand der chemischen Zusammensetzung der Abmischungen lassen sich die theoretisch maximal möglichen Phasenanteile einer Phase berechnen. Zur Abschätzung des hydraulischen Potentials der gesinterten Abmischungen wurden Berechnungen über die maximal möglichen Mengen an  $C_2S$  und  $C_4A_3\bar{S}$  durchgeführt.

Für die Berechnung der Phasenbildung an  $C_2S$  wurde davon ausgegangen, daß alles zur Verfügung stehende CaO bzw.  $SiO_2$  zur Bildung von  $C_2S$  beitragen kann. Dies berücksichtigt nicht, daß sowohl CaO als auch  $SiO_2$  in anderen Phasen gebunden werden können, was zu einem Überbefund der berechneten Menge an maximal möglichem  $C_2S$  führt. Als weiteres wurde für die Berechnungen der Einbau von Fremdionen in die Struktur des  $C_2S$  vernachlässigt. Diese Vereinfachung führt wiederum zu einem Minderbefund der berechneten Menge. Bei der Berechnung für die Mineralphase  $C_4A_3\bar{S}$  wurde vernachlässigt, daß sich bei Temperaturen über 1000 °C  $SO_3$  vom Anhydrit ( $CaSO_4$ ) abspalten kann und damit dem System verloren geht (PLIEGO-CUERVO, Y.; GLASSER, F. P., 1977).