

**Vergütung der Auflockerungszone
im Salinar
(VerA)**

Abschlussbericht



Vergütung der Auflockerungszone im Salinar (VerA)

Abschlussbericht

W. Bollingerfehr, L.E. von Borstel, H.-J. Engelhardt, C. Müller,
H. Schmidt

DBE TECHNOLOGY GmbH
Eschenstraße 55
D-31224 Peine

Dezember 2011

Die dieser Studie zugrunde liegenden Arbeiten wurden im Auftrag des BMWi über den Projektträger Karlsruhe, Wassertechnologie und Entsorgung (PTKA-WTE), unter dem Förderkennzeichen 02 E 10649 durchgeführt. Die Verantwortung für den Inhalt liegt jedoch allein bei den Autoren.

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	5
1 Zielsetzung	9
2 Entwicklung eines Programmpaketes zur Beschreibung der Schädigungsprozesse von Steinsalz im Korngrößenmaßstab	11
2.1 Übersicht über die Schädigungsprozesse von Steinsalz	12
2.1.1 Mechanische Prozesse	12
2.1.2 Hydraulische Prozesse	19
2.2 Modellbildung zur Simulation von Rissystemen in Salzformationen	20
2.2.1 Implementierung eines Strukturmodells auf Korngrößenebene	21
2.2.2 Implementierung mechanischer Stoffmodelle zur Simulation des Kurzzeitversagens	23
2.2.3 Generierung der Strukturmodelle zur Nachrechnung von Laborversuchen	26
2.2.4 Datengrundlage zur numerischen Modellvalidierung	29
2.3 Mechanische Berechnungen zur Kennwertermittlung	30
2.3.1 Kalibrierung der elastischen Parameter	31
2.3.2 Kalibrierung der plastischen Parameter	33
2.3.3 Ergebnisse	41
2.4 Hydraulische Berechnungen	46
2.4.1 Kalibrierung hydraulischer Parameter	47
2.4.2 Ergebnisse	49
2.5 Hydraulisch-mechanische Berechnungen	51
2.5.1 Ergebnisse	51
2.6 Abschließende Betrachtung	53
3 Versuchsprogramm zur Untersuchung von Wasserglas als Injektionsmittel für Salzgesteine	59
3.1 Ermittlung der Reaktionsmechanismen	59
3.1.1 Wasserglas	59
3.1.2 Magnesium-Oxichloride und Magnesium-Oxisulfate	65
3.2 Laborversuche zur Ermittlung der Beständigkeit von Silikatgel	68
3.2.1 Präparation	69
3.2.2 Herstellung der Salzlösungen und Versuchsansätze	70

3.2.3	Analytik	71
3.2.4	Ergebnisse der Versuche	72
3.3	Theoretische Betrachtung der Langzeitstabilität	85
3.3.1	Naturvorkommen	86
3.4	Rheologischen Eigenschaften von Wasserglas als Injektionsmittel für Salzgesteine	88
3.4.1	Gelierungsmechanismen	89
3.4.2	Reaktionskinetik	90
3.5	Festigkeitseigenschaften sowie der hydraulische Parameter der verschiedenen Silikat-Salz-Systeme	92
3.5.1	Festigkeitseigenschaften von Silikat-Steinsalz-Systemen	92
3.5.2	Haftzug- und Scherfestigkeitsversuche	94
3.6	Abschließende Betrachtung	99
4	Injektionen von Wasserglas- Daten aus in-situ- und Laboruntersuchungen	101
4.1	In-situ-Injektion von Wasserglas – vorbereitende Arbeiten	101
4.1.1	Randbedingungen	101
4.1.2	Bergbauliche und Ingenieurgeologische Situation	102
4.1.3	Bewertung vorhandener und durchgeführter geotechnische Messungen am Untersuchungsstandort	103
4.1.4	Vorbereitung des Standortes	105
4.1.5	Auswahl der Konturabdichtung	106
4.2	In-situ-Injektion von Wasserglas	109
4.2.1	Initiale Gaspermeabilität	109
4.2.2	Permeabilitäten nach Herstellung des Injektionskanals	113
4.2.3	Injektion von Wasserglas	114
4.2.4	Bewertung der Kernproben	120
4.3	Laborversuche an Groß-Bohrkernen	123
4.4	Abschließende Betrachtung	128
	Tabellenverzeichnis	129
	Abbildungsverzeichnis	131
	Literaturverzeichnis	137
	Anhang zu Kapitel 3.2.4 Ergebnisse der Versuche	153

Zusammenfassung

Erfahrungen aus bestehenden Untertagedeponien im Steinsalz zeigen, dass die integrale Permeabilität einer geotechnischen Barriere maßgeblich durch die Auflockerungszone bestimmt wird. Die Auflockerungszone bezeichnet einen Bereich der Streckenkontur, indem das interkristalline Mikrogefüge des Steinsalzes aufgrund von Mikrorissen geschädigt ist und die Permeabilität des ursprünglich dichten Steinsalzes erhöht ist. Zwar ist zu erwarten, dass die Permeabilität im Nahbereich der Strecken aufgrund von Verheilungsprozessen langfristig abnimmt, jedoch lassen sich diese Prozesse weder hinsichtlich der Geschwindigkeit noch ihrer Auswirkung auf die Permeabilität belastbar quantifizieren. Daher ist eine qualitätsgesicherte Vergütung der Auflockerungszone durch Injektionen zwingend erforderlich, um den Anforderungen an die Abdichtung nachweislich zu genügen.

Inhaltlich lag der Schwerpunkt dieser Arbeit in der numerischen Abbildung der in der Auflockerungszone herrschenden Schädigungsprozesse sowie der damit verbundenen Permeabilitätserhöhung. Die Untersuchungen wurden durch mineralogische Analysen ergänzt, um das Injektionsmittel und die Reaktionsprodukte unter dem Gesichtspunkt der Langzeitsicherheit bewerten zu können. Des Weiteren fanden in-situ-Injektionen an einem geeigneten Standort im Salinar statt, um die Ausbreitung des ausgehärteten Injektionsmittels zu untersuchen.

Die numerischen Arbeiten umfassen zunächst die Modellbildung und Entwicklung eines Programmpaketes, um eine spannungsabhängige Schädigungsentwicklung im Steinsalz zu simulieren. Da sich Mikrorisse in der Auflockerungszone zunächst nur lokal ausbilden, wurde eine mikro-skalige Beschreibung im Korngrößenmaßstab angestrebt. Für eine Abbildung des kristallinen Mikrogefüges von Steinsalz wurden Polyederstrukturen, so genannte Voronoipolyeder, unter Anwendung der Diskreten-Element-Methode (DEM) verwendet. Aufgrund des gegenüber kontinuumsmechanischen Modellen höheren Rechenaufwandes, sind aktuell nur Modelldimensionen im Labormaßstab möglich, damit die verwendeten diskreten Strukturmodelle praktisch lösbar bleiben.

Zur Abbildung des Verformungsverhaltens, das sich generell aus intrakristallinen sowie Verformungsprozessen entlang der Korngrenzen zusammensetzt, wurden zwei elastoplastische Mohr-Coulomb-Stoffmodelle verwendet. Scher- und Zugrisse entlang der Korngrenzen werden mit einem Mohr-Coulomb-Gesetz inklusive Zugfestigkeitsbegrenzung abgebildet. Die Simulation einer Verfestigung in Form intrakristalliner Versetzungen (*dislocation glide*) wird mit einem kontinuumsmechanischen Mohr-Coulomb-Gesetz mit Verfestigungsansatz realisiert. Einflüsse des zeitabhängigen Kriechens in Form von Erholungsprozessen (*dislocation creep*) wurden vorläufig nicht in die Modellierungen einbezogen, da Erfahrungswerte bezüglich einer Anwendung komplexer Kriechstoffmodelle in einer DEM gänzlich fehlen. Vorrangiges Ziel ist daher zu überprüfen, inwieweit sich die Strukturmodelle eignen, um die grundlegenden Bruchprozesse eines Kurzzeitfestigkeitsversuches (Dilatanz, Verfestigung etc.) im Steinsalz abzubilden. Eine Kennwertermittlung der Stoffmodellparameter erfolgte durch die Nachrechnung von Laborversuchen in Form uniaxialer und triaxialer Druckversuche sowie von Spaltzugversuchen. Die Generierung der Polyedermodelle erfolgte in Anlehnung an das als Referenzsteinsalz betrachtete Staßfurt-Steinsalz der Schachanlage

Asse. Ein Vergleich der Ergebnisse aus Modellrechnungen mit Daten aus Laborversuchen zeigt, dass die verwendeten Polyederstrukturen geeignet sind, um das grundlegende Spannungs-Dehnungs-Verhalten bzw. die wesentlichen Bruchprozesse abzubilden. Das Bruchbild und eine Auswertung der Bruchmodi zeigen, dass eine Rissbildung gleichmäßig über dem Zylinderkern erfolgt und ausschließlich durch Zugrisse hervorgerufen wird. Risse sind ausnahmslos in axialer Richtung, mit Einfallswinkeln zwischen 60° und 90° , orientiert. Ein derartiges Bruchbild ist in Übereinstimmung mit Literaturdaten. Bei weiterer Belastung kommt es jedoch zu ungewünschten Wechselwirkungen zwischen inter- und intrakristallinen Prozessen. Zwar wird eine Verfestigung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm realistisch abgebildet, jedoch führt die Korndeformation dazu, dass eine weitere Rissbildung entlang der Korngrenzen verhindert wird. Hinsichtlich der Korndeformation und ihr Einfluss auf interkristalline Verformungsprozesse sind daher weitere Entwicklungsbemühungen, etwa die Nutzung komplexerer Stoffmodelle, erforderlich. Hierfür ist zudem ein besseres Verständnis über die auf Kornebene stattfindenden Prozesse und insbesondere ihre Wechselwirkungen untereinander entscheidend für eine weitere Entwicklung und Validierung der numerischen Berechnungen.

In einem weiteren Schritt wurden die Modelle hinsichtlich ihres Perkulationsverhaltens untersucht, da ein Permeabilitätsanstieg in der ALZ generell erst bei einer bestimmten Rissdichte vorliegt. Dazu wurden die mechanischen Berechnungen im Kompressionsversuch in regelmäßigen Abständen unterbrochen und Permeabilitätsberechnungen durchgeführt. Strömungsprozesse sind im verwendeten numerischen Ansatz nur zwischen den Blockstrukturen möglich und beruhen auf dem kubischen Gesetz. Die Ergebnisse zeigen, dass eine Permeabilitätssteigerung erst nach Überschreiten einer integralen Rissvernetzung vorliegt. Jedoch gestaltet sich eine generelle Charakterisierung des Perkulationsverhaltens als schwierig, da aufgrund der Rechendauer die Modelldimensionen im Vergleich zu den rein mechanischen Berechnungen nochmals verkleinert werden mussten. Eine praktikable Durchführung hydraulischer Berechnungen an größeren Modellen steht im Zusammenhang mit einer weiteren geometrischen Optimierung der Polyedermodelle und einer damit verbundenen Verbesserung der numerischen Zeitschrittweite.

Zusammenfassend stellt der entwickelte methodische Ansatz die Grundlage für die Simulation der Injektion von Wasserglas in ein reales Rissssystem dar. Die Simulation der in der ALZ ablaufenden hydromechanischen Prozesse von Steinsalz auf Korngrößenebene wurde in dieser Art und Weise noch nicht verwirklicht und hat somit Modellcharakter. Hinsichtlich der Modellierungstiefe mussten jedoch Einschnitte vorgenommen werden, damit die numerischen Modelle praktisch lösbar bleiben. Aus numerischer Sicht können daher aktuell entsprechende Empfehlungen für die bautechnische Realisierung der Vergütung der ALZ bei der Errichtung von Verschlussbauwerken nicht erfolgen.

Zur Bewertung der Langzeitstabilität von an Halit gehärtetem Natron-Wasserglas (Halit/Silikatgel) sind zum einen Kenntnisse des Löslichkeitsverhaltens des Silikatgels in salinaren Lösungen nötig. Weiterhin müssen die beim Kontakt von Silikatgel mit salinaren Lösungen auftretenden Modifikationen der Feststoffe sowie die Bildung von Sekundärphasen betrachtet werden. Zur Klärung dieser Sachverhalte wurden Laborexperimente über einen Zeitraum von 360 Tagen an Halit/Silikatgel-Proben in Gegenwart von unterschiedlich zu-

sammengesetzten gesättigten Salzlösungen durchgeführt. Als Salzlösungen wurden eine gesättigte NaCl-Lösung, eine gesättigte NaCl-Lösung mit 20 Gew.-% MgCl_2 und die Lösung am Punkt Q des quinären Systems der ozeanischen Salze (Lösung Q) verwendet. Sowohl die Lösungen als auch die Feststoffe wurden analysiert. Durch die Analysen des Si-Anteils in den Lösungen konnten Aussagen bezüglich der Löslichkeit des Silikatgels in den verschiedenen salinaren Lösungen getroffen werden. Es hat sich gezeigt, dass die Si-Löslichkeit von Silikatgel in der komplex zusammengesetzten Lösung Q unterhalb der Gerätenachweisgrenze liegt. In der MgCl_2 -haltigen gesättigten NaCl-Lösung werden maximal $4 \mu\text{g Si/g}$ gelöst. Dieser Wert liegt unterhalb der Löslichkeit von Quarz in wässriger Lösung. Während in den MgCl_2 -haltigen salinaren Lösungen der alkalische pH-Wert des Silikatgels durch das MgCl_2 abgepuffert wird, liegt in der reinen konzentrierten NaCl-Lösung ein alkalischer pH-Wert vor. In dieser Lösung werden nach 360 Tagen Si-Anteile von 26 bzw. $41 \mu\text{g Si/g}$ analysiert. In allen Versuchsansätzen ist kein signifikanter Anstieg der Si-Löslichkeit des Silikatgels erkennbar.

Beim Kontakt des Feststoffgemisches mit konzentrierten salinaren Lösungen wird mit der Zeit das $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ -Verhältnis im Silikatgel größer. Dies gilt sowohl für Silikatgel im Kontakt mit reinen NaCl-Lösungen als auch für die komplex zusammengesetzten salinaren Lösungen. Im Kontakt mit den MgCl_2 -haltigen Lösungen wird im Silikatgel teilweise Na^+ gegen Mg^{2+} ausgetauscht. Silikatgel im Kontakt mit Lösung Q weist Bereiche auf, die frei von Na^+ oder Mg^{2+} sind, also nur aus vernetzten Si-O-Komponenten bestehen. Im Silikatgel in Kontakt mit Lösung Q wird nach 360 Tagen Versuchsdauer eine Devitrifizierung (Raman-Untersuchungen) angedeutet. Dies kann als beginnende Kristallisation interpretiert werden. Weiterhin weisen die verschiedenen Untersuchungsmethoden (Röntgendiffraktometrie, Raman-Spektrometrie) darauf hin, dass im Laufe des Untersuchungszeitraumes im Silikatgel zumindest lokal eine kristallographische Ordnung stattfindet. Ob eine kristalline SiO_2 -Phase oder ein Na- oder Mg-haltiges Silikat gebildet wird, kann derzeit nicht erkannt werden.

Beim Kontakt von Silikatgel mit MgCl_2 -haltigen Lösungen werden MOC-Phasen (Magnesium-Oxi-Chloride) gebildet. Innerhalb kürzester Zeit entsteht die 5-1-8-MOC-Phase, welche nach 10 Tagen in die stabile 3-1-8-MOC-Phase umgewandelt wird. Die MOC-Phasen bilden ein ungeordnetes Netzwerk aus feinen nadelförmigen Kristallen, welches letztendlich zu einer Verfestigung des Silikatgel/Halit-Gemenges führt. Außerdem werden in dem Porenraum des MOC-Netzwerkes Lösungsreste fixiert.

Die Ergebnisse des durchgeführten Versuchsprogramms zeigen, dass eine Injektion von Natron-Wasserglas in Auflockerungszonen von Steinsalzablagerungen zu einem Produkt führt, welches auch in Gegenwart von technischen und natürlichen salinaren Lösungen als stabil zu bewerten ist und langzeitstabile Phasen bildet. Eine Übertragbarkeit der ablaufenden Prozesse auf Naturvorgänge dürfte gegeben sein, denn in der Natur gibt es zahlreiche Beispiele für geochemische Milieus, bei denen sich in Analogie zu Wasserglaslösungen Silikate durch Fällung oder Flockung gelöster und kolloidaler Silikatspezies gebildet haben (z. B. Achate). Sowohl in marinen als auch in kontinentalen Salzmilieus werden SiO_2 -Verbindungen in Form von Neubildungen und als klastisch eingetragenes Material beobachtet.

In einem weiteren Arbeitspaket wurden an einem geeigneten Standort im Salinar in-situ-Injektionen durchgeführt, um die Verwendung von Wasserglas als Injektionsmittel überprüfen zu können. Hierfür wurde entsprechend der Konzeption für ein geplantes HAW-Endlager ein geeigneter Untersuchungsstandort ausgewählt und die Versuchsrandbedingungen formuliert. Aus der Formulierung der Versuchsrandbedingungen ergab sich die Notwendigkeit, ein geeignetes Injektionswiderlager auszuwählen. Baustoffoberflächenpacker, die allgemein Stand der Technik für die Abdichtung von Streckenkonturen sind, konnten hierfür nicht eingesetzt werden. Stattdessen wurden die in-situ-Injektionen mit mobilen Oberflächenpackern durchgeführt und an das zugrundeliegende Messverfahren adaptiert.

Für die Durchführung der in-situ-Injektionen wurden in einem ersten Schritt die initiale Permeabilität auf der Streckenkontur bestimmt und durch Wiederholungsmessungen nach 6 Monaten die zeitliche Entwicklung der Permeabilität erfasst. Als initiale Permeabilität wurden dabei Werte im Bereich von $8,9 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2 > k > 4,3 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$ bestimmt. Diese Werte sind vergleichbar mit bekannten Permeabilitätswerten, bzw. deren Extrapolation auf die Streckenkontur. Das Permeabilitätsniveau erhöht sich innerhalb von 6 Monaten auf Werte im Bereich von $6,5 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2 > k > 8,1 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$, wobei bei Einzelwerten eine Permeabilitätsabnahme bestimmt wurde.

Bei den anschließend durchgeführten Injektionen von Natron-Wasserglas konnten Injektionsdrücke von bis zu 5 MPa realisiert und dabei signifikante Fließwege erzeugt werden, die zu einem diskreten Austritt von Natron-Wasserglas in einer radialen Entfernung von 12 cm bis 15 cm zum Injektionspunkt an der Streckenkontur führten. Die für die vergüteten Bereiche ermittelten Permeabilitäten zeigen eine deutliche Permeabilitätsabnahme von mehreren Größenordnungen.

Mit Hilfe eines Injektionsversuches an einem diskret geschädigten Steinsalz kern wurde gezeigt, dass das Eindringverhalten von Natron-Wasserglas in ein Riss system für eine definierte Druckstufe in unterschiedlichen Phasen stattfindet. Innerhalb des Versuches konnte über einen Zeitraum von 12 h ein Volumen von 12,6 ml Natron-Wasserglas in mehreren Druckstufen injiziert werden. Innerhalb einer Druckstufe kam es dabei zu einer Abnahme der Injektionsrate.

Die Ergebnisse der Injektionsversuche haben gezeigt, dass mit Hilfe der gewählten Methodik, die oberflächennahe Auflockerungszone durch Injektionen erreichbar ist und in dem oberflächennahen Riss system der Auflockerungszone eine signifikante Abdichtwirkung (Verringerung des Permeabilitätsniveaus) erzielt werden kann.

1 Zielsetzung

Der Nachweis der Integrität der geotechnischen Barrieren gehört zu den wesentlichen Elementen eines Sicherheitsnachweises für Untertagedeponien und Endlagern für radioaktive Abfallstoffe. Art und Dimension der Auflockerungszonen (ALZ) bestimmen in diesem Zusammenhang maßgeblich die integrale Permeabilität von geotechnischen Barrieren in Steinsalz. Als Auflockerungszone bezeichnet man den Bereich der Streckenkontur, indem das interkristalline Mikrogefüge des Steinsalzes aufgrund von Mikrorissen geschädigt und die Permeabilität des ursprünglich dichten Steinsalzes erhöht ist. Es wird angenommen, dass die Permeabilität in der ALZ aufgrund von Verheilungsprozessen langfristig abnimmt. Diese Prozesse lassen sich jedoch weder hinsichtlich der Geschwindigkeit noch in ihrer Auswirkung auf die Permeabilität belastbar quantifizieren. Daher wird eine qualitätsgesicherte Vergütung der Auflockerungszone durch Injektionen als erforderlich angesehen.

Ausgehend von diesem Prozessverständnis wurde die Zielsetzung für das nachfolgend beschriebene Vorhaben „Vergütung der Auflockerungszone im Salinar (VerA)“ festgelegt. Es sollte ein Nachweisverfahren für die Abdichtung der an ein Verschlussbauwerk anliegenden Auflockerungszone in einem HAW-Endlager entwickelt werden. Die Nachweismethodik beruht dabei auf der Reduzierung des Vernetzungsgrades der Wegsamkeiten an ausgewählten Stellen in der ALZ. Der integrale hydraulische Widerstand soll auf diese Weise den Abdichtungsanforderungen genügen. Das dafür ausgewählte technische Verfahren – die Injektion von Wasserglas ohne eine zusätzliche Härter-Komponente – soll diese Wirkung erzielen. Mit Hilfe einer modelltheoretischen Beschreibung der Wegsamkeiten sollen darüber hinaus die Auswirkungen von Injektionen auf das Permeationsverhalten untersucht werden. Das Verständnis dieser Mechanismen soll einerseits einen Nachweis der Barrierenwirksamkeit ermöglichen und andererseits den Aufwand für die Vergütung minimieren.

Um ein solches Verfahren zur Genehmigungsreife zu führen, sind Fragestellungen in drei Themenbereichen zu klären. Zum einen muss eine Datenbasis, die reale Riss-Systeme und die Ausbreitung des Injektionsmittels in diesen beschreibt, für den Nachweis geschaffen werden. Darüber hinaus muss die Langzeitstabilität der durch die Injektion entstehenden Systeme in chemischer wie mechanischer Hinsicht hinreichend abgesichert werden. Abschließend soll durch die Modellierung des Injektionsprozesses technisch anwendbare Kriterien für die Anzahl und Platzierung der Injektionen unter dem Gesichtspunkt des Sicherheitsnachweises abgeleitet werden.

Der vorliegende Bericht beinhaltet für diese drei Themenbereiche die jeweilige Zielstellung der Untersuchungen respektive Modellierungsarbeit, die dazu gewählte methodische und praktische Vorgehensweise sowie die erzielten Ergebnisse und deren Bewertung. Im Kapitel 2 werden die den Modellvorstellungen zugrunde liegenden mechanischen und hydraulischen Schädigungsprozesse in der ALZ beschrieben, eine Modellvorstellung zur Simulation der Rissysteme entwickelt und die Ergebnisse der durchgeführten Berechnungen dargestellt und bewertet. Das Kapitel 3 befasst sich mit dem Injektionsmittel Wasserglas sowie Verbundsystemen aus Wasserglas und Steinsalz. Die ermittelten Reaktionsmechanismen werden dargestellt, die durchgeführten Laborversuche zur Ermittlung der Langzeitbeständigkeit als auch zur Bestimmung der mechanischen und hydraulischen Eigenschaften von Wasser-

glas als Injektionsmittel für Steinsalz beschrieben und die Ergebnisse ausgewertet. Im Anhang zum Bericht werden darüber hinaus wesentliche Einzelmessergebnisse der Raman-spektroskopie und der Röntgendiffraktometrie zur Bestimmung der Silikatphasen und der Feststoffbestandteile dargestellt. Im 4. Kapitel schließlich werden die in-situ-Versuche zur Injektion von Wasserglas einschließlich der durchgeführten Permeabilitätsmessungen in der ALZ vor und nach der Injektion beschrieben und bewertet. Im Rahmen von ergänzenden Laboruntersuchungen an Bohrkernen wurde versucht, die in situ ermittelten Permeabilitätsveränderung durch Injektion mit Wasserglas zu verifizieren. Dazu wurde eine künstlich geschädigte Kernprobe aus Steinsalz mit Wasserglas injiziert und die Permeabilität vor und nach Injektion gemessen. Die erzielten Ergebnisse und deren Aussagekraft sind ebenfalls im Kapitel 4 beschrieben.

2 Entwicklung eines Programmpaketes zur Beschreibung der Schädigungsprozesse von Steinsalz im Korngrößenmaßstab

Das wesentliche Ziel der Modellierungsarbeiten im Projekt VerA ist die Untersuchung der Permeabilität einer Auflockerungszone vor und nach einer Vergütungsmaßnahme. Auflockerungszonen im Nahbereich von Streckenschächten können je nach Wirtsgesteinsinformation unterschiedliche Formen von Schädigungsphänomenen zeigen (Tsang et al. 2005). Generell hat Steinsalz eine interkristalline Porenstruktur, die sich im Verlauf einer Schädigung durch Mikrorisse weitet und die Permeabilität des ursprünglich dichten Steinsalzes erhöht. Bekannt ist, dass für eine hohe Permeabilität der Vernetzungsgrad der Wegsamkeiten entscheidend ist (Alkan et al. 2007). Unterhalb einer bestimmten Rissdichte ist die Permeabilität einzelner Risse für die Gesamtpermeabilität unerheblich, da keine durchgängigen Wegsamkeiten im Rissystem vorliegen. Da sich Mikrorisse zunächst nur lokal ausbilden, ist eine mikro-skalige Beschreibung der hydraulischen und mechanischen Prozesse erforderlich. Nur hier kann die Konnektivität der Wegsamkeiten explizit dargestellt werden. Die meisten methodischen Ansätze können jedoch die hydromechanischen Prozesse der Auflockerungszone nicht explizit beschreiben, da die Modellierungen auf einer kontinuums-mechanischen Makroebene stattfinden. Die Ursache der Permeabilitätszunahme, nämlich eine Schädigung im Mikrogefüge, ist in diesem Fall nur eingeschränkt nachweisbar.

Ein wesentliches Ziel der Arbeit war deshalb die Modellbildung und Entwicklung eines Programmpaketes, um die in der Auflockerungszone herrschenden Schädigungsprozesse im Korngrößenmaßstab zu visualisieren sowie eine damit verbundene Permeabilitätssteigerung zu quantifizieren. Für weiterführende numerische Modellierungen zur Ausbreitung eines Injektionsmittels (Arbeitspaket 4) bildet das erstellte Rissystem ferner eine geeignete realitätsnahe Ausgangsstruktur.

Da das mechanische Verhalten von Gesteinen im Rahmen von rechnerischen Prognosen mit einem geeigneten Stoffmodell abzubilden ist, stellt die Beschreibung der relevanten Verformungsprozesse im Steinsalz eine erste wesentliche Voraussetzung dar (Kapitel 2.1). Kapitel 2.2 beinhaltet die Generierung eines geeigneten Strukturmodells. Zunächst wird hier ein kurzer Überblick zum Stand zur Wissenschaft und Forschung bezüglich der Modellierung von Rissystemen zusammengestellt. Anschließend erfolgt eine Vorstellung der verwendeten Stoffmodelle sowie der Strukturmodelle, um die wesentlichen Schädigungsprozesse in der Auflockerungszone abzubilden. Abschließend wird die Datengrundlage zur Validierung der numerischen Modellergebnisse vorgestellt. Da sich der verwendete methodische Ansatz grundlegend vom üblicherweise genutzten kontinuumsmechanischen Ansatz unterscheidet, müssen zunächst charakteristische Kennwerte für die in den Stoffmodellen verwendeten mechanischen und hydraulischen Parameter kalibriert werden (Kapitel 2.3 und 2.4). Das anschließende Kapitel 2.5 bündelt die gesammelten Informationen und stellt hydraulisch-mechanisch gekoppelte Modellrechnungen vor, die den Prozess einer fortschreitenden Gefügeauflockerung und einer damit verbundenen Erhöhung der Permeabilität im Steinsalz in Abhängigkeit des mechanischen Spannungszustandes zeigen. In Kapitel 2.6 findet eine abschließende Betrachtung der gewonnenen Erkenntnisse und ein Ausblick statt.

2.1 Übersicht über die Schädigungsprozesse von Steinsalz

Gesteine reagieren auf eine mechanische Belastung u. a. durch Verformung. Die Verformung setzt sich in der Regel aus einem elastischen, einem viskosen sowie einem plastischen Verformungsanteil zusammen, die in den folgenden Kapiteln beschrieben werden.

2.1.1 Mechanische Prozesse

Als kristallines Gestein setzt sich Steinsalz aus Einzelkristallen (Salzkörnern) zusammen, die durch Korngrenzen miteinander verbunden sind und ein charakteristisches Korngefüge bilden. Das makroskopische Materialverhalten setzt sich daher aus den intrakristallinen Verformungsprozessen sowie Verformungsprozessen entlang der Phasen- und Korngrenzen zusammen (Peach & Spiers 1996, Popp et al. 2001, Urai & Spiers 2007). In welchem Umfang Prozesse im Korninneren oder Verformungen entlang der Korngrenzen die Gesamtverformung dominieren, hängt wesentlich von den wirkenden Spannungen, der Belastungsgeschwindigkeit, der Temperatur, der Luftfeuchtigkeit sowie dem Korngefüge des Steinsalzes ab (Peach & Spiers 1996, Popp et al. 2001, Pusch et al. 2002, Urai & Spiers 2007). Im Folgenden werden anhand von Standardlaborversuchen (Festigkeitsversuchen, Kriechversuchen) charakteristische Verformungsphänomene von Steinsalz in Bezug auf relevante mikromechanische Prozesse dargestellt.

2.1.1.1 Elastische Verformung

Abbildung 2-1 zeigt ein typisches Versuchsergebnis eines uniaxialen Druckversuches unter schneller Verformungsrate. Bei diesem Versuch wird eine Zylinderprobe in axialer Richtung belastet und Dehnungszuwächse werden mit zunehmender Last aufgezeichnet (Mutschler 2004). Zu Beginn der Belastung ist ein konkaver Kurvenverlauf zu sehen, der auf ein Schließen von bestehenden Mikrorissen (durch z. B. die Probennahme, Probenpräparation) im Inneren des Gesteins zurückzuführen ist. Anschließend dominiert über einen gewissen Bereich elastische Verformung. Bei der elastischen Verformung entsteht keine permanente Verformung des Gesteins, d. h. bei Entlastung wird der Ausgangszustand erreicht. Der lineare Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung (beschrieben durch das Hooke'sche Gesetz) ist streng mit dem regelmäßigen atomaren Aufbau der Festkörper verknüpft. Unter der Wirkung äußerer Kräfte kommt es zu einer augenblicklichen Verformung, d. h. einer Auslenkung der Atome aus ihrer Gleichgewichtslage. Elastische Verformungsprozesse sind somit zeitunabhängig (Elliger 2005, Günther 2009). Die Bindung zwischen den Atomen bleibt dabei intakt und bei Entlastung werden die ursprüngliche Form und das ursprüngliche Bindungspotential der Atome wieder hergestellt.

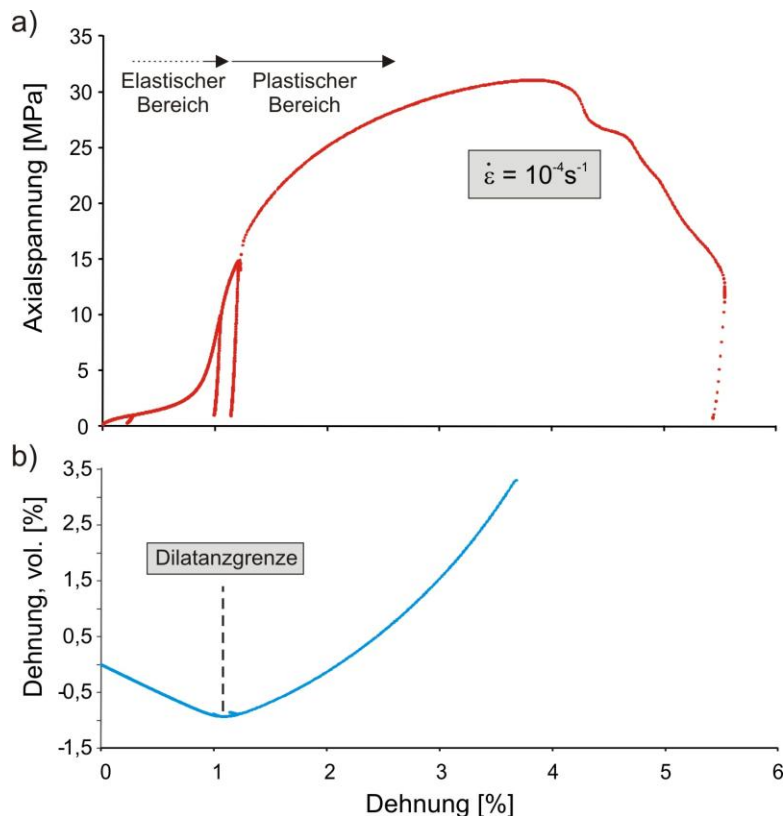


Abbildung 2-1: Verformungsverlauf eines uniaxialen Druckversuches im Steinsalz mit großer Verformungsgeschwindigkeit (Daten aus dem BMBF-Verbundvorhaben FKZ 02 C 1004 bis 02 C 1054, Hampel et al. 2007). Dargestellt ist in a) die Spannungszunahme und in b) die volumetrische Verformung gemessen an der Dehnung in axialer Richtung.

2.1.1.2 Plastische Verformung

Bei weiterer Belastung und Überschreiten einer bestimmten Spannung (der sog. Fließgrenze) treten zunehmend plastische Verformungsanteile hinzu. Plastische Verformung tritt analog zur elastischen Verformung auf einer Zeitskala im Sekundenbereich auf (Elliger 2005). Bei Entlastung bleibt eine bleibende Verformung bestehen, die grundsätzlich eine makroskopische Volumendilatanz zeigt. Aufgrund des geringen Anteils an der Gesamtverformung haben plastische Verformungsprozesse zu Beginn der Belastung keinen Einfluss auf den linearen Anstieg der axialen und volumetrischen Verformungskurve, treten jedoch bei fortschreitender Belastung zunehmend mit kompressiblen, elastischen Verformungsanteilen in Wechselwirkung (Alkan & Müller 2008). Mit fortschreitender Belastung tritt jedoch die plastische Volumendilatanz zunehmend mit der elastischen Volumenkompression in Wechselwirkung, was in einem Abweichen der volumetrischen Kurve von der Linearität zu sehen ist und häufig als Mikrorissgrenze bezeichnet wird (Pusch et al. 2002). Der Spannungszustand, bei dem sich plastische Verformungsanteile gegenüber elastischen Verformungsanteilen die Waage halten, d. h. die volumetrische Dehnrate Null ist, wird als Dilatanzgrenze bezeichnet (Hunsche et al. 2003). Bei weiterer Belastung dominiert plastische Dilatanz und führt insgesamt zu einer Volumenvergrößerung des Prüfkörpers.

Für die plastische Verformung eines kristallinen Materials werden im Allgemeinen Strukturdefekte in der periodischen Anordnung der Gitteratome der einzelnen Kristalle verantwortlich gemacht (Fokker 1998). Eine Gliederung richtet sich nach der Dimensionalität der Defekte, wobei generell zwischen Punkt- und Liniendefekten unterschieden wird. Die Verformung von polykristallinen Materialien beruht im Wesentlichen auf der Erzeugung und Bewegung von Liniendefekten, sog. Versetzungen. Als wichtige Versetzungen sind Stufen- und Schraubenversetzungen zu nennen (Abbildung 2-2; Fokker 1998). Eine zusätzlich eingeschobene Gitterebene wird als Stufenversetzung bezeichnet, während die Verschiebung benachbarter Gitterebenen als Schraubenversetzung beschrieben wird. Die Wanderung von Versetzungen, als Versetzungsgleiten bezeichnet (engl. *dislocation glide*), führt dazu, dass sich Atome oder Atomgruppen relativ zueinander verschieben und somit eine bleibende plastische Verformung ermöglichen. Unterhalb einer bestimmten Fließgrenze tritt Versetzungsgleiten nicht auf, da alle Versetzungen an Hindernissen verankert sind. Da die Kristallstruktur dabei als solche erhalten bleibt, handelt es sich um eine intrakristalline bruchfreie und volumenkonstante Verformung.

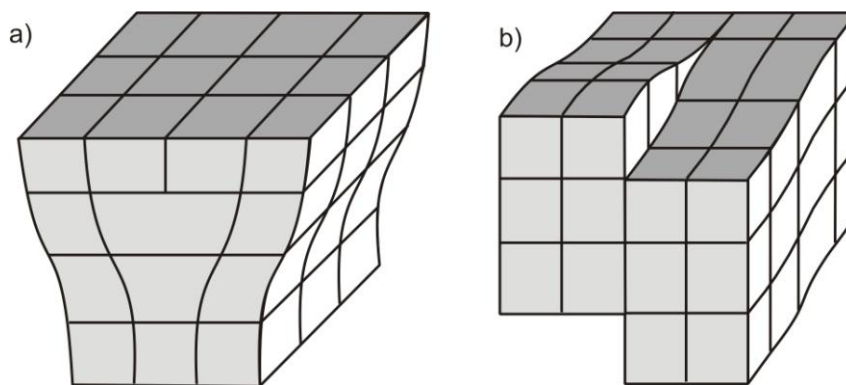


Abbildung 2-2: Schematische Darstellung von a) Stufenversetzungen und b) Schraubenversetzungen.

In enger Beziehung zum Versetzungsgleiten steht die Materialverfestigung des Steinsalzes, d. h. die Zunahme der mechanischen Festigkeit durch plastische Verformung. Mit zunehmender plastischer Verformung nimmt die Anzahl der Versetzungen zu. Da Korngrenzen und Strukturdefekte Barrieren für andere Versetzungen darstellen, behindern sie sich bei hoher Versetzungsdichte (Gesamtlänge der Versetzungen pro Volumen) gegenseitig. Für eine weitere plastische Verformung ist daher eine zunehmend größere Fließspannung erforderlich, um das Versetzungsgleiten aufrecht zu erhalten (Günther 2009). Bei Steinsalz spielt insbesondere die Art und Verteilung von Verunreinigungen in der Salzmatrix eine entscheidende Rolle, da diese Barrieren für Versetzungen darstellen (Hunsche et al. 1996, Weidinger 1998).

Des Weiteren wird häufig ein enger Zusammenhang zwischen der Verfestigung und der weiteren Schädigungsentwicklung in Form von Mikrorissen gesehen. Die Aufstauung von Versetzungen an einem Hindernis führen in diesem Bereich zu einer lokalen Spannungskonzentration, die ein Grund für die Ausbildung von Mikrorissen sein kann. Generell wird die Bildung von Mikrorissen mit Scherbewegungen zwischen Kristallkörnern beschrieben, die zu einer Gefügeauflockerung führen (Alkan & Müller 2008). Da die Zugfestigkeit von Steinsalz

lediglich 10 % der Druckfestigkeit entspricht, sieht Weidinger (1998) auch die relativ geringe Zugfestigkeit als Grund für die Ausbildung von Mikrorissen an. Infolge der geringen Zugfestigkeit können sich leichter Zugrisse ausbilden, was das massive Auftreten von Vertikalrissen in uniaxial verformten Steinsalzproben erklärt.

Im mikroskopischen Bereich können daher Kenntnisse über die zu beobachtenden Mikrorisse Auskunft über die relevanten Verformungsprozesse geben. Eine Charakterisierung der Mikrorisse wird in der Regel über die Position der Risse zur ihrem Wirtskorn bzw. Korngefüge vorgenommen. Mögliche Risspfade sind in Abbildung 2-3 dargestellt.

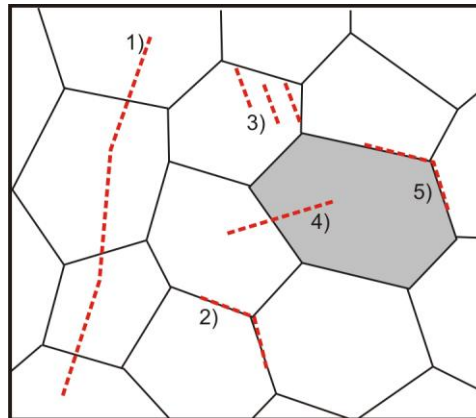


Abbildung 2-3: Mögliche Positionen von Mikrorissen im Bezug zum Korngefüge: 1) transgranulare, 2) intergranulare, 3) intragranular, 4) interphasig und 5) transphasig (verändert nach Schild 1999).

Heemann (1989) führte mechanische Laboruntersuchungen an Einkristallen durch, um einen Einblick in die dynamische Versagensentwicklung zu erhalten. Die Proben wurden in Wegregelung (10^{-4} s^{-1}) uniaxial belastet. Versuche an Einkristallen zeigten, dass die Mikrorisse parallel zur größten Druckbelastungsrichtung ausgerichtet waren, mikroskopisch jedoch den Spaltebenen des Kristalls folgten. Die Beobachtungen lassen sich somit mit den Modellen der Versetzungsaufstauung als Rissentstehungsursache in Verbindung bringen. Des Weiteren wurden Polykristalle untersucht, um das Zusammenwachsen der intrakristallinen Risse durch die Kornstruktur und damit unterschiedliche Richtung der Gleitebenen zu dokumentieren. Auch hier verliefen die Risse ausnahmslos transkristallin, nicht entlang der Korngrenzen.

Peach & Spiers (1996) führten Triaxialmessungen an synthetischen Steinsalzproben durch. Die Proben wurden axial unter relativ schnellen Verformungsraten (10^{-5} s^{-1}) und radial mit Umgebungsdrücken im Bereich von 5-20 MPa belastet. Mikroskopische Untersuchungen der Proben nach hoher dilatanter Verformung (5 MPa Umgebungsdruck) zeigten vorzugsweise Risse entlang der Korngrenzen, die parallel zur größten Hauptspannung ausgerichtet und in Richtung der kleinsten Hauptnormalspannungen geöffnet waren. Es zeigte sich eine Korrelation des mittleren Rissabstands mit der mittleren Korngröße von 300 – 400 μm . Mittels gefügekundlicher Untersuchungen an Einzelkörnern konnten intrakristalline Versetzungen in Form von Gleitbändern nachgewiesen werden. Proben, die mit Umgebungsdrücken von 20 MPa belastet wurden, zeigten dagegen eine rissfreie Verformung der Mikrostruktur, die ver-

mutlich auf intrakristalline plastische Prozesse und dynamische Rekristallisationsprozesse zurückzuführen ist (Peach & Spiers 1996).

Popp et al. (2001) konnten anhand von Triaxialversuchen nachweisen, dass mikromechanische Bruchprozesse von der Verteilung und Anzahl der Verunreinigungen (Anhydrit, Polyhalit) entlang der Korngrenzen sowie vom mittleren Durchmesser der Salzkörner kontrolliert werden. Grobkörniges Steinsalz mit deutlichen Verunreinigungen entlang der Korngrenzen zeigt eine inhomogene Rissverteilung in Form einer Risskonzentration durch Scherbänder, während fein- bis mittelkörniges Steinsalz mit geringen Verunreinigungen eine durchdringende Rissverteilung zeigt, bevorzugt durch die Öffnung von Korngrenzen (Popp et al. 2001). Intrakristalline Risse, die untergeordnet auftreten, werden aufgrund mikroskopischer Beobachtungen in Anlehnung an das Bruchmodell von Schulson et al. (1999) interpretiert. Demnach führt die mit der Gefügebrauflockerung verbundene Korngrenzengleitung zu lokalen Spannungskonzentrationen. Die Spannungskonzentrationen verursachen intrakristalline Spaltrisse, die sich von der Korngrenze in das Korn erstrecken (Popp et al. 2001).

Pusch et al. (2002) führten Triaxialversuche an Asse Steinsalzproben mit Korngrößen zwischen 3 und 10 mm und einer erhöhten Häufigkeit zwischen 3 und 5 mm durch. Danach konnten vorwiegend Rissöffnungen in den interkristallinen Strukturen festgestellt werden. Untergeordnet traten einige intrakristalline Strukturen auf, insbesondere an den Kristallvorsprüngen. Ferner öffneten sich ausnahmslos Risse in Richtung der einleitenden Axiallast, während Senkrechtrisse bei ihren Ausgangsöffnungsweiten blieben. Eine Auswertung der Risslängen ergibt eine Korrelation mit der Korngröße (Risslängen im Bereich zwischen 3 und 7 mm), was indirekt für eine interkristalline Gefügebrauflockerung spricht.

Insgesamt zeigt sich ein deutlicher Zusammenhang zwischen dem äußeren Spannungszustand und dem Mikrogefüge des Steinsalzes im Hinblick auf die stattfindenden mikromechanischen Verformungsprozesse. Aus den Beobachtungen kann geschlossen werden, dass unter hohen Differenzspannungen das plastische Verformungsverhalten von fein- bis mittelkörnigem Steinsalz generell von einer rissfreien und verfestigenden intrakristallinen Verformung bestimmt wird, der gleichzeitig eine interkristalline Verformung in Form von Mikrorissen entgegenwirkt. Da eine Gefügebrauflockerung bevorzugt entlang der Korngrenzen stattfindet, kann nach Pusch et al. (2002) grundsätzlich ein interkristallines Rissssystem angenommen werden, um die Fließkapazität von Steinsalz im Mikrogefüge maßstab abzubilden. Die ursächlichen Mechanismen zur Gefügebrauflockerung entlang der Korngrenzen (Versetzungsaufstauung als Auslöser der Mikrorissbildung, Zugrisse aufgrund der geringen Zugfestigkeit von Steinsalz oder Scherrisse zwischen Kristallkörnern nach Überschreitung der Fließgrenze) sind jedoch bisher nicht eindeutig geklärt.

2.1.1.3 Viskose Verformung

In den vorangegangenen Kapiteln wurden mikromechanische Prozesse anhand von Druckversuchen beschrieben, die mit relativ großen Verformungsraten gefahren wurden (Kurzzeitfestigkeit, vgl. Abbildung 2-1). Das Verformungsverhalten ist jedoch wesentlich von der

Geschwindigkeit, mit der die Probe belastet wird, abhängig. Mit abnehmender Verformungsrate verringert sich die Druckfestigkeit und die Volumendehnung, während die axiale Dehnung im Vorbruchbereich bedeutend zunimmt (Abbildung 2-4).

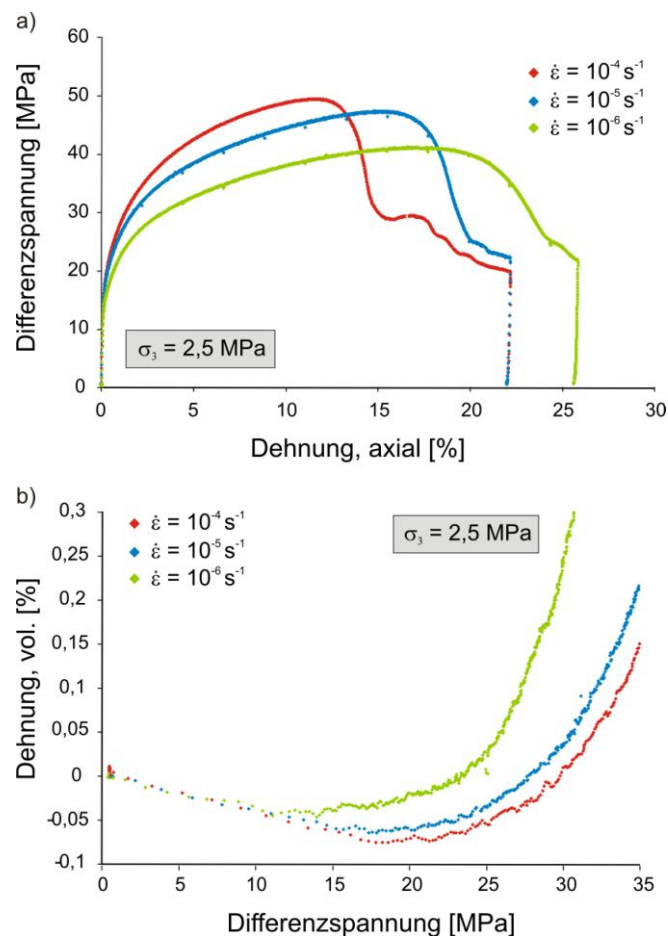


Abbildung 2-4: Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit auf a) die Axialverformung und b) die volumetrische Verformung von Staßfurt-Steinsalz (Daten aus dem BMBF-Verbundvorhaben FKZ 02 C 1004 bis 02 C 1054, Hampel et al. 2007)

Der plastischen Materialverfestigung wirkt folglich ein Prozess entgegen, der als Erholung oder Versetzungskriechen (engl. *dislocation creep*) bezeichnet wird und ohne Veränderungen der Korngrenzen einhergeht (Blum 1978). Dabei wandern Leerstellen (Punktdefekte) in aufgestaute Versetzungsebenen ein und ermöglichen somit Versetzungen ein Hindernis zu überklettern (Okrusch & Matthes 2009). Versetzungen werden umorientiert oder vernichtet und führen zu einem Abbau innerer Spannungen. Da Erholungsprozesse zeitabhängig stattfinden, spielen sie bei Laborversuchen mit hoher Belastungsgeschwindigkeit keine Rolle (Günther 2009). Das Verformungsverhalten wird alleine durch plastische Verformungsprozesse gesteuert, d. h. Versetzungsgleiten. Bei kleinen Verformungsraten gewinnt der Prozess des Kriechens zunehmend an Bedeutung. Versetzungen überwinden Hindernisse, wodurch die Verformbarkeit des Gesteins zunimmt, d. h. es kriecht.

Um das Kriechverhalten von Gesteinen zu charakterisieren, werden generell sog. Kriechversuche durchgeführt. Im Gegensatz zu Festigkeitsversuchen, die mit konstanter Verformungsrate gefahren werden, wird hier der Versuch unter konstanter Spannung durchgeführt. Im Kriechversuch zeigt sich, dass zwischen drei Phasen unterschieden werden kann (Abbildung 2-5).

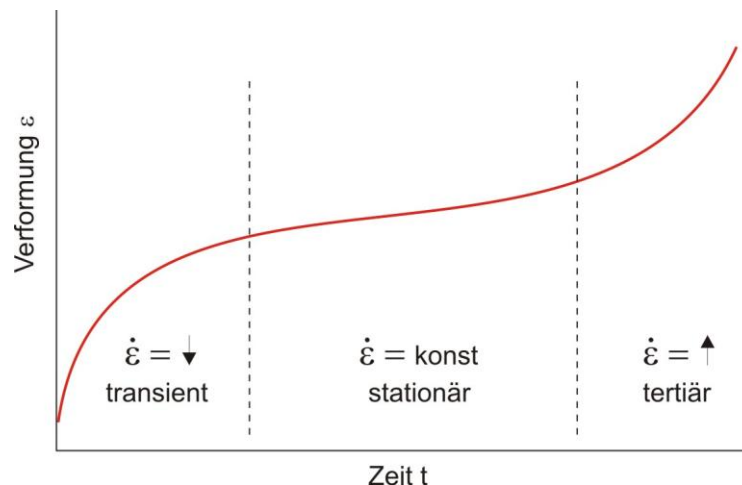


Abbildung 2-5: Verformungsverhalten von Steinsalz im Kriechversuch mit Darstellung der drei Kriechphasen (verändert nach Günther 2009).

In der ersten Phase führen die bereits beschriebenen plastischen Verfestigungsprozesse und die damit verbundene Versetzungsaufstauung zu einer kontinuierlichen Reduzierung der Verformungsrate. Dieser plastischen Verformung wirken viskose, d. h. zeitabhängige Mechanismen (Versetzungserholung) entgegen. Die zweite Phase beschreibt einen Zustand, bei dem Verfestigung und Erholung im Gleichgewicht stehen (Hunsche et al. 2003). Da eine plastische Materialverfestigung und entgegenwirkende Erholungsprozesse ursächlich miteinander verknüpft sind, werden häufig beide Verformungsprozesse unter visko-plastischen Verformungsverhalten in Form primären und sekundären Kriechens zusammengefasst (Günther 2009). Überschreitet die Verformung den Spannungszustand der Mikrorissgrenze, tritt tertiäres Kriechen auf. Der Prozess ist bisher nicht vollständig verstanden, wird jedoch mit der durch die Mikrorissentwicklung verbundenen Feuchteerhöhung in Verbindung gebracht, durch die sich eine höhere Kriechrate einstellt (Hunsche et al. 2003).

Da die Belastungsgeschwindigkeit einen Einfluss auf die stattfindenden Verformungsprozesse von Steinsalz hat, wird ferner auch das Dilatanzverhalten beeinflusst. Vielfach wird in der Literatur angenommen, dass das Dilatanzverhalten von Steinsalz von der Belastungsgeschwindigkeit unabhängig ist (Cristescu & Hunsche 1998). Alkan et al. (2007) konnten jedoch eine Abhängigkeit feststellen: Bei hoher Belastungsgeschwindigkeit tritt eine schnelle Verformung bei kleiner Axialdehnung auf und ergibt so eine geringere Kompression sowie größere Dilatanz für einen bestimmten Verformungswert. Ebenso konnte ein Einfluss des Mikrogefüges auf die Dilatanzgrenze nachgewiesen werden. Demnach weist gröberes Steinsalz eine höhere Dilatanzgrenze auf.

2.1.2 Hydraulische Prozesse

Wie in Kapitel 2.1.1.2 beschrieben kommt es im Verlauf der plastischen Verformung zu einer Gefügauflockerung in Form von Mikrorissen. Mikrorisse können Wegsamkeiten für Lösungen darstellen, die einen wesentlichen Einfluss auf die hydraulischen Eigenschaften des Gesteins haben. Häufig sind dabei nicht nur die Eigenschaften der einzelnen Risse ausschlaggebend (wie z. B. Öffnungsweiten), sondern auch die Vernetzung der Risse untereinander (Alkan et al. 2007). Vor allem Anzahl und Länge der Risse haben einen ausschlaggebenden Einfluss auf den Vernetzungsgrad (Konnektivität) der Risse. So können im Gestein bereits lokal Mikrorisse ausgebildet sein, die aber keine durchgehende Verbindung bilden, um einen Durchfluss zu ermöglichen. Der Punkt, an dem ein vernetztes Rissystem vorliegt, wird als Perkolationsschwelle bezeichnet (Abbildung 2-6).

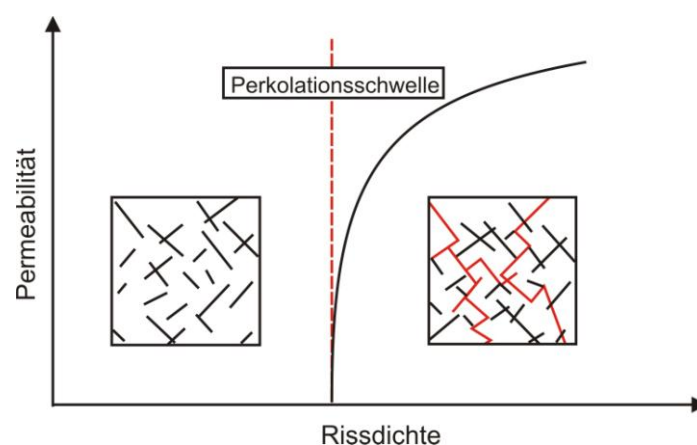


Abbildung 2-6: Einfluss der Rissdichte auf die Permeabilität (verändert nach Stauffer & Aharony 1992).

Für die Bewertung der Permeabilitätsentwicklung im Salzgestein spielen daher der Beginn der Mikrorissbildung sowie der Zustand, bei dem ein durchgängig vernetztes Rissystem vorliegt, eine entscheidende Rolle. Mit Hilfe von Ultraschallverfahren kann die Gefügeschädigung in Form von Mikrorissen erfasst werden. Mikrorisse setzen die Laufzeit von Ultraschallwellen herab, so dass aktive Durchschallungsexperimente indirekt Auskunft über die Schädigungsentwicklung geben können (Popp & Kern 2000, Zimmer 2001). Darüber hinaus eignen sich akustische Emissionsmessungen zur Beurteilung der Mikrorissentwicklung. Da Mikrorisse akustische Emissionen auslösen, kann durch die räumliche Verteilung entsprechender Sensoren an der Gesteinsprobe die zeitliche und räumliche Veränderung des Auflockerungsgrades erfasst werden (Zang & Wagner 1998, Zang et al. 2000, Manthei 2004, Alkan et al. 2007). In Abbildung 2-7 ist ein typischer Versuchsablauf zur mikroseismischen Charakterisierung dargestellt. Es zeigt sich, dass akustische Emissionen zeitgleich mit plastischen Verformungsprozessen in Form einer beginnenden Volumendilatanz (Abweichung der volumetrischen Kurve von der Linearität) auftreten.

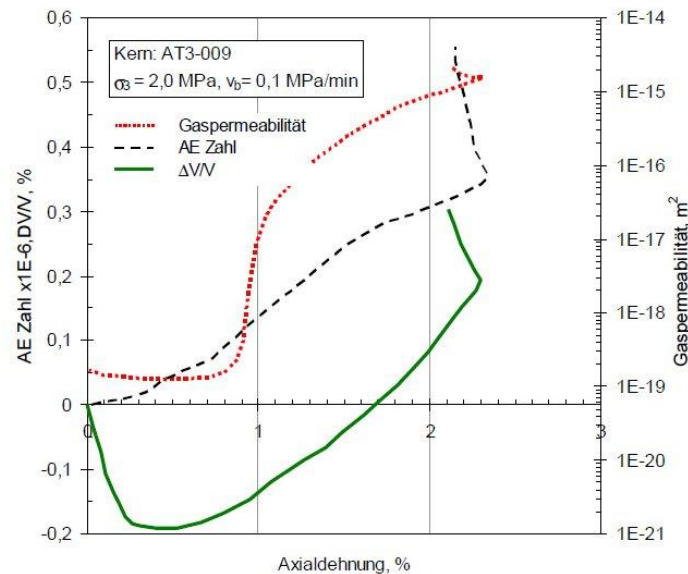


Abbildung 2-7: Vergleich der akustischen Emissionen mit der volumetrischen Verformung sowie der Permeabilität im Triaxialversuch (Pusch et al. 2002).

Eine Kopplung von akustischen Emissionsmessungen mit Durchströmungsmessungen zeigt, dass der Anstieg der Permeabilität erst bei einem höheren Spannungsverhältnis erfolgt (Pusch et al. 2002). Demnach kann die Perkolationstheorie auch auf Steinsalz übertragen werden. Plastische Verformungsprozesse führen zunächst zur Ausbildung lokaler Mikrorisse, die mittels akustischer Emissionen erfasst werden können. Im Verlauf der wachsenden Vernetzung kommt es bei Überschreiten der Perkolationsschwelle und nach Überschreiten der Dilatanzgrenze zu einem sprunghaften Anstieg der Permeabilität um mehrere Größenordnungen (vgl. Abbildung 2-7).

Pusch et al. (2002) konnten ferner nachweisen, dass die Permeabilitätsentwicklung nach Überschreiten der Dilatanzgrenze wesentlich von der Radialspannung abhängig ist. Bei Radialspannungen von über 5 MPa setzt der Permeabilitätsanstieg unmittelbar nach Überschreiten der Dilatanzgrenze ein. Bei geringeren Radialspannungen nimmt die Permeabilität jedoch erst dann zu, wenn die Dilatanzgrenze schon deutlich überschritten ist. Die Verschiebung ist umso größer, je kleiner die Radialspannung ist (Pusch et al. 2002). Bei Spannungszuständen wie sie in der Auflockerungszone herrschen ist die Dilatanzgrenze somit nicht zwingend mit einem spontanen Permeabilitätsanstieg gleichzusetzen, sondern kann erst bei einem höheren Spannungszustand erfolgen.

2.2 Modellbildung zur Simulation von Rissystemen in Salzformationen

Eine Schädigungsentwicklung im Steinsalz wird gewöhnlich durch eine Gefügeauflockerung in Form von Mikrorissen hervorgerufen, die das Resultat von Veränderungen im kristallinen Korngefüge aufgrund von Verformungsprozessen sind. Eine Simulation der Verformungsprozesse im Korngrößenmaßstab wird daher angestrebt, um relevante Bruchprozesse zu visualisieren und eine damit verbundene Permeabilitätssteigerung zu quantifizieren. Das zu

diesem Zweck verwendete numerische Verfahren und geometrische Strukturmodell wird im anschließendem Kapitel 2.2.1 vorgestellt. Das darauffolgende Kapitel 2.2.2 behandelt die verwendeten Stoffmodelle, mit denen relevante Verformungsprozesse abgebildet werden. Generell enthalten die Stoffmodelle Parameter, deren charakteristische Kennwerte durch das Nachrechnen von Laborversuchen bestimmt werden. Kapitel 2.2.3. beinhaltet die Darstellung ausgewählter Laborversuche und die Aufführung relevanter Auswerteroutinen, die zum Vergleich der Labordaten mit den Modellrechnungen dienen. Die für eine Validierung der Modellergebnisse benötigte Datengrundlage wird in Kapitel 2.2.4 vorgestellt.

2.2.1 Implementierung eines Strukturmodells auf Korngrößenebene

Zu den am häufigsten angewandten numerischen Verfahren im Bereich der Gesteinsmechanik zählen die Kontinuums-theorien der Finite-Element-Methode (FEM) oder der Finite-Differenzen-Methode (FDM; Jing & Hudson 2002). Als ein bekannter Code im Bereich der FDM ist der FLAC Code zu nennen (Itasca 2006). Die numerischen Methoden der Kontinuums-theorien beschreiben jedoch das hydromechanische Verhalten des intakten Gesteins und dessen Diskontinuitäten ohne explizit die einzelnen Verformungsprozesse zwischen den intakten Strukturen, d. h. entlang der Kristallkörner, zu berücksichtigen (Jing 2003). Die in einem aus Rissen und intakten Strukturen bestehenden Körper stattfindenden hydromechanischen Prozesse werden über ein Mittlungsvolumen homogenisiert. Die berechneten Spannungen und Verformungen des Mittlungsvolumens resultieren somit sowohl aus Verformungsprozessen der Diskontinuitäten als auch der intakten Strukturen. Das mechanische Verhalten von Diskontinuitäten, insbesondere rissöffnende Prozesse und Gleiten entlang der Rissflächen, sind im Rahmen von kontinuumsmechanischen Berechnungen nur bei relativ kleiner Verformung realisierbar (Kawamoto & Aydan 1999). Aus diesem Grund finden Kontinuums-Modelle vorwiegend Verwendung, wenn das zu modellierende Gebiet wenige Diskontinuitäten beinhaltet. Um direkt das hydromechanische Verhalten eines Mikrogefüges aus intakten Salzkörnern und Korngrenzen abzubilden, sind sie daher weniger gut geeignet.

Für eine Modellierung des Verformungsverhaltens entlang der Korngrenzen in Abhängigkeit vom Spannungsfeld eignen sich diskrete Modelle. Die Diskrete-Element-Methode (DEM) im Bereich der Diskontinuums-theorien geht auf Cundall (1980) zurück und wurde entwickelt, um das hydromechanische Verhalten von Diskontinuitäten im Gestein direkt und somit realitätsnah zu simulieren. Im Bereich der expliziten Verfahren sind die kommerziellen Computercodes UDEC und PFC für zweidimensionale Problemstellungen, sowie PFC3D und 3DEC für dreidimensionale Problemstellungen die am häufigsten genutzten Methoden (Jing & Hudson 2002).

Zur Frage der Modellierung von Strömungsprozessen in Rissssystemen (Kluftsysteme) gibt es zahlreiche Veröffentlichungen. Einen Überblick gibt die Arbeit von Jing (2003). Das übliche Vorgehen sieht zunächst eine geometrische Generierung der Rissysteme vor, die anschließend für weitere hydromechanische Berechnungen verwendet werden (Priest 1993). Die Generierung der Rissysteme beruht üblicherweise auf einer Datenbasis, die mittels optischer Verfahren an realen Rissystemen erhoben wurde. Ein Nachteil dieses methodischen Ansatzes ist, dass das Rissmodell in seiner geometrischen Struktur im Verlauf der numeri-

schen Berechnungen unverändert bleibt. Aus diesem Grund wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Ansatz gewählt, bei dem direkt das Mikrogefüge von Steinsalz abgebildet werden kann. Damit ist die Rissentwicklung in Abhängigkeit des Spannungszustandes in Form einer fortschreitenden Gefügauflockerung möglich.

Im Bereich der mikromechanischen Bruchprozesse haben Modellrechnungen die Eignung und das Potenzial des Particle Flow Codes bereits erfolgreich unter Beweis gestellt (Oda & Iwashita 1999). Das Mikrogefüge wird dabei aus einer Gruppe von kreis- bzw. kugelförmigen Partikeln simuliert. Die Partikel sind durch Kontakte miteinander verbunden und bilden so einen Festkörper, in dem Bruchprozesse durch ein Aufbrechen der Kontakte realisiert werden. Ein aktuelles Problem ist jedoch, dass mikromechanische Prozesse nur unzureichend abgebildet werden können. Die Abbildung des Mikrogefüges in Form von kreisförmigen Partikeln lässt ohne Modifikation keine Verzahnungen zu, wie sie zwischen Körnern und Korngrenzen in realen Strukturen vorzufinden sind (Kazerani & Zhao 2010). Eine Optimierung kann durch Gruppieren einzelner Partikel erreicht werden (Baumgarten & Konietzky 2010, Yoon et al. 2010, Groh et al. 2011).

Da Steinsalz ein kristallines Korngefüge aufweist und die Korngestalt einen wesentlichen Einfluss auf die Bruchbildungsprozesse hat, erscheint die Verwendung von kreisförmigen Elementen als nicht geeignet. Aufgrund der kristallinen Struktur des Steinsalzes bietet sich daher die Darstellung eines Salzkorns durch einen Polyeder und dessen Kristallgrenzen als Hauptunstetigkeiten und somit potentielle Wegsamkeiten an (Abbildung 2-8). Eine Vielzahl von Publikationen verdeutlichen die Eignung zweidimensionaler polygonaler Elemente zur Untersuchung mikromechanischer Bruchprozesse (Zhang et al. 2002, Christianson et al. 2004, Kazerani & Zhao 2010, Kazerani et al. 2011). Da eine Vereinfachung der Problemstellung auf den zweidimensionalen Raum nicht sinnvoll erscheint, wird eine Nutzung von 3DEC angestrebt. Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens wurde daher an der TU Freiberg eine Software (*GrainGen*) entwickelt, mit der Polyedermodelle auf Basis von Voronoi-Diagrammen mit Hilfe von 3DEC genutzt werden können (Herbst et al. 2008, Walter et al. 2009).

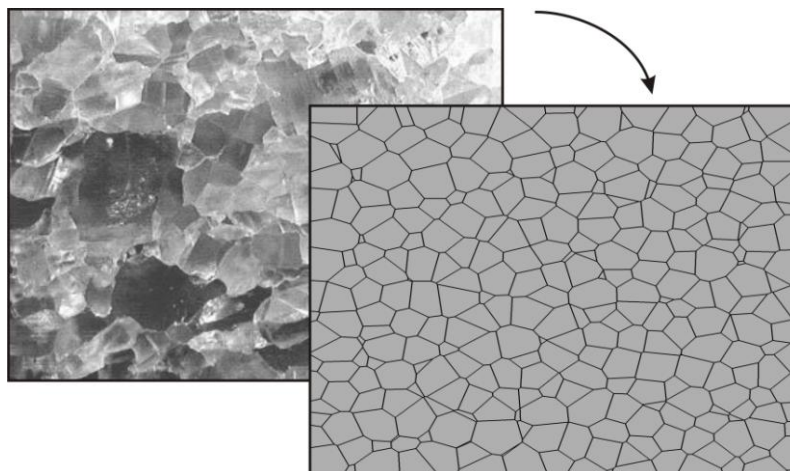


Abbildung 2-8: Abbildung des kristallinen Korngefüges (aus Pusch et al. 2002) in Form von Voronoi-Strukturen.

Im Allgemeinen beschreibt ein Voronoi-Diagramm die lückenlose Aufteilung des dreidimensionalen Raumes in diskrete Polyeder. Diese Aufteilung basiert auf einer gegebenen Menge von Punkten im Raum, wobei jedem Punkt genau der Teil des Raumes zugesprochen wird, der näher an diesem Punkt als an einem der anderen Punkte liegt (Walter et al. 2010).

Die Generierung der Polyederpackung mittels der Software GrainGen basiert hingegen auf Voronoi-Mosaiken mit Laguerre-Geometrie (Walter et al. 2010). In diesem gewichteten Voronoi-Diagramm ist jedem Punkt der Punktmenge ein Gewicht zugeordnet, welches auch als Quadrat des Radius einer Kugel interpretiert werden kann. Im Gegensatz zum üblichen Voronoi-Diagramm auf Basis einer Punktmenge, basiert das Laguerre-Diagramm auf einer Menge von Kugeln mit unterschiedlich großen Radien (Walter et al. 2010). Größe und Form der Polyeder hängen bei der Laguerre-Geometrie von der Größenverteilung der zugrunde liegenden Kugelpackungen ab. In Abbildung 2-9 ist ein Vergleich beider Voronoi-Diagramme dargestellt.

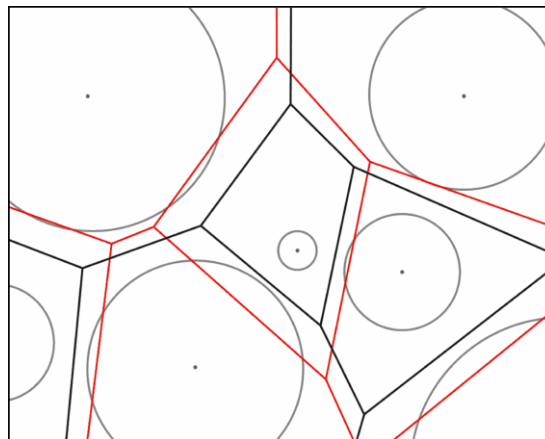


Abbildung 2-9: Voronoi-Diagramm mit Laguerre-Geometrie (schwarz) mit den zugrunde liegenden Kreisen sowie das üblicherweise verwendete Voronoi-Diagramm (rot) basierend auf den Kreismittelpunkten (Walter et al. 2010).

Neben einer monodispersen Polyederpackung unter Angabe einer mittleren Polyedergröße ist ferner die Generierung polydisperser Strukturen möglich. Dabei kann zwischen einer Gleichverteilung, einer vom Benutzer selbst definierten Größenverteilung und einer räumlichen Größenverteilung gewählt werden. Des Weiteren besteht die Möglichkeit durch Änderung der Form und Größe der entstehenden Polyeder eine Kornformanisotropie zu erzeugen. Eine ausführliche Beschreibung des Programmes sowie tiefer gehende Erläuterungen zum verwendeten Algorithmus sind in Walter et al. (2010) beschrieben.

2.2.2 Implementierung mechanischer Stoffmodelle zur Simulation des Kurzzeitversagens

Steinsalz zeigt unter mechanischer Belastung eine Reihe von Verformungsprozessen, die im numerischen Modell mittels geeigneter Stoffmodelle zu beschreiben sind. Neben dem elasti-

schen Materialverhalten stellt insbesondere die Modellierung des komplexen inelastischen Materialverhaltens von Steinsalz eine recht anspruchsvolle Aufgabe dar. Bezüglich des Materialverhaltens von Steinsalz werden folgende Prozesse u. a. als wesentlich erachtet (Hampel et al. 2007):

- linear-elastisches Materialverhalten bei hinreichend kleinen Spannungen
- Dilatanzeffekte, die mit einer Gefügeschädigung verbunden sind und zu einer Permeabilitätssteigerung führen
- primäre und sekundäre Kriechprozesse, die insbesondere nach einer Spannungserhöhung zu einer Materialverfestigung (Versetzungsgleiten) bzw. bei längerer Standzeit zum Abbau innerer Spannungen (Erholungsprozesse infolge Versetzungskriechen) führen
- tertiäre Kriechprozesse als Folge des Feuchteinflusses unter Belastung im Dilatanzregime
- Kurzzeitfestigkeit als Bruchfestigkeit unter zügiger Belastung sowie Langzeitfestigkeit infolge eines Kriechbruches
- Nachbruchverhalten und Restfestigkeit

Elastisches Materialverhalten wurde im Rahmen der Modellierungen mit einem linear-elastischen Materialgesetz abgebildet. Aufgrund des Ansatzes der Diskreten-Element-Methode wird das elastische Materialverhalten sowohl von den Polyedern als auch von den Polyedergrenzen getragen. Bei den Polyedern wird von einem isotropen Ansatz ausgegangen, d. h. die lineare Spannungs-Dehnungs-Beziehung ist unabhängig der Belastungsrichtung. Elastisches Materialverhalten der Polyeder kann demnach allein durch die Eingabeparameter Kompressionsmodul K und Schubmodul G beschrieben werden. Analog dazu wird das Kontaktgesetz zwischen den Polyedern durch die Normalsteifigkeit und Schersteifigkeit definiert, um das elastische Verformungsverhalten parallel und senkrecht zur Korngrenze zu simulieren. Die elastischen Eigenschaften des Gesamtmodells (E-Modul E und Querdehnungszahl ν) stellen somit eine Funktion der Polyedergröße und der vier Mikroparameter von Polyedern und Polyedergrenzen (Kompressionsmodul K , Schermodul G sowie Kluftsteifigkeiten K_n und K_s) dar (Abbildung 2-10).

Plastische Dilatanzeffekte werden im Rahmen des Modellierungsansatzes durch eine intrakristalline Gefügauflockerung mittels einer Grenzbedingung nach Mohr-Coulomb beschrieben. Entlang der Korngrenzen führt eine Belastung über der Fließgrenze zum Versagen der Bindungspunkte. Auf diese Weise kann eine interkristalline Gefügauflockerung mit Entstehung und Ausbreitung von Trenn- und Scherbrüchen modelliert werden. Die Fließgrenze wird gewöhnlich über die Parameter Kohäsion c und den Reibungswinkel ϕ gesteuert, während die Fließregel Richtung und Betrag des Zuwachses der plastischen Verformung, abgeleitet aus dem plastischen Potential (nicht-assoziierte Fließregel), festlegt. Materialverhalten unter Zugspannung (Zugversagen) wird durch Angabe einer Zugfestigkeit σ_t definiert, welche durch ein *tension-cut-off* Kriterium begrenzt wird. Nach Überschreiten der Scherfestigkeit wird die Dilatanz (Versatz senkrecht zur Polyedergrenzfläche) in Abhängigkeit des Scherversatzes durch den Dilatanzwinkel d gesteuert. Um das Nachbruchverhalten zu steuern, können ferner Restfestigkeiten für die Kohäsion c_r , den Reibungswinkel ϕ_r und die Zugfestigkeit σ_{tr} angegeben werden.

	Elastizität		Plastizität (Dilatanz, Verfestigung)	
	Polyeder	Korngrenzen	Polyeder	Korngrenzen
Stoffmodell	linear-isotrop		Mohr-Coulomb mit Verfestigung	Mohr-Coulomb
Parameter	Kompressionsmodul (K) Schubmodul (G)	Normalsteifigkeit (K_n) Schersteifigkeit (K_s)	Kohäsion (c_{POLY}) Restkohäsion $c_r_{POLY}(\epsilon_{pl})$ Reibungswinkel (ϕ_{POLY}) Zugfestigkeit (σ_{t-POLY}) Restzugfestigkeit ($\sigma_{tr-POLY}$) Dilatanz (d_{POLY})	Kohäsion (c) Restkohäsion (c_r) Reibungswinkel (ϕ) Restreibungswinkel (ϕ_r) Zugfestigkeit (σ_t) Restzugfestigkeit (σ_{tr}) Dilatanz (d)

Abbildung 2-10: Auflistung der Mikroparameter der Polyederstruktur, die das Materialverhalten im Rahmen der Modellrechnungen steuern.

Um eine intrakristalline plastische Deformationsverfestigung zu simulieren wird ebenso ein Mohr-Coulomb-Gesetz mit den zuvor beschriebenen Parametern verwendet. Im Gegensatz zu den Polyedergrenzen handelt es sich jedoch um ein kontinuumsmechanisches Verformungsgesetz, d. h. plastische Verformung wird allein über eine bruchfreie Volumenverformung realisiert. Um ein plastisches Versetzungsgleiten und eine damit verbundene Materialverfestigung innerhalb der Polyeder zu simulieren, enthält das für die Polyeder verwendete Mohr-Coulomb-Gesetz einen zusätzlichen Verfestigungsansatz. Mittels einer vom Benutzer definierten Funktion wird die Fließbedingung während des Fließens modifiziert, indem die Kohäsion in Abhängigkeit der plastischen Verformung angepasst wird.

Einflüsse des zeitabhängigen Kriechens (Erholungsprozesse) wurden vorläufig nicht in die Modellierungen einbezogen. Vorrangiges Ziel der Modellierungen ist zu überprüfen, inwieweit sich die Polyederstrukturen in Verbindung mit der Modellierungssoftware 3DEC eignen, um die grundlegenden Bruchprozesse und eine damit einhergehende Zunahme der Permeabilität abzubilden. Aus diesem Grund wurde versucht, die wesentlichen Bruchprozesse zunächst mit recht einfachen Materialgesetzen abzubilden, zumal eine Übersetzung und Implementierung komplexer visko-elastoplastischer Materialgesetze in der Simulationsumgebung 3DEC häufig nicht vorliegt. Nicht zuletzt fehlen Erfahrungswerte bezüglich einer Anwendung dieser Stoffmodelle in einer Diskreten-Element-Methode gänzlich. Somit ist die Abbildung einer Spannungsreduktion als Folge von Erholungsprozessen mit vorausgehender (oder einhergehender) Materialverfestigung (nach z. B. Auffahrung untertägiger Strecken) derzeit nicht möglich. Sehr wohl sollte das wesentliche Verformungsverhalten eines Kurzzeitfestigkeitsversuches, d. h. eine Gefügauflockerung und eine damit verbundene volumetrische Dilatanz, eine Materialverfestigung aufgrund von Versetzungsgleiten und Ver-

setzungsaufstauung, ein Überschreiten der Kurzzeitfestigkeitsgrenze sowie eine Schädigung im Nachbruchverhalten, abzubilden sein.

2.2.3 Generierung der Strukturmodelle zur Nachrechnung von Laborversuchen

Hinsichtlich der Eingabeparameter unterscheidet sich der verwendete Diskontinuumsansatz grundlegend vom bisher häufig für salzmechanische Fragestellungen verwendeten Kontinuumsansatz (z. B. FLAC3D). Während sich die aus Laborversuchen abgeleiteten Makroparameter problemlos in einem Kontinuumscode verwenden lassen, zeigt die Vorstellung der Stoffmodelle in vorangegangenem Kapitel, dass die einzelnen Strukturelemente eines Diskontinuumscode (Polyeder und deren Grenzen) mittels individueller Parameter beschrieben werden. Geeignete Kennwerte dieser Mikroparameter können in der Regel aus Standardlaborversuchen nicht abgeleitet werden. Die Kennwertermittlung erfolgt üblicherweise durch die Nachrechnung von Festigkeitsversuchen in Form uniaxialer und triaxialer Druckversuche (Mutschler 2004) sowie von Spaltzugversuchen (DGGT 2008).

Die Nachrechnung von Laborversuchen erfordert zunächst Kenntnis über die Größe des repräsentativen Elementarvolumens (REV), da die Versuchsergebnisse wesentlich von der Probengröße beeinflusst werden. Als REV wird das minimale Skalenvolumen eines untersuchten Systems betrachtet, ab dem die zu untersuchenden Eigenschaften überwiegend konstant bleiben. In der Literatur wird in Bezug auf Laborversuche beschrieben, dass die Modelldimension von der Größe der Kristallkörner abhängen sollte. Generell wird der Durchmesser der Probe mit der Größe des größten Kristallkorns im Gestein durch das Verhältnis von mindestens 10:1 festgelegt (Pusch et al. 2002, Mutschler 2004, DGGT 2008). Somit wird gewährleistet, dass das Modell hinreichend kleine Körner beinhaltet, die keinen grundlegenden Einfluss auf die Bruchinitiierung und -ausbreitungsrichtung haben (Christianson et al. 2004).

Das häufig als Referenzsteinsalz betrachtete Staßfurt-Steinsalz der Schachanlage Asse zeigt mineralogischen und petrographischen Untersuchungen zufolge Korngrößen zwischen 3 und 10 mm, mit einer erhöhten Häufigkeit zwischen 3 und 5 mm (Spiers et al. 1984). Kleinere Körner sind nur untergeordnet vorhanden. In Anlehnung an das Korngrößenspektrum des Asse-Steinsalzes wurde daher ein Mindestdurchmesser von 35 mm und eine mittlere Korngröße von 4 mm als sinnvoll erachtet.

2.2.3.1 Uniaxiale und triaxiale Festigkeitsversuche

Im Kompressionsversuch führen Druckstempel parallel zur Zylinderachse zu einer axialen Stauchung und radialen Querdehnung der Probe. Aufgrund des Einflusses von Randeffekten auf die Verformung sollte ein geeignetes Verhältnis zwischen dem Durchmesser und der Länge der zylindrischen Probe gewählt werden (Pusch et al. 2002). Randeffekte entstehen durch Reibungskräfte zwischen Druckstempel und Stirnfläche des Probekörpers, die zu einer inhomogenen Verformung mit Ausbildung schadungsfreier, kegelförmiger Druckbereiche führen. An diesen Kontaktflächen kann die hydraulische Durchlässigkeit lokal verringert sein

und insgesamt geringere, integrale Permeabilitätswerte suggerieren. Um den Einfluss der Endflächenreibung gering zu halten, werden die Endflächen üblicherweise geschmiert bzw. mit einer Teflonfolie versehen. Des Weiteren sollte die Länge des zylindrischen Prüfkörpers dem zweifachen des Durchmessers entsprechen (Mutschler 2004). Für die Nachrechnung uniaxialer und triaxialer Kompressionsversuche wurden daher zylindrische Proben mit einem Probendurchmesser von 37,5 mm, einer Länge von 75 mm und einer mittleren Korngröße von 4 mm festgelegt (Abbildung 2-11).

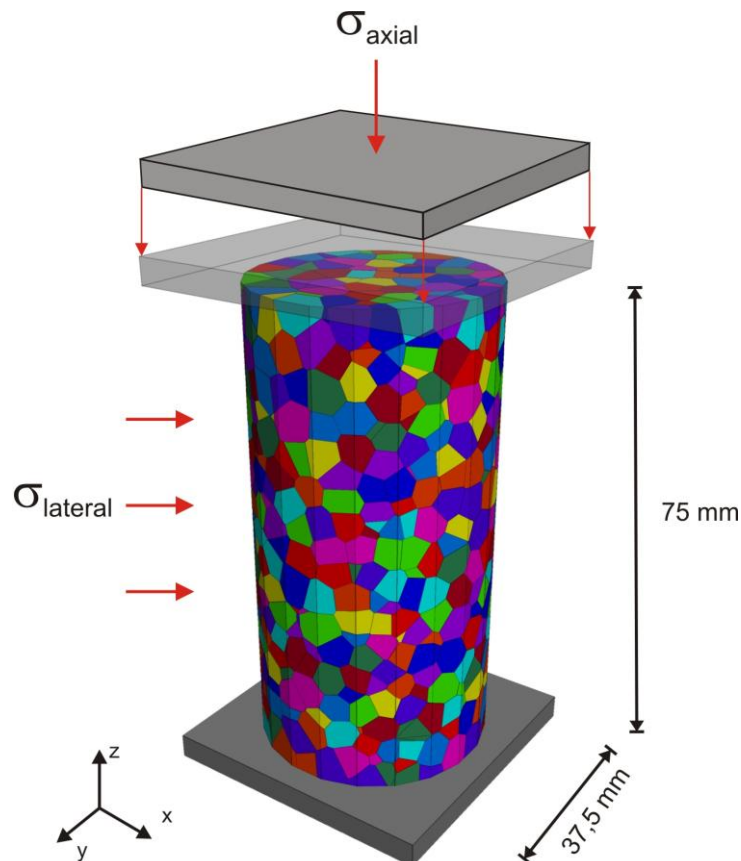


Abbildung 2-11: Generiertes Polyedermodell (1561 Polyeder; mono-disperse, mittlere Korngröße 4 mm), das im Rahmen der Kompressionsversuche verwendet wurde. Eine axiale Belastung wird über eine Verschiebungsrandbedingung in z-Richtung des oberen Druckstempels realisiert. Bei Triaxialversuchen wird zusätzlich eine konstante Spannungsrandbedingung an den Mantelflächen aufgebracht.

Mit der Software *GrainGen* wurden zunächst quaderförmige Strukturmodelle passender Polyedergröße und Probendimension generiert, mit der Software 3DEC eingelesen und mittels der internen Programmiersprache FISH zu einem Zylinder mit 20 eckigem Querschnitt geschnitten. Um eine Deformation der Polyeder zu realisieren findet anschließend eine Diskretisierung der einzelnen Polyeder in finite Differenzen statt. Hierbei ergeben sich Probleme bei der Diskretisierung der Polyederpackungen, die aufgrund von sehr kleinen Polyederkanten im Rahmen der Polyedergenerierung zwangsläufig entstehen (Walter et al. 2010). Da diese Kanten auch in numerischen Stabilitätsproblemen (Diskretisierung, Zeit-

schrittweise) resultieren, wurde zunächst mittels FISH eine Bereinigungsroutine entwickelt, welche problematische Kanten einzelner Polyeder geometrisch korrigiert (Abbildung 2-12).

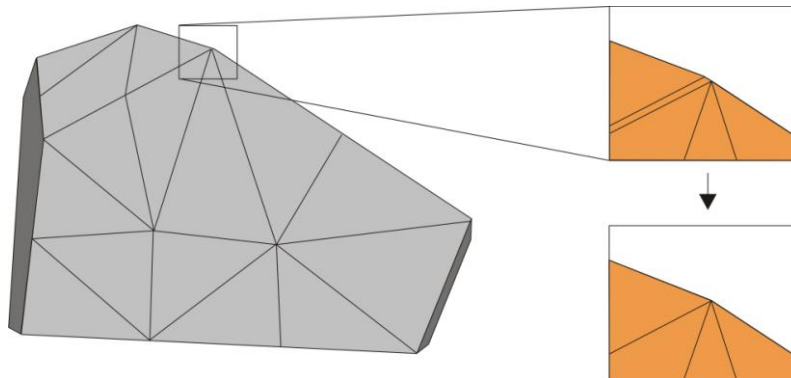


Abbildung 2-12: FISH Routine zur Bereinigung ungünstiger Kanten.

Um ein ausreichendes Maß zwischen der Berechnungsgenauigkeit und der Berechnungsdauer herzustellen, wurden die Polyeder anschließend im Mittel in etwa 20 finite Zonen (Tetraeder) diskretisiert. Zusätzlich wurde eine *Nodal Mixed Discretization* (NMD) verwendet, da diese insbesondere bei (ideal) plastischen Berechnungen und der Verwendung von Tetraederelementen eine akkurate Genauigkeit bietet, indem das Volumen einer Zone durch die Mitbenutzung der Knotenpunkte benachbarter Zonen gemittelt wird (Detournay & Dzik 2006).

Sowohl bei uniaxialen als auch bei triaxialen Kompressionsversuchen wird die axiale Belastung im Modell über einen Druckstempel eingeleitet. Im Rahmen von Triaxialversuchen wird vor Einleitung der axialen Belastung zusätzlich eine konstante Spannungsrandbedingung auf die Mantelflächen aufgebracht (vgl. Abbildung 2-11).

Während der Berechnungen wird die axiale Belastungsgeschwindigkeit über eine FISH Routine gesteuert, die sich nach der Spannungsdifferenz zwischen oberer und unterer Stirnfläche richtet. Auf diese Weise wird gewährleistet, dass die Probe nicht schneller belastet wird als die Spannungen numerisch durch die Probe transferiert werden (Christianson et al. 2004). Die axiale Spannung ist definiert als die Summe der Kräfte an der oberen Stirnfläche geteilt durch den Querschnitt der zylindrischen Probe. Die Berechnung der axialen Dehnung erfolgt über eine Abstandsmessung zwischen beiden Druckstempeln, geteilt durch den initialen Abstand. Die volumetrische Verformung ergibt sich aus der Volumenänderung der Probe geteilt durch das initiale Probenvolumen. Da sich die Probe im Verlauf der Belastung tonnenförmig verformt, berechnet sich das Probenvolumen aus der Integration der aktuellen Probenbreite über die Höhe. Die Probenbreite wurde mittels der Verschiebungen einzelner Gitterpunkte entlang vertikaler Linien an der Mantelfläche bestimmt. Entlang der Mantelfläche verschieben sich die einzelnen Polyeder jedoch bevorzugt aus ihrem Verband, weshalb die Verschiebungen recht inhomogen sein können und die Bestimmung der volumetrischen Verformung daher als Näherung betrachtet werden sollte. Um den Einfluss geschmierter Endflächen zu simulieren, wurde der Reibungswinkel der Kontaktpunkte zwischen Stempel und Probe auf ein Grad reduziert und die Kohäsion auf Null gesetzt (Günther et al. 2007a).

2.2.3.2 Spaltzugversuch (Brazilian-Test)

Die Zugfestigkeit wird im Spaltzugversuch an einem zylindrischen Probekörper bestimmt (DGGT 2008). Das Längen-Durchmesser-Verhältnis des Probekörpers sollte üblicherweise zwischen 0,5 – 1 liegen. Für die Nachrechnung der Spaltzugversuche wurden zylindrische Proben (analog der beschriebenen Vorgehensweise zum Kompressionsversuch) mit einem Durchmesser und einer Länge von 50 mm generiert (Abbildung 2-13).

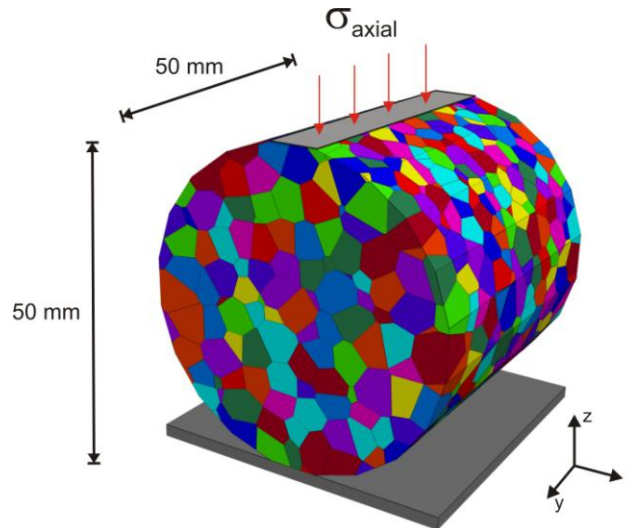


Abbildung 2-13: Generiertes Polyedermodell, (1833 Polyeder, mono-disperse, mittlere Korngröße 4 mm) das im Rahmen der Spaltzugversuche verwendet wurde. Die obere Streifenlast wurde mittels einer Verschiebungsrandbedingung an der Mantelfläche aufgebracht. Die untere Kante wurde ohne Modellierung der Druckstempel mittels einer Randbedingung in z-Richtung fixiert.

Auf eine Simulation der Druckstempel wurde im Rahmen von Spaltzugversuchen verzichtet, da der Einfluss der Randeffekte versuchstechnisch vernachlässigbar ist. Die Streifenlast wird über eine Verschiebungsrandbedingung an einer Mantelfläche aufgebracht, während die gegenüberliegende untere Mantelfläche für eine Bewegung senkrecht zur Belastung (z-Richtung) fixiert wird. Die Zugfestigkeit σ_t ergibt sich aus der Druckkraft (Summe der Kräfte auf der druckeinleitenden Mantelfläche) nach folgender Beziehung (DGGT 2008):

$$\sigma_t = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot d \cdot l} \quad (2-1)$$

2.2.4 Datengrundlage zur numerischen Modellvalidierung

Um einen Vergleich der Ergebnisse aus Modellrechnungen mit Daten aus Laborversuchen herzustellen, ist eine entsprechende Datengrundlage eine wesentliche Voraussetzung. Hier bieten sich besonders Datensätze an, die im Rahmen des BMBF-Verbundvorhabens (FKZ 02 C 1004 bis 02 C 1054): „Vergleich aktueller Stoffgesetze und Vorgehensweisen“ erhoben

wurden (Hampel et al. 2007). Es wurden vor allem Kurzzeit-Festigkeitsversuche und Langzeit-Kriechversuche an Staßfurt-Steinsalz der Schachanlage Asse (z2SP) sowie aus dem Salzbergwerk Sondershausen (EU1) unter kontrollierten Laborbedingungen durchgeführt. Da aktuell im Rahmen der eigenen Modellberechnungen keine zeitabhängigen (viskosen) Erholungsprozesse abgebildet werden können, interessieren insbesondere Kurzzeit-Festigkeitsversuche in Wegeregelung. Die Versuche wurden mit unterschiedlichen Mantelspannungen und einer Verformungsgeschwindigkeit von 10^{-5} s^{-1} vorgenommen. Da bei dieser Belastungsgeschwindigkeit bereits zeitabhängige Verformungsprozesse zum Tragen kommen (vgl. Abbildung 2-4), sollte das Ziel nicht in der genauen Nachrechnung eines bestimmten Versuches liegen, sondern in der Abbildung des grundlegenden Verformungsverhaltens. Die Datensätze aus dem Verbundvorhaben dienen in diesem Zusammenhang lediglich als Grundlage, um Kennwerte der in diesem Projekt verwendeten Stoffgesetzparameter zu ermitteln.

Abbildung 2-14 zeigt Triaxialversuche an Staßfurt-Steinsalz der Schachanlage Asse. Es ist beschrieben, dass zur Schmierung zwischen Prüfkörper und Stahlstempel Teflonfolie verwendet wurde, um Effekte der Endflächenreibung zu vermindern (Hampel et al. 2007).

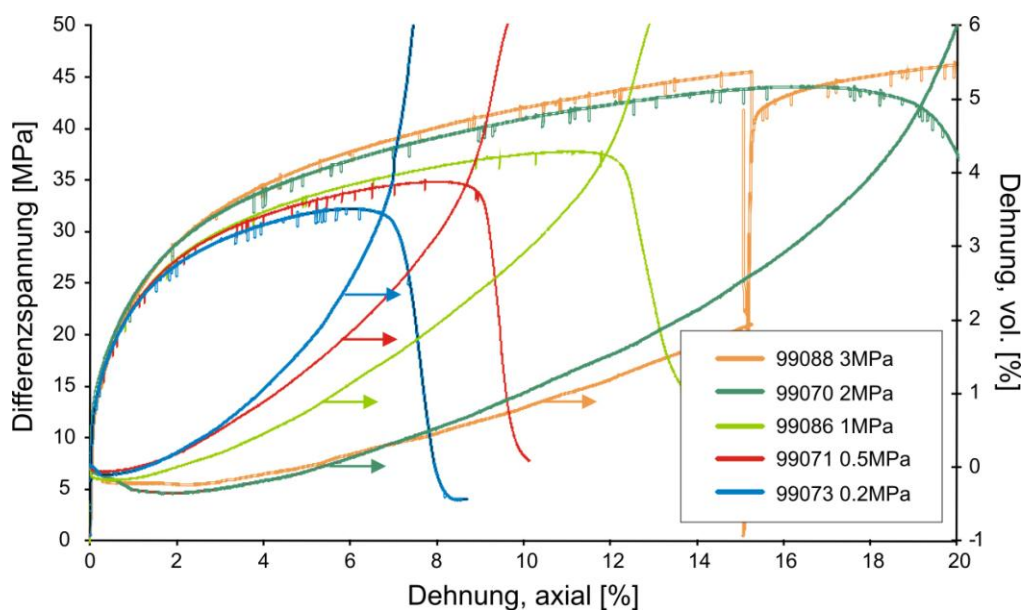


Abbildung 2-14: Triaxialversuche an Staßfurt-Steinsalz der Schachanlage Asse mit Manteldrücken von 0,2-3 MPa (Hampel et al. 2007).

2.3 Mechanische Berechnungen zur Kennwertermittlung

Das anschließende Kapitel beinhaltet mechanische Modellrechnungen zur Nachrechnung von Laborversuchen (uniaxiale und triaxiale Festigkeitsversuche sowie Spaltzugversuch). Auf diese Art und Weise können sowohl die modelltechnischen Möglichkeiten und Grenzen der Polyederstruktur bewertet als auch relevante mechanische Eingabeparameter (Polyeder und Polyedergrenzen) kalibriert werden (Kennwertbestimmung).

Das Festigkeitsverhalten im Rahmen einer interkristallinen Gefügeauflockerung und einer intrakristallinen Verfestigung wird mithilfe eines Schergesetzes nach Mohr-Coulomb beschreiben (vgl. Kapitel 2.2.2). Die Plastizität wird somit primär durch die Parameter Kohäsion c und den Reibungswinkel ϕ kontrolliert. Die elastischen Eigenschaften sind hingegen eine Funktion der Polyedergröße und der Mikroparameterkombination von Klüften (Kluftsteifigkeiten K_n und K_s) und Polyedern (Kompressionsmodul K und Schermodul G). Berechnungen zum elastischen und plastischen Materialverhalten können daher getrennt erfolgen.

2.3.1 Kalibrierung der elastischen Parameter

Um für die Kalibrierung der Modelle eine geeignete Parametergrundlage zu schaffen, wurden zunächst anhand von Literaturangaben realitätsnahe elastische Startparameter für die Salzkörner und deren kristallographische Korngrenzen festgelegt. Ziel ist ein makroskopisches elastisches Verhalten, das für Steinsalz mit einem Elastizitätsmodul von etwa 25 GPa und einer Querdehnungszahl von 0,26 angenommen wird.

Eine Zusammenstellung der elastischen Eigenschaften der wichtigsten gesteinsbildenden Minerale findet sich im Landolt-Börnstein-Tabellenwerk (Gebrande 2008). Für NaCl-Kristalle sind der Kompressionsmodul mit 25,7 GPa und der Schermodul mit 14,3 GPa angegeben. Unter der angenommenen Querdehnungszahl von 0,26 lässt sich ein Elastizitätsmodul für ein Salzkorn von 37 GPa berechnen. Des Weiteren wird das makroskopische elastische Verhalten des Gesamtkörpers von der Geometrie der Korngrenzen/Klüfte (d. h. Orientierung, Abstand etc.) und den Kontaktsteifigkeiten (Kontaktnormal- und Kontaktschersteifigkeit) der Korngrenzen/Klüfte bestimmt. Ein einfacher Zusammenhang ist durch folgende Formel gegeben (Itasca 2007a):

$$\frac{1}{E_{\text{Kontinuum}}} = \frac{1}{E_{\text{Polyeder}}} + \frac{1}{k_n + s} \quad (2-2)$$

Unter der Annahme, dass die Polyederstruktur eine isotrope Struktur darstellt, kann die Korngröße von 4 mm mit dem Kluftabstand s gleichgesetzt werden. Unter Verwendung eines makroskopischen E-Modul von Steinsalz von 25 GPa kann nach Umformung von Formel (2-2) eine Kluftnormalsteifigkeit von 19262 GPa/m ermittelt werden. Die berechnete Kluftschersteifigkeit von 8099 GPa/m ergibt sich analog nach folgender Beziehung (Itasca 2007a):

$$k_n = \frac{G_{\text{Kontinuum}} G_{\text{Polyeder}}}{s(G_{\text{Polyeder}} - G_{\text{Kontinuum}})} \quad (2-3)$$

Zhang et al. (2002) geben für die mikrostrukturelle Modellierung „kristalliner“ Gesteine Normal- und Schersteifigkeiten für die Korngrenzen von 10000 GPa/m und 4000 GPa/m an. Christianson et al. (2004) leiten für die Korngrenzen eines Tuffes Normal- und Schersteifigkeiten von 2360 GPa/m und 1180 GPa/m ab.

Im Rahmen der Kalibrierung wurde in einem ersten Schritt die Querdehnungszahl entsprechend angepasst, indem das Verhältnis zwischen Kontaktnormal- und Kontaktschersteifigkeit unter Variation der Kontaktschersteifigkeit verändert wurde (Abbildung 2-15). Die Berechnung der Querdehnungszahl leitet sich aus dem Verhältnis aus relativer horizontaler Dickenänderung zur relativen axialen Längenänderung ab. Mittels der hergeleiteten Startparameter ergibt sich für die Gesamtprobe bei einem K_n / K_s Verhältnis von 2,38 eine zu niedrige Querdehnungszahl von 0,21. Bei einem K_n / K_s Verhältnis von 7 (K_n : 19260 GPa/m und K_s : 2750 GPa/m) liegt eine Querdehnungszahl von 0,257 vor.

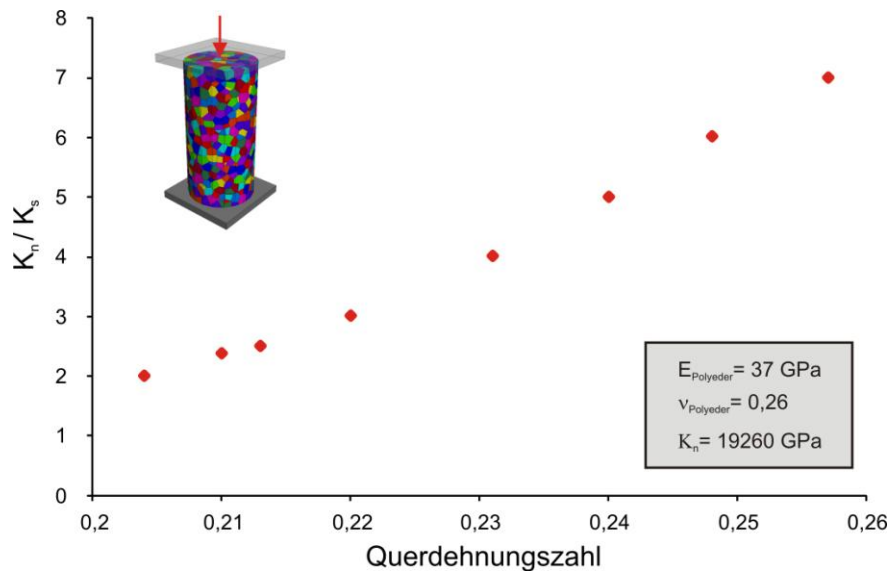


Abbildung 2-15: Die Querdehnungszahl der Gesamtprobe wird durch Variation der Kontaktschersteifigkeit unter Beibehalt konstanter Polyedersteifigkeiten, Polyederquerdehnungen und Kontaktnormalsteifigkeiten bestimmt.

Anschließend erfolgt die Berechnung des Elastizitätsmoduls aus dem Verhältnis aus axialer Spannung zu axialer Dehnung. Unmittelbar nach Implementierung der Randbedingungen in Form einer Belastungsgeschwindigkeit kommt es numerisch bedingt zu anfänglichen Ungleichgewichten im Modell, da es eine gewisse Zeit beansprucht bis die Spannungen numerisch in das Modell transferiert werden. Aus diesem Grund wurde für die Berechnung der Steigung nicht der Nullpunkt, sondern ein entsprechender Startpunkt gewählt, wenn ein linearer Anstieg zu verzeichnen war. Des Weiteren wurde der Spannungsbereich für die Berechnung der Steigung entsprechend groß gewählt, damit die resultierenden Spannungsschwankungen im Elastizitätsmodul relativ gering sind.

Mittels des vorher bestimmten K_n / K_s Verhältnisses und unter Anwendung einer Steifigkeit für die Polyeder von 37 GPa ergibt sich für die Gesamtprobe ein E-Modul von 19,7 GPa (Tabelle 2-1). Durch Erhöhung der Kontaktnormal- und Kontaktschersteifigkeit wird der Elastizitätsmodul der Gesamtprobe an den Zielwert von etwa 25 GPa entsprechend angepasst. In diesem Zusammenhang wurde auch die Polyedersteifigkeit leicht angehoben, da die alleinige Erhöhung der Kontaktsteifigkeiten zu ausgesprochen hohen Kontaktsteifigkeiten führt. Eventuell ist im Rahmen dieser Berechnungen eine Nachkalibrierung des Verhältnisses zwi-

schen Kontaktnormal- und Kontaktschersteifigkeit nötig, um die Querdehnungszahl von etwa 0,26 einzuhalten. Bei einem Elastizitätsmodul der Polyeder von 44 GPa und Kontaktnormal- und Kontaktschersteifigkeiten von 25000 GPa und 3570 GPa ergeben sich für die Gesamtprobe ein Elastizitätsmodul von ~24 GPa und eine Querdehnungszahl von ~0,26 (vgl. Tabelle 2-1).

Tabelle 2-1: Einfluss der Mikroparameter (Polyeder- und Kontaktsteifigkeiten) auf die elastischen Eigenschaften der Gesamtprobe (Makroparameter).

Mikroparameter				Makroparameter	
Polyedersteifigkeiten		Kontaktsteifigkeiten			
E-Modul [GPa]	ν [-]	K_n [GPa/m]	K_s [GPa/m]	E-Modul [GPa]	ν [-]
37	0,26	19260	2750	19,7	0,26
44	0,26	25000	3570	24,2	0,26
22	0,26	500000	71400	20,9	0,25
225	0,26	9370	1440	28,7	0,25

Um den E-Modul der Gesamtprobe von ~25 GPa zu erreichen, stellen die ermittelten Parameter nur eine mögliche Kombination dar. Durch eine Erhöhung (bzw. durch Herabsetzen) der Polyedersteifigkeiten und Herabsetzen (bzw. durch Erhöhung) der Kontaktsteifigkeiten können andere Parameterkombinationen gefunden werden, die E-Moduln in ähnlicher Größenordnungen aufweisen (vgl. Tabelle 2-1). Jedoch sollte das Verhältnis zwischen Block- und Kontaktsteifigkeiten dabei betrachtet werden, da laut Itasca (2007a) der Code weniger effizient wird, wenn große Kontraste zwischen Block- und Kontaktparametern bestehen. Basierend auf Informationen im User Manual (Itasca 2007a) gibt Christianson et al. (2004) folgende geeignete Beziehung für das Verhältnis von Block- zu Kontaktsteifigkeiten an:

$$5 < \frac{K_{Polyeder} + \frac{4}{3} G_{Polyeder}}{b \cdot k_n} < 10 \quad b = \text{mittlere Blockgröße} \quad (2-4)$$

Nach Formel (2-4) lässt sich für die kalibrierten Mikroparameter ein Verhältnis 0,52 berechnen, was unterhalb der vorgeschlagenen Grenze liegt. Da durchgeführte Berechnungen keinen Einfluss bezüglich der Effizienz der Berechnungen erkennen lassen, wurde die in Anlehnung an Polyedersteifigkeiten aus Literaturdaten bestimmte Parameterkombination für die weiterführenden Modellierungen verwendet (Tabelle 2-1, grün hinterlegt).

2.3.2 Kalibrierung der plastischen Parameter

Modellberechnungen zum plastischen Materialverhalten werden durch eine Vielzahl von Prozessen gesteuert. Im Rahmen von Kurzzeit-Festigkeitsversuchen kommen sowohl intrakristalline verfestigende als auch interkristalline schädigungsbehaftete Verformungsprozesse zum tragen. Wie in Kapitel 2.2.2 beschrieben, werden beide Verformungsprozesse getrennt voneinander durch zwei Mohr-Coulomb'sche Bruchkriterien

beschrieben. Obwohl beide Prozesse gleichzeitig aktiv sein können und sich gegenseitig beeinflussen, empfiehlt es sich, zunächst intra- und interkristalline Prozesse getrennt voneinander zu untersuchen.

2.3.2.1 Interkristalline Verformungsprozesse

Das Festigkeits- bzw. Schädigungsverhalten von Steinsalz wird durch Dilatanz in Form von Mikrorissen verursacht. Nach den drei grundlegenden bruchhaften Deformationsmechanismen werden sowohl Extensionsbrüche (Mode I) als auch Scherbrüche (Mode II) in der Literatur beschrieben (Zang & Wagner 1998, Manthei 2004, Alkan & Müller 2008). Der Bruchmodus steht dabei häufig in Zusammenhang mit dem durchgeführten Laborversuch (Bauch 2007). In einem Spaltzugversuch wird ein liegender Kreiszylinder zusammengedrückt, woraus im Zentrum indirekt eine Zugspannung resultiert. Es werden somit vorwiegend Zugrisse aktiv, die zu einer Spaltung des Probekörpers in Richtung der kompressiblen Krafteinleitung führen. Hingegen sind bei einem uniaxialen Druckversuch, insbesondere bei geschmierten Endflächen, Mischformen von Zug- und Scherbrüchen aktiv (Mutschler 2004).

Im Rahmen der Modellierung werden Zugrisse und Scherrisse über ein Mohr-Coulomb'sches Bruchkriterium mit den grundlegenden Parametern Zugfestigkeit t sowie Reibungswinkel ϕ und Kohäsion c abgebildet. Zugversuche bieten sich daher an, um gezielt die Zugfestigkeit zu kalibrieren, während Druckversuche zur Kennwertermittlung des Scherbruchverhaltens dienen.

Spaltzugversuche

Die Nachrechnung der Spaltzugversuche richtet sich nach der in Kapitel 2.2.3.2 beschriebenen Vorgehensweise. Da primär interkristalline Deformationsmechanismen untersucht werden, wird zunächst von einem rein elastischen Verformungsverhalten für die Polyeder/Salzkörner ausgegangen. Als Grundlage dienen die elastischen Parameter aus Kapitel 2.3.1. Abbildung 2-16 zeigt Zugfestigkeitswerte der Gesamtprobe für verschiedene Mikrozugfestigkeiten unter konstanten Scherparametern.

Ein Vergleich mit Laborergebnissen zeigt, dass die Dehnungen im numerischen Modell unterschätzt werden. Im Labor durchgeführte Spaltzugversuche an Steinsalzzylindern lassen weitaus größere Dehnungen von etwa 1 % erkennen (Bleich & Schnier 1997, IBeWa 2011). Eine Ursache könnte im Fehlen der derzeit nicht aktiven verfestigenden, intrakristallinen Verformungsprozesse liegen. Jedoch ist fraglich, inwiefern eine Materialverfestigung im Rahmen eines Spaltzugversuches aufgrund der relativ kleinen Spannungsbedingungen eine Rolle spielt. Auch dürften viskose Prozesse angesichts der kurzen Versuchsdauer zu vernachlässigen sein. Jedoch zeigen Auswertungen zum Schädigungsbild ein Bruchverhalten, das den grundlegenden Verformungsprozessen eines Spaltzugversuches entspricht (Abbildung 2-17a). Quer zur Belastungsebene treten Spannungen auf, die über den größten Teil des Probekörpers Zugspannungen entsprechen und ausschließlich zur Ausbildung von Zugris-

sen führen. Druckspannungen treten vorwiegend in den Krafteinleitungszonen auf (Abbildung 2-17b,c).

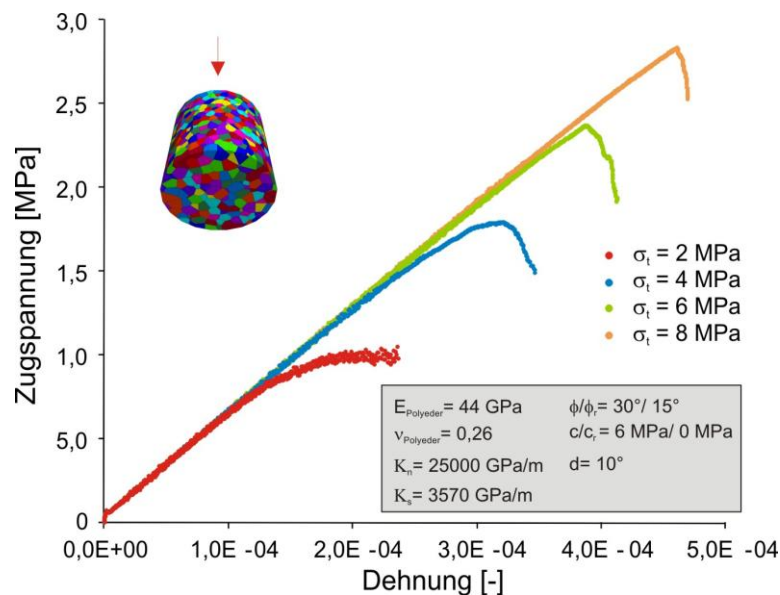


Abbildung 2-16: Zugspannungs-Dehnungs-Diagramme der Spaltzugversuche für verschiedene Mikrozugfestigkeiten σ_t (Zugfestigkeiten entlang der Polyeder-grenzen).

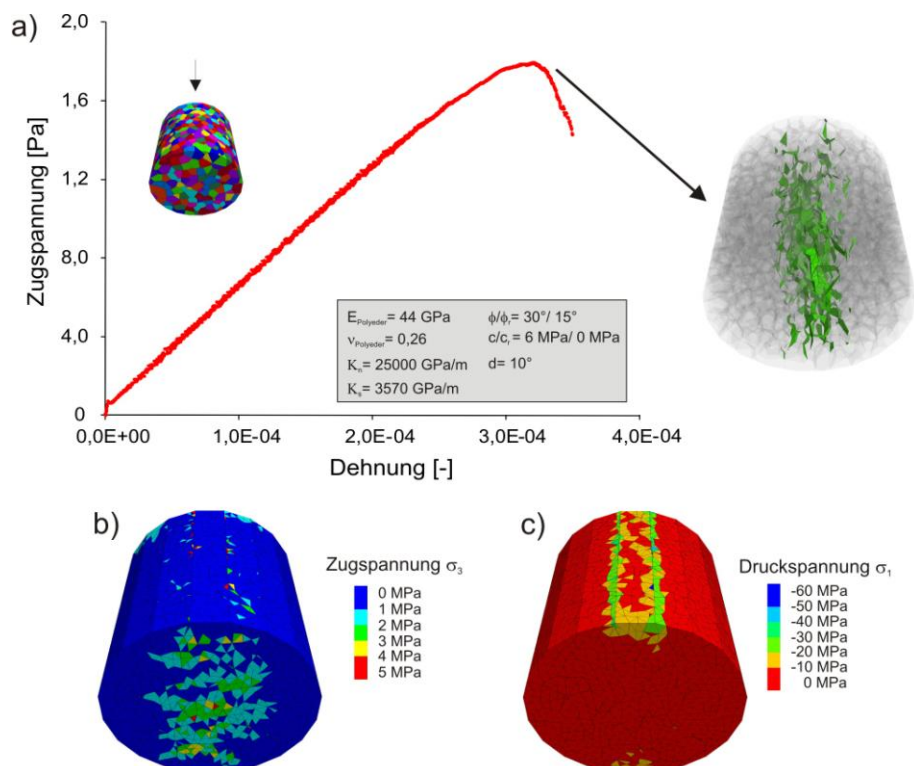


Abbildung 2-17: Darstellung eines a) Zugfestigkeits-Dehnungs-Diagrammes mit Schädigungsbild im Spaltzugversuch mit einer Mikrozugfestigkeit von 4 MPa sowie Auswertung der b) minimalen und c) maximalen Hauptspannungen.

Des Weiteren ist zu erkennen, dass die Makrozugfestigkeit unter den angenommenen Scherparametern generell kleiner ist, als die im numerischen Modell verwendete Mikrozugfestigkeit der einzelnen Polyedergrenzen. Demnach darf die Mikrozugfestigkeit nicht mit der Makrozugfestigkeit gleichgesetzt werden.

In einem weiteren Schritt wurde der Einfluss der Kohäsion auf die Makrozugfestigkeit überprüft (Abbildung 2-18). Es zeigt sich, dass die Kohäsion einen Einfluss auf die Zugfestigkeit hat, der insgesamt jedoch geringer ausfällt. Nur bei Kohäsionswerten deutlich unterhalb der Zugfestigkeit sind große Unterschiede bezüglich der Makrozugfestigkeit erkennbar. Vermutlich werden hier bereits Scherprozesse unmittelbar vor Einsetzen der Zugrisse aktiv, die letztendlich zu einer verringerten Zugfestigkeit führen. Nichtsdestotrotz sollte bei einer Variation der Kohäsionswerte im Rahmen von Druckversuchen eine damit verbundene Veränderung der Makrozugfestigkeit überprüft werden. Der Dilatanzwinkel übt keinen Einfluss auf die Zugfestigkeit aus (Daten nicht aufgeführt), da dieser an Scherprozesse gekoppelt ist und diese im Rahmen von Spaltzugversuchen nur untergeordnet auftreten. Für den Reibungswinkel wurde ein Wert von 30° angenommen.

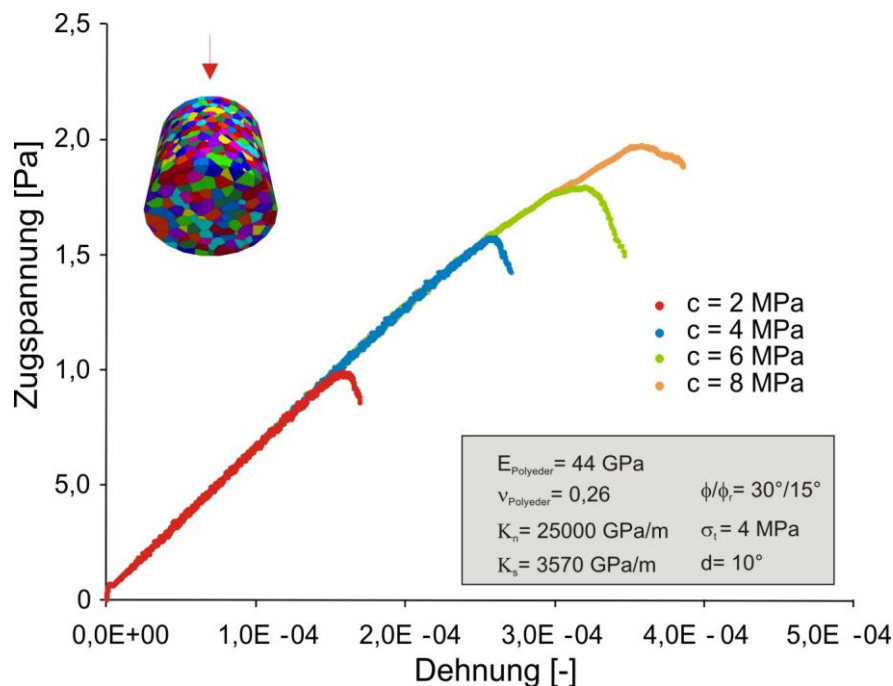


Abbildung 2-18: Zugspannung-Dehnungs-Diagramme der Spaltzugversuche mit Variation der Kohäsionswerte entlang der Polyedergrenzen.

Druckversuche

Der grundlegende Bruchmodus im uniaxialen Druckversuch wird in der Literatur kontrovers diskutiert. Grundsätzlich werden im Rahmen der axialen Kompression eines Kreiszylinders lateral zur Zylinderachse Zugspannungen induziert, die zu axial ausgerichteten Zugbrüchen führen. Jedoch lässt sich das makroskopische Bruchbild wesentlich durch Oberflächen- und Volumeneffekte, insbesondere Endflächenreibung und Schlankheitsmaß, steuern, so dass

bestimmte Versuchstechniken auch im Scherbruchversagen resultieren (Bauch 2007). Im Gegensatz zu Spaltzugversuchen sind Druckversuche üblicherweise durch Mischformen von Zug- und Scherrissen charakterisiert. Die im Mohr-Coulomb-Modell verwendeten Scherparameter üben somit einen grundlegenden Einfluss auf das Verformungsverhalten aus. Aus diesem Grund wurden zunächst Kohäsionswerte variiert, um das Bruchverhalten und die zu erwartenden Druckfestigkeiten der Polyedermodelle abzuschätzen (Abbildung 2-19).

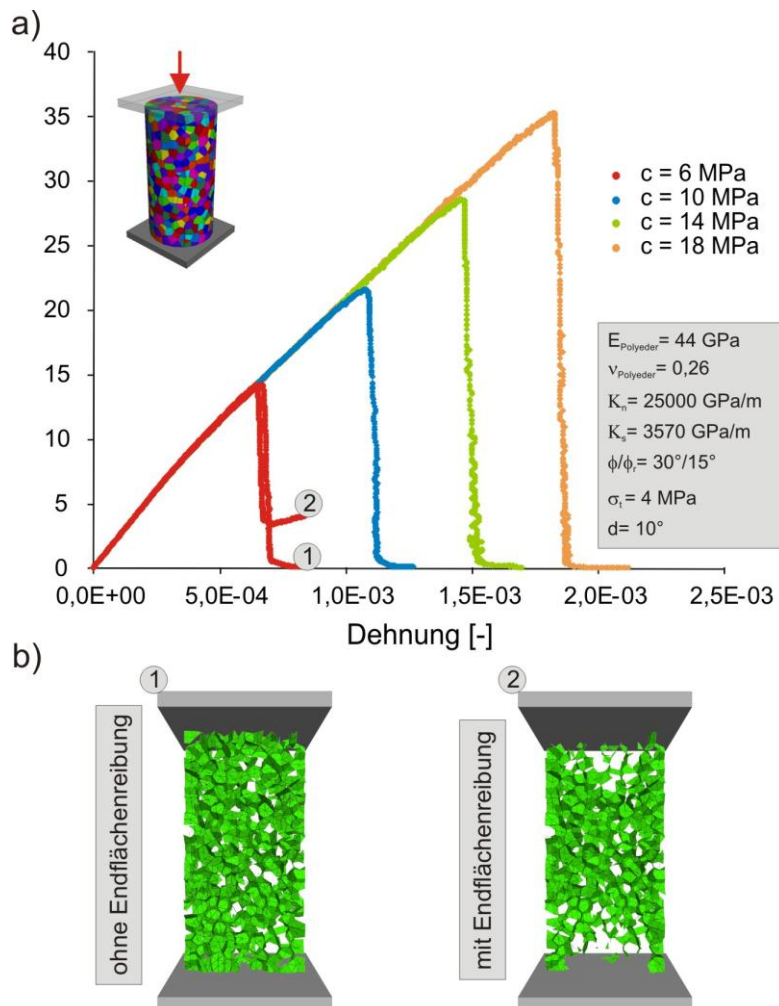


Abbildung 2-19: Uniaxiale Druckversuche mit Variation der Kohäsionswerte entlang der Polyedergrenzen (a).

Exemplarisch wurde der Versuch mit Kohäsionswerten von 6 MPa mit ($\phi=15^\circ$, $c=1 \text{ MPa}$) und ohne Endflächenreibung durchgeführt, um die Unterschiede im Bruchbild sichtbar zu machen (b).

Die Durchführung der Druckversuche richtet sich nach der in Kapitel 2.2.3.1 beschriebenen Vorgehensweise. Um den Einfluss der Endflächenreibung zu untersuchen, wurde exemplarisch für einen Versuch (Kohäsion 6 MPa) ein weiteres Berechnungsmodell mit Reibungswinkeln von 15° und Kohäsionswerten von 1 MPa an den Endflächen erstellt (in Anlehnung an Günther 2007a). Da eine Kalibrierung intrakristalliner Prozesse im Vordergrund steht, wird zunächst eine elastische Verformung der Polyeder/Salzkörner

angenommen. Elastizitäts- und Zugfestigkeitskennwerte richten sich nach den im Vorfeld beschriebenen Kalibrierungsarbeiten.

Wie zu erwarten, steigt die maximale Druckfestigkeit des Polyedermodells mit zunehmender Kohäsion an (Abbildung 2-19a). Die im Modell ermittelten Dehnungswerte von bis zu 0,2 % sind vorerst nicht mit im Laborversuch beobachteten Dehnungsraten zu vergleichen, da intrakristalline Versetzungsprozesse aufgrund einer ausschließlich elastischen Verformung der Polyeder nicht stattfinden. Bezüglich der Restfestigkeiten ergeben sich Unterschiede zwischen den beiden Berechnungsvarianten. Im Vergleich zum Berechnungsmodell ohne Endflächenreibung sinkt die Festigkeit bei eingeschränkter Endflächenreibung im Nachbruchbereich nicht vollständig ab, sondern pendelt sich auf eine Restfestigkeit ein (Abbildung 2-19a). Die Angabe von Restfestigkeitswerten spielt demnach bei uniaxialen Druckversuchen mit Endflächenreibung gegenüber Druckversuchen ohne Endflächenreibung eine größere Rolle. Eine Auswertung der Schädigungsbilder zeigt kegelförmige Gesteinsbereiche, die weniger Fissuren aufweisen und charakteristisch sind für uniaxiale Druckversuche ohne Schmierung der Endflächen (Abbildung 2-19b).

Eine Auswertung des Verformungs- und Schädigungsverhaltens erfolgt exemplarisch für einen Kohäsionswert von 6 MPa (ohne Endflächenreibung), um zu überprüfen, inwiefern die grundlegenden Bruchprozesse eines uniaxialen Druckversuches mit Hilfe der Polyederstrukturen abzubilden sind (Abbildung 2-20).

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeigt unter kleinen axialen Spannungen ein annähernd lineares Verhalten. Aufgrund der angenommenen geringen Mikrozugfestigkeit treten erste Risse bei Spannungen von ~4 MPa auf (Abbildung 2-20a,c). Eine weitere Belastung führt zu einer progressiven Zunahme der Risse, die zu einem leichten Abknicken der volumetrischen Dehnungskurve (Abbildung 2-20b) führt. Das Bruchbild und eine Auswertung der Bruchmodi zeigen, dass eine Rissbildung gleichmäßig über dem Zylinderkern erfolgt und ausschließlich durch Zugrisse hervorgerufen wird (Abbildung 2-20d). Die Risse sind ausnahmslos in axialer Richtung, mit Einfallswinkeln zwischen 60° und 90°, orientiert.

Die Dilatanzentwicklung wird besonders deutlich anhand der volumetrischen Verformung der Gesamtprobe (Abbildung 2-20b). Unter kleinen Spannungen dominieren zunächst kompressible, elastische Verformungsanteile, die jedoch zunehmend mit dilatanten, plastischen Verformungsanteilen in Wechselwirkung treten. Diese plastischen Anteile führen zu einem Abknicken der volumetrischen Verformungskurve (Schädigungsgrenze). Hingegen zeigt die volumetrische Verformung der Polyeder (ohne interkristalline Hohlräume) eine konstante linear elastische Volumenabnahme (Abbildung 2-20b). Das dilatante Verformungsverhalten wird demnach ausschließlich durch interkristalline Prozesse hervorgerufen. Die Dilatanzgrenze (volumetrische Dehnrate gleich Null) wird deutlich im Vorbruchbereich bei ~10 MPa erreicht. Als Folge der axialen Rissbildung und einer leichten Zunahme der Scherrisse kommt es zu einem sprödebrüchartigen Versagen der Probe mit steilem Abfall der axialen Spannung.

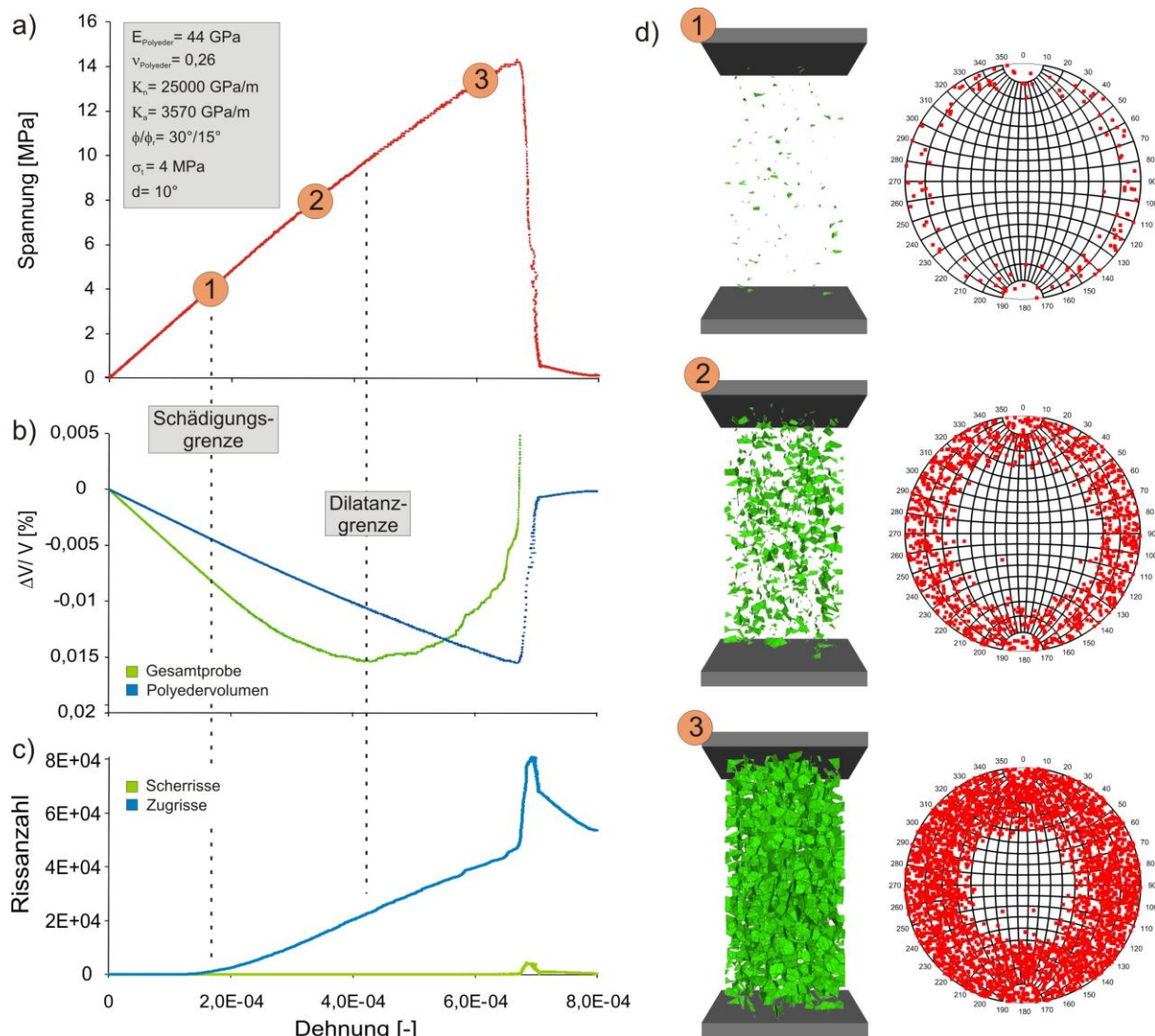


Abbildung 2-20: Darstellung des Spannungsverlaufes (a), der volumetrischen Verformung (b) sowie der Rissanzahl von Zug- und Scherrissen (c) eines uniaxialen Druckversuches, exemplarisch für Kohäsionswerte entlang der Polyedergrenzen von 6 MPa (vgl. Abbildung 2-19).

In b) ist zusätzlich zur volumetrischen Verformung der Gesamtprobe die volumetrische Verformung der Polyeder (Verformung ohne Kontaktflächen) mitangegeben. In d) sind für verschiedene Verformungszustände die Schädigungsbilder (vollständig gebrochene Kontaktflächen, d. h. aller Bindungspunkte) sowie die dazugehörigen Polpunkte der Rissflächennormalen im Stereonetz (Projektion untere Halbkugel, winkeltreue Darstellung) dargestellt.

In einem weiteren Schritt wurde der Einfluss des Dilatanzwinkels auf das Verformungsverhalten untersucht. Der Dilatanzwinkel steuert den Versatz senkrecht zur Risswandung in Abhängigkeit des Scherversatzes (Verformung parallel zur Rissoberfläche). Bei Verformungsprozessen parallel zur Rissoberfläche sollte eine Erhöhung des Dilatanzwinkels in einer Zunahme der volumetrischen Verformung resultieren. Die Ergebnisse durchgeführter uniaxialer Druckversuche mit Kohäsionswerten von 6 MPa (ohne Endflächenreibung) zeigen,

dass der Einfluss des Dilatanzwinkels bei dieser Versuchsart vernachlässigbar ist (Abbildung 2-21). Im Vorbruchbereich steuern fast ausschließlich Zugrisse die volumetrische Dehnung, während Dilatanzprozesse aufgrund von Scherprozessen nur untergeordnet eine Rolle spielen. Eine Erhöhung des Dilatanzwinkels ist erst im Versagensbereich der Probe (aufgrund einer Zunahme der Scherrisse) durch deutliches Öffnen und Aufgleiten der Korngrenzen zu erkennen.

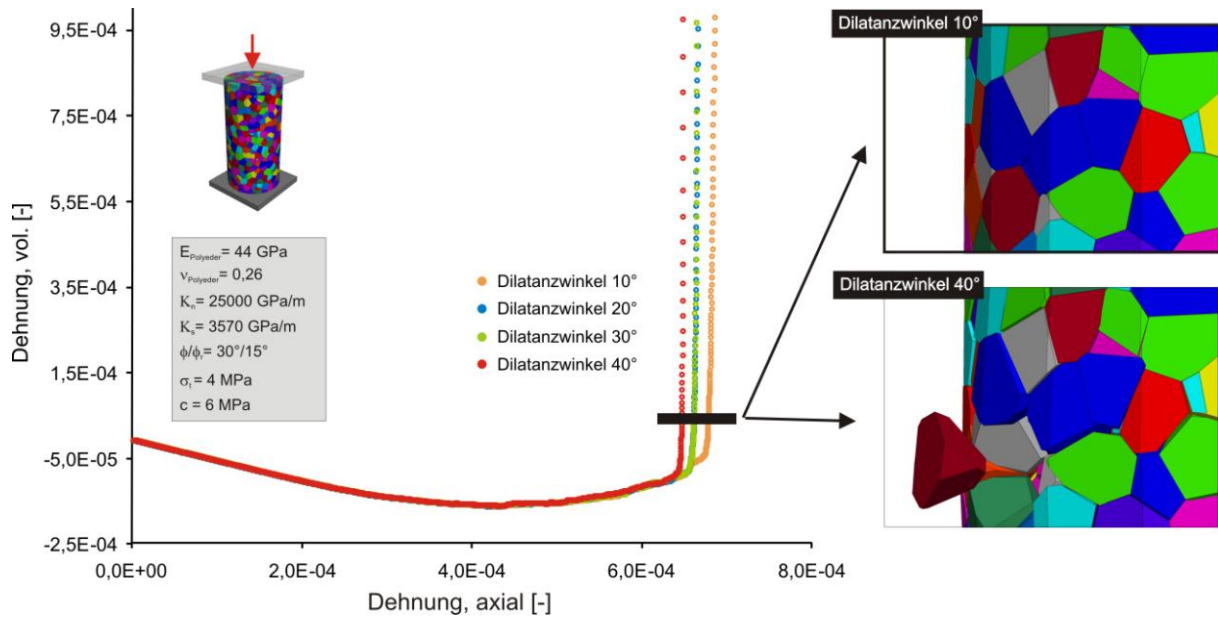


Abbildung 2-21: Einfluss unterschiedlicher Dilatanzwinkel auf die volumetrische Verformung im uniaxialen Druckversuch.

2.3.2.2 Intrakristalline Verformungsprozesse

Oberhalb einer bestimmten Fließgrenze treten aufgrund von Versetzungsbewegungen intrakristalline Verformungsprozesse auf, die bei fortschreitender Verformung eine Materialverfestigung bewirken. Die Struktur des Kristalls wird bei diesen Prozessen nicht verändert, so dass von einer bruchfreien und volumenkonstanten Verformung ausgegangen wird.

Die für Salzgesteine charakteristische Materialverfestigung wird im Rahmen der Modellierungen über ein Mohr-Coulomb-Gesetz mit Dehnungs-Verfestigungs-Ansatz beschrieben (*Strainhardening Mohr-Coulomb model*; Itasca 2007b). Die Kohäsion wird dabei in Abhängigkeit der plastischen Verformung (Plastizität-Kohäsions-Kurve) erhöht, so dass bei fortschreitender plastischer Verformung eine zunehmend größere Fließspannung erforderlich ist. Ausgehend von einer bestimmten Plastizität-Kohäsions-Beziehung ist es jedoch schwierig, das makroskopische Verformungsverhalten (Spannungs-Dehnungs-Beziehung) abzuschätzen, da plastische Verformungen innerhalb der Polyederstruktur recht inhomogen ausgebildet sein können. Aus diesem wurde zunächst eine geeignete Kohäsions-Plastizitäts-

Kurve an einem kontinuumsmechanischen Modell, d. h. ohne Einfluss der Polyedergrenzen, hergeleitet und anschließend auf ein Polyedermodell übertragen. Elastische Kennwerte richten sich nach den bereits aufgeführten Kalibrierungsarbeiten. Der interne Dilatanzwinkel wurde auf Null gesetzt, um ein volumentreues Verformungsverhalten zu realisieren. Für den Reibungswinkel wurde analog zu den interkristallinen Verformungsprozessen ein Wert von 30° angenommen. Um eine kontinuumsmechanische Bruchbildung der Polyeder in Form von Zugrissen zu verhindern, wird die Zugfestigkeit entsprechend heraufgesetzt.

Die im Rahmen der numerischen Berechnungen verwendete Kohäsions-Plastizitäts-Beziehung zur Steuerung der Materialverfestigung ist in Abbildung 2-22 dargestellt. Demnach wurde die Fließgrenze bei einem Kohäsionswert von 3,5 MPa gesetzt und in Abhängigkeit der plastischen Dehnung auf 9,5 MPa angehoben. Da Kriechprozesse bisher nicht in den Modellierungen implementiert sind und die Versuche Kurzzeitfestigkeiten entsprechen sollen, wird die Dehnungsakkumulation auf der Abszissenachse derart gewählt, dass im uniaxialen Druckversuch axiale Dehnungsraten zwischen 2-3% erreicht werden.

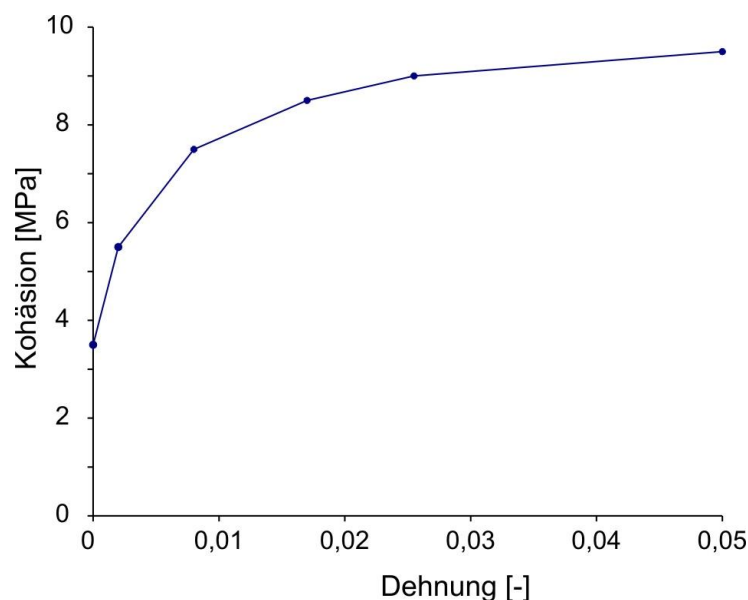


Abbildung 2-22: Verwendete Kohäsions-Plastizitäts-Kurve zur Simulation einer intrakristallinen Materialverfestigung.

2.3.3 Ergebnisse

Bisher wurden intra- und interkristalline Verformungsprozesse getrennt voneinander untersucht, um grundlegende Kennwerte für die in den Stoffmodellen verwendeten Parameter zu ermitteln. Im Folgenden wird eine simultane Verwendung aller Stoffmodelle angestrebt, um die Wechselwirkungen zwischen intra- und interkristallinen Verformungsprozessen auf die Gesamtverformung zu untersuchen. Eine Auflistung der in den Stoffmodellen verwendeten Kennwerte findet sich in Tabelle 2-2. Für eine erste, generelle Beurteilung der Modellierungen werden die Ergebnisse mit den Spannungs-Dehnungsdiagrammen aus Laborversuchen verglichen (vgl. Kapitel 2.2.4).

Tabelle 2-2: Kalibrierte Mikroparameter.

	Polyeder	Polyedergrenzen
E-Modul	44 GPa	-
Querdehnungszahl	0,26	-
Kontaktnormalsteifigkeit K_n	-	25000 GPa/m
Kontaktschersteifigkeit K_s	-	3570 GPa/m
Reibungswinkel (Restwert)	30° (7,5°)	30° (30°)
Kohäsion (Restwert)	3,5 - 9,5 MPa	6 MPa (0 MPa)
Dilatanzwinkel	0°	10°
Zugfestigkeit (Restwert)	-	4 MPa (0 MPa)

Abbildung 2-23 zeigt Ergebnisse aus numerischen Kompressionsversuchen zum Einfluss der Mantelspannung auf die axiale Spannung sowie die volumetrische Verformung. Zu Beginn der Belastung dominiert elastisches Materialverhalten die Spannungs-Dehnungs-Beziehung. Elastisch komprimierende Prozesse führen parallel zu einer linearen Abnahme des Probenvolumens. Bei weiterer Belastung tritt eine deutliche Plastizität je nach Mantelspannungen bei Axialspannungen von 8-10 MPa auf und ist gleichermaßen hinsichtlich der volumetrischen Verformungen durch ein Abknicken der Kurve erkennbar. Für den uniaxialen Druckversuch kann ein relativ sprödhafte Versagen mit deutlichem Spannungsabfall beschrieben werden. Im Gegensatz dazu zeigen Triaxialversuche einen langsamen Übergang vom Vorbruchbereich in den Nachbruchbereich.

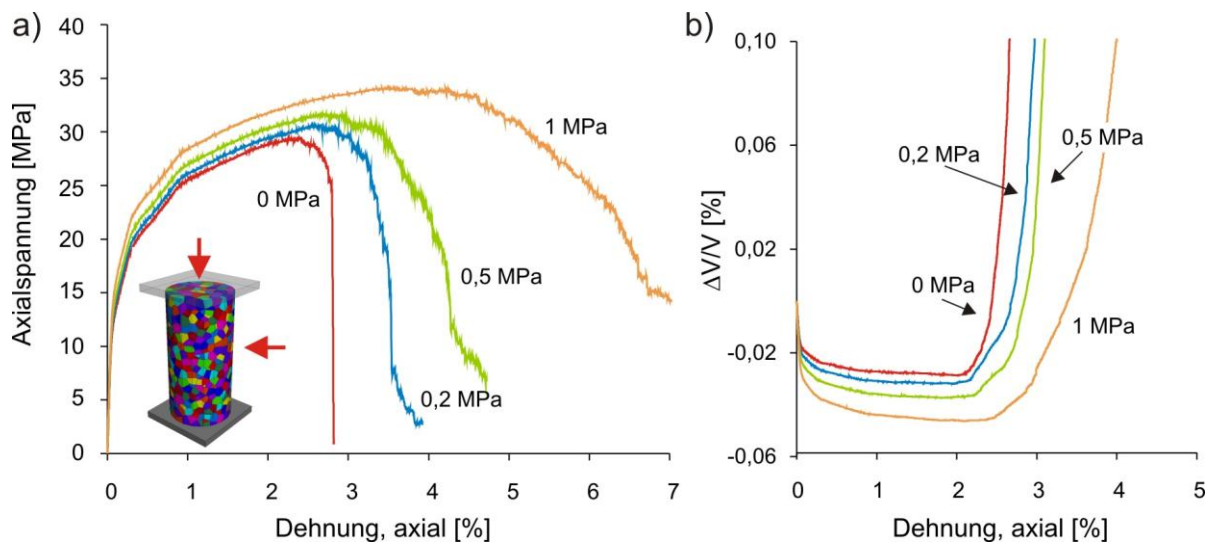


Abbildung 2-23: Numerisch berechnete a) Axialspannungen und b) volumetrische Verformungen in Abhängigkeit vom Manteldruck gegen die axiale Dehnung.

Einen ähnlichen Trend zeigen auch Laborversuche (vgl. Abbildung 2-14), jedoch erscheint der schleppende Übergang bei Mantelspannungen von 1 MPa bei den numerischen Berechnungen überzogen. Mit zunehmender Mantelspannung steigt die volumetrische Verformung im Vorbruchbereich an. Die Dilatanzgrenze, welche durch das Minimum der volumetrischen Dehnrate beschrieben wird, verschiebt sich mit zunehmender Mantelspannung zu größeren axialen Dehnungen. Jedoch sind die berechneten volumetrischen Dehnungsraten insgesamt zu niedrig.

Der aus Laborversuchen abgeleitete allgemeingültige Spannungsbereich der Schädigungs-, Dilatanz- und Festigkeitsgrenze ist für verschiedene Mantelspannungen in Abbildung 2-24 dargestellt. Zusätzlich sind die numerisch berechneten Festigkeitsgrenzen eingetragen. Ein Vergleich zeigt, dass die numerisch berechneten Druckfestigkeitswerte relativ gut abgebildet wurden. Eine numerisch abgeleitete Mikrorissbildung (erstes Auftreten von Mikrorissen) tritt unter sehr kleinen Spannungen auf und liegt etwas unterhalb der aus Laborversuchen abgeleiteten Schädigungsgrenze. Dabei gilt zu bedenken, dass eine labortechnische Ermittlung der Schädigungsgrenze generell auf Ultraschallverfahren oder akustischen Emissionen beruht und somit vom Auflösungsvermögen der Sensoren abhängig ist. Im Rahmen der Modellierungen werden jedoch gänzlich alle Mikrorisse detektiert. Die Lage der im Spannungsbereich anschließenden Dilatanzgrenze ist jedoch im Vergleich zu den Laborversuchen zu hoch. Die Dilatanzgrenze entwickelt sich im Hinblick auf die maximal möglichen axialen Dehnungen recht spät, unmittelbar vor der maximalen Druckspannung (vgl. Abbildung 2-23).

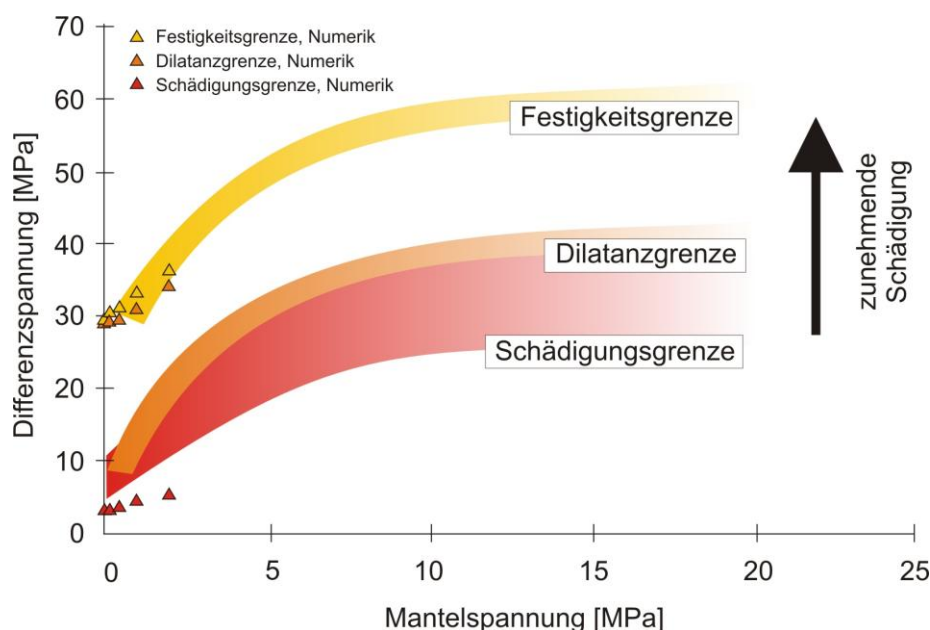


Abbildung 2-24: Die aus Laborversuchen abgeleiteten Bereiche für die Schädigungsgrenze, die Dilatanzgrenze sowie die Festigkeitsgrenze (verändert nach Salzer 2010). Zusätzlich sind Ergebnisse aus numerischen Berechnungen eingetragen.

Um die Simulation des mechanischen Verformungsverhalten, d. h. die Wechselwirkungen zwischen intra- und interkristallinen Prozessen zu überprüfen, wurde daher die mikromecha-

nische Schädigungsentwicklung exemplarisch für den uniaxialen Druckversuch im Detail analysiert (Abbildung 2-25). Demnach beginnen erste irreversible Verformungsprozesse in Form von intergranularen Mikrorissen bei Axialspannungen von ~3,5 MPa (Abbildung 2-25a). Eine weitere Zunahme der axialen Spannung führt zu einer progressiven Mikrorissbildung, die zu einer Abnahme des Probenvolumens führt (Abbildung 2-25b). Eine Auswertung nach den drei grundlegenden bruchhaften Deformationsmechanismen zeigt, dass eine Rissbildung vorwiegend durch Extensionsbrüche (Mode 1) hervorgerufen wird (Abbildung 2-25c).

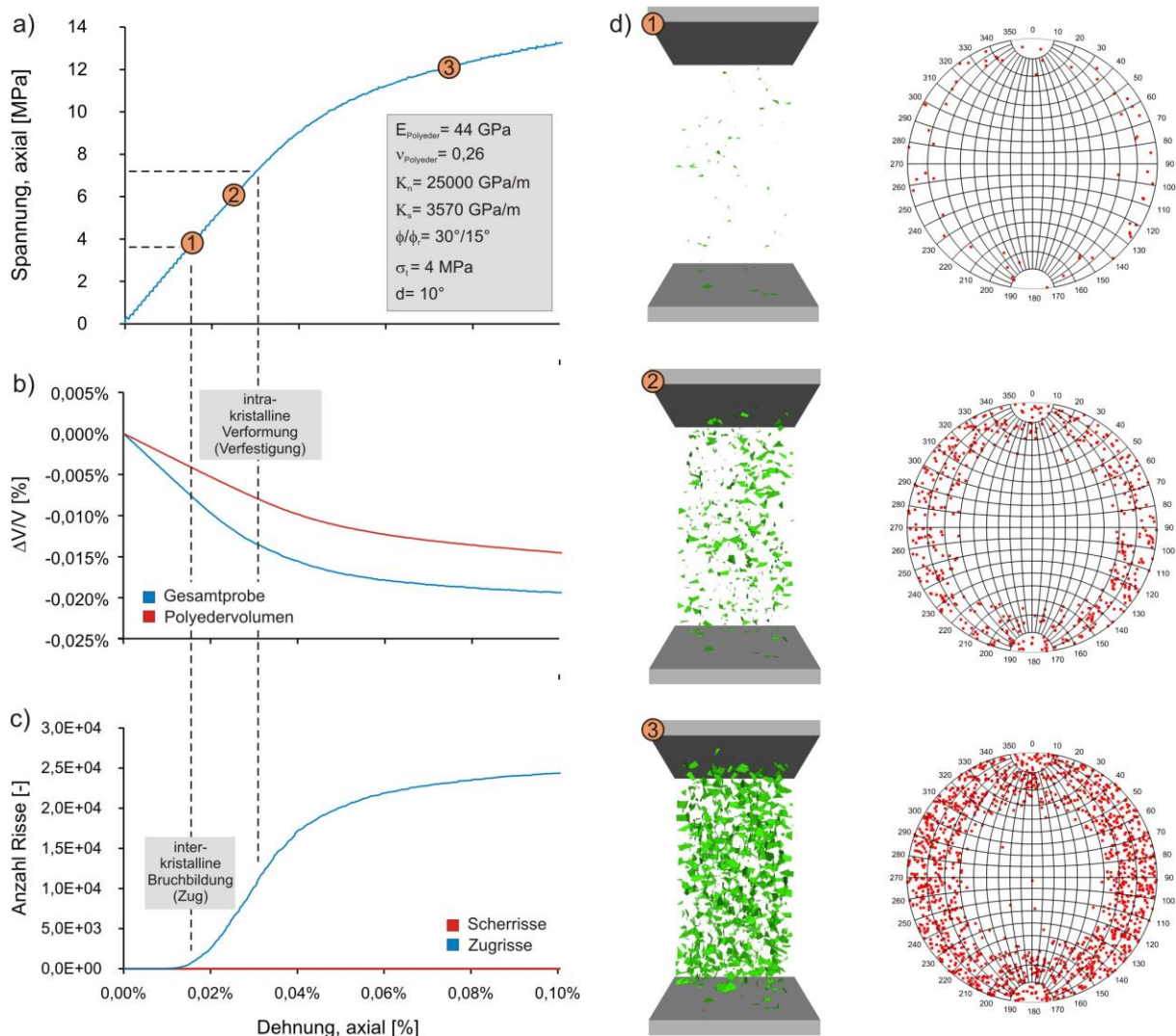


Abbildung 2-25: Detaillierte Darstellung des Spannungsverlaufes (a), der volumetrischen Verformung (b) sowie der Rissanzahl von Zug- und Scherrissen (c) des in Abbildung 2-23 beschriebenen uniaxialen Druckversuches.

In b) ist zusätzlich zur volumetrischen Verformung der Gesamtprobe die volumetrische Verformung der Polyeder (Verformung ohne Kontaktflächen) mitangegeben. In d) sind für verschiedene Verformungszustände die Schädigungsbilder (vollständig gebrochene Kontaktflächen, d. h. aller Bindungspunkte) sowie die dazugehörigen Polpunkte der Rissflächennormalen im Stereonetz (Projektion untere Halbkugel, winkeltreue Darstellung) dargestellt.

Dies steht im Kontrast zu der generellen Annahme, dass die Entwicklung von Mikrorissen im Steinsalz durch eine Überschreitung der Mikroscherfestigkeit entlang von Gefügeschwächerebenen (z. B. Korngrenzen) hervorgerufen wird (Pusch et al. 2002). Wie bereits in Kapitel 2.1.1.2 erwähnt, sieht jedoch Weidinger (1998) bei Steinsalz insbesondere auch die geringe Zugfestigkeit als Grund für die Ausbildung von Mikrorissen an. Durch die geringe Zugfestigkeit können sich entlang der Korngrenzen leichter Zugrisse ausbilden. Auch konnten Zang et al. (2000) und Manthei (2004) an triaxialen Druckversuchen an Asse-Salzkernen durch akustische Emissionsmessungen nachweisen, dass der Großteil der Abstrahlmuster durch Zugrisse hervorgerufen wird. Eine Ortung der Emissionsherde der akustischen Ereignisse zeigt zudem eine homogene Verteilung über den Kern, die selbst bei Triaxialversuchen keinen Hinweis auf die Ausbildung einer Scherfläche gibt (Zang et al. 2000). Aufgrund einer bevorzugten Rissöffnung in lateraler Richtung sind die Risse mehrheitlich in axialer Richtung orientiert (Manthei 2004). Ein derartiges Bruchbild ist in Übereinstimmung mit den simulierten Bruchbildern (Abbildung 2-25d).

Jedoch zeigen die Ergebnisse aus Laborversuchen, dass die kumulierte Anzahl der akustischen Emissionen bis zum makroskopischen Versagen der Probe stetig zunehmen (vgl. Abbildung 2-7). Im Gegensatz dazu sinkt in den numerischen Berechnungen ab einer bestimmten axialen Spannung die Anzahl der neu entstehenden Brüche (Abbildung 2-25c). Im Rahmen der numerischen Berechnungen kann die Abnahme von Zugrisen mit der beginnenden intrakristallinen Verformung in Beziehung gebracht werden. Eine Auswertung des Polyedervolumens (ohne Zwischenräume) in Abhängigkeit der Dehnung ergibt, dass plastische intrakristalline Verformungsprozesse bei Axialspannungen von etwa ~6 MPa einsetzen (Abbildung 2-25b). Diese Verformungsprozesse in den Polyedern führen zu einem Abbau innerer Spannungen, der die Bildungsrate von Zugrisen entlang der Korngrenzen verringert. Da die Bildung neuer Zugrisse damit unterbunden wird und eine volumenkonstante intrakristalline Verformung im Rahmen der Modellierungen angenommen wurde, können weitere plastische volumetrische Dehnungszuwächse über einen großen Spannungsbereich nicht stattfinden (vgl. Abbildung 2-24b). Unter hohen Axialspannungen wird schließlich die Fließgrenze zum Scherversagen der Korngrenzen erreicht, was zum makroskopischen Versagen der Probe führt.

Aus den Beobachtungen kann geschlussfolgert werden, dass grundlegende Verformungsprozesse in Form von Zugrisen mit Hilfe der Polyederstrukturen richtig abgebildet werden. Jedoch ist hinsichtlich der Wechselwirkungen zwischen intra- und interkristallinen Verformungsprozessen weiterer Forschungsbedarf notwendig. Im Rahmen dieses Vorhabens wurden recht einfache Stoffgesetze verwendet. Es stellt sich jedoch heraus, dass intra- und interkristalline Prozesse scheinbar ursächlich miteinander verknüpft sind. Im Rahmen weiterer Forschungsvorhaben muss daher gezeigt werden, inwiefern sich leistungsfähigere Stoffmodelle besser eignen, dieses Verformungsverhalten abzubilden.

2.4 Hydraulische Berechnungen

Im Rahmen des verwendeten Methodenkonzeptes werden die Wegsamkeiten im Steinsalz als Mikrorissssystem aufgefasst, das sich entlang der Krongrenzen (Gefügebrauflockerung) bildet. Demnach sind im verwendeten numerischen Ansatz der Diskrete-Element-Methode Strömungsprozesse nur zwischen den Blockstrukturen, d. h. entlang der Diskontinuitäten möglich. Da die Polyederstruktur das Mikrogefüge des Steinsalzes repräsentiert, wird die Gesamtpermeabilität durch die hydraulische Durchlässigkeit entlang der Krongrenzen simuliert. Ziel der hydraulischen Modellierungen ist die Bestimmung relevanter Kennwerte, mittels derer das hydraulische Verhalten von Steinsalz realitätsnah abgebildet werden kann. Die ermittelten Parameter bilden somit die Grundlage für die weiterführenden hydromechanischen Modellierungen.

Im Gegensatz zum Gesetz von Darcy, welches das Fließverhalten in einem porösen Gestein (d. h. einem Kontinuum) beschreibt, findet für Diskontinuitäten das Gesetz von Hagen-Poiseuille Verwendung. Bei diesem Ansatz wird der Transport eines Fluids zwischen zwei parallelen Platten beschrieben (Abbildung 2-26).

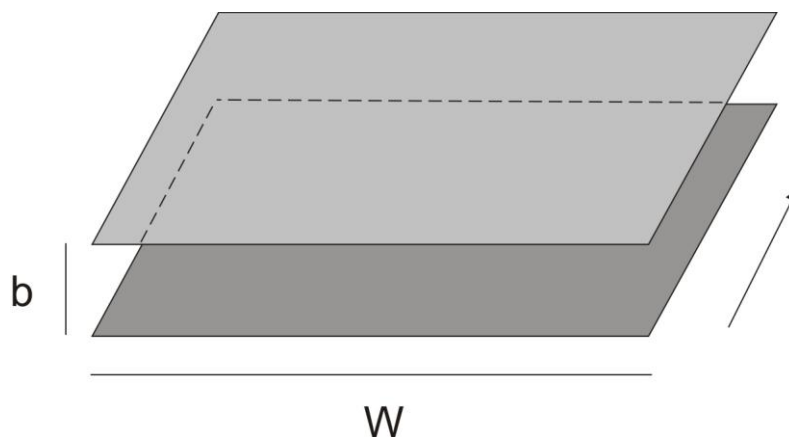


Abbildung 2-26: Paralleles Plattenmodell

Für eine laminare, zweidimensionale Strömung errechnet sich die hydraulische Durchlässigkeit k_f , d. h. das Wasservolumen $[m^3]$, das pro Zeiteinheit $[s]$ durch eine Querschnittsfläche $[m^2]$ fließt, aus:

$$k_f = \frac{\rho_{fluid} \cdot g \cdot b^2}{12\mu} \left[\frac{m^3}{s} \cdot \frac{1}{m^2} \right] \rightarrow \left[\frac{m}{s} \right] \quad (2-5)$$

$\rho_{fluid} [kg/m^3]$ = Dichte des Fluids
 $g [m/s^2]$ = Erdbeschleunigung.
 $\mu [kg/s \cdot m]$ = dynamische Viskosität
 $b [m]$ = Öffnungsweite

Die Fließrate Q einer einzelnen Diskontinuität errechnet sich aus dem Gesetz von Hagen-Poiseuille, auch als *cubic law* bezeichnet:

$$Q_{fracture} = \frac{\rho_{fluid} \cdot g \cdot b^2}{12\mu} \cdot A \cdot i \left[\frac{m^3}{s} \right] \quad (2-6)$$

$\rho_{fluid} [kg/m^3]$ = Dichte des Fluids
 $g [m/s^2]$ = Erdbeschleunigung
 $\mu [kg/s \cdot m]$ = dynamische Viskosität
 $b [m]$ = Öffnungsweite
 $A [m^2]$ = Querschnittsfläche ($b \cdot W$)
 $i = \partial h / \partial l [m/m]$ = hydraulischer Gradient
 $(h=1m=9810Pa)$

Anhand der Gleichung wird deutlich, dass die Fließrate einer Diskontinuität wesentlich von ihrer Öffnungsweite abhängt. Eine Verdopplung der Öffnungsweite führt zu einer Verachtfachung der Fließrate. Die hydraulischen Eigenschaften der Polyedermodelle werden somit wesentlich von der Öffnungsweite bestimmt, weshalb die Ermittlung einer geeigneten Öffnungsweite für hydraulische und hydromechanische Berechnungen essentiell ist.

2.4.1 Kalibrierung hydraulischer Parameter

In 3DEC ist das übergeordnete Element für das Strömungsmodell die Fließfläche (*flowplane*), die zwei Polyeder miteinander bilden. Die relevanten Gleichungen für das Strömungsmodell werden über die Dicke, d. h. die Öffnungsweite dieser Fläche integriert. Das Strömungsmodell setzt sich somit aus einem System aus planaren Polygonen zusammen, die einen dreidimensionalen Raum aufspannen. Die Fließfläche unterteilt sich nochmals in Fließzonen (*flowzones*) und Fließknoten (*fluidknots*), die sich aufgrund der Diskretisierung der Modelle ergeben. Im Fall einer Tetraederdiskretisierung kann ein an der Fließfläche liegender Tetraeder eine Fließzone mit den dazugehörigen Fließknoten bilden.

Um die hydraulische Durchlässigkeit bzw. die Permeabilität der Polyedermodelle zu ermitteln, ist es notwendig den flächenbezogenen Durchfluss q entlang der Modellränder nach folgender Beziehung zu bestimmen:

$$q = k_f \cdot i = \frac{Q}{A} \quad (2-7)$$

$A [m^2]$ = Querschnittsfläche der durchflossenen Fläche ($w \cdot h$)

Die Ermittlung der Fließrate Q erfolgt über die an den Modellrändern liegenden Fließzonen. Hierfür wurde eine FISH Routine entwickelt, welche die an den Modellrändern liegenden Fließknoten einer Fließfläche ermittelt und für die dazugehörige Fließzone die Fließrate bestimmt. Die Bestimmung der Fließrate einer Fließzone wird über die 3DEC interne Funktion *flowrate* realisiert, die die Öffnungsweite in den drei Fließknoten einer Fließzone mittelt und die Fließrate über das kubische Gesetz berechnet (Itasca 2007b). Die Berechnungen werden für jede Fließzone durchgeführt, bei der zwei von drei Fließknoten an den Modellrändern liegen. Anschließend wird die Fließrate einer Fließzone mit ihrer Länge multipliziert. Die Summe der Fließraten der Fließzonen an den Modellrändern wird anschließend durch die durchflossene Fläche geteilt, um den flächenbezogenen Durchfluss q zu ermitteln.

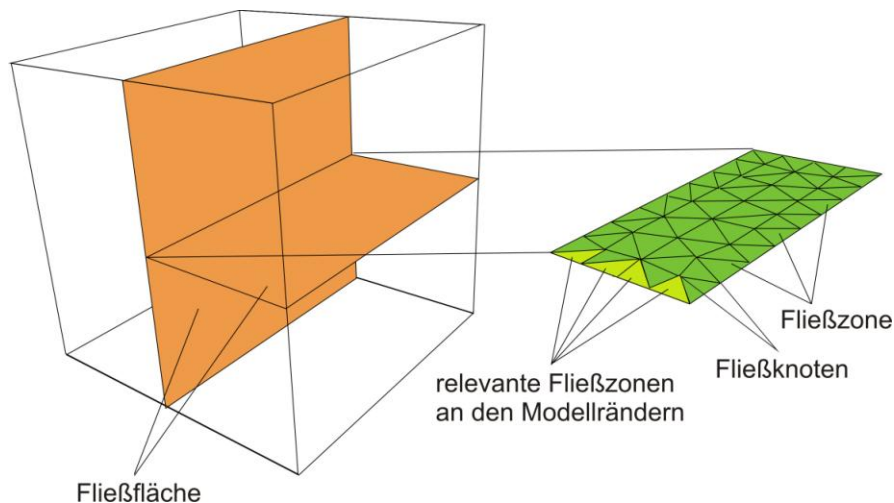


Abbildung 2-27: Darstellung der in 3DEC relevanten Elemente zur Berechnung der Fließrate.

Um die Implementierung des kubischen Gesetzes in 3DEC zunächst bewerten zu können, schließt sich in einem ersten Schritt ein Vergleich zwischen numerischen und analytischen Berechnungen an. Hierzu wurde ein einzelner Riss in einem zylindrischen Modellkörper für unterschiedliche Öffnungsweiten durchströmt (Abbildung 2-28). Für die analytischen und numerischen Berechnungen wurde die dynamische Viskosität des Wassers mit 0,001 kg/ms und die Dichte des Wassers mit 1000 kg/m³ angenommen. Der hydraulische Gradient wird durch Randbedingungen in Form unterschiedlicher, aber konstanter Druckhöhen auf den beiden Stirnflächen aufgebracht. An den Mantelflächen findet kein Zufluss oder Abfluss statt, sie sind undurchlässig. Als hydraulischer Gradient wurde ein Einheitsgradient von 1 m/m (9810 Pa/1 m) angenommen, so dass aus dem flächenbezogenem Durchfluss q indirekt die hydraulische Durchlässigkeit k_f abgeleitet werden kann (vgl. Formel (2-7)). Zur Ermittlung des Gleichgewichtszustandes wurde als Parameter die Änderung des Porendruckes über die Zeit aufgenommen. Als Abbruchkriterium für quasi stationäre Strömungsverhältnisse wurde angenommen, wenn die Änderungsrate des Porendrucks in etwa Null wird.

Die Rechnungen zeigen eine gute Übereinstimmung zwischen analytischen und numerischen Berechnungen. Des Weiteren ist der Einfluss der Öffnungsweite auf die hydraulische Durchlässigkeit deutlich zu erkennen.

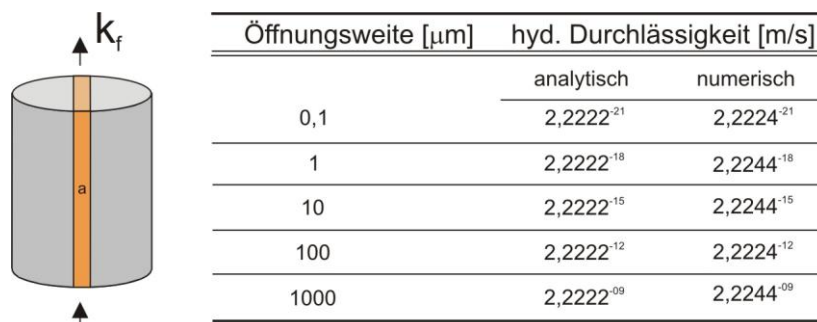


Abbildung 2-28: Vergleichende analytische und numerische Berechnungen für unterschiedliche Öffnungsweiten einer Einzelkluft.

In einem weiteren Schritt wurde die Polyederstruktur auf ihr Durchströmungsverhalten untersucht, mit dem Ziel eine geeignete Öffnungsweite zu ermitteln, die Permeabilitäten realer Steinsalzproben entsprechen. Die in Laborversuchen ermittelte mechanische Öffnungsweite kann dabei eine Grundlage darstellen, muss jedoch nicht der im kubischen Gesetz verwendeten hydraulischen Öffnungsweite entsprechen, da das Plattenmodell eine idealisierte Form der Natur darstellt (z. B. Witherspoon et al. 1980, Berkowitz 2002). Die Oberflächen von Diskontinuitäten sind in der Regel rau und unregelmäßig ausgebildet, so dass die im kubischen Gesetz verwendete (hydraulische) Öffnungsweite nicht mit dem real gemessenen Abstand zwischen zwei Diskontinuitäten (mechanische Öffnungsweite aus z. B. Dünnschliffuntersuchungen) gleichzusetzen ist. Vielmehr müssen die Öffnungsweiten auf indirektem Wege ermittelt werden, in dem die numerisch berechneten hydraulischen Durchlässigkeiten durch Variation der hydraulischen Öffnungsweite (unter einer realistischen Polyeder-Struktur) an Ergebnisse aus Laborversuchen angepasst werden.

Da die hydraulische Durchlässigkeit neben den Gesteinseigenschaften (d. h. der Geometrie des Rissystems) von den Eigenschaften des durchströmenden Mediums abhängt, wird zur Quantifizierung der Durchlässigkeit der Polyeder in diesem Fall die Permeabilität angegeben. Die Permeabilität ist eine gesteinspezifische Konstante, die die Beschaffenheit eines Porensystems bzw. Rissystems unabhängig von den Fluideigenschaften des durchströmenden Mediums beschreibt (Hölting & Coldewey 2005). Die Permeabilität k (Einheit in Darcy = 10^{-12} m²) und die hydraulische Durchlässigkeit k_f sind durch folgende Gleichung verknüpft:

$$k = \frac{k_f \cdot \mu}{\rho_{fluid} \cdot g} \rightarrow [m^2]$$

$\rho_{fluid} [kg/m^3]$ = Dichte des Fluids

$g [m/s^2]$ = Erdbeschleunigung

$\mu [kg/s \cdot m]$ = dynamische Viskosität

$k_f [m/s]$ = hydr. Durchlässigkeit

(2-8)

2.4.2 Ergebnisse

Analog zu den mechanischen Untersuchungen wurden zunächst die in Kapitel 2.2.3.1 beschriebenen Polyedermodelle in Zylinderform verwendet. Jedoch stellte sich die Verwendung solcher Modelldimensionen für hydraulische Berechnungen als nicht praktikabel heraus, da die Zeitspanne bis zum Erreichen stationärer Verhältnisse für eine Rechnung im Bereich mehrerer Wochen lag. Für weiterführende hydraulische Berechnungen wurden daher kleinere Probendimensionen verwendet, mit einem Probendurchmesser von 20 mm und einer Länge von 40 mm. Darüber hinaus zeigte sich, dass Unterschiede in dem flächenbezogenen Durchfluss der unteren und der oberen Stirnfläche bestehen. Teilweise weichen die berechneten Werte um das doppelte ab. Nach dem Kontinuitätsgesetz müssen sich jedoch die ermittelten Fluidmengen an beiden Rändern bei Annahme impermeabler Mantelflächen gleichen. In erster Näherung wurde der obere Modellrand zur Permeabilitätsberechnung verwendet. Allerdings sollte das Durchströmungsverhalten der Polyederstrukturen unter Berücksichtigung der beschriebenen Problematik in weiteren Studien detailliert untersucht werden.

Die Ergebnisse zu den Durchströmungsmodellierungen sind in Abbildung 2-29 dargestellt. Eine hydraulische Öffnungsweite von 0,1 μm führt zu einer aus der Literatur bekannten Permeabilität für ungeschädigtes Steinsalz in der Größenordnung von 10^{-19} - 10^{-20} m^2 .

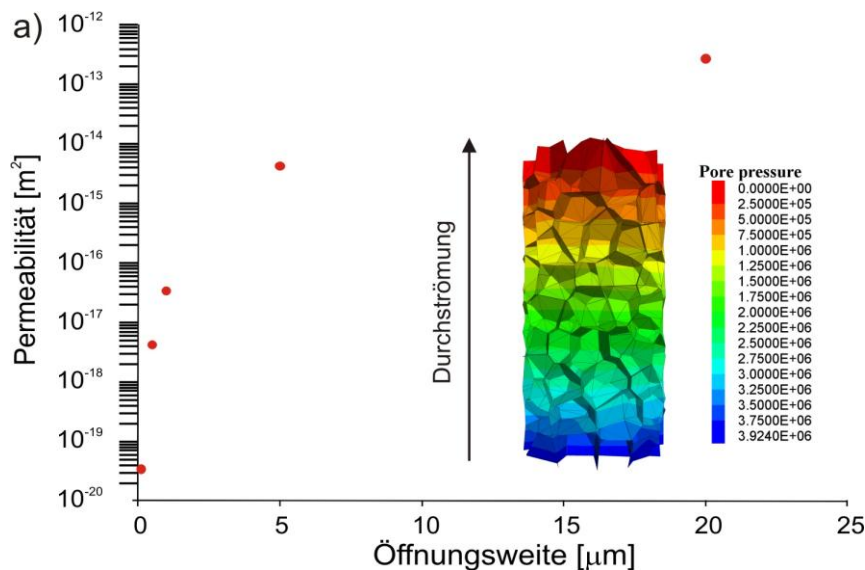


Abbildung 2-29: Darstellung der verwendeten Polyederstruktur (Fließflächen) nach Berechnung zum stationärem Strömungszustand und Berechnung der Permeabilität für verschiedene hydraulische Öffnungsweiten (0,1 μm , 0,5 μm , 1 μm , 5 μm und 20 μm).

In der Literatur werden aus Dünnschliffuntersuchungen abgeleitete mechanische Öffnungsweiten von unbelasteten Asse-Speisesalz mit 1-5 μm angegeben (Pusch et al. 2002). Der Unterschied um eine Größenordnung lässt sich damit begründen, dass der Transportmechanismus für intaktes ungeschädigtes Steinsalz mit Permeabilitäten unterhalb 10^{-20} m^2 nicht auf Strömungsprozessen im Rissystem beruht, sondern auf Diffusionsprozesse zurückzuführen ist (Alkan & Müller 2008). Demnach ist die Anwendbarkeit des kubischen Gesetzes in Form einer Strömung entlang der Korngrenzen für ungeschädigtes Steinsalz nur sehr eingeschränkt möglich. Gleichwohl zeigt sich, dass mit zunehmender Schädigung die Anwendbarkeit des kubischen Gesetzes zulässig ist und auf geschädigtes Steinsalz übertragbar ist. So sind aus der Literatur für geschädigtes Asse-Speisesalz mechanische Öffnungsweiten von bis zu 100 μm zu messen, wobei Öffnungsweiten unterhalb 10 μm dominieren (Pusch et al. 2002). Im Rahmen der numerischen Modellierungen führen hydraulische Öffnungsweiten von 1-5 μm für geschädigtes Steinsalz zu realistischen Permeabilitätswerten von 10^{-15} - 10^{-17} m^2 . Zumal die aus Dünnschliffen abgeleitete mechanische Öffnungsweiten aufgrund der Oberflächenbeschaffenheit der Risse größere Werte annehmen, als die letztendlich im Modell verwendeten hydraulischen Öffnungsweiten (Hakami & Larsson 1996). Ferner muss auch bedacht werden, dass die Polyederstrukturen unter Verwendung einer mittleren, repräsentativen Korngröße für Asse-Speisesalz generiert wurden und somit weitgehend eine modellhafte Vereinfachung des komplexen Mikrogefüges darstellen.

2.5 Hydraulisch-mechanische Berechnungen

Steinsalz weist im ungeschädigten Zustand ein kristallines Korngefüge auf, das sich bei Belastung über die Schädigungsgrenze weitert und zu einer Permeabilitätssteigerung des ursprünglich dichten Mikrogefüges führt. Die Permeabilität steigt dabei jedoch erst bei einer bestimmten Rissdichte an, da erst dann ein vernetztes Rissgefüge vorliegt. Die bisher vorgenommenen hydraulischen Berechnungen zur Ermittlung geeigneter Rissöffnungsweiten gehen jedoch von einem bereits bestehenden Rissnetzwerk mit konstanten Rissöffnungsweiten aus. Infolgedessen resultiert die numerisch berechnete Permeabilität auf der Öffnungsweiten einer jeden Korngrenze. Aussagen über das Perkolationsverhalten aufgrund geöffneter und ungeöffneter Risse können aus diesem Grund mit rein hydraulischen Untersuchungen nicht getroffen werden.

Um die Wechselbeziehung zwischen Permeabilität und Rissvernetzung mit zunehmender Spannung zu untersuchen, wurde ein Durchfluss in ungebrochenen Kontakten ausgeschaltet und eine konstante hydraulische Öffnungsweite von 5 µm für alle Korngrenzen angenommen. Die hydraulische Durchlässigkeit wird auf diese Weise ausschließlich durch die Risskonnektivität kontrolliert, da ein Durchfluss entlang der Korngrenzen durch eine konstante hydraulische Öffnungsweite nach Aufbrechen der Bindungskontakte limitiert ist. Das mechanische Verformungsverhalten entlang der Korngrenzen, d. h. die mechanische Öffnungsweite, wird durch das Setzen einer fixen hydraulischen Öffnungsweite nicht beeinflusst.

Hydraulische Berechnungen wurden im Kompressionsversuch durchgeführt indem die mechanischen Berechnungen in regelmäßigen Abständen unterbrochen wurden und Permeabilitätsberechnungen ausgeführt wurden. Der anliegende hydraulische Gradient übt somit keinen Einfluss auf das mechanische Verformungsverhalten aus. Des Weiteren wurden recht kleine Polyedermodelle verwendet. Intrakristalline plastische Prozesse fanden in den Berechnungen keine Berücksichtigung. Eine Verformung wird somit ausschließlich durch intra- und interkristalline elastische Prozesse sowie plastische Verformungsprozesse zwischen den Korngrenzen realisiert. Ziel ist die Überprüfung inwieweit ein Permeabilitätsanstieg aufgrund einer spannungsabhängigen Rissvernetzung mittels der Diskreten Element Methode unter Verwendung der Polyederstrukturen möglich ist. Vor diesem Hintergrund werden die vorgenommenen Änderungen als unerheblich betrachtet.

2.5.1 Ergebnisse

Obwohl sich die verwendete Parameterkombination zu der in Kapitel 2.3.2.1 gleicht (vgl. Abbildung 2-20), sind deutlich höhere Druckfestigkeiten von bis zu 30 MPa zu erkennen. Die großen Druckfestigkeiten sind durch die recht kleinen Modelldimensionen zu erklären. Im Verhältnis zur Modellgröße sind die Polyeder äußerst groß, so dass Bruchwege durch die Polyedervolumen in ihrer Ausbreitung behindert werden.

Generell zeigt sich eine Dilatanzgrenze, die deutlich im Vorfeld der Spitzenfestigkeit liegt und auf die Bildung von Zugrissen zurückzuführen ist (Abbildung 2-30a). Zu Beginn der Belas-

tung sind wenige Risse erkennbar (Abbildung 2-30b), so dass sich aufgrund einer fehlenden Vernetzung kein Porendruckgradient über die Probe einstellen kann und dementsprechend keine Permeabilität nachgewiesen werden kann (Abbildung 2-30c). Bei weiterer Belastung vernetzen sich die Risse und als Folge ist ein sprunghafter Anstieg der Permeabilität zu beobachten. Im weiteren Verlauf steigt die Permeabilität auf Werte von bis zu 10^{-15} m^2 an und erreicht die zu erwartenden Werte für eine Probe mit konstanter hydraulischer Öffnungsweite von $5 \mu\text{m}$ (vgl. Abbildung 2-29). Ein mit der Schädigung verbundener Permeabilitätsanstieg ist deutlich im Vorfeld der Dilatanzgrenze zu beobachten. Ergebnisse aus Laborversuchen zeigen jedoch, dass ein Anstieg erst mit oder nach der Dilatanzgrenze nachzuweisen ist. Auch eine visuelle Beurteilung der Rissysteme lässt eine durchdringende Vernetzung erst deutlich später vermuten.

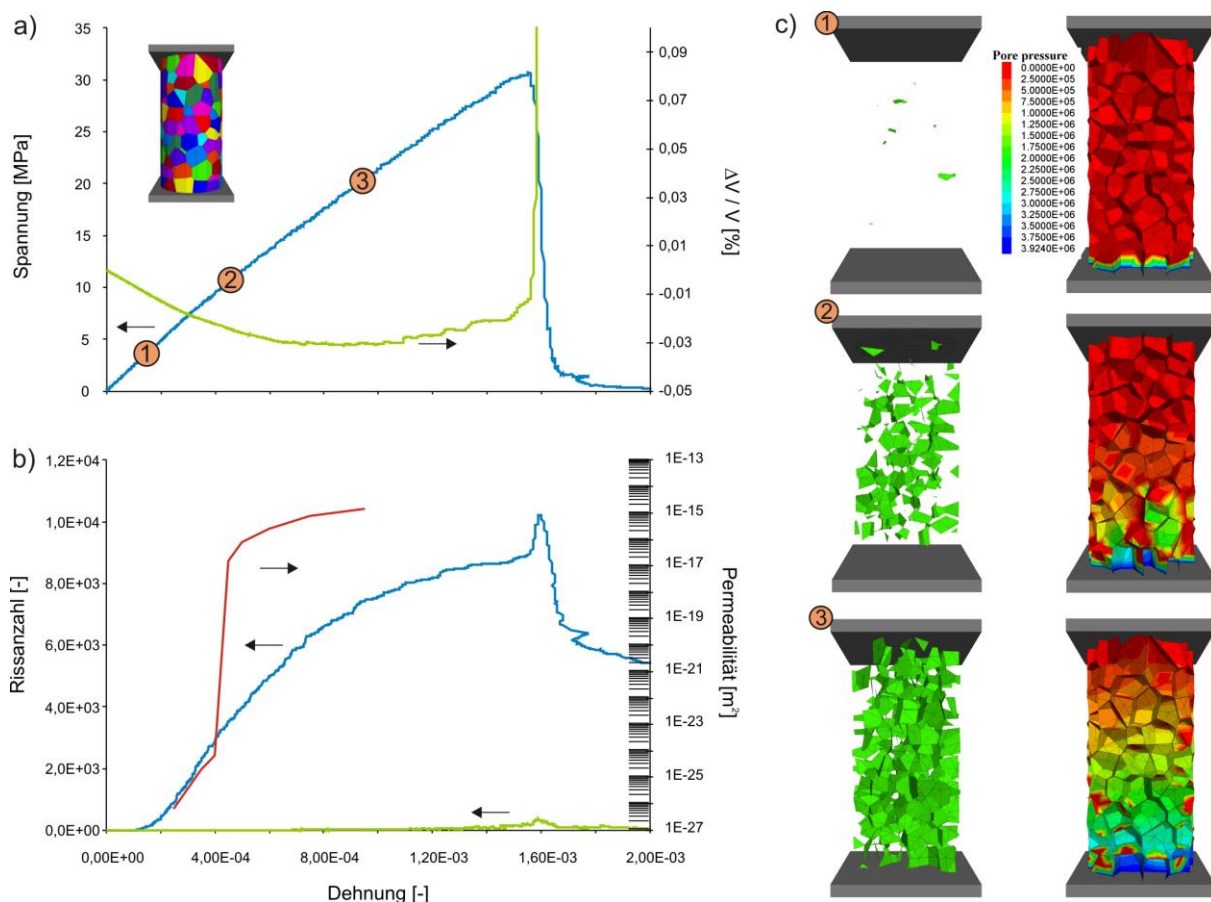


Abbildung 2-30: Darstellung des Spannungsverlaufes und der volumetrischen Verformung in a) sowie der Rissanzahl und der Permeabilität in b).

In c) sind für verschiedene Verformungszustände die Schädigungsbilder (vollständig gebrochene Kontaktflächen, d. h. aller Bindungspunkte) sowie die dazugehörigen Porendrücken dargestellt.

Dieses Durchströmungsverhalten ist möglicherweise auf das in 3DEC verwendete Strömungsmodell zurückzuführen. Ein Riss, d. h. eine Fläche zwischen zwei Polyedern, setzt sich aus einzelnen Fließzonen und Fließknoten zusammen. Erreicht nur ein Fließknoten einer Fließzone die Bruchgrenze, findet in dieser Zone bereits ein Durchfluss statt, da sich die

Öffnungsweite einer Zone aus den Öffnungsweiten der einzelnen Knoten mittelt. Demnach kann eine aus Fließzonen zusammengesetzte Fläche bereits durchströmt werden, auch wenn noch nicht alle Kontaktpunkte der Fläche die Fließgrenze erreicht haben (Abbildung 2-31).

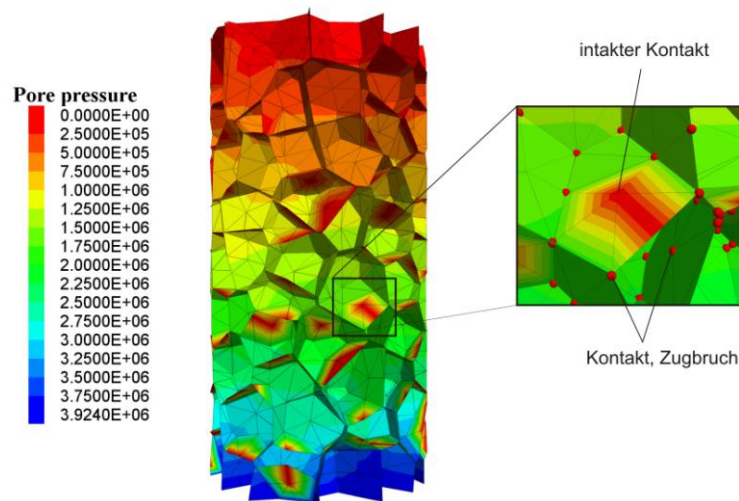


Abbildung 2-31: Durchströmung von Polyederflächen mit teilweise gebrochenen Kontaktpunkten (Fließknoten).

Demnach richtet sich das Perkulationsverhalten in 3DEC nicht nach der Vernetzung vollständig gebrochener Polyederflächen, sondern vielmehr nach der Vernetzung einzelner Fließzonen bzw. den dazugehörigen Fließknoten. Da die Anzahl der Fließknoten und Fließzonen ferner eine Funktion der Diskretisierung sind, spielt sicherlich auch der Vernetzungsgrad der Modelle einen entscheidenden Einfluss. Darüber hinaus sollte bedacht werden, dass die verwendeten Polyedermodelle zur Bestimmung des Perkulationsverhaltens aufgrund der Rechendauer besonders klein gewählt werden mussten und somit nur wenige Polyederflächen (Fließflächen) enthalten. Eine schnelle Vernetzung ergibt sich somit alleine durch die geringe Anzahl der Fließflächen. In weiteren Untersuchungen muss daher der Einfluss der Modellgröße und der Diskretisierungsgrad auf die Perkulationsschwelle eingehender untersucht werden.

Insgesamt wird die Perkulationsschwelle im Strömungsmodell von 3DEC äußerst früh erreicht wird. Gegenüber einem Ansatz welcher nur ganze Flächen betrachtet (z. B. ein geometrisches Perkulationsmodell), kann sich eine integrale Vernetzung aufgrund eines Durchflusses in nur teilweise geschädigten Bereichen einer Polyederfläche schneller einstellen.

2.6 Abschließende Betrachtung

Erfahrungen aus bestehenden Untertagedeponien im Steinsalz zeigen, dass die integrale Permeabilität einer geotechnischen Barriere maßgeblich durch die Auflockerungszone bestimmt wird. Da Mikrorisse für eine Gefügauflockerung verantwortlich gemacht werden, wird

eine mikro-skalige Beschreibung hydromechanischer Prozesse als essentiell angesehen. Die Modellbildung und Entwicklung eines Programmpaketes zur Visualisierung der Schädigungsprozesse und Quantifizierung der Permeabilitätserhöhung bildete daher den Schwerpunkt dieses Kapitels.

Es wurde ein Ansatz unter Anwendung der Diskreten-Element-Methode (DEM) verwendet, welcher den Vorteil hat, dass Risse als Strukturelemente in das Modell eingebunden werden und nicht nur, wie häufig bei kontinuumsmechanischen Modellen, durch eine Modifikation der Materialeigenschaften realisiert werden. Für eine Abbildung des kristallinen Mikrogefüges von Steinsalz wurden Polyederstrukturen, so genannte Voronoipolyeder, verwendet. Gegenüber dem im Bereich der DEM häufig genutzten Particle Flow Code haben Polyederstrukturen den Vorteil, dass Verzahnungen, wie sie zwischen Körnern und Korngrenzen in realen Strukturen vorzufinden sind, realistisch abgebildet werden können. Die detaillierte Beschreibung einer Vielzahl individueller Strukturelemente führt jedoch dazu, dass ein diskretes System, insbesondere unter Verwendung von Polyederstrukturen, im Vergleich zu einem kontinuumsmechanischen Modell einen höheren numerischen Rechenaufwand mit sich bringt. Damit diskrete Systeme praktisch lösbar bleiben, findet generell eine Verkleinerung des Betrachtungsraumes statt. Eine vollständige hydromechanische Modellierung der ALZ auf Korngrößenebene unter Simulation aller physikalischen Prozesse wird somit auch mittelfristig eine Herausforderung darstellen. In Entwicklung befindliche Aktualisierungen im Programmcode von 3DEC zur Mehrkernprozessor-Unterstützung sowie geometrische Optimierungen bei der Polyedergenerierung (Problematik kleiner Kanten bei der Diskretisierung) lassen hier deutliche Geschwindigkeitssteigerungen erwarten. Die Anwendbarkeit von Polyederstrukturen zur Beschreibung ganzer Auflockerungszonen hängt somit wesentlich von der softwaretechnischen sowie hardwaretechnischen Weiterentwicklung ab.

Zum anderen ergeben sich aber auch weitere Fragestellungen, die unabhängig von softwaretechnischen und hardwaretechnischen Problemstellungen bestehen und eine weitere Anpassung der Polyederstrukturen an das komplexe Verformungsverhalten von Steinsalz vorsehen. Da derartige Untersuchungen generell im Labormaßstab durchgeführt werden, sind Optimierungen und Weiterentwicklungen der Polyederstrukturen bereits realisierbar. In diesem Zusammenhang muss insbesondere gezeigt werden, in wie weit das kristalline Mikrogefüge von Steinsalz mittels einer stochastisch generierten Polyederstruktur aus geraden Korngrenzen abgebildet werden kann. Wünschenswert wäre ein Vergleich der Korngefüge realer Steinsalzproben auf Basis mikroskopischer Gefügeuntersuchungen (z. B. Zimmer 2001) mit generierten Polyederstrukturen. Mittels mikroskopischer Gefügeuntersuchungen könnten die Polyederstrukturen entsprechend bestimmter Gefügeparameter wie z. B. Korngrößenverteilung und Korngrenzenorientierung weiter angepasst werden, um eine höhere Übereinstimmung mit realen Steinsalzproben zu erhalten. Zudem könnte auf diese Weise der Einfluss der Probenstruktur auf die Schädigungs- und Dilatanzgrenze untersucht werden. Systematische Untersuchungen zu diesem Zusammenhang fehlen für Steinsalz bisher (Pusch et al. 2002).

Des Weiteren gilt es zu bedenken, dass der methodische Ansatz mittels der Polyederstrukturen eine Gefügauflockerung ausnahmslos entlang der Korngrenzen vorsieht. Obwohl nach

Popp et al. (2001) bei fein- bis mittelkörnigem Steinsalz eine Gefügeschädigung vorwiegend zwischen den Korngrenzen angenommen werden kann, stellt sich die Frage, inwieweit eine untergeordnet stattfindende intrakristalline Rissentwicklung das mechanische und insbesondere das hydraulische Verhalten beeinflussen kann. Nicht zuletzt sollte der Ansatz auch auf grobkörniges Steinsalz mit einer intrakristallinen Rissbildung übertragbar sein. Eine Möglichkeit wäre die Aufteilung der Salzkörner/ Polyeder in wiederum kleinere Polyeder an deren Subkorngrenzen eine intrakristalline Rissentwicklung verwirklicht werden kann. Die Software zur Polyedergenerierung müsste angepasst werden; entsprechende Testmodelle der TU Freiberg sind bereits in der Entwicklung (Walter et al. 2009).

Weiterer Entwicklungsbedarf ergibt sich bezüglich der Abbildung des grundsätzlichen Verformungsverhaltens von Steinsalz, da alle physikalischen Prozesse bisher nur unzureichend abgebildet wurden. Vorrangiges Ziel lag zunächst nicht in der exakten Nachrechnung von Laborversuchen, sondern in der Überprüfung, inwieweit sich die Polyederstruktur in Verbindung mit der Modellierungssoftware 3DEC eignet, um die grundlegenden Bruchprozesse und eine damit einhergehende Zunahme der Permeabilität abzubilden. Um das Potential der Polyedermodelle zu testen, wurden zunächst recht einfache Stoffmodelle verwendet. Bezüglich der elastoplastischen Verformungsprozesse entlang der Korngrenzen wurde ein lineares Mohr-Coulomb-Gesetz verwendet. Die hergeleiteten Parameter des verwendeten linearen Mohr-Coulomb-Gesetzes liefern jedoch nur für relativ geringe Einspannungen zufriedenstellende Ergebnisse. Unter den bergmännisch üblichen Teufendruckbedingungen muss für Salzgesteine eine Nichtlinearität berücksichtigt werden, so dass das lineare Mohr-Coulomb'sche Bruchkriterium nur eine sehr grobe Näherung darstellt und in weiteren Modellierungen angepasst werden sollte (Günther et al. 2007b).

Hinsichtlich der beobachteten bruchhaften Deformationsmechanismen und die Wechselwirkung mit intrakristallinen Prozessen ergeben sich ebenfalls Fragestellungen. Die Ergebnisse der mechanischen Berechnungen für uniaxiale Druckversuche zeigen, dass dilatante Prozesse vorwiegend durch Zugrisse hervorgerufen werden, während Scherrisse erst bei der Makrobruchbildung eine Rolle spielen. Die aus Laborversuchen beschriebenen Bruchmodi sind z.T. konträr, so dass eine Validierung der numerischen Ergebnisse schwer fällt. Es gibt jedoch Hinweise, dass vorwiegend Zugrisse für eine Gefügeschädigung verantwortlich sind, da Risse vornehmlich in axialer Richtung orientiert sind und es selbst bei Triaxialversuchen keinen Beleg auf die Ausbildung einer Scherfläche gibt (Zang et al. 2000, Manthei 2004). Ein derartiges Bruchbild ist in Übereinstimmung mit den numerischen Modellierungen. Bei weiterer Belastung nimmt die Bildungsrate von Zugrissen jedoch ab, was im Zusammenhang mit einer beginnenden intrakristallinen Verformung steht. Letztendlich muss daher überprüft werden, inwiefern die ursächlichen Mechanismen zur Rissbildung mit Hilfe der Polyedermodelle abgebildet wurden. Ein direkter Vergleich von akustischen Emissionen mit den Ergebnissen der Modellierungen unter Berücksichtigung des Mikrogefüges könnte hier entscheidende Erkenntnisse liefern.

Des Weiteren wurden Einflüsse des zeitabhängigen Kriechens, d. h. viskose Verformungsprozesse, vorläufig nicht in die Modellierungen einbezogen. Leistungsfähige Stoffmodelle bestehen jedoch bereits für die Modellierungssoftware FLAC in einer programmkompatiblen Programmiersprache (Hampel et al. 2007), so dass eine Übertragbarkeit der Stoffmodelle

auf die Software 3DEC möglich ist. Da mittels der DEM Bruchprozesse entlang der Polyedergrenzen mit eigenständigen Stoffgesetzen beschrieben werden, müssen aus den angesprochenen Stoffmodellen nur die Ansätze der rein viskosen Beschreibungen übernommen werden, um ein entsprechendes Verformungsverhalten für die Polyeder zu ermöglichen.

Bezüglich der hydraulischen Berechnungen ergeben sich ebenso einige Fragestellungen. Eine Permeabilitätszunahme aufgrund einer ansteigenden Rissanzahl ist mittels 3DEC nachweisbar. Aufgrund der Rechendauer mussten jedoch Einschnitte hinsichtlich der Modellierungstiefe gemacht werden, indem recht kleine Modelle verwendet wurden. Eine Charakterisierung des Perkulationsverhaltens ist jedoch mit den verwendeten Modelldimensionen nur sehr eingeschränkt möglich. Eine praktikable Durchführung hydraulischer Berechnungen an größeren Modellen steht im Zusammenhang mit einer weiteren geometrischen Optimierung der Polyedermodelle und einer damit verbundenen Verbesserung der Zeitschrittweitensteuerung. Des Weiteren ist für das nächste Programmupdate von 3DEC ein verbesserter Algorithmus zur Strömungsberechnung angekündigt.

Des Weiteren sollte die Anwendung des kubischen Gesetzes auf mikroskalige Korngrenzen untersucht werden. Das verwendete kubische Gesetz mit Annahme glatter Risswandungen stellt eine idealisierte Form der Natur dar und die Gültigkeit wird zumindest für makroskalige Klüfte vielfach angezweifelt (Witherspoon et al., 1980, Berkowitz 2002). Steinsalz kann unterschiedliche Formen der Korngrenzen zeigen, so dass die Korngrenzengeometrie einen Einfluss sowohl auf das mechanische als auch das hydraulische Verhalten haben kann. Gefügeuntersuchungen an Dünnschliffen könnten dazu beitragen, dieses Verhalten besser abzuschätzen.

Zusammenfassend lässt sich aus den Ergebnissen der Arbeit schließen, dass mittels 3DEC und den Polyedermodellen zur Abbildung der Mikrogefüges von Steinsalz ein Programmpaket gefunden wurde, um relevante mikromechanische Schädigungsprozesse zu visualisieren und eine damit verbundene Permeabilitätssteigerung zu untersuchen. Gegenüber einem kontinuumsmechanischen Code wird im verwendeten diskreten Modell das Verformungsverhalten mikromechanisch aufgelöst, so dass hinsichtlich der Wahl geeigneter Stoffmodelle und deren Kennwertermittlung ein höherer Arbeitsaufwand getätigt werden muss. Die Kalibrierungsarbeiten zur Kennwertermittlung geeigneter Stoffmodellparameter stellen insgesamt eine sehr anspruchsvolle Aufgabe dar, da ein generelles Vorgehen zur Kennwertermittlung nicht besteht und die Entwicklung entsprechender methodischer Ansätze Gegenstand aktueller Forschung sind (Baumgarten & Konietzky 2010, Kazerani & Zhao 2010, Yoon et al. 2010, Kazerani et al. 2011). Des Weiteren konnte das Verformungsverhalten von Steinsalz bisher nicht in der Gesamtheit abgebildet werden; viskose Verformungsprozesse sind bislang nicht implementiert. Es ist daher weiterer Entwicklungsbedarf hinsichtlich der Polyederstrukturen erforderlich, um alle physikalischen Prozesse hinreichend genau abbilden zu können.

Zudem wird auch in Zukunft die Simulation der Injektion von Wasserglas in ein reales Riss-system auf Korngrößenebene eine Herausforderung darstellen. Im Hinblick auf den geforderten Nachweis für die Abdichtung einer Auflockerungszone sind entsprechende nu-

merische Berechnungen jedoch erforderlich. Ein möglicher Weg sieht den Transfer der aus den Polyedermodellen gewonnenen Informationen zum Strömungsverhalten auf eine größere Ebene vor. Für großräumige Modellierungen wird auf einen Kontinuumscode zurückgegriffen, der aus den Polyederstrukturen abgeleitete Reduktionsfaktoren beinhaltet. Auf diese Weise können Aussagen getroffen werden, inwieweit die Auflockerungszone bei einem Injektionsvorgang tatsächlich erfasst wird. Aktuell können jedoch aus numerischer Sicht entsprechende Empfehlungen für die bautechnische Realisierung der Vergütung der ALZ bei der Errichtung von Verschlussbauwerken nicht erfolgen. Dennoch liefert der entwickelte methodische Ansatz die Grundlage für die Simulation der Injektion von Wasserglas in ein reales Rissystem. Die Simulation der in der ALZ ablaufenden hydromechanischen Prozesse auf Korngrößenebene wurde in dieser Art und Weise noch nicht verwirklicht. Die Vielzahl der Publikationen zeigt zudem, dass aktuell großes Interesse an der Weiterentwicklung diskreter Modelle besteht, mit der bruchmechanische Fragestellungen im Korngrößenmaßstab gelöst werden können. Die durchgeführten Modellierungen haben somit Modellcharakter in Bezug auf eine fundierte Bewertung hydromechanischer Prozesse der ALZ.

3 Versuchsprogramm zur Untersuchung von Wasserglas als Injektionsmittel für Salzgesteine

Poren-, Kluft- bzw. Riss- und Kontaktinjektionen erfolgen zumeist mit dem wesentlichen Ziel, die Durchlässigkeit des Injektionsgrundes gegenüber Gasen und/oder Lösungen zu reduzieren. Zum Auffüllen größerer Hohlräume, wie Klüfte werden bevorzugt Suspensionen eingesetzt. Sofern Risse mit geringer Öffnungsweite zu versiegeln sind und hohe Anforderungen an die Permeabilität bestehen, kommen partikelfreie Injektionsmittel, wie Wassergläser zum Einsatz. Nach der DIN EN 12715 muss bei der Planung der Arbeiten und bei der Auswahl des Injektionsmittels die Verträglichkeit mit dem Baugrund und die Dauerhaftigkeit (Beständigkeit) der Injektion berücksichtigt werden. Eine ausreichende Verträglichkeit und Dauerhaftigkeit ist gegeben, wenn die Anforderungen an die Dichtigkeit mit Hilfe von Permeabilitätsmessungen nachgewiesen werden können. Bestehen jedoch Anforderungen an die Dichtigkeit über sehr lange Nachweiszeiträume, muss das chemisch-mineralogische Verhalten des Injektionsgutes im Verbund mit dem Injektionsgrund bekannt sein, um Veränderungen der Injektion prognostizieren zu können. Maßgeblich ist dann eine hinreichend geringe Löslichkeit der Reaktionsprodukte.

Die DIN EN 12715 geht davon aus, dass die Injektionsmittel von sich aus erhärten (z. B. Zementsuspensionen) oder im Verlauf der Injektionsarbeiten mittels eines Reagens (z. B. Härter) in einen Endzustand überführt werden. Beim Einsatz von Wasserglas in Evaporitgesteinen wird jedoch auf den Einsatz von Reagens verzichtet, da die Salzminerale der Gesteine mit Wassergläsern reagieren und als Härter fungieren. Die in Kontakt tretenden hochsalinen Lösungen können ebenso als Härter eingestuft werden und zu Phasenneu- oder -umbildungen führen. Aus diesem Grund sind die im Folgenden beschriebenen Untersuchungen in Bezug auf die Verträglichkeit mit dem Baugrund (Evaporitgestein) und die Dauerhaftigkeit der Rissverfüllung von besonderer Relevanz.

Zum grundsätzlichen Verständnis der Laboruntersuchungen wird auf die Zusammensetzung der Wassergläser eingegangen, bevor der allgemeine Kenntnisstand zur Reaktion von Wasserglas mit Halit bzw. Steinsalz dargestellt wird. Die Auswertung der Literaturdaten zeigt, dass die Datenbasis zur Bewertung der Löslichkeit der Reaktionsprodukte für eine vollumfängliche Bewertung der Dauerhaftigkeit (Langzeitstabilität) nicht ausreicht. Dieses Defizit war der Anlass für die durchgeführten Laboruntersuchungen. Bei den Untersuchungen wurde zunächst das Verhalten von Wasserglas im Kontakt mit Steinsalz betrachtet.

3.1 Ermittlung der Reaktionsmechanismen

3.1.1 Wasserglas

Bei Wassergläsern handelt es sich um eine Stoffgruppe, die im Bereich der Technik eine vielfältige Verwendung findet, z. B. zur Bodenstabilisierung, bei der Sanierung von Bauobjekten, bei der Bauwerks- und Steinkonservierung oder als Injektionsmaterial. Im Folgenden wird auf die Zusammensetzung dieser Stoffe eingegangen.

3.1.1.1 Chemische Zusammensetzung

Wasserglas ist die Bezeichnung für Alkalisilikate, d. h. für chemische Systeme die aus Na_2O (Natronwasserglas) bzw. K_2O (Kaliwasserglas) und Anionen der Kieselsäure bestehen. Das Verhältnis der Alkalimetalle zu Silicium wird als Molverhältnis SiO_2 zu Na_2O bzw. SiO_2 zu K_2O beschrieben und liegt bei gewöhnlichem Natron- bzw. Kali-Wasserglas im Bereich von 3,3 bis 3,5. Wassergläser mit einem höheren Verhältnis werden als siliciumreich oder hochsiliciumreich bezeichnet. In Anlehnung an die Terminologie für konventionelle Gläser bestehen sie aus einem Netzwerk- oder Glasbildner (SiO_2 -Komponente) sowie Na_2O oder K_2O als Netzwerk- oder Glaswandler. Vom gewöhnlichen Kalk-Natron-Glas unterscheiden sie sich besonders durch das Fehlen der CaO -Komponente, während im Vergleich zum Quarzglas Na_2O als weiterer Bestandteil hinzukommt.

In Folge chemischer Reaktionen, wie sie die Gleichungen (3-1) und (3-2) beschreiben, sind wässrige Lösungen der Alkalisilikate alkalisch. Der pH-Wert der Lösungen ist abhängig vom Mengenverhältnis der Bestandteile Na_2O bzw. K_2O und SiO_2 , ist aber in jedem Fall mit Werten größer pH 10 im mittel- bis stark alkalischen Bereich.



In wässrigen Lösungen bildet das Silicium Kolloide und/oder liegt in gelöster Form vor. Die aus negativ geladenen Si-OH-Gruppen bestehenden Kolloidoberflächen werden von Schichten hydratisierter Na-Ionen $[\text{Na}(\text{H}_2\text{O})_6]^+$ umhüllt.

Die folgenden Ausführungen beziehen sich auf Natron-Wasserglas. Die Kennwerte des in der vorliegenden Arbeit verwendet Natron-Wasserglas 37/40 werden in Tabelle 3-1 zusammengefasst.

Tabelle 3-1: Kennwerte des in dieser Arbeit verwendeten Natron-Wasserglases 37/40 (NWG 37/40).

Bezeichnung	Natron-Wasserglas 37/40
Dichte $[\text{g}/\text{cm}^3]$	1,34 – 1,38
Na_2O [Ma.-%]	8,2
SiO_2 [Ma.-%]	27,3
Molverhältnis $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	3,43

3.1.1.2 Natron- Wasserglas im salinaren Milieu

Beim Kontakt von Natron-Wasserglas mit salinaren Lösungen oder Evaporitmineralen bilden sich Feststoffe, deren chemisch-mineralogische Zusammensetzung abhängig ist von der Konzentration und der Art der Salze. Steinsalz enthält als Hauptbestandteil Halit (NaCl). Die Lösungen im Ca-freien Milieu werden dem Quinären System der ozeanischen Salze mit den relevanten fiktiven Komponenten NaCl , KCl , MgCl_2 sowie MgSO_4 zugeordnet. Sämtliche Lö-

sungen sind an NaCl-gesättigt. Daher ist es theoretisch möglich, dass bei der Reaktion von Natron-Wasserglas mit den genannten salinaren Bestandteilen Halit, SiO₂-haltige Phasen sowie bei MgCl₂- und MgSO₄-haltigen Lösungen Magnesiumoxichloride bzw. -oxisulfate gebildet werden. Im Folgenden werden die Reaktionen von Natron-Wasserglas mit Halit und salinaren Lösungen näher erläutert.

Nach Literaturangaben polymerisieren Natron-Wassergläser bei einer Senkung des pH-Wertes bzw. bei Kontakt mit Salzen. Im Verlauf der Polymerisation von SiO₂ werden NaOH-reiche Lösungen freigesetzt. Die Auswirkungen auf das Umfeld des Materials im Steinsalz können auf der Basis des Systems NaOH-NaCl-H₂O dargestellt werden, das beispielsweise von Harvie-Möller-Weare (Harvie et al. 1984) beschrieben wird. Demnach ist die Kristallisation von Halit eine mögliche Folge der Reaktion des Natron-Wasserglases bzw. des Silikatgels mit Steinsalz. Der Halit ist thermodynamisch stabil und eine Auflösung der neugebildeten Kristalle durch natürliche gesättigte Salzlösungen, die als Zutrittslösungen zu erwarten sind, kann ausgeschlossen werden.

Zur Demonstration des Reaktionsverlaufes wurden auf einen Objektträger Halitkörner in Natron-Wasserglas gelegt und unter dem Mikroskop betrachtet. Unmittelbar nach dem Zusammentreffen von Natron-Wasserglas und Halit bildet sich schlagartig am Kontakt zwischen beiden Stoffen eine Gelschicht. Im Laufe der Reaktion kommt es in der Gelschicht zur Bildung kleiner Halitkristalle (Abbildung 3-1 und Abbildung 3-2). Nach etwa 3 Tagen sind im direkten Kontaktbereich zum Salz dendritisch angeordnete Neubildungen erkennbar. Teilweise sind chevronartige Strukturen von neugebildetem Halit zu sehen.

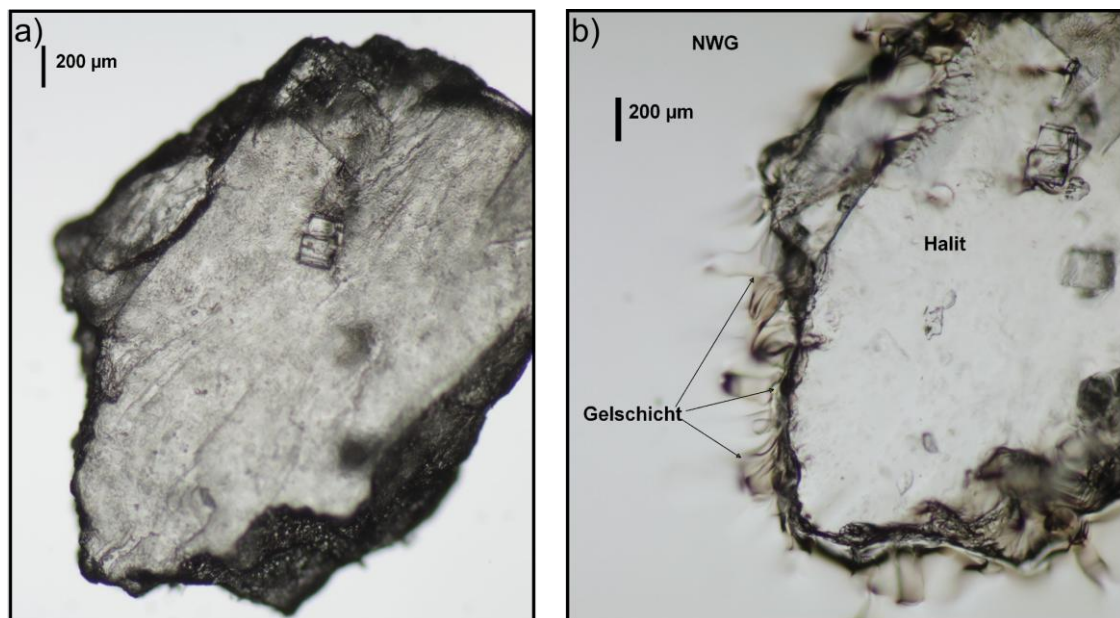


Abbildung 3-1: Halitkorn vor (a) und unmittelbar nach (b) dem Kontakt mit Natron-Wasserglas 37/40 (NWG). Es bildet sich schlagartig eine Gelschicht am Kontakt Natron-Wasserglas/Halit. Parallele Polarisatoren.

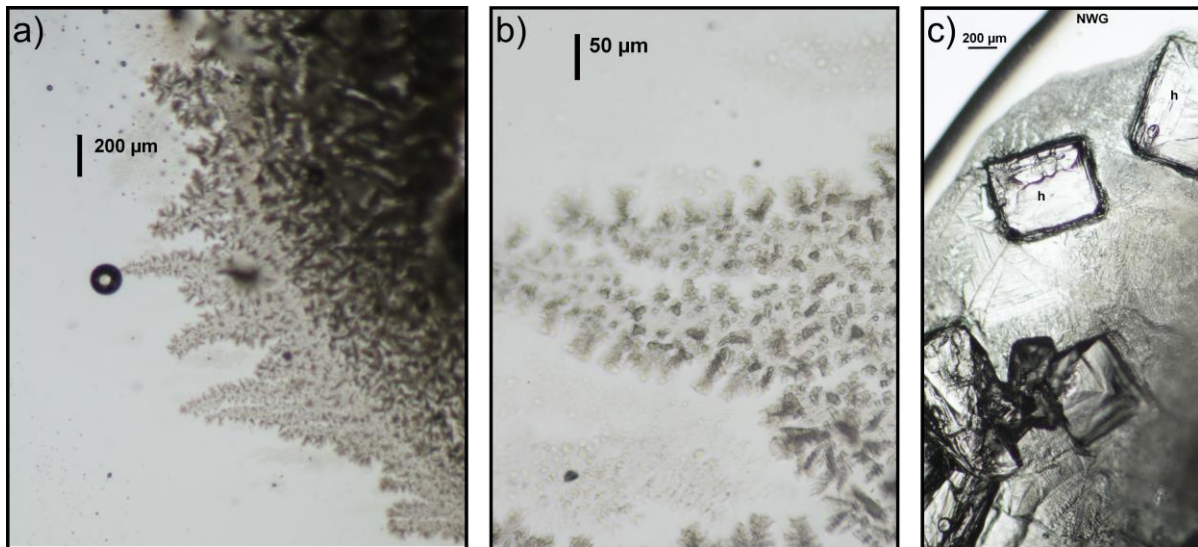


Abbildung 3-2: Neubildungen bei der Reaktion von Halit mit Natron-Wasserglas. Dentrisch (a, b) angeordnete Neubildungen sowie idiomorpher und chevronartig (c) kristallisierter Halit im Kontaktbereich Natron-Wasserglas/Halit. h-Halit, NWG-Natron-Wasserglas. Parallele Polarisatoren.

3.1.1.3 Löslichkeiten von SiO_2 -Modifikationen

Detaillierte Untersuchungen zur chemisch-mineralogischen Zusammensetzung der SiO_2 -Phasen, die beim Kontakt von Natron-Wasserglas mit Salzen entstehen sind derzeit nicht bekannt. Daher können die Ergebnisse der vorliegenden Untersuchungen nur annäherungsweise mit Literaturdaten verglichen werden. Zunächst wird auf die Löslichkeit von amorphem SiO_2 und Quarz in wässriger Lösung eingegangen.

Die Abbildung 3-3 zeigt den Verlauf der Löslichkeiten von amorphem SiO_2 und Quarz in Abhängigkeit vom pH-Wert. Die Diagramme belegen das vergleichbare Verhalten, wobei jedoch das amorphe SiO_2 eine um den Faktor 20 größere Löslichkeit aufweist. Im sauren und neutralen Bereich ist in wässriger Lösung keine signifikante Abhängigkeit der SiO_2 -Löslichkeit vom pH-Wert festzustellen. Für beide Modifikationen steigt die Löslichkeit ab pH 8 – 9 an.

Hummel et al. (2002) geben eine Löslichkeit von Quarz in Wasser bei 25 °C von 10 mg/L (ppm) an. Nach Morey et al. (1962, zitiert in Hem 1985) liegt die Quarzlöslichkeit für 25 °C bei 6 ppm, während Siever (1962) durch Extrapolation von Löslichkeitswerten bei höheren Temperaturen für 25 °C auf Werte von 10–11 ppm schließt. Nach Krauskopf (1956) beträgt bei Temperaturen von 25 °C die Löslichkeit für amorphes SiO_2 rund 100–140 ppm, während Hummel (2002) einen Wert von 120 mg/L (ppm) angeben.

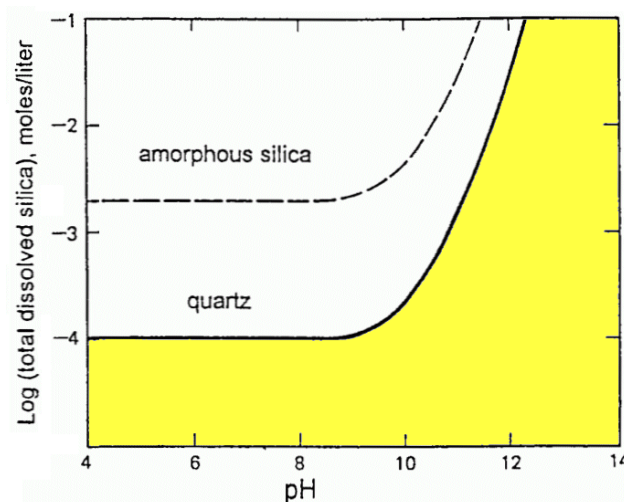


Abbildung 3-3: Löslichkeit von Quarz und amorphem SiO_2 in Abhängigkeit des pH-Werts nach Palmer & Palmer (2003); berechnet auf der Grundlage thermodynamischer Daten von Weast et al. (1986).

Abbildung 3-4 zeigt den Löslichkeitsverlauf von amorphen SiO_2 in wässriger Lösung im Temperaturbereich von 5 – 90 °C. Demnach nimmt in diesem Temperaturbereich die Löslichkeit von amorphem SiO_2 etwa um den Faktor 5 zu.

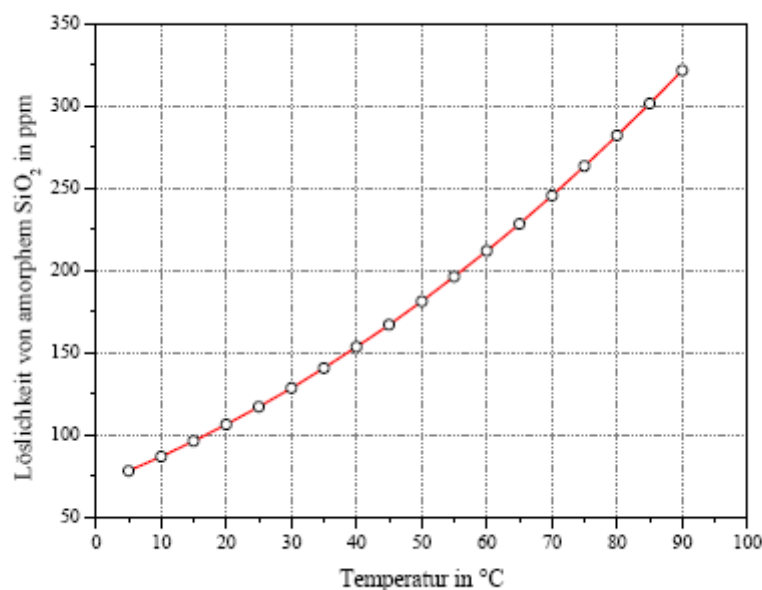


Abbildung 3-4: Löslichkeit von amorphem SiO_2 in wässriger Lösung in Abhängigkeit von der Temperatur nach Iler (1979) aus Günther (2008).

Die jüngsten Forschungsergebnisse zur Löslichkeit von amorphem SiO_2 wurden von Meyer (2006) und Meyer & Willms (2009) veröffentlicht. Sie betrachteten als Grundlage für das Langzeitverhalten von Tonen und Zementen in Kontakt mit salinaren Lösungen, das Verhal-

ten von silikatischen und alumosilikatischen Materialien in salinaren Lösungen bis 90 °C. Die feste Phase dieser Experimente war ein amorphes Kieselsäurepräparat.

Eine weitere Arbeit zur Untersuchung der Löslichkeit von amorphem SiO_2 (Silicagel, Baker Chemical) in unterschiedlich konzentrierten Mono-Salz-Lösungen (NaCl-, KCl-, MgCl_2 -, MgSO_4 -Lösungen) wurde von Marshall & Warakowski (1980) veröffentlicht (Abbildung 3-5). Es ist deutlich erkennbar, dass die Löslichkeit von amorphem SiO_2 (Silicagel):

- im Vergleich zu frisch gefällter amorpher SiO_2 um den Faktor 0,5 niedriger ist,
- im Vergleich zu Quarz in reinem Wasser etwa um den Faktor 20 größer ist,
- mit steigender Salzkonzentration in der Lösung abnimmt,
- von der Ionenspezies abhängt,
- in KCl- bzw. NaCl-Lsg. höher ist als in MgCl_2 - bzw. MgSO_4 -Lsg.,
- in reinen KCl-Lsg. höher ist als in reinen NaCl-Lsg.,
- in MgCl_2 -Lsg. niedriger ist als in MgSO_4 -Lsg.,
- in 4 molarer MgCl_2 -Lsg. mit der Löslichkeit von Quarz in reinem Wasser (pH 7) vergleichbar ist.

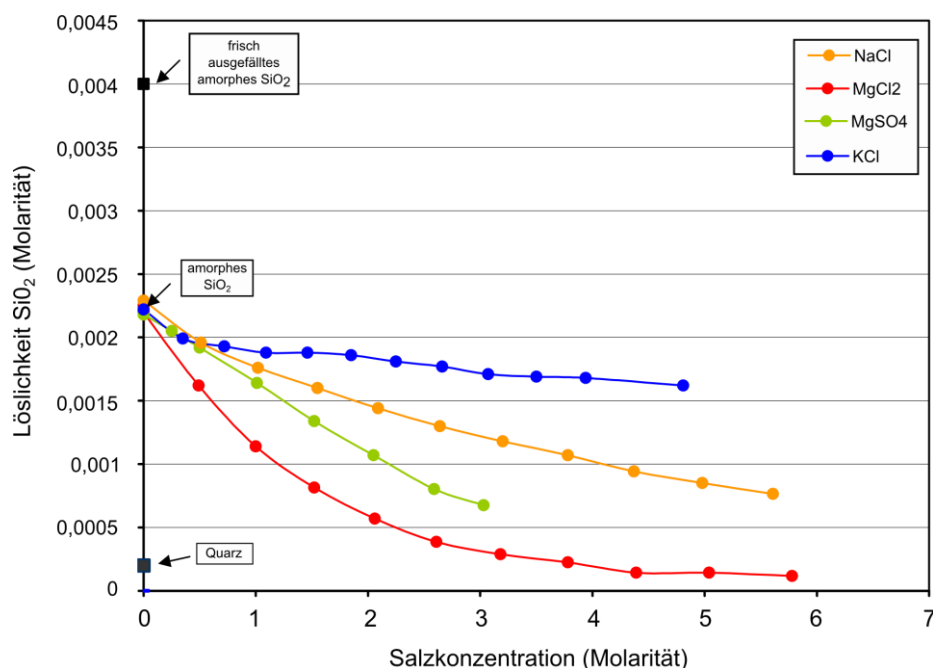


Abbildung 3-5: Löslichkeit von amorphem SiO_2 in unterschiedlich konzentrierten reinen Salzlösungen. Löslichkeitsdaten aus Marshall & Warakowski (1980). Zur Orientierung sind die Löslichkeitsdaten von Quarz und frisch ausgefälltem amorphem SiO_2 in Wasser eingetragen (Daten aus Jasmund & Lagaly 1993).

Die Löslichkeit von amorphen SiO_2 -Phasen sinkt mit deren Kristallisation (amorphes SiO_2 > Opal > Quarz). Nach Heide (2002) entwickeln amorphe Festkörper immer einen kristallinen Zustand. Auf das SiO_2 -System bezogen bedeutet dies, dass aus der regellosen Verteilung und Verknüpfung der SiO_4 -Tetraeder in einer amorphen SiO_2 -Modifikation eine geregelte SiO_2 -Anordnung in einem kristallinen Körper entsteht (Abbildung 3-6).

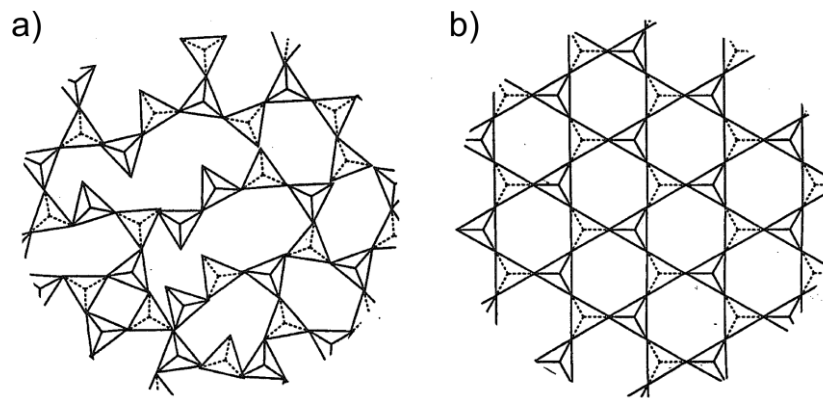


Abbildung 3-6: 2-dimensionale Darstellung von regelloser und geordneter Lagerung von $[\text{SiO}_4]^{4-}$ -Tetraeder im amorphen (a) bzw. kristallinen (b) Zustand (Bergna 2006).

So haben nichtkristalline SiO_2 -Verbindungen, wie Feuerstein und Opal mit zunehmendem Alter einen ansteigenden kristallinen Anteil. Diese SiO_2 -Modifikationen entstanden aus Meerwasser oder aus heißen Lösungen. Nach Röhricht (1998) ist die Genese von SiO_2 -Modifikationen über ein Gel (Gel $\rightarrow$ Opal-A $\rightarrow$ Opal-CT $\rightarrow$ Chalcedon $\rightarrow$ Quarz) bekannt und durch Laborversuche belegt (z. B. Liesegang 1915, Harder 1965, Krauskopf 1979, Crerar 1981, Muraishi 1989). Auch Untersuchungen an natürlichen Sandsteinen belegen die Umwandlung von Kieselsäuregelen zu Opal, Chalcedon und schließlich zu Quarz. In salinaren Abfolgen, wie dem Zechstein, finden sich heute Quarze. Aus Arbeiten von Willey (1981) geht hervor, dass die Löslichkeit von amorphem SiO_2 in Salzlösungen mit dem Alter der SiO_2 -Substanz und der spezifischen Oberfläche abnimmt. Frisch gebildete Substanz wird besser und schneller gelöst als Millionen Jahre alte biogene Kieselsäure.

3.1.2 Magnesium-Oxichloride und Magnesium-Oxisulfate

Quantitativ werden die in Salzlagerstätten zu erwartenden Mg-haltigen gesättigten Lösungen von einem MgCl_2 -Anteil dominiert, gefolgt von MgSO_4 . Aufgrund des hohen pH-Werts des Natron-Wasserglases ist die Bildung von Mg-Oxichloriden bzw. -Oxisulfaten zu erwarten. Im Folgenden werden die relevanten potentiellen Reaktionsprodukte beschrieben. Dabei wird auf die thermodynamische Stabilität, d. h. die Neigung der Minerale zur Phasenumwandlung sowie deren Löslichkeit in salinaren Lösungen, eingegangen.

3.1.2.1 Chemische Zusammensetzung

Magnesium-Oxichloride (MOC-Phasen) und Magnesium-Oxisulfate (MOS-Phasen) sind basische Mg-Salze. Sie entstehen aus konzentrierten MgCl_2 -Lösungen bzw. $\text{MgSO}_4/\text{MgCl}_2$ -Lösungen, wenn deren pH-Wert zur basischen Seite verschoben wird. Ihre chemische Zusammensetzung kann folgendermaßen beschrieben werden:

- $x \text{ Mg(OH)}_2 \cdot y \text{ MgCl}_2 \cdot z \text{ H}_2\text{O}$
- $x \text{ Mg(OH)}_2 \cdot y \text{ MgSO}_4 \cdot z \text{ H}_2\text{O}$ wobei der Faktor y meist 1 ist.

Nach Hollemann & Wiberg (1976) leitet sich die Kristallstruktur der MOC-Phasen von der Struktur des Mg(OH)_2 (Brucit) ab. Kationische Doppelketten der Formel $[\text{Mg}_2(\text{OH})_3(\text{H}_2\text{O})_3]^+$ werden durch Chloridionen (Cl^-) zusammengehalten (Abbildung 3-7).

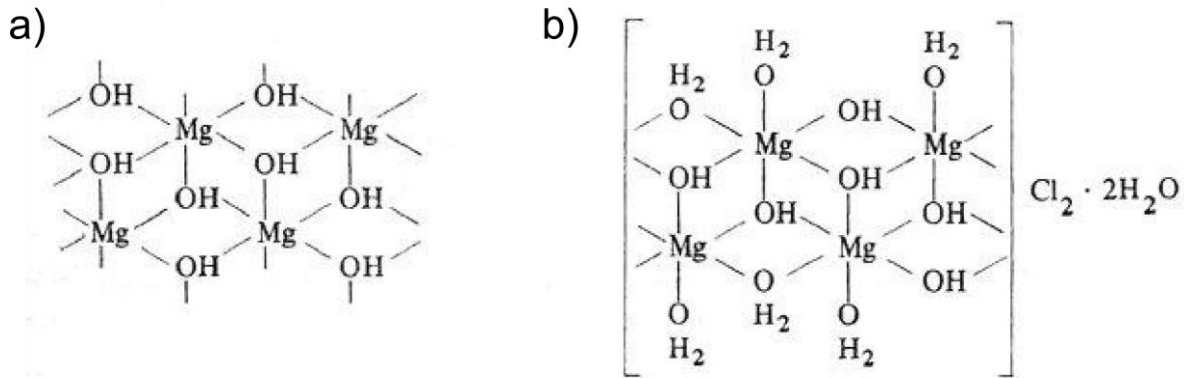


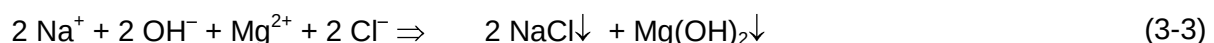
Abbildung 3-7: Strukturformel des Magnesiumhydroxids $[\text{Mg(OH)}_2]$ (a) und des Mg-Hydroxid-chloridhydrates $[3 \text{ Mg(OH)}_2 \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 8 \text{ H}_2\text{O}]$ (b) (Hollemann – Wiberg 1976).

In der Natur werden bislang nur die MOC-Phasen Korshunovskit und Nepskoeit und die MOS-Phase Caminit beobachtet. Korshunovskit $[\text{Mg}_2\text{Cl}(\text{OH})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ wird bislang nur von zwei Lokalitäten beschrieben (Howley & Shettle 2004). Das erste Vorkommen sind Füllungen in kleinen Adern innerhalb eines dolomitischen Marmors in der Eisenerzlagerstätte von Korshunov in Irkutsk, Sibirien, Russland. Weiterhin tritt es in den Sedimenten des North Ingebricht Lake auf. Korshunovskit bildet triklin-prismatische Kristalle. Nepskoeite $[\text{Mg}_4\text{Cl}(\text{OH})_7 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ kristallisiert orthorhombisch und bildet oftmals aus feinen Fasern bestehende Sphärolithe (Howley & Shettle 2004). Es wird bislang nur im Evaporitvorkommen Nepsokye in Ostsibirien beobachtet.

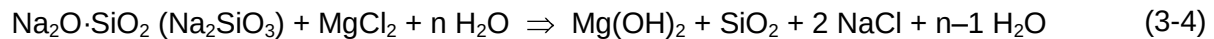
Caminit $[\text{Mg}_7(\text{SO}_4)_5(\text{OH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ wird als extrem seltenes Mineral aus den hydrothermalen Schloten (Black Smoker) des Ostpazifiks beschrieben. In diesen Schloten ist es mit Anhydrit verwachsen (Howley & Shettle 2004).

3.1.2.2 MOC- und MOS-Bildungen in Gegenwart von Natron-Wasserglas und salinaren Lösungen

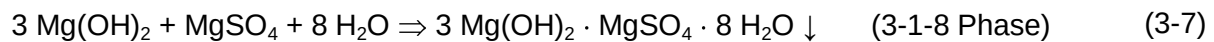
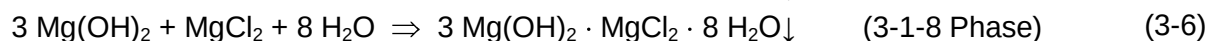
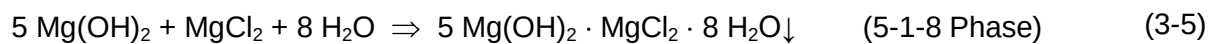
Bei der Reaktion von Natron-Wasserglas mit salinaren Lösungen können bei geringen Anteilen an Mg^{2+} theoretisch Brucit (Mg(OH)_2), bei zunehmendem Anteil an gelöstem Mg^{2+} (ab 50 g MgCl_2/L) auch Magnesiumoxichloride (MOC-Phasen) entstehen (Gleichung (3-3)).



Bei der Reaktion mit Mg-haltigen Mineralen oder Salzlösungen, sind die pH-Wert-Senkung und der Anstieg der Salzkonzentration miteinander gekoppelt. Die vereinfachte Reaktion, bei der im Gegensatz zu technisch einsetzbarem Natron-Wasserglas ein $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ -Verhältnis von 1 angenommen wird, zeigt Gleichung (3-4).



Bei hohen MgCl_2 -Anteilen in der Lösung kann der Brucit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) entsprechend den Gleichungen (3-5) und (3-6) zu Magnesiumoxichloriden reagieren, von denen die sog. 3-1-8-Phase das thermodynamisch stabile Endprodukt ist. Ist die Konzentration von MgSO_4 in der Salzlösung ausreichend hoch, so entstehen die analogen Magnesiumoxisulfate (3-7).



Es bilden sich zunächst Kristallisationskeime, die weiter wachsen und nadelförmige sich verfilzende Kristalle bilden. Dieser Prozess läuft solange ab, bis ein Ausgangsstoff völlig aufgebraucht ist.

3.1.2.3 Löslichkeiten von MOC-/MOS-Phasen in konzentrierten salinaren Lösungen

In natürlichen gesättigten Salzlösungen ist das $\text{MgCl}_2/\text{MgSO}_4$ -Verhältnis > 1 . Daher sind die MOC-Phasen gegenüber den MOS-Phasen als bedeutsamer zu betrachten.

Von der Familie der MOC-Phasen wird die sog. 3-1-8-Phase in konzentrierten Magnesiumchlorid-Lösungen des salinaren Systems Na-K-Mg-Ca-Cl- SO_4 als langzeitstabil angesehen (D'Ans et al. 1955). Sie ist damit ein Endprodukt der Reaktion mit MgCl_2 -Lösung. Sofern andere Sorelphasen gebildet werden, wie beispielsweise die 5-1-8-Phase, so ist bei weiterem Lösungskontakt eine Umwandlung dieser Zwischenphase (metastabilen Phase) in die 3-1-8-Phase zu erwarten.

Beim Kontakt reiner NaCl-Lösungen mit MOC-Phasen werden diese in Brucit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) umgewandelt. Nach der Abbildung 3-8 erfolgt die Umwandlung in Brucit unterhalb etwa 50 g MgCl_2 pro Liter. Die Löslichkeit der 3-1-8-Phase ist in MgCl_2 -dominierten Lösungen nach Daten von D'Ans et al. (1955) sehr gering.

MOC-Phasen können mit Kohlendioxid (CO_2) reagieren (z. B. Sorrell & Armstrong 1976). Die dabei entstehenden Carbonat-Verbindungen, wie Chlorartinit (vgl. Vergasova et al. 1998, Anthony et al. 2003, Kostov & Kostov 2006, Vergasova et al. 2007) haben im Vergleich zu den MOC-Phasen eine noch geringere Löslichkeit. Eine Auflösung der stabilen MOC-Phasen und damit eine Abnahme des Feststoff-Lösungs-Verhältnisses kann demnach unter den zu erwartenden in-situ-Bedingungen in salinarem Milieu sicher ausgeschlossen werden.

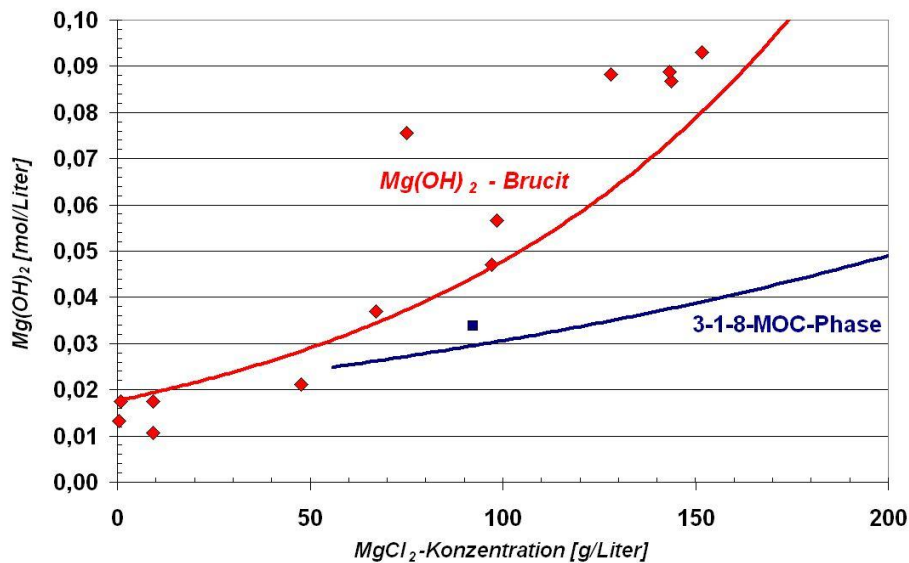


Abbildung 3-8: Stabilitätsbereiche von Mg(OH)_2 und 3-1-8-MOC-Phase nach D'Ans & Katz (1941) und D'Ans et al. (1955).

3.2 Laborversuche zur Ermittlung der Beständigkeit von Silikatgel

Auf der Basis von Literaturangaben kann hergeleitet werden, dass beim Kontakt von Natron-Wasserglas mit Steinsalz Halit und amorphe Silikatphasen entstehen. Mit zunehmender Polymerisation der Silikatphasen ist ein Strukturaufbau zu erwarten und damit eine Abnahme der Löslichkeit. Bei einem Kontakt mit NaCl-Lösung dürften zwar keine neuen Phasen entstehen, jedoch ist eine weitere Polymerisation der Silikatphasen zu erwarten. Bei MgCl_2 - und MgSO_4 -reichen Lösungen entstehen MOC- bzw. MOS-Phasen.

Der theoretische Kenntnisstand erlaubt nur eine Bandbreite der Löslichkeit der Silikatphasen anzugeben. Ziel der Untersuchungen war daher, in Abhängigkeit der Reaktionszeit Befunde zur Löslichkeit und ggf. strukturelle Veränderung der SiO_2 -Phasen in Salzlösungen zu erhalten. Beim Einsatz von NaCl-Lösungen ist es möglich, Daten zur Löslichkeit bei hohen pH-Werten zu gewinnen. In Gegenwart von MgCl_2 -haltigen gesättigten Lösungen soll geprüft werden, wann welche MOC-Phasen entstehen. In der Lösung Q soll zusätzlich untersucht werden, in wie weit MOS-Phasen nachgewiesen werden können.

Die Untersuchungen dienen der Vervollständigung der Datenbasis zur Löslichkeit der entstehenden Silikatphasen und sind daher eine Voraussetzung, um die Langzeitstabilität von Natron-Wasserglas-Injektionen in Steinsalz bewerten zu können. Es ist jedoch zu bedenken, dass sich das untersuchte Wasserglas/Halitgrus-Gemenge vom tatsächlich in Steinsalz injizierten und dort erhärteten Natron-Wasserglas unterscheidet. Letzteres wird im Salzverband gebildet und verbleibt dort, ohne Milieunterschiede zu erfahren. Das in der vorliegenden Arbeit verwendete Wasserglas/Halitgrus-Gemenge wurde nach der Herstellung mechanisch stark belastet und verschiedenen Milieunterschieden ausgesetzt. Es wurde zunächst getrocknet und gemahlen, um danach in salinare Lösungen gelegt zu werden. Für die

Feststoffuntersuchungen wurde das Wasserglas/Halitgrus-Gemenge aus der Lösung entnommen und mit Alkohol gewaschen, wobei dem Silikatgel Wasser entzogen wurde. Auf Grund dieser Vorbelastung wird auf eine morphologische Betrachtung des Silikatgels verzichtet, da davon auszugehen ist, dass das Erscheinungsbild nicht dem eines in Steinsalz injizierten und erhärteten Natron-Wasserglases entspricht.

3.2.1 Präparation

In Analogie zu den in-situ-Verhältnissen muss zunächst das Natron-Wasserglas mit Steinsalz (NaCl) reagieren, bevor den Proben Lösung zugeben wird. Als Ausgangsmaterial der Probekörperpräparation diene:

- Natron-Wasserglas 37/40 (Roth, Karlsruhe)
- NaCl-Salzgrus pharmazeutischer Qualität (Körnung < 1 mm) (CG Chemikalien GmbH & Co. KG, Laatzen).

Das Natron-Wasserglas wurde bei Raumtemperatur in einer handelsüblichen 5-mL-Spritze in den Salzgrus injiziert, wobei das Natron-Wasserglas im Überschuss zugegeben und durch das Salz gepresst wurde. Die Lagerung der Probekörper erfolgte etwa 6 Wochen bei 32 °C. Nach der Entnahme aus den Spritzen wurden die Proben in saugfähigem Papier und Laborfolie gewickelt, um die aus dem Überschuss an Natron-Wasserglas resultierende Feuchtigkeit weitgehend zu entfernen. Eine mikroskopische Aufnahme des verfestigten Probenmaterials zeigt die Abbildung 3-9.

Das Probenmaterial wurde zunächst in PE-Folie gefüllt, mit einem Hammer zerkleinert und danach in einer Ringmühle gemahlen. Durch Trockensiebung wurden die Fraktionen < 450 µm, 450 – 2000 µm und > 2000 µm separiert. Die Fraktion 450 – 2000 µm diene als Ausgangsmaterial für die folgenden Untersuchungen.

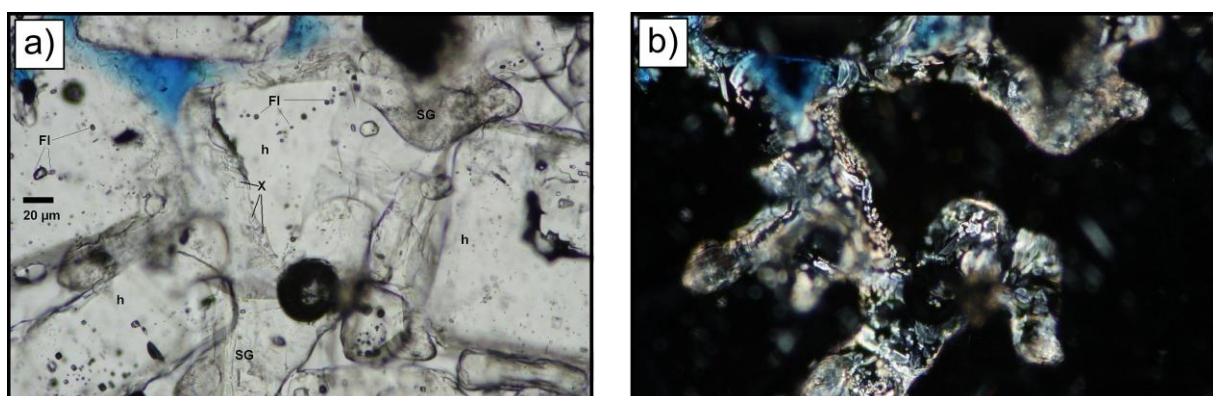


Abbildung 3-9: Mikroskopische Aufnahme des Ausgangsmaterials unter a) parallelen und b) gekreuzten Polarisatoren. h= Halit; SG= Silikatgel; FI= Lösungseinschlüsse; X= wahrscheinlich Belag von Na₂CO₃. Blaues Einbettungsharz deutet einen offenen Porenraum an.

3.2.2 Herstellung der Salzlösungen und Versuchsansätze

Für die Durchführung der Versuche wurden 3 Salzlösungen aus reinen Chemikalien (Merk suprapur) hergestellt. Zum Einsatz kamen eine reine gesättigte NaCl-Lösung, eine gesättigte NaCl-Lösung mit 20 Gew.% MgCl_2 sowie die komplex zusammengesetzte Lösung Q. Die „Lösung Q“ ist eine der Definition nach an den Salzen Halit, Kainit, Sylvit und Carnallit gesättigte Lösung des Quinären Systems der ozeanischen Salze. Aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit von Salzen können die Lösungen unterschiedliche Salzgehalte aufweisen. Die bei Raumtemperatur analysierten Gehalte zeigt die Tabelle 3-2.

Tabelle 3-2: Zusammensetzung der verwendeten Salzlösungen.

	NaCl-Lsg.	NaCl/ MgCl_2 -Lösung	Lösung Q
Ion [Gew. %]			
Na^+	10,3	2,32	0,75
K^+	0	0	1,22
Mg^{2+}	0	5,15	7,12
Cl^-	15,8	17,9	21,7
SO_4^{2-}	0	0	2,06
Fiktive Komponente [g/L]			
NaCl	313,7	71,9	25,0
KCl	0	0	30,4
MgCl_2	0	245,8	337,3
MgSO_4	0	0	33,7
pH	7,2	6,2	4,7

Insgesamt wurden 4 Versuchsansätze (V1a, V1b, V2, V3) durchgeführt. Die Kennzeichnung der Versuchsansätze und Zuordnung zu den Salzlösungen zeigt Tabelle 3-3. Das Feststoff/Lösungsverhältnis betrug bei V1a/b und V3 1:3 und bei V2 1:5. Bei V2 wurde ein höheres Feststoff/Lösungsverhältnis gewählt, da im Kontakt Feststoff mit MgCl_2 -reicher Lösung innerhalb von weniger als 12 Stunden eine stearinartige Masse aus vermutlich Sorelphasenvorläufer, Sorelphasen (Magnesiumoxichloride) und vernetztem Si-O-H-Material entsteht. Dies wurde bei einem Vorversuch mit Silikatgel und MgCl_2 -dominierten Lösungen festgestellt. Die stearinartige Masse war extrem feinkörnig sowie von lockerer/poröser Struktur und hat eine große Menge an MgCl_2 -Lösung fixiert. Eine Trennung von festen und flüssigen Anteilen zur Phasenanalyse war nicht möglich. Daher wurde ein Versuchsansatz gewählt, wo ein Ausfällen von Sorelphasen kontrolliert durchgeführt werden kann und eine Trennung der Fest- von der Flüssigphase möglich ist.

Bei V3 sollten in erster Linie vermehrt MOC/MOS-Phasen gebildet und untersucht werden, so dass ein Feststoff/Lösungsverhältnis von 1:3 gewählt wurde.

Die Temperatur der Proben variierte zwischen 20 und 30 °C. Bis zum 90. Tag wurden alle Proben auf dem Rütteltisch 1 Minute pro Tag geschüttelt. Danach wurden die Proben bis zum Ende des Experimentes nicht mehr bewegt.

Tabelle 3-3: Beschreibung der Versuchsansätze sowie Probenahmefrequenzen.

	Versuchsansätze			
	V1a	V1b	V2	V3
Feststoff	Silikatgel/Halit	Silikatgel/Halit	Silikatgel/Halit	Silikatgel/Halit
Lösung	NaCl-Lösung	NaCl-Lösung	NaCl/MgCl ₂ -Lsg.	Lösung Q
System	SiO ₂ -NaCl-H ₂ O/OH ⁻	SiO ₂ -NaCl-H ₂ O/OH ⁻	SiO ₂ -NaCl-MgCl ₂ -H ₂ O	SiO ₂ -KCl-MgCl ₂ -MgSO ₄ -H ₂ O
Einwaage Feststoff [g]	50	50	50	50
Einwaage Lösung [g]	150	150	250	150
Fluidaustausch	-	nach 10 Tagen	-	-
Probennahme Lösung [Tage]	0,5/1/5/10/20/40/90/360	0,5/1/5/10/20/40/90/360	0,5/1/5/10/20/40/90/360	20/40/90/360
Probennahme Feststoff [Tage]	1/10/40/90/360	40/90/360	1/10/40/90/360	90/360

3.2.3 Analytik

Der Si-Anteil der Reaktionslösungen wurde mittels ICP-MS-Spektrometer bestimmt. Die Analyse der restlichen Bestandteile Na, K, Mg, Ca, Cl und SO₄ erfolgte mittels Ionenchromatographie (IC). Der Feststoff wurde mittels Röntgen-Pulver-Diffraktometrie (RDA), Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA), Mikrosonde, Raman-Spektrometer und IR-Spektrometer untersucht. Die Lösungsanalysen sowie die RDA, RFA und Mikrosondenuntersuchungen erfolgten am Institut für Endlagerforschung der TU Clausthal. Die Untersuchungen mit dem Raman- und IR-Spektrometer wurden am Institut für Experimentelle und Angewandte Mineralogie des Geowissenschaftlichen Zentrums der Universität Göttingen durchgeführt.

In der Tabelle 3-4 sind die Analysen der Ausgangskomponenten und der in Abhängigkeit von der Zeit aus den Versuchsansätzen entnommenen Proben zusammengestellt.

Tabelle 3-4: Zusammenstellung der durchgeführten Analysen der Ausgangskomponenten und der in Abhängigkeit von der Zeit aus den 4 Versuchsansätzen entnommenen Proben.

	Ausgangskomponenten		Versuchsansätze			
	Lösung	Feststoff	V1a [d]	V1b [d]	V2 [d]	V3 [d]
IC (Na,K,Mg,Cl,SO ₄) (nur Lösungen)	x		0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	0,5/1/5/10 /20/40/90 /360	20/40/ 90/360
ICP-MS (Si) (nur Lösungen)			0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	0,5/1/5/10 /20/40/90 /360	90/360
RDA		x	1/10/40/ 90/360	40/90/360	1/10/40/ 90/360	90/360
RFA		x				
ESMA		x	1/10/40/ 90/360	40/90/360	1/10/40/ 90/360	90/360
Raman		x	1/10/40/90 360	10/40/90	1/10/40 90/360	1/90/360
IR		x	1/10/40/90 360	10/40/90	1/10/40 90/360	1/90/360
pH (nur Lösungen)	x		zunächst 0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	alle 10 0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	Minuten 0,5/1/5/10/ 20/40/90/ 360	90/360

3.2.4 Ergebnisse der Versuche

Aussagen zum Langzeitverhalten des Silikatgels im Kontakt mit salinaren Lösungen werden anhand der chemischen Analysen der Feststoffe sowie der Lösungsphase getroffen. Die Kennzeichnung der Proben erfolgt nach der Versuchsreihe und des Probenahmetages, z. B. V2-T10: Versuchsreihe 2 -Tag 10.

3.2.4.1 Feststoffe

Die Feststoffe wurden mittels RDA, Mikrosonde, Raman-, und Infra-Rot-Spektroskopie (IR-Spektroskopie) untersucht. Da im Laufe des Experimentes neue Phasen gebildet werden für die es teilweise keine Referenzen gibt, ist oftmals eine exakte Zuordnung der registrierten Signale nicht möglich. Dies gilt insbesondere für die Raman- und IR-Spektroskopie. Im Folgenden werden die Untersuchungsergebnisse des Ausgangsmaterials sowie der Versuche V1, V2 und V3 aufgezeigt. Die Röntgendiffraktogramme, Raman- und IR-Spektren befinden sich im Anhang (A 1 – A 35).

An einer Probe getrockneten Wasserglases wurde ein SiO_2 -Gehalt von ca. 78,2 Massen-% und ein Na_2O -Gehalt von 21,8 Massen-% analysiert. Dies entspricht einem $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ -Massenverhältnis von 3,6.

Ausgangsmaterial

In den röntgendiffraktometrischen Untersuchungen des Ausgangsmaterials wird Halit als dominante kristalline Phase beschrieben. Das Silikatgel ist nicht nachweisbar. Es wird ein deutliches Signal bei $28,56^\circ 2\theta$ registriert. Die kristalline SiO_2 -Varietät Cristobalit besitzt einen derartigen Gitterabstand, Anhydrit ebenfalls.

Ramanuntersuchungen zeigen eine relativ homogen zusammengesetzte Silikatgelphase. Das Spektrum ist mit Spektren von wasserhaltigen Alkalisilikatgläsern vergleichbar. Teilweise liegt ein feiner Berlag von Na_2CO_3 -Kristallen auf den Silikatgelphasen. Im Vergleich mit Literaturdaten an wasserfreiem Glas kann die Silikatgelphase als Na_2O reiches Na-Silikatglas mit einem $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ Verhältnis von 1:3 beschrieben werden (s. Anhang A 1 und A 2).

Eine Mikrosondenaufnahme des Ausgangsmaterials zeigt die Abbildung 3-10.

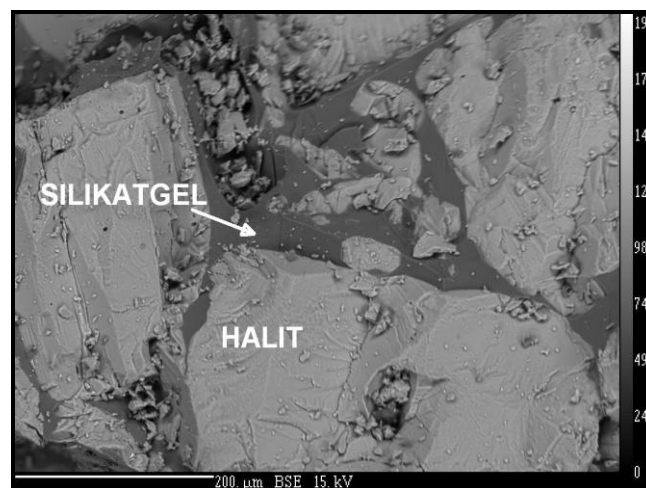


Abbildung 3-10: Elektronenoptische Aufnahme des Ausgangsmaterials für die Untersuchungsreihen. (BSE= Back Scattered Electron Image).

Versuch 1 (SiO_2 - NaCl - $\text{H}_2\text{O}/\text{OH}^-$ - System):

In den Diffraktogrammen des Feststoffs im Kontakt mit NaCl -Lösung ist Halit die dominante kristalline Phase (s. Anhang A 14 – A 22). Das schon im Ausgangsmaterial beschriebene Signal bei $28,56^\circ 2\theta$ wird im Laufe der Versuchszeit größer. Weiterhin tritt nach etwa 10 Tagen Versuchszeit ein erhöhter Untergrund bei 50 - $53^\circ 2\theta$ auf, was auf eine im Rahmen des Experimentes nicht eindeutig identifizierbare amorphe Komponente hindeutet.

Semiquantitative Untersuchungen mittels Mikrosonde deuten auf eine leichte Abnahme des Na_2O -Anteiles im Silikatgel hin. Die Berechnung der Zusammensetzung des Silikatgels ergibt $\text{Na}_2\text{Si}_{22}\text{O}_{45}$. Nach 10 Tagen Versuchszeit sind Halitneubildungen sowohl auf dem Silikatgel als auch auf dem primären Halit erkennbar (Abbildung 3-11 und Anhang A 35).

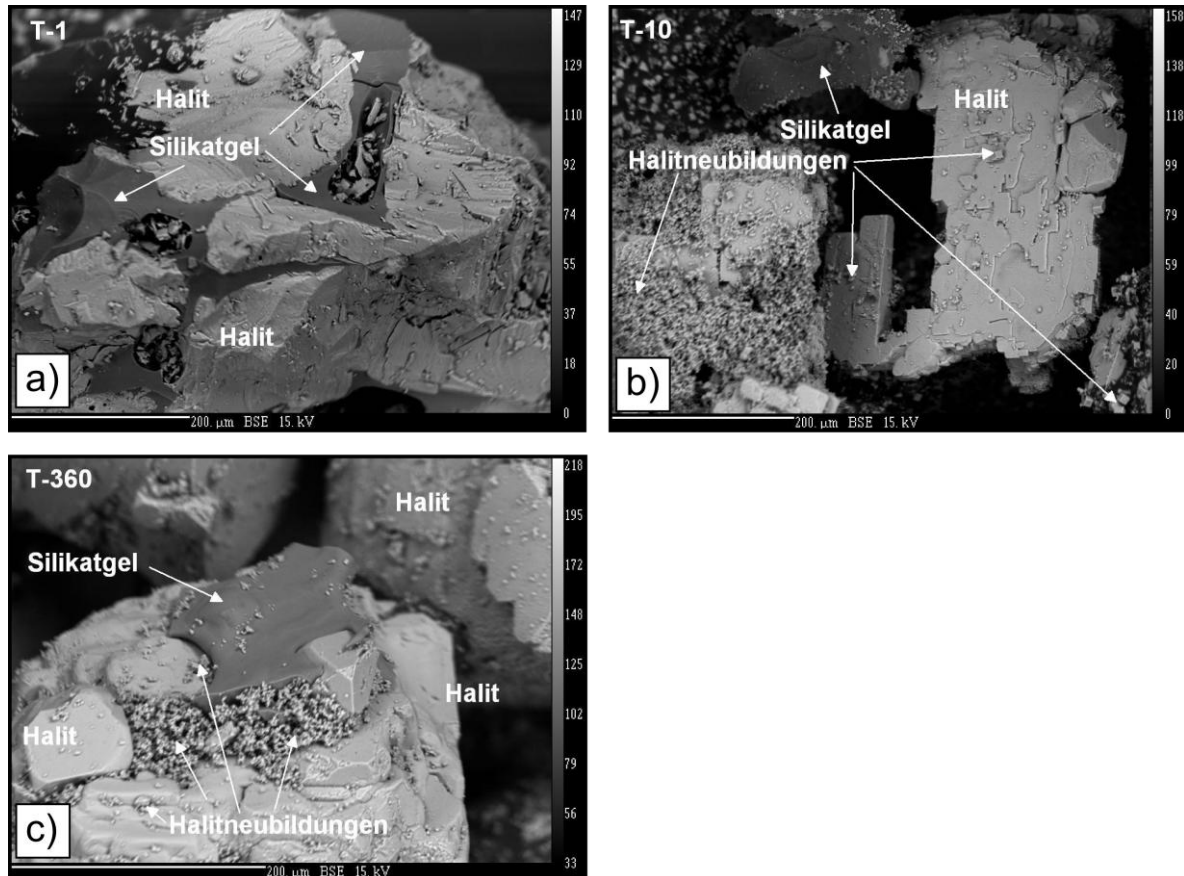


Abbildung 3-11: BSE Aufnahmen von Silikatgel in Lösung der Versuchsreihe V1 (SiO_2 - NaCl - $\text{H}_2\text{O}/\text{OH}^-$ -System), nach 1 (a), 10 (b) und 360 (c) Tagen. Nach 10 Tagen sind Halitneubildungen erkennbar.

Die Ramanspektroskopischen und IR-Untersuchungen zeigen, dass sich die silikatische Netzwerkstruktur nur wenig während des Versuchszeitraumes verändert hat (s. Anhang A 3, A 4, A 10). Die Wasseranteile der Silikatgelphase schwanken während der Versuchszeit, zeigen jedoch keinen monotonen Trend. Kristallisationen bzw. Devitrifizierung sind in der Silikatgelphase nicht feststellbar.

Insgesamt sind keine signifikanten Unterschiede in der Silikatgelphase durch den Lösungsaustausch nach 10 Tagen nachweisbar.

Versuch 2 (SiO_2 - NaCl - MgCl_2 - H_2O -System)

Im Versuch 2 zeigt das Diffraktogramm des Feststoffs neben Halit, bereits nach einem Tag die 5-1-8-MOC-Phase, welche nach 10 Tagen komplett in die 3-1-8-MOC-Phase übergeht (s.

Anhang A 23 – A 27 und A 32). Nach 10 Tagen ist ein erhöhter Bereich bei 20-25 °2 θ erkennbar und im Versuchszeitraum > 90 Tage tritt zusätzlich ein amorpher Bereich bei 50-53 °2 θ auf (s. Anhang A 31). Dies deutet auf nicht eindeutig identifizierbare amorphe Komponenten hin. Das Signal bei 28,56 °2 θ wird nach 10 Tagen Versuchsdauer registriert.

Die semiquantitativen Untersuchungen mit der Mikrosonde zeigen eine Abnahme des Na₂O-Anteils im Silikatgel. Teilweise wird Mg in die Silikatgelphase eingebaut (berechnete Phase: möglicherweise Mg₄Si₇O₁₈) (s. Anhang A 35). Es werden im Silikatgel lokal Bereiche beobachtet, die nur aus Si und O bestehen. Bereits nach einem Tag treten MOC-Kristalle als isolierte Nadeln auf, welche nach 10 Tagen ein wirres Netzwerk bilden (Abbildung 3-12). Halitneubildungen werden ebenfalls nach einem Tag Versuchsdauer beobachtet.

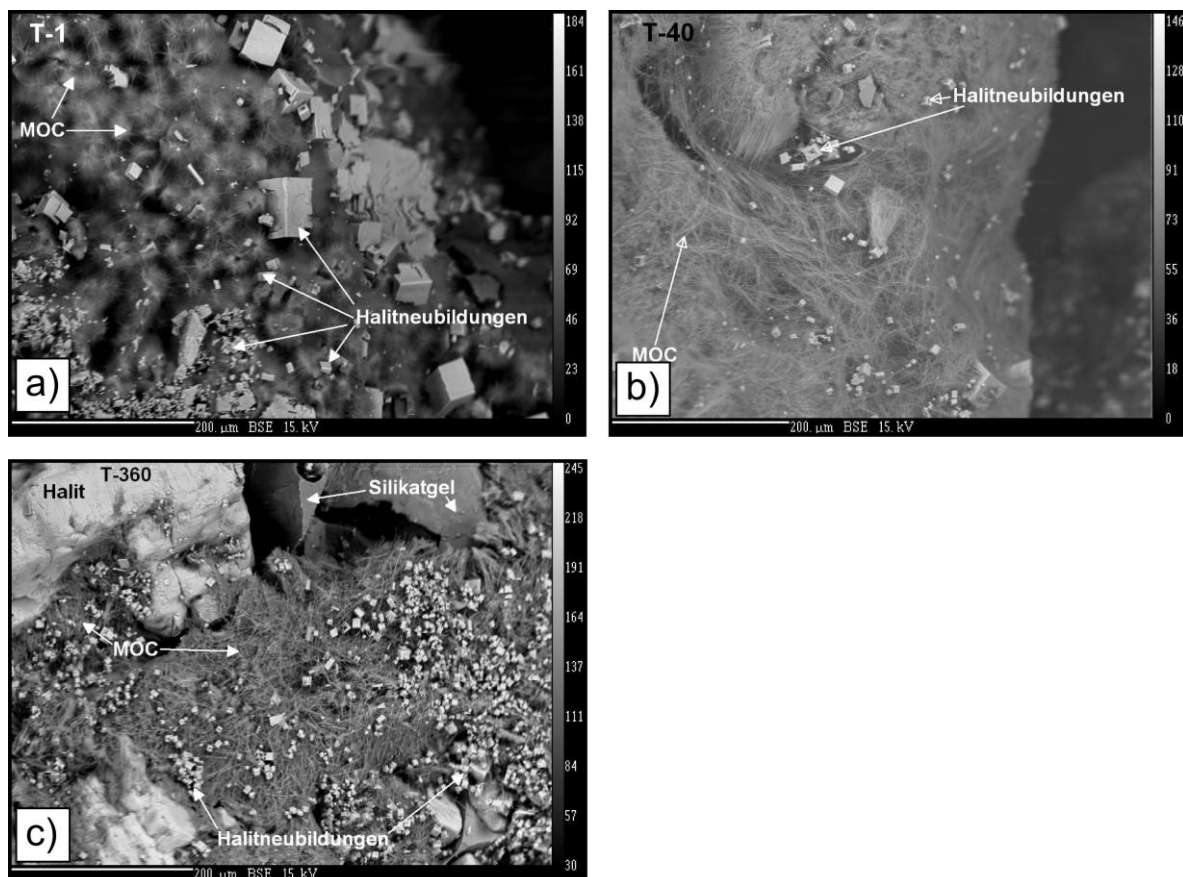


Abbildung 3-12: Versuch 2 (SiO₂-NaCl-MgCl₂-H₂O-System): BSE Aufnahmen des Feststoffs nach 1 (a), 40 (b) und 360 (c) Tagen. Bereits nach 1 Tag sind Halitneubildungen und feine Nadeln bestehend aus MOC-Fasern erkennbar.

Die Raman-Spektroskopie zeigt, dass im Vergleich zum Ausgangsmaterial und dem Feststoff aus Versuch 1, die Silikatgelphasen SiO₂-reicher sind (s. Anhang A 5, A 7, A 9). Das Na₂O : SiO₂ Verhältnis liegt bei 1:9 bzw. 1:20 (Vergleich mit Literaturdaten an wasserfreiem Glas). Si-O Streckschwingungen bei 900-1200 cm⁻¹, die die Verteilung der Q-Spezies, d. h. die Vernetzung der SiO₄ Tetraeder widerspiegeln, variieren. Diese Signale können vom Silikatgel oder von kristallinen Phasen kommen. Die Wasseranteile in der Silikatphase weisen zunächst einen Anstieg von Tag 1 bis 10 auf, stagnieren bis Tag 90 um danach wieder ab-

zusinken. Nach einem Tag wird die 5-1-8-MOC-Phase beobachtet, danach tritt die 3-1-8-MOC-Phase auf. Es werden MOC-Zwischenphasen angedeutet.

Das IR-Spektrum scheint die Bildungen der MOC-Phasen wiederzugeben (s. Anhang A 11). Die Intensität der OH-Bande nimmt vom 90. bis zum 360. Versuchstag ab. Scharfe hochfrequente OH-Banden werden als charakteristische Signaturen von Sorelphasen interpretiert. Nach 360 Tagen ist eine neue Bande erkennbar. Inwiefern es sich um eine neue Phase oder eine Änderung der Netzwerkpolymerisierung der Silikatgelphase handelt, ist unklar.

Versuch 3 (SiO₂-NaCl-KCl-MgSO₄-MgCl₂-H₂O-System)

Das Röntgendiffraktogramm des Feststoffs aus Versuch 3 zeigt ebenfalls am ersten Tag die 5-1-8-MOC-Phase (s. Anhang A 28 – A 30 und A 34). Am 90. Tag ist nur noch die 3-1-8-MOC-Phase vorhanden. Ein erhöhter Untergrund in den Winkelbereichen bei 20-25 °2 θ und bei 50-53 °2 θ deuten auf nicht eindeutig identifizierbare amorphe Komponenten hin (s. Anhang A 33). Halit ist die dominante kristalline Phase. Sylvin wird ebenfalls nachgewiesen. Das Signal bei 28,56 °2 θ wird vom wesentlich intensiveren Sylvin-Peak überlagert und kann daher nicht ausgewertet werden.

Die Mikrosondenuntersuchungen zeigen, dass die Veränderung der Silikatgelphase mit denen in Versuch 2 vergleichbar ist. Die MOC-Phasen sind von Beginn an dichter verfilzt und mit K- und SO₄-haltigen Phasen bedeckt (siehe Abbildung 3-13). Semiquantitative Messungen einiger Kristallnadeln deuten auf MOS-Phasen mit einer Zusammensetzung von 2MgSO₄·Mg(OH)₂·2H₂O hin.

Die Raman Spektren ähneln denen von Si-reichen Na-Silikatgläsern (Na₂O:SiO₂ $\approx$ 1:9 – 1:20). Deutliche Inhomogenitäten im Bereich der OH Bande und bei der Si-O Streckschwingungsbande weisen auf eine variable Polymerisierung der Silikatgelphasen hin. Am 90. Tag werden nicht eindeutig Silikatgelphasen oder Kristallen zuzuordnende Signale registriert. Die Silikatgelphasen nach 360 Tagen Versuchsdauer zeigen die größte Homogenität der V3-Proben. Die Si-O Streckschwingung zeigt ein scharfes Maximum bei 977 cm⁻¹, dies deutet eine beginnende Devitrifizierung der Silikatgelphase an. Weitere scharfe Banden sind nach 360 Tagen Versuchsdauer noch nicht erkennbar (s. Anhang A 7 – A 9).

Die Sorel-Phasen zeigen ein von Versuch 2 abweichendes Raman-Spektrum. Sulfathaltige Sorelphasen können jedoch aus Mangel an Vergleichspektren nicht identifiziert werden. Es wird eine Hypothese aufgestellt, die besagt, dass MOS- und MOC-Phasen über die OH-Bandenstruktur nicht voneinander zu unterscheiden sind, eventuell aber durch die Präsenz einer Sulfatbande.

In den IR-Spektren ist erkennbar, dass die mit Wasser in Zusammenhang stehenden Banden mit der Versuchszeit zunehmen. Eine Unterscheidung zwischen MOS- und MOC-Phasen ist nicht möglich, da diese die gleichen Werte haben können. Weiterhin erscheinen Signale, die nicht eindeutig interpretiert werden können. Es treten Überlagerungen von Si-O-Streckschwingungen der Silikatgelphase durch Sulfatschwingungen auf, so dass eindeutige Zuordnungen nicht möglich sind (s. Anhang A 12).

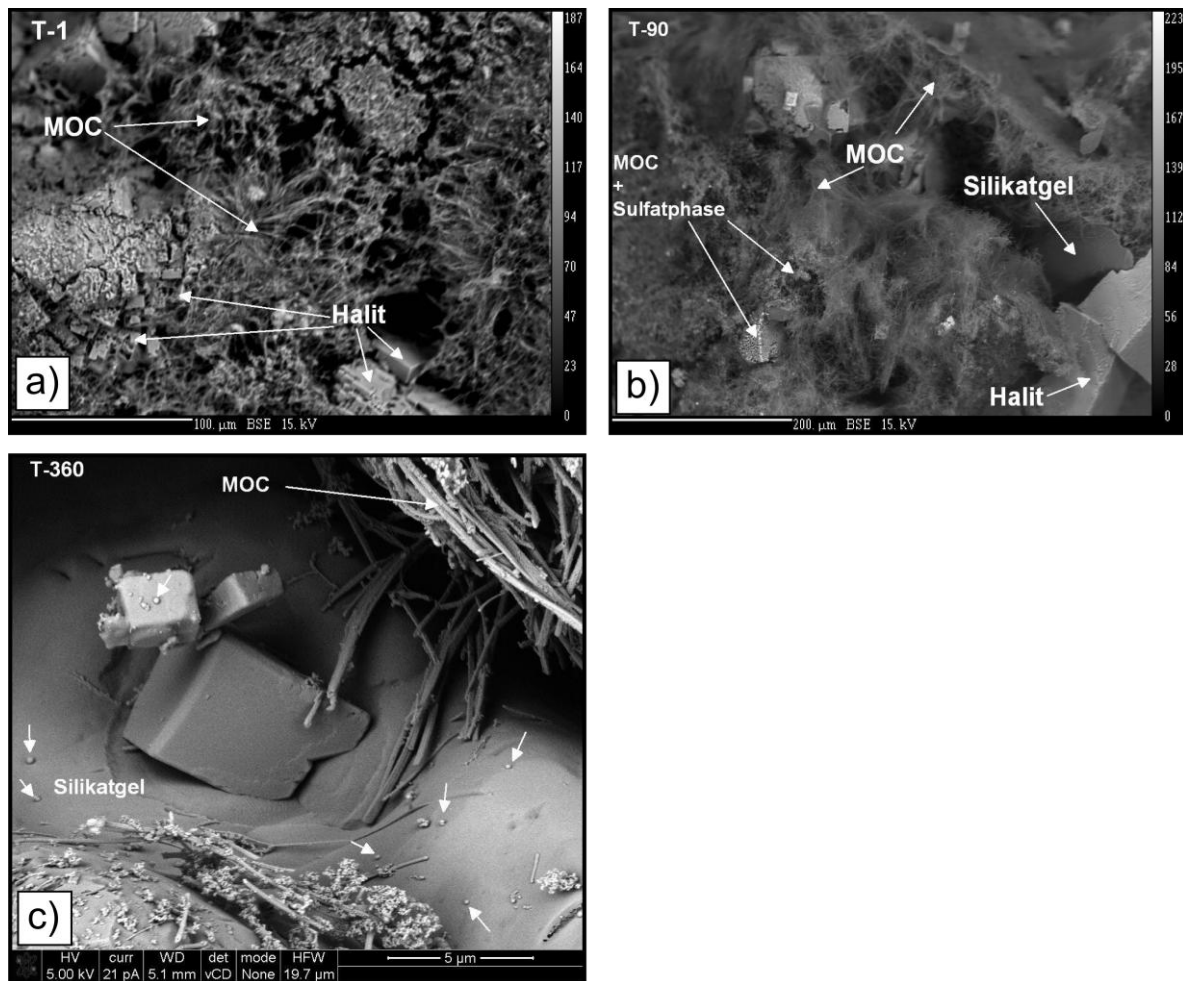


Abbildung 3-13: Versuch 3 ($\text{SiO}_2\text{-NaCl-KCl-MgSO}_4\text{-MgCl}_2\text{-H}_2\text{O}$ -System): BSE Aufnahmen des Feststoffs nach 1 (a), 90 (b) und 360 (c) Tagen. Bereits nach 1 Tag ist ein wirres Gemenge aus MOC-Fasern erkennbar. Nach 360 Tagen sind feine runde Aggregate auf dem Silikatgel erkennbar.

3.2.4.2 Lösungen

In den Lösungen wurden in Abhängigkeit von der Zeit die Hauptbestandteile sowie der Si-Anteil bestimmt. Die Lösungsanalysen sind insbesondere erforderlich, um Daten zur SiO_2 -Löslichkeit zu erhalten.

Versuch V1 ($\text{SiO}_2\text{-NaCl-H}_2\text{O/OH}^-$ - System)

In der Tabelle 2-1 sind die Messresultate der Hauptbestandteile und des Si-Anteiles sowie die pH-Messwerte der aus den Versuchsansätzen a und b entnommenen Lösungen aufgelistet. Der pH-Wert steigt innerhalb eines Tages von pH 7,2 auf pH 11 und fällt im Laufe des Versuchszeitraumes auf 10,8 zurück. Der Si-Anteil liegt anfangs bei 181 bzw. 163 $\mu\text{g/g}$ und fällt innerhalb 12 h auf 25 bzw. 19 $\mu\text{g/g}$ zurück. Die Si-Löslichkeit wird durch den einmaligen Lösungsaustausch nicht mehr verändert. Die Na- und Cl- Anteile in den Versuchslösungen schwanken nur in geringem Maße um die Anfangswerte.

Tabelle 3-5: Hauptbestandteile und pH-Werte der Lösungen aus V1a und V1b im Vergleich zur Ausgangslösung.
 Angaben Hauptbestandteile in Gew. % und Si in µg/g. Bis zum 10. Versuchstag können die Lösungsdaten als Doppelbestimmungen betrachtet werden. Die Lösung von V1b wurde nach dem 10. Versuchstag durch die Ausgangslösung ausgetauscht. n.a. - nicht analysiert.

Probenahme	Na		Cl		pH		Si	
	V1a	V1b	V1a	V1b	V1a	V1b	V1a	V1b
NaCl-Lösung	10,3	10,3	15,8	15,8	7,2	7,2	n.a.	n.a.
V1-T0,5	10,3	10,3	15,8	16,0	10,7	10,6	181	163
V1-T1	10,3	10,5	15,8	16,6	11,0	11,0	25	19
V1-T5	10,3	10,4	15,8	16,0	10,9	10,9	31	21
V1-T10	10,3	10,3	15,6	15,8	10,9	10,9	36	30
V1-T20 T10	10,4	10,5	15,7	16,0	10,9	10,8	31	20
V1-T40 T30	10,2	10,2	15,5	15,9	10,9	10,8	28	20
V1-T90 T80	10,2	10,2	15,5	15,6	10,8	10,8	32	28
V1-T360 T350	10,2	10,2	15,6	15,8	10,8	10,8	41	26

Versuch 2 (SiO₂-NaCl-MgCl₂-H₂O-System)

Die Tabelle 3-6 zeigt die Hauptbestandteile und den Si-Anteil sowie die pH-Werte der untersuchten Lösungen. Der pH-Wert steigt von ursprünglich 6,2 innerhalb eines Tages auf pH 7,9 und geht innerhalb des Versuchszeitraumes auf pH 7,4 zurück. Der Na-Anteil steigt von ursprünglich 2,3 Mass.-% im Versuchszeitraum auf 2,6 Mass.-% während der Mg-Anteil von ursprünglich 5,2 Mass.-% auf 4,9 Mass.-% abnimmt. Der Si-Anteil liegt während des Versuchszeitraumes bei < 4 µg/g.

Tabelle 3-6: Hauptbestandteile und pH-Werte der Lösungen aus der Versuchsreihe V2 im Vergleich zur Zusammensetzung der Ausgangslösung. Angaben Hauptbestandteile in Gew.% und Si in µg/g. n.a. nicht analysiert.

Probenahme	Na	Mg	Cl	pH	Si
NaCl-MgCl ₂ -Lsg.	2,32	5,15	17,9	6,2	n.a.
V2-T0,5	2,47	5,09	18,1	7,7	4
V2-T1	2,56	5,01	17,9	7,9	4
V2-T5	2,60	4,94	17,8	7,6	2
V2-T10	2,63	4,93	18,2	7,5	3
V2-T20	2,63	4,95	17,7	7,5	4
V2-T40	2,66	4,81	17,7	7,4	3
V2-T90	2,67	4,83	17,9	7,4	4
V2-T360	2,61	4,87	17,8	7,4	3

Versuch 3 (SiO₂-NaCl-KCl-MgSO₄-MgCl₂-H₂O-System)

Das Lösungs-/Feststoffgemisch verfestigte sich innerhalb von 12 Stunden und zeigt nach etwa 90 Tagen Standzeit wieder etwas Lösung, so dass nur am Anfang und ab dem 90. Tag die Lösungsphase untersucht wurden (siehe Tabelle 3-7). Bei Versuchsbeginn steigt der pH-Wert innerhalb von 12 h von pH 4,7 auf pH 6,9 und verbleibt während des Versuchszeitraumes bei diesem Wert. Während des Versuchszeitraumes steigt der Na-Anteil von 0,75 Mass.-% auf 0,98 Mass.%, während der Mg-Anteil von 7,12 Mass.% auf 6,75 Mass.% und der Cl-Anteil von 21,7 Mass.% auf 20,9 Mass.% absinken. Die K-Anteile schwanken nur geringfügig um den Ausgangswert. Der Si-Anteil liegt während des Versuchszeitraumes bei < 1 µg/g.

Tabelle 3-7: Hauptbestandteile und pH-Werte der Lösungen aus der Versuchsreihe V3 im Vergleich zur Zusammensetzung der Ausgangslösung. Angaben Hauptbestandteile in Gew.% und Si in µg/g. n.a. nicht analysiert.

Probenahme	Na	K	Mg	Cl	SO ₄	pH	Si
Lsg. Q	0,75	1,22	7,12	21,7	2,06	4,7	n.a.
V3-T90	0,98	1,19	6,42	19,7	2,16	6,9	< 1
V3-T360	0,96	1,12	6,75	20,9	2,18	6,9	< 1

Zusammenfassende Bewertung der Lösungsanalysen

Die analysierten Si-Werte sind in die Löslichkeitskurven der Daten von Marshall & Warakowski (1980) eingefügt (siehe Abbildung 3-14). Systematische Untersuchungen der Löslichkeit von an Halit gehärtetem Natron-Wasserglas (Silikatgel) in konzentrierten salinaren Lösungen sind derzeit nicht bekannt. Aus diesem Grund können die in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse nur annähernd mit den Literaturdaten verglichen werden.

Die Si-Anteile der Lösungen von V1 können durch das System SiO₂-NaCl-H₂O/OH⁻ beschrieben werden. In der Abbildung 3-14 wird die Löslichkeitskurve für das SiO₂-NaCl-H₂O-System angegeben. Der pH-Wert in den Versuchslösungen V1a und V1b liegen bei pH 10-11 und damit deutlich höher als in den zur Berechnung der Löslichkeitskurve zugrunde liegenden Lösungen von Marshall & Warakowski (1980).

Die anfänglich gemessenen hohen Si-Anteile in den Lösungen V1 von 180 bzw. 163 µg/g betrugen nach 12 Stunden weniger als 80 % des ersten Messwertes. Das in der Lösung befindliche Si muss also aus der Lösungsphase wieder entfernt worden sein. Die ersten Messwerte der alkalischen Lösungen V1 liegen höher als die in wässrigen Lösungen zu erwartenden Löslichkeiten von amorphen SiO₂. In den V1 Lösungen wurden wahrscheinlich feinste SiO₂-Partikel gemessen. Es ist davon auszugehen, dass bei der Probenherstellung nicht die gesamte Wasserglasmasse mit Halit reagierte. Bei der Herstellung der Kornfraktionen wurden anhaftende Staubeile am Probematerial nicht entfernt, so dass auch feinste Teilchen von Natron-Wasserglas vorhanden waren.

Infolge der geringen Konzentration der Natron-Wasserglaspartikel konnte die Agglomeration zu größeren Si-O-Aggregate nicht schlagartig erfolgen, so dass bei der Probenahme 12 Stunden nach Versuchsbeginn gelierende Si-O-Makromoleküle in der entnommenen Lösung waren und letztendlich analysiert wurden. Mit zunehmender Versuchszeit wurden die Si-O-Aggregate größer und konnten bei der Probenahme bzw. beim Zentrifugieren von der Lösungsphase teilweise abgetrennt werden. Die weiteren Analysen weisen Schwankungen auf, ohne einen Trend aufzuzeigen.

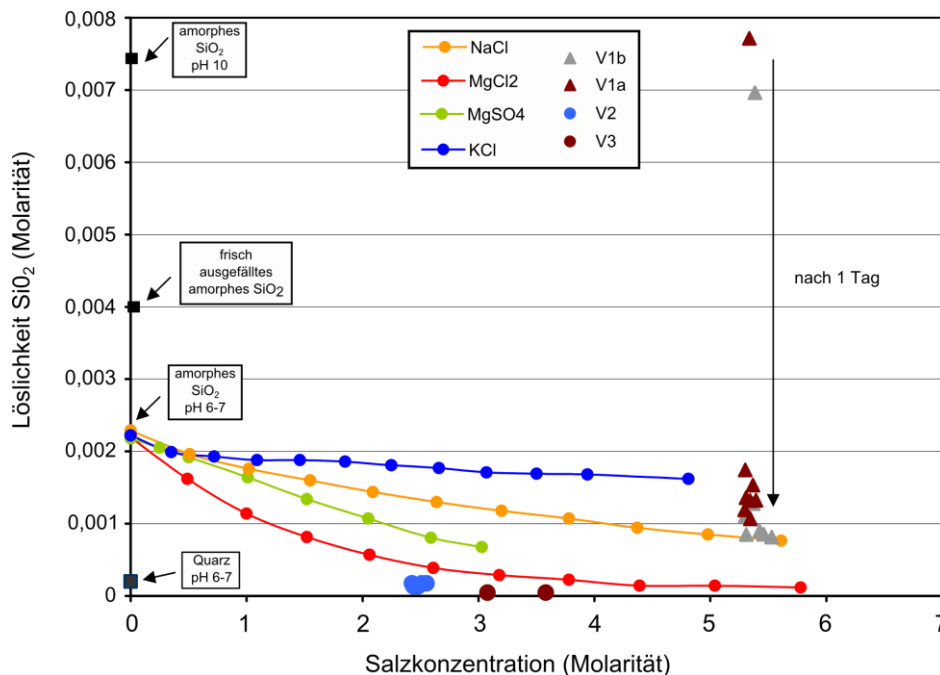


Abbildung 3-14: SiO₂-Anteile aus den Versuchen V1, V2 und V3 im Vergleich zu den Löslichkeiten von amorphem SiO₂ in unterschiedlich konzentrierten reinen Salzlösungen bei 25 °C (Löslichkeitsdaten aus Marshall & Warakomsky 1980).

V2 und V3 beziehen sich auf die gesamte Salzkonzentration der Lösungen. Die Löslichkeit von Quarz in Wasser bei pH 7 ist als Vergleich angegeben.

Die Si-Anteile der Lösungen von V2 und V3 liegen deutlich unterhalb der Löslichkeitskurve für SiO₂-MgCl₂-H₂O-Systeme. Auch 12 h nach Versuchsbeginn sind keine höheren Si-Anteile in den Lösungen nachzuweisen.

Mit zunehmendem Anteil von MgCl₂ in NaCl-gesättigten Lösungen sinkt die Si-Löslichkeit deutlich. Es zeigt sich eine Abnahme der Si-Konzentration mit Anwesenheit von MgCl₂ in den NaCl-gesättigten Lösungen. Dies stimmt auch mit den Beobachtungen von Meyer & Willms (2009) überein.

Unterhalb der Nachweisgrenze liegt der Si-Anteil in der komplex zusammengesetzten Lösung Q. Es ist daher anzunehmen, dass mit Zunahme des Mg-Anteils in konzentrierten salinaren Lösungen, die Si-Löslichkeit von Silikatgel abnimmt. Weiterhin scheint es eine Art Additionseffekt zu geben, denn die Si-Löslichkeiten in mehr-kationigen salinaren Lösungen

liegen deutlich unterhalb der Si-Löslichkeiten in mono-kationigen salinaren Lösungen. Die Si-Löslichkeit in salinaren Lösungen des Typs Q liegt unter dem Löslichkeitswert für Quarz in Wasser. Die Untersuchungen von Marshall & Warakowski (1980) und Meyer & Willms (2009) deuten an, dass Ca die Löslichkeit von Si ähnlich beeinflusst wie Mg.

3.2.4.3 Zusammenfassung der Versuchsergebnisse

Die vorliegenden Untersuchungen liefern Ergebnisse über die Löslichkeit von an Halit gehärtetem Natron-Wasserglas (Silikatgel) in salinaren Lösungen in Verbindung mit strukturellen Veränderungen des Feststoffs sowie Mineralum- und Mineralneubildungen.

Beim Kontakt von Silikatgel mit konzentrierten salinaren Lösungen wird mit der Zeit das $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ -Verhältnis größer. Dieser Effekt zeigt sich bereits in konzentrierten NaCl-Lösungen und wird in MgCl_2 -haltigen Lösungen intensiver, wobei sogar teilweise Na^+ gegen Mg^{2+} ausgetauscht wird. In konzentrierten salinaren Lösungen des Typs Q werden im Silikatgel lokal Bereiche gefunden, die frei von Na^+ oder Mg^{2+} sind.

Die röntgenographischen Untersuchungen der festen Phasen weisen ein Signal bei $28,56^\circ 2\theta$ (entsprechend einem Netzebenenabstand von $3,124 \text{ \AA}$) auf, welches mit der Versuchszeit intensiver wird. Die Gitterabstände von $3,124 \text{ \AA}$ ähneln denen des Cristobalits und des Anhydrits. Da für die Herstellung der Feststoffe und der Lösungen nur Ca-freie Chemikalien verwendet wurden, kann dieses Signal nur vom Silikatgel stammen und deutet daraufhin, dass es lokal zur Bildung von geordneten Strukturen kommt. Weiterhin wird in den Versuchen im Winkelbereich zwischen $50\text{--}53^\circ 2\theta$ ein erhöhter Untergrund registriert. Dies könnte auf die Bildung von amorphem SiO_2 mit beginnender Kristallisation hindeuten. Raman und IR-Untersuchen von Silikatgel, welches im Kontakt mit Mg-haltigen Lösungen war, zeigen nicht identifizierbare Signale im Si-O-Spektrum. Bei Silikatgel im Kontakt mit Lösung Q wird eine Devitrifizierung angedeutet. Dies alles kann darauf hindeuten, dass zumindest lokal im Silikatgelnetzwerk eine kristallographische Ordnung stattfindet. Inwieweit eine SiO_2 -Phase oder ein Na- bzw. Mg- haltiges Silikat kristallisiert, kann zum Ende der vorliegenden Versuchsreihen nicht erkannt werden.

Beim Kontakt von Silikatgel mit Mg-haltigen Lösungen werden MOC-Phasen gebildet. Die Röntgendiffraktogramme der Feststoffe zeigen im Bereich $20\text{--}25^\circ 2\theta$ einen erhöhten Untergrund. In diesem Winkelbereich liegen die Gitterabstände der Sorelphasen, so dass darauf zu schließen ist, dass hier amorphe bis schlecht kristalline MOC-Phasen vorliegen. Scharfe Röntgensignale liefern die 5-1-8-MOC-Phasen, welche innerhalb kürzester Zeit gebildet werden. Nach 10 Tagen findet eine Umwandlung in die stabile 3-1-8-MOC-Phase statt. Dies konnte auch durch Raman- und IR-Untersuchungen gezeigt werden.

Geochemische Berechnungen der Lösungsanalysen wurden mittels EQ3, auf der Basis des um die thermodynamischen Daten der 5-1-8-MOC-Phase erweiterten HMW-Datensatzes durchgeführt. Die berechneten Sättigungen zeigen den Feststoffuntersuchungen entsprechend ebenfalls eindeutig die Umwandlung der 5-1-8-MOC-Phase in die 3-1-8-MOC-Phase (Abbildung 3-15).

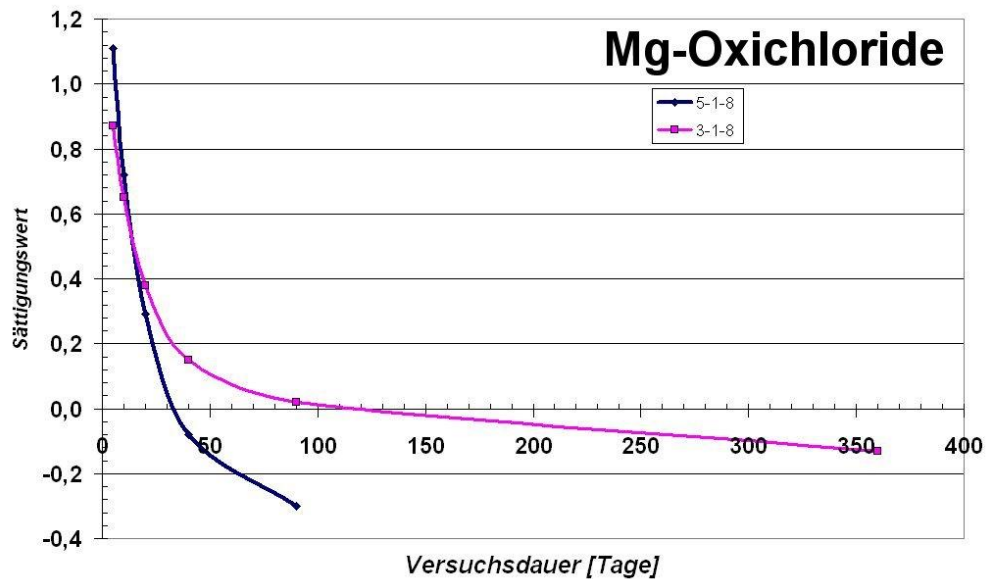


Abbildung 3-15: Sättigungswerte der während der Versuchszeit relevanten MOC-Phasen der Versuchsreihe V2.

Die Ausbildung der MOC-Phasen erfolgt zunächst in Form kleiner nadeliger Kristalle, welche mit der Zeit wachsen und ein wirres ineinander verwobenes Netzwerk ergeben. Durch die Bildung der MOC-Phasen werden Wassermoleküle der Lösungsphase verbraucht. Weiterhin lagert sich Lösung in das feine Geflecht des MOC-Netzwerkes ein, sodass die überstehende Lösungsmenge abnimmt.

Die Bildung von MOS-Phasen wird vermutet, ist jedoch mit keinem der verwendeten Verfahren eindeutig nachgewiesen worden. Lediglich eine bei V3-T90 vorgenommene Abschätzung der Phasenzusammensetzung einiger Messpunkte auf den Kristallnadeln deutet auf eine mögliche MOS-Phase mit der Zusammensetzung $2\text{MgSO}_4 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hin. Bei den Raman- und IR-Untersuchungen fehlen eindeutige Vergleichslinien. Hier wird vermutet, dass MOC und MOS-Phasen im gleichen Bereich Signale geben und die MOS-Phasen nur durch zusätzliche Sulfatlinien bzw. -banden zu identifizieren sind.

In einem Zusatzversuch wurde Halitgrus mit Natron-Wasserglas verfestigt, getrocknet und dann mit einer Lösung Q durchströmt. Die Verfestigung erfolgte nur unter geringen Drücken, sodass noch durchströmbarer Porenraum vorhanden war. In den folgenden Abbildung 3-16 bis Abbildung 3-18 ist der Kontakt der Silikatgelpphase mit dem Halit dargestellt. Es ist deutlich erkennbar, dass das Natron-Wasserglas mit dem Halit reagiert hat und eine neue feste Silikatgelpphase entstanden ist. Halitneubildungen sind dendritenartig vom Halitkorn aus in die Silikatgelpphase gewachsen. Durch den Kontakt mit der Lösung Q wurden MOC-Phasen gebildet.

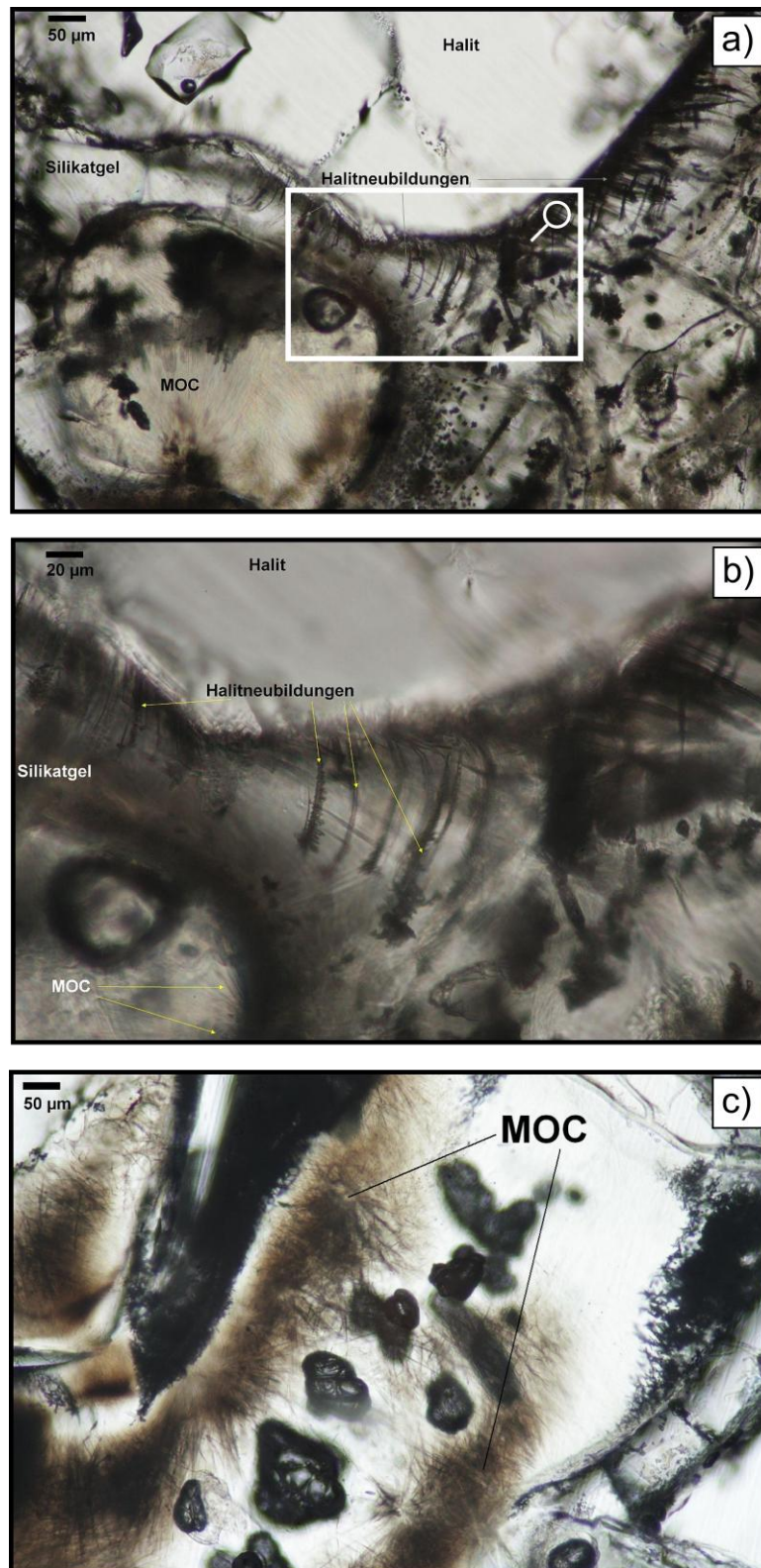


Abbildung 3-16: Mikroskopische Aufnahme von mit Lösung Q durchströmtem Salzgrus. In (a) sind Halitneubildungen zu sehen, die dendritenförmig in das Silikatgel wachsen. In (b) ist ein vergrößerter Ausschnitt aus (a) zu sehen. Ausbildung von nadeligen, teilweise zu Büscheln angeordneten Sorelphasen in (c). Parallele Polarisatoren.

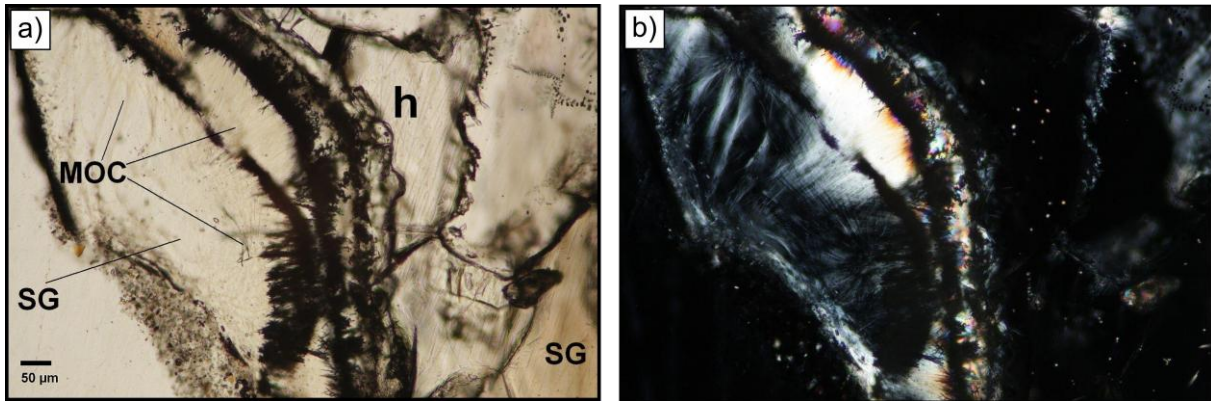


Abbildung 3-17: Mikroskopische Aufnahme von mit Lösung Q durchströmtem Salzgrus mit a) parallelen und b) gekreuzten Polarisatoren. h= Halit; SG= Silikatgel; MOC= Sorelphasen.

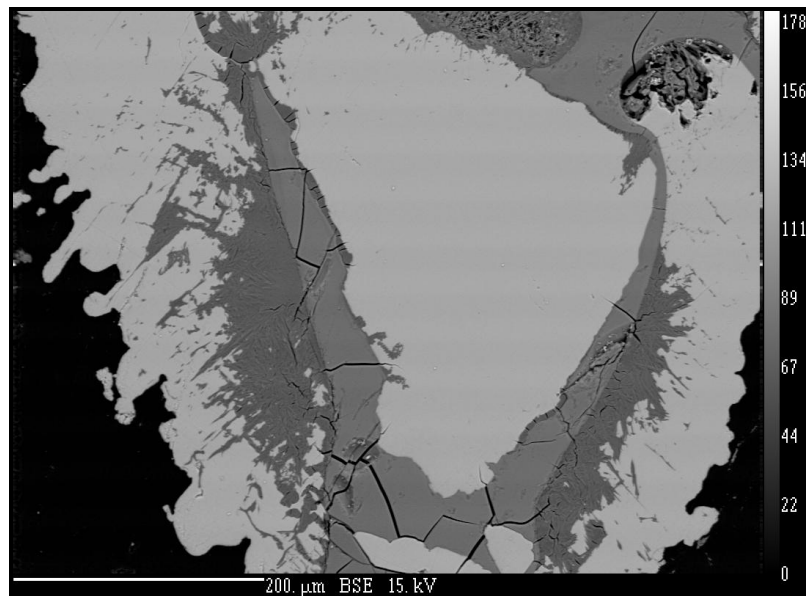


Abbildung 3-18: REM Aufnahme von mit Lösung Q durchströmtem Salzgrus. Die hellen Bereiche sind Halit, die hellgrauen Säume Mg-reiche Silikatgelfase und die dunkelgrauen Bereiche sind Sorelphasen teilweise verwachsen mit Brucit.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass beim Kontakt von an NaCl-gehärteten Natron-Wasserglas 37/40 mit den in der vorliegenden Arbeit verwendeten gesättigten Salzlösungen:

- SiO_2 -Phasen gebildet werden, die mit zunehmender Versuchszeit eine innere Struktur aufbauen, Na-Ionen abgeben und wenn in den Lösungen vorhanden, Mg-Ionen einbauen,
- die Löslichkeit der SiO_2 -Phasen in Mg-haltigen salinaren Lösungen vernachlässigbar gering ist,
- in Gegenwart von Mg-haltigen salinaren Lösungen langfristig die stabile 3-1-8-MOC-Phase gebildet wird,
- Halit als stabile Phase zu betrachten ist, da sämtliche Lösungen halitgesättigt sind.

3.3 Theoretische Betrachtung der Langzeitstabilität

In der Natur gibt es zahlreiche Beispiele für geochemische Milieus, bei denen sich in Analogie zu Wasserglaslösungen Silikate durch Fällung bzw. Flockung gelöster und kolloidaler Silikatspezies bilden. Beispielsweise wird die Bildung der Achate mit kolloiden SiO_2 -Lösungen (SiO_2 -Sol) in Verbindung gebracht. Abbildung 3-19 zeigt ein künstliches Silikatgewächs (entstanden durch Reaktion eines Salzkornes mit Natron-Wasserglas) sowie silikatgewächsähnliche Gebilde in einem Moosachat. Die Übereinstimmung im Aussehen ist eindeutig. Das Prinzip der Bildungsprozesse dürfte in beiden Fällen identisch sein (Landmesser 1987).

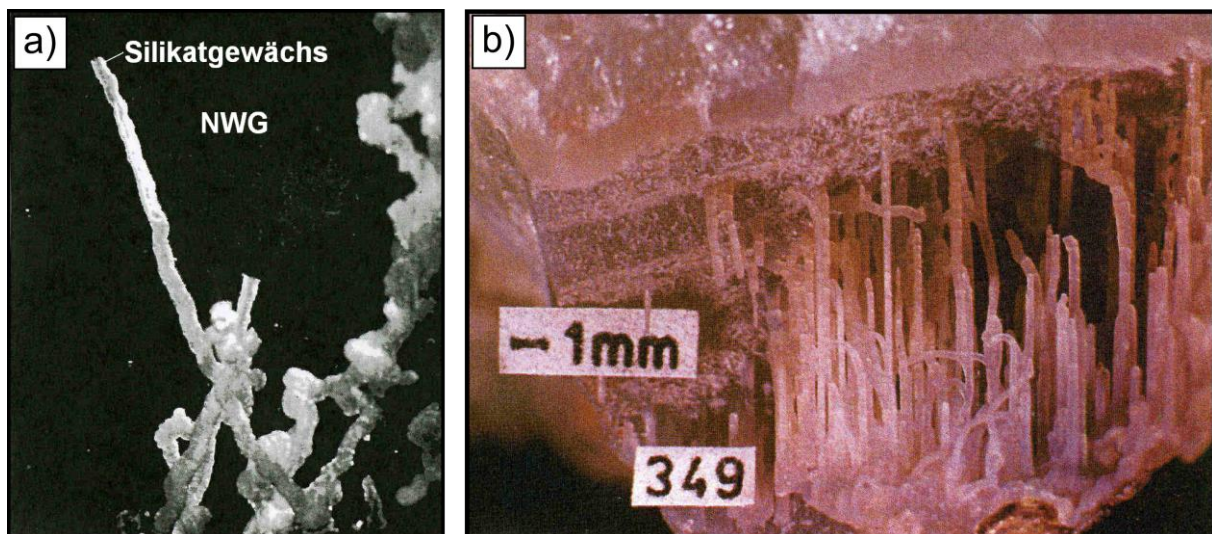


Abbildung 3-19: Vergleich zwischen einem künstlich hergestelltem Silikatgewächs (Salzkörner in Natronwasserglas-Lösung (a) und einem Moosachat mit silikatgewächsähnlichen Gebilden (b) nach Landmesser (1987).

Weiterhin ist die Bildung von Silikaten

- beim Eintritt von Fluss- in Meerwasser und salinare Lösungen sowie
- bei der Eindunstung von Meerwasser und kontinentalen Wässern hervorzuheben.

Die Ursache der Entstehung dieser Silikate beruht, wie beim Wasserglas, auf einem Anstieg der Salinität der Lösung, auf einer Senkung des pH-Wertes und im Falle der Eindunstung von Meerwasser und kontinentalen salinaren Lösungen auf den Konzentrationsanstieg von Silikatspezies in der Restlösung. Die Naturbefunde erlauben damit eine sichere Prognose der weiteren chemisch/mineralogischen Entwicklung der Wasserglasprodukte.

Bei der Injektion von Natron-Wasserglas in das Salzgebirge kann eine Reaktion des Wasserglases mit Kohlendioxid aus der Luft vernachlässigt werden. Auf die Stabilität carbonathaltiger Mineralphasen, die bei der Reaktion mit CO_2 entstehen könnten, wird daher im Folgenden nicht eingegangen.

3.3.1 Naturvorkommen

Bei den natürlichen Vorkommen sind marine und kontinentale Salzmilieus zu betrachten. In beiden Milieus treten SiO_2 -Verbindungen in Form von Neubildungen (authigen) und als klastisch eingetragenes Material, d. h. dem Ablagerungsbecken von außen, z. B. über Flüsse, zugeführtes Material auf.

Die Stabilität klastischen Materials ist nur schwer zu beurteilen, da deren ursprüngliche Stoffmengen und -eigenschaften nur unzureichend bekannt sind und daher Veränderungen des Materials nicht ausreichend genug erfasst werden können. Die Befunde zu den Mineralneubildungen ergeben dagegen im Hinblick auf die Langzeitstabilität eine eindeutige Aussage. Hervorzuheben ist allgemein, dass kristalline SiO_2 -Verbindungen, wie Quarz, in der Natur zu den chemisch und mechanisch stabilsten Verbindungen zählen, so dass sie sich in Ablagerungsbecken anreichern und häufig in Sedimenten auftreten. Des Weiteren bilden sie sich in einen weiten Druck-/Temperatur-Bereich.

3.3.1.1 Marine Salzablagerungen

Authigene Quarze sind in marinen Salzablagerungen keine Seltenheit und wurden in einer Vielzahl von Untersuchungen nachgewiesen, wobei auf die Gesamtheit der publizierten Informationen in diesem Rahmen nicht eingegangen werden kann. Ausgewählte Arbeiten sind z. B. Brasack (1867), Zimmermann (1907), Reidemeister (1911), Tarr (1929), Brownell (1942), Albright & Kruckow (1958), Braitsch (1959), Grimm (1961, 1962), Schulze et al. (1962), Demangeon (1966), Nachsel (1966), Franz (1967), Kühn (1968), Pundeer (1969), Sokolov (1971), Schettler (1972), Bachmann (1984), Sonnenfeld (1984), Diem (1985), Müller-Schmitz (1985), Tucker (1985), Blankenburg & Fruth (1991), Brammer (1992) sowie Landsmann (2001). Des Weiteren wurden sie auch im Rahmen eigener mineralogischer Untersuchungen aus Evaporitgesteinen gewonnen. Da Quarze als Rückstand nach der Behandlung der Evaporite mit Wasser und ungesättigten Salzlösungen gewonnen werden, zählen sie zu der wasserunlöslichen Mineralfraktion. Von besonderer Relevanz ist ihr Auftreten

- in unterschiedlichen Evaporitbecken, wobei die meisten Informationen zu authigenen Quarzen im mitteleuropäischen Zechstein-Salinar (Perm) vorliegen,
- in Evaporiten fast des gesamten Eindunstungszyklus, d. h. von Anhydritgesteinen über Steinsalz bis hin zu KMg -Gesteinen (Kaliflözen: Carnallit, etc.),
- in Ausscheidungen des unveränderten Meerwassers, sowie in Evaporitgesteinen, die aus sog. MgSO_4 -verarmter Meerwasserlösung entstanden sowie
- das Vorhandensein in Evaporiten in den originalen Gesteinsserien und in Evaporitgesteinen, die im Verlauf ihrer geologischen Geschichte durch Lösungen chemisch-mineralogisch überprägt wurden.

Die Abbildung 3-20 zeigt beispielhaft Quarzbildungen im Zechstein-Anhydrit, die um ein in das Sediment eingetragenes Quarzkorn als Keim entstanden.

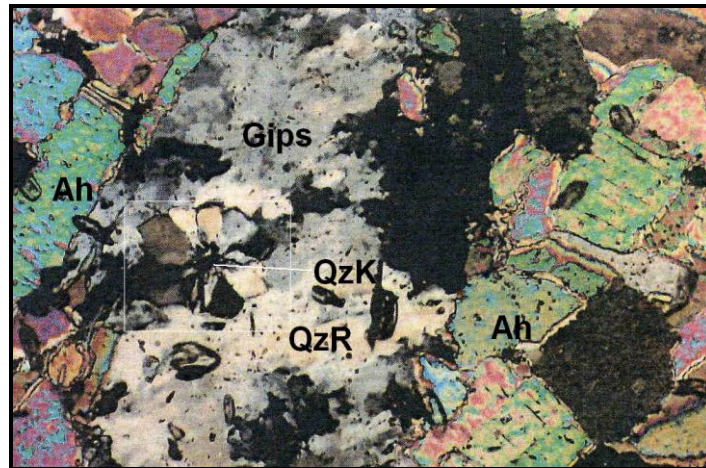


Abbildung 3-20: Quarz in sekundärem Gipsgang in Anhydritgrundmasse (Salinarquarz nach Balzer (1997).
Gekreuzte Polarisatoren; Ah: Anhydrit; QzR: Quarzrosette; QzK: Quarzkeim.
Bildausschnitt ca. 0,8 mm.

3.3.1.2 Kontinentale Salzablagerungen

Übertrifft im Bereich kontinentaler Becken, wie Salzseen, die Evaporation von Wasser die Menge an zufließenden Wässern, z. B. Fluss-, Niederschlags- und Grundwässern, so entstehen auch hier stark salzhaltige Lösungen. Ihr Chemismus variiert stärker als beim eindunstenden Meerwasser, da

- das Verhältnis der gelösten Ionen in Flusswässern deutlich schwankt,
- die Volumina dieser Becken begrenzt sind und damit die Menge gelöster Salze signifikant von der Zufuhr externer Wässer beeinflusst wird sowie
- das Auflösen als Bodenkörper vorliegender Salze eine größere Rolle spielen kann.

Der wesentliche Unterschied der Fluss- und Grundwässer zum Meerwasser ist die Dominanz von Calcium-Kationen und von HCO_3^- -Anionen, während im Meerwasser eindeutig das Natriumchlorid (NaCl) vorherrscht. Bei starker Evaporation kristallisieren in den kontinentalen Lösungen demzufolge vor allem Karbonate, wie Aragonit und Calcit (CaCO_3), Soda (Natrium, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), Trona ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) neben Sulfaten, z. B. Gips und/oder Anhydrit, Glaubersalz (Mirabilit, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), Thenardit (Na_2SO_4) und Hexahydrit ($\text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) oder Epsomit ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), so dass ihr Gehalt an MgCl_2 aufgrund der Löslichkeitsabfolge der einzelnen Salze fortwährend ansteigt. Aufgrund dieser MgCl_2 -Komponente und der oftmals hohen Anteile gelöster Kieselsäure eignen sich kontinentale Salzlösungen, die Langzeitstabilität der Reaktionsprodukte von Wassergläsern zu beurteilen.

Die Naturbeobachtungen zeigen, dass bei ausreichender Menge gelöster Kieselsäuren zahlreiche Silikate kristallisieren, wobei, wie im marinen Milieu, der Konzentrationsanstieg in Folge Evaporation, bis hin zu saisonaler Austrocknung der Ablagerungsbecken sowie eine

Senkung des pH-Wertes in den neutralen pH-Bereich die wesentlichen auslösenden Faktoren sind. In einigen Fällen ist die Zersetzung organischer Substanz und die damit einhergehende CO₂-Produktion von Relevanz. Quantitativ dominierend sind vor allem nach dem anfänglichen Silikatgelstadium Bildungen von Opal. Häufig werden die sich ablagernden mikrokristallinen SiO₂-mineralhaltigen Sedimente auch als Chert (chemisch kieselige Sedimente) bezeichnet (Röhricht 1998). Die Kristallinität der Verbindungen nimmt mit dem Alter zu.

Beispiele für die Bildung von SiO₂-Verbindungen aus Silikatgelen finden sich weltweit im ariden und semiariden Bereich, wobei z. B. umfangreiche Untersuchungen der chemischen Bedingungen in der Coorong Lagune (Südaustralien, Peterson & Borch 1965, Tucker 1985) und der Playa Origin (N-Carolina, USA, Wheeler & Textoris 1978) erfolgten. Gelartige SiO₂-Ablagerungen wurden ferner in Bohrkernen von den Galapagos-Inseln beschrieben (Colinvaux & Goodman 1971; vgl. Krainer & Spötl 1998).

Eine besondere Aufmerksamkeit ist unter anderem aufgrund der großen Menge des sedimentierten Cherts den Sodaseen des Ostafrikanischen Grabens (Magadi-Natron-Becken) zu widmen (z. B. Eugster 1986; Schubel & Simonson 1990). Der im Magadi-Becken auftretende Chert besteht aus verschiedenen genetischen Typen und gehört unterschiedlichen Sequenzen an. Für die ältesten Cherts wird ein Alter von 780.000 bis 300.000 Jahre angenommen, die folgenden Ablagerungen sind etwa 98.000 Jahre und 9.100 Jahre alt und die jüngsten sind rezent. Im See Magadi treten neben amorpher Kieselsäure, SiO₂-Polymorphosen, den chemisch dem Wasserglas verwandte Na-Hydrosilikate (vgl. Rieck 1996), wie Magadiit (Na₂Si₁₄O₂₉·11H₂O, vgl. Icole et al. 1983; Mac Atee et al. 1968; Maglione 1970; Rooney et al. 1969), Makatit (Na₂Si₄O₉·5H₂O, vgl. Sheppard et al. 1970), Kenyait (Na₂Si₂₂O₄₅·10H₂O, vgl. Bapst et al. 1983) und Kanemit (NaHSi₂O₅·3H₂O) auf (Dietzel 1998). Diese Na-Silikate sollen Vorstufen für reine SiO₂-Verbindungen sein.

Für die 98.000 Jahre alten Cherts der Grünen Serie der Lake Magadi-Ablagerungen kommt nach Röhricht (1989) nur die Bildung aus einem Silikatgel in Frage, dessen SiO₂-Komponente sich von der Verwitterung vulkanischer Gesteine (Trachyt) herleitet. Mineralogische Grundlagen zur Bildung der Silikatphasen finden sich beispielsweise bei Dietzel & Böhme (1997) und Dietzel (1998). Des Weiteren wurde die Bildung der Silikate unter experimentellen Bedingungen von Fletcher & Bibby (1987) und Muraishi (1995) untersucht.

Das Vorkommen von Magadi ist namensgebend für zahlreiche kontinentale Ablagerungen von Chert (Chert des Typs Magadi), die eine vergleichbare Genese und chemisch-mineralogischen Stoffbestand aufweisen (z. B. Surdam et al. 1972, Houser 1985, Parnell 1986, Bustillo 2001).

3.4 Rheologischen Eigenschaften von Wasserglas als Injektionsmittel für Salzgesteine

Nach dem rheologischen Verhalten der Stoffsysteme folgt dem flüssigen Stadium des Wasserglases, das Gelieren zum Silikatgel (Gelstadium) und abschließend das Erhärten des

Stoffgemenges. Die Viskosität von Wasserglaslösungen ist abhängig von der Konzentration, der Temperatur und dem Verhältnis von SiO_2 : M_2O ($\text{M} = \text{Na}$ od. K). Die Viskosität nimmt mit dem Feststoffanteil der Wasserglaslösung zu, wobei der Viskositätsanstieg nicht gleichmäßig, sondern ab einer bestimmten Konzentration schlagartig erfolgt. Bei Wassergläsern mit einem hohem SiO_2 : M_2O -Verhältnis ist dies besonders ausgeprägt (Silikatechnik.at).

Unterschiedliche Viskositäten weisen Wasserglaslösungen mit gleicher Konzentration auf, wenn das Verhältnis SiO_2 : M_2O verschieden ist. Die Viskositätskurven bei konstanter Konzentration durchlaufen ein Minimum bei einem Verhältnis SiO_2 : M_2O von 1,8-2,0 : 1. Die Viskosität flüssiger Wassergläser nimmt mit steigender Temperatur ab und muss daher in Bezug auf die Messtemperatur angegeben werden.

Wassergläser sind kolloidale Lösungen. Bei kolloidalen Lösungen höherer Konzentration ist der Quotient aus Schubspannung und Geschwindigkeitsgradient nicht mehr konstant, sondern eine Funktion beider und wird als "scheinbare Viskosität" bezeichnet. Eine genaue absolute Viskositätsmessung ist bei solchen Lösungen schwierig. Es ist zweckmäßig, die Viskosität solcher Stoffe in Abhängigkeit der Schubspannung zu messen und das Fließverhalten grafisch aufzutragen. Die gemessenen Viskositätswerte haben nur bei bekannter Schubspannung Gültigkeit. In der Abbildung 3-21 sind die Viskositätskurven von Natron-Wasserglas 37/40 und gesättigter MgCl_2 -Lösung im Temperaturbereich von 20 °C bis 45 °C angegeben. Die Viskosität von Natron-Wasserglas 37/40 sinkt in der Temperaturspanne von 20 °C bis 45 °C von > 100 mPas auf 18,8 mPas ab.

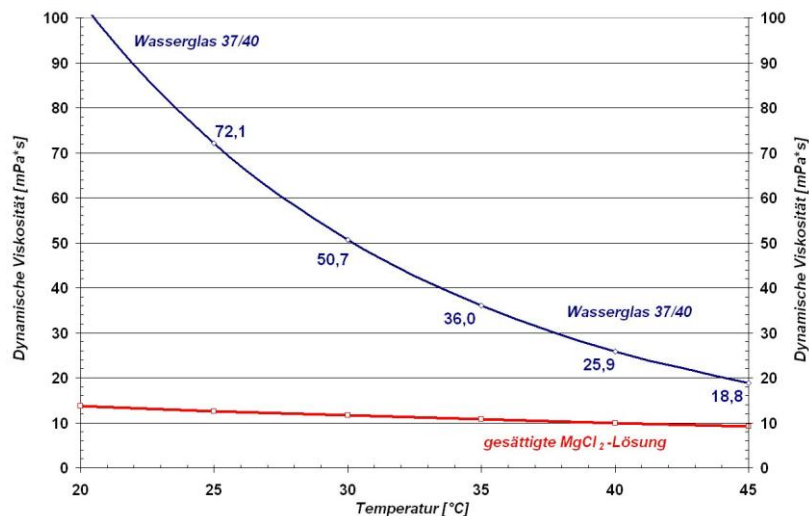


Abbildung 3-21: Dynamische Viskosität eines Wasserglases 37/40 in Abhängigkeit von der Temperatur im Vergleich zu gesättigter MgCl_2 -Lösung (Daten der MgCl_2 -Lösung aus Dietzel (1957)).

3.4.1 Gelierungsmechanismen

Der Gelierungsmechanismus von Wasserglas kann nach Quarch (2010) wie folgt beschrieben werden (Abbildung 3-22). Zunächst kommt es zur Polykondensation der

Monokieselsäure. Aufgrund der vier möglichen Bindungen von Silicium, können sich bei fortschreitender Kondensation dreidimensionale Oligomere und Ringstrukturen bilden. Ab ca. 50 Si-Atomen hat sich ein etwa 2,5 nm großer Keim gebildet, welcher nicht mehr gelöst werden kann (Quarch 2010).

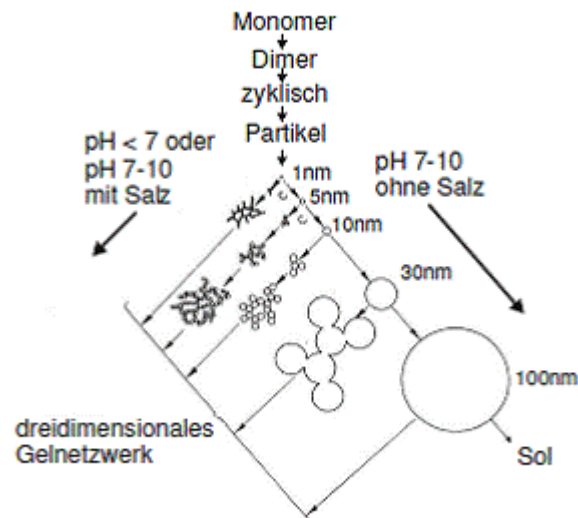


Abbildung 3-22: Polymerisation von Kieselsäure nach Iler (1979): In Abwesenheit von Salz kommt es zu reinem Wachstum, in saurer Lösung oder mit Salz zu Agglomeration und Gelbildung (aus Quarch 2010).

Ab ca. 1,5 Vol. % Primärpartikel in der Suspension kann es in Gegenwart von Salz zum Gelieren kommen. Die Agglomeration und Gelierung der Kieselsäure erfolgt in Bereichen, in denen die Partikel geladen sind, da die Haftung der Partikel untereinander durch die Kondensationsreaktion gewährleistet wird. Sind Salze in der Lösung vorhanden, können sich die Agglomerationspartner besser annähern, welches sich beschleunigend auf die Gelbildung auswirkt. Nach Kinrade & Pole (1992) bewirken die kleinen Alkaliionen auf Grund ihrer starken Hydratisierung eine Veränderung der Wasseraktivität der Lösung. Dies führt dazu, dass kleinere Keime gebildet werden, da die Oligomere schon früher nicht mehr löslich sind.

3.4.2 Reaktionskinetik

Ein Gelieren von Wassergläsern tritt darüber hinaus auf, wenn die Konzentration an Na^+ oder K^+ in der wässrigen Phase deutlich erhöht wird. Da Wasserglas Salze zu lösen vermag, können auch feste Evaporitminerale als Härter fungieren. Die Erhärtungsgeschwindigkeit ist dann abhängig

- von der chemischen Zusammensetzung des Minerals sowie
- von der Löslichkeit und der Auflösungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von Druck und Temperatur.

Natron-Wasserglas wurde 1926 als Injektionsmittel von Joosten (Joosten 1953) eingesetzt. Die Verfestigung des Wasserglases erfolgte durch Verwendung eines Härters (konzentrierte MgCl_2 - bzw. CaCl_2 -Lösung).

Die spontane Gelierung von Silca-Sol und NaCl-Lösung wurde von Funehag (2004) untersucht und dargestellt (Abbildung 3-23). Es ist erkennbar, dass in Abhängigkeit von dem Silica-Sol/NaCl-Lösung-Verhältnis am Punkt der einsetzenden Gelierung die Viskosität schlagartig ansteigt. Dieser rapide Viskositätsanstieg beim Gelieren ist qualitativ auf das System Halit/Natron-Wasserglas übertragbar. Quantitative Daten können zur Zeit nicht angegeben werden.

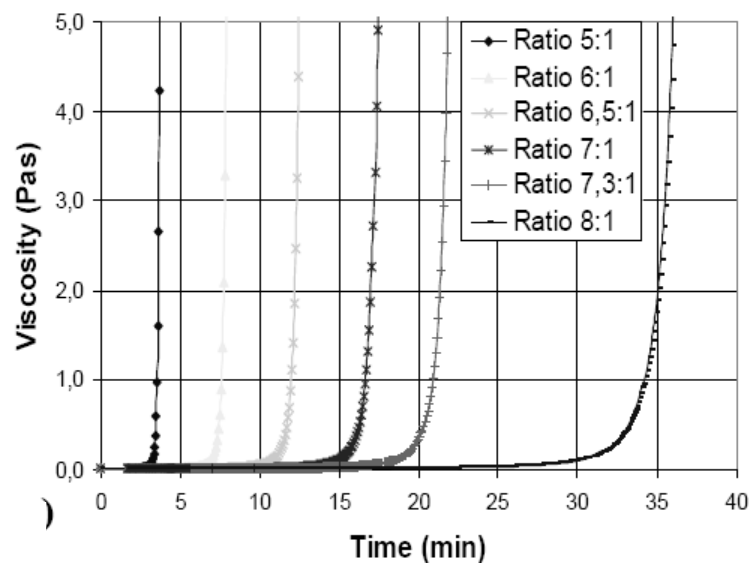


Abbildung 3-23: Viskositäten von Silica-Sol/NaCl-Lösung in Abhängigkeit der Konzentrationsverhältnisse.

Die Bestimmung der Viskositätsänderung der Wasserglaslösung beim Kontakt mit Salz erweist sich als schwierig, da sobald der Kontakt zwischen NaCl und Wasserglas vorhanden ist, spontan die Gelierung stattfindet und damit eine neue feste Phase entstanden ist.

Die Abbildung 3-24 zeigt schematisiert die ablaufenden Vorgänge bei einer Injektion von Natron-Wasserglas in Steinsalz. Unmittelbar nach dem Zusammentreffen von Wasserglas und Halit polymerisieren die Si-O-Moleküle zu einer amorphen SiO_2 -Masse, welche am Entstehungsort verbleibt. Diese frisch gebildete amorphe Masse fungiert als eine Schmierschicht auf der das eindringende Wasserglas ins Gebirge gleitet. Durch diese Schmierschicht diffundieren Na-Ionen, welche am Kontakt zum Wasserglas weitere Gelierungen bewirken. Dieser Vorgang läuft solange ab, bis die gesamte Injektionsschicht geliert ist. Würden die neugebildeten amorphen Partikel mit dem Injektionsfluss weitertransportiert werden, käme es in den feinen Wegsamkeiten zu einer Verstopfung. Derartiges wurde bei den durchgeführten Wasserglas-Injektionen noch nicht beobachtet. Es ist davon auszugehen, dass sich der Durchmesser der Risse mit der Zeit verringert. Dieser Effekt kann zurzeit noch nicht quantifiziert werden.

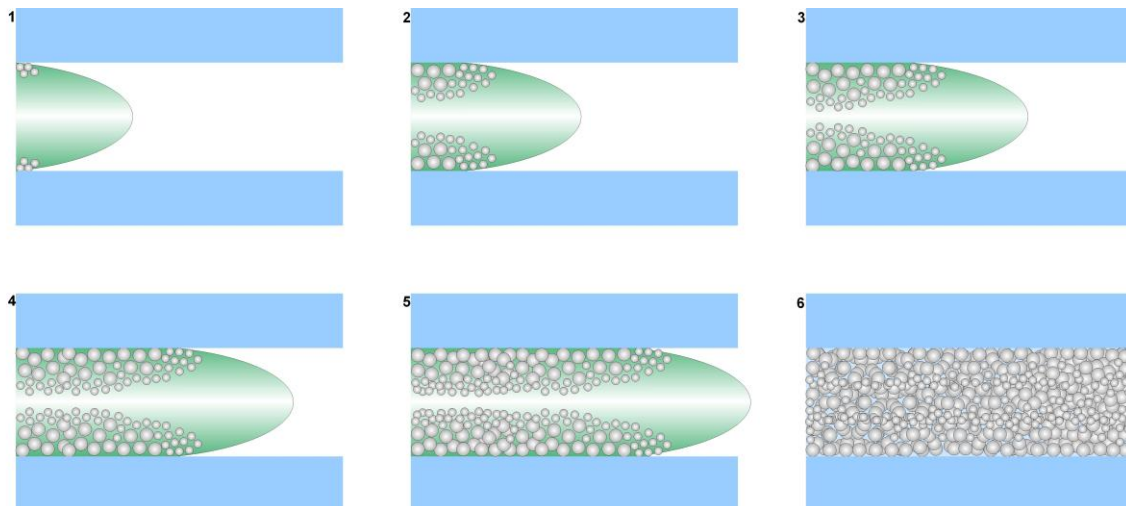


Abbildung 3-24: Modellvorstellung einer Wasserglas-Injektion in Steinsalz.

NWG: Natron-Wasserglas; **Blau:** Steinsalz; **Hellblau:** sekundärer Halit. **1:** Eindringen von flüssigem NWG und beginnende Gelierung am direkten Kontakt NWG-Steinsalz. **2:** Fortschreitender Injektionsvorgang. Fortschreitende Polymerisation in bereits gelierten Kontaktzone und beginnende Gelierung am Kontakt zum flüssigem NWG sowie beginnende Gelierung am direkten Kontakt NWG-Steinsalz. **3-5:** siehe 2. **6:** Endzustand der Injektion. Das injizierte NWG ist soweit geliert und hat die Wegsamkeit ausgefüllt. Weiteres flüssiges NWG lässt sich nicht mehr injizieren.

3.5 Festigkeitseigenschaften sowie der hydraulische Parameter der verschiedenen Silikat-Salz-Systeme

3.5.1 Festigkeitseigenschaften von Silikat-Steinsalz-Systemen

Die Festigkeitseigenschaften des Silikat-Salz-Systems wurden an mit Natron-Wasserglas verklebten natürlichen Salzkernen überprüft. Um Informationen bezüglich der Kontaktbereiche zu erhalten, wurden zunächst Steinsalzkernscheiben mit Natron-Wasserglas 37/40 verklebt und nach 56 Tagen zersägt.

In den Abbildung 3-25 sind geklebte Steinsalzkernscheiben zu sehen. Insgesamt sind die Klebeflächen gut verschlossen. Es zeigt sich, dass nicht nur der Verbund zwischen Halit gut ist, sondern dass auch Anhydritlagen miteinander verbunden wurden. Teilweise sind, auf Grund der Präparationstechnik, an den Klebeflächen blau gefärbte Stellen erkennbar, welche auf nicht geschlossene Bereiche zurückzuführen sind. Gründe hierfür sind z. B., dass:

- beim Herstellen der Verklebungen die Kernstücke bewegt wurden, oder
- beim Sägen der Scheiben Unebenheiten entstanden sind, so dass beim Überstreichen mit Wasserglas Luftblasen mit eingeschlossen wurden.

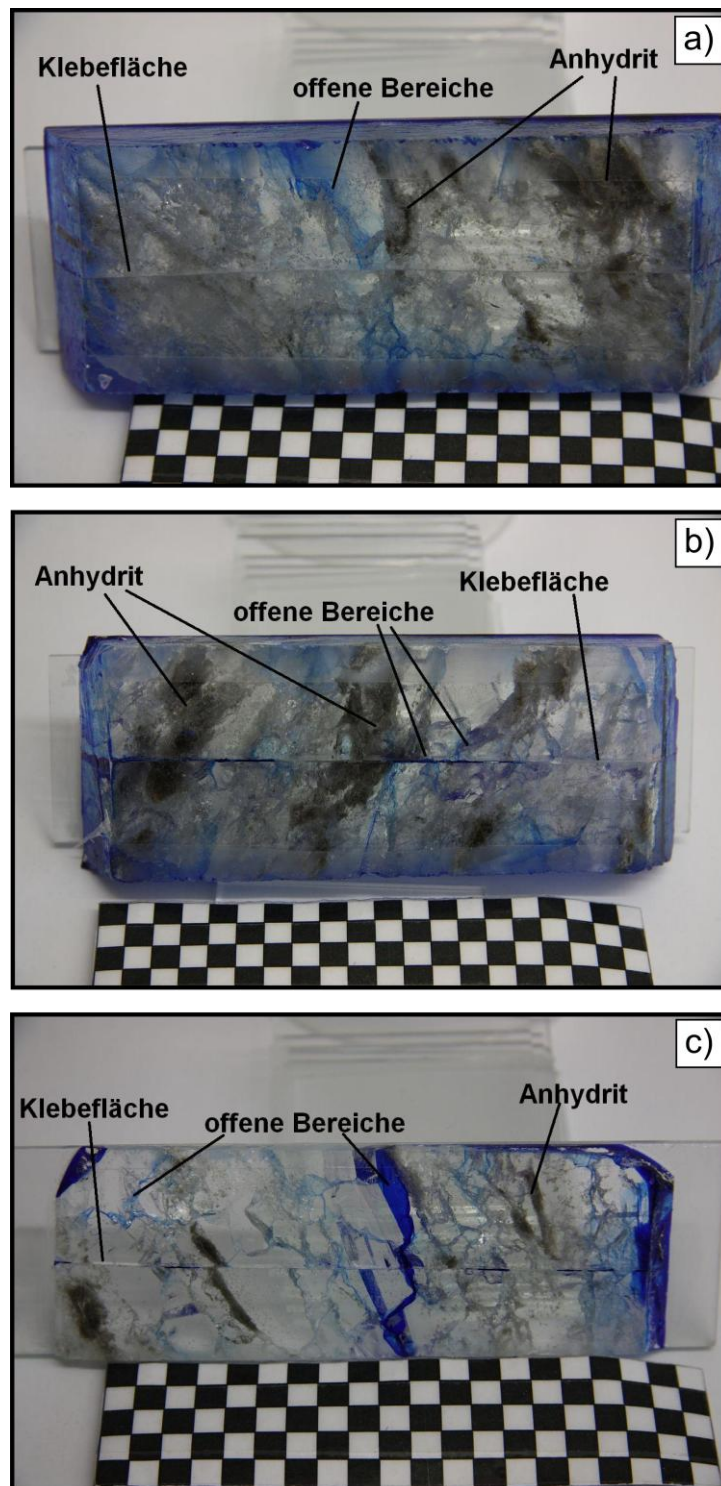


Abbildung 3-25: Mit Natron-Wasserglas 37/40 geklebte Steinsalzkerneisen.

Die Probe wurde vor der Präparation mit blau gefärbtem Harz getränkt, um offene Wegsamkeiten zu identifizieren. An der Klebefläche in a) sind keinerlei offene Bereiche erkennbar. An der Klebefläche in b) und c) sind teilweise offene Bereiche erkennbar, die während der Präparation entstanden sein können. Die blauen Schlieren in der Probe zeigen Wegsamkeiten im Kornverband des Salzes dar. Kästchen= 0,5 cm

Für die Ermittlungen der Festigkeitseigenschaften wurden Steinsalzkerne aus der Zechstein-Staßfurt-Folge mit 10 cm Durchmesser gespalten und an den Spaltflächen mit Natron-Wasserglas zusammengefügt. Die geklebten Kernhälften wurden mit Gummiband fixiert und 56 Tage bei 30 °C aufbewahrt. Wie in Abbildung 3-25 zu sehen ist, können die Kontaktbereiche zwischen Wasserglas und Steinsalz gleichmäßig verschlossen oder auch partiell offen sein. Die Ermittlung der Festigkeitseigenschaften erfolgte am Institut für Gebirgsmechanik (IfG) in Leipzig.

3.5.2 Haftzug- und Scherfestigkeitsversuche

Von den Kontaktflächen zwischen Steinsalz und Silikatgel wurden Haftzug- und Scherfestigkeiten unter definierten Messbedingungen bestimmt. Hierzu wurden im ersten Arbeitsschritt Steinsalzbohrkerne gespalten. Danach wurde zwischen die Kontaktflächen von jeweils zwei Spaltstücken Natron-Wasserglas-Lösung aufgebracht. Die Wasserglasschicht muss zügig aufgebracht werden und darf nach dem Aufbringen der zweiten Gesteinsscheibe nicht mehr bewegt werden, da sonst der Verbund Salz/Wasserglas unterbrochen wird. Die Hälften wurden mittels Gummiband fixiert und anschließend bei 30 °C im Klimaschrank gelagert. Während der Lagerung der versiegelten Probekörper reagiert die Wasserglas-Lösung zu Silikatgel.

Für die Messung der Haftzugfestigkeit wurden die Probekörper ausgeschalt und visuell auf Integrität geprüft. Anschließend wurden die Probekörper auf Länge gesägt, so dass das Längen-Durchmesser-Verhältnis 2:1 beträgt. Das Sägen erfolgte im trockenen Zustand mit einem Diamantsägeblatt. Dabei wurde darauf geachtet, dass die mit Natron-Wasserglas behandelten Spaltflächen des Steinsalzes möglichst mittig angeordnet sind. Die Planparallelität der Stirnflächen ist von besonderer Relevanz, damit die Zugplatten exakt aufgeklebt werden können und ein gleichmäßiges, d. h. nicht einseitiges oder verkantetes Ziehen der Probekörper gewährleistet ist. Die Zugplatten (Stahl- oder Lastaufnahmeplatten) wurden mit einem Zweikomponenten-Epoxidharz auf die Stirnflächen der Probekörper (Steinsalzoberfläche) aufgeklebt.

Die Haftzugfestigkeiten wurden als direkte Zugfestigkeit (DTT) mit einer Prüfmaschine Typ SHM 250 (WPM Werkstoffprüfsysteme Leipzig GmbH) bestimmt. Die Abbildung 3-26 zeigt Fotos der Prüfmaschine und verdeutlicht die Montage eines Probekörpers. Die untere Zugplatte wurde in eine Aufnahme eingeschraubt und die obere Zugplatte mit Hilfe von Schäkeln und Ösen befestigt. Die Messung der Kraft erfolgte durch eine Kraftmessdose, die am Querschnitt der Prüfmaschine befestigt ist. Mit dem Versuchsbeginn wird die Aufzeichnung der Messdaten Kraft, Verformung und Zeit gestartet. Mit vorgegebener Verformungsgeschwindigkeit von 10^{-3} mm/s wurden die Probekörper axial bis zum Versagen auf Zug belastet.

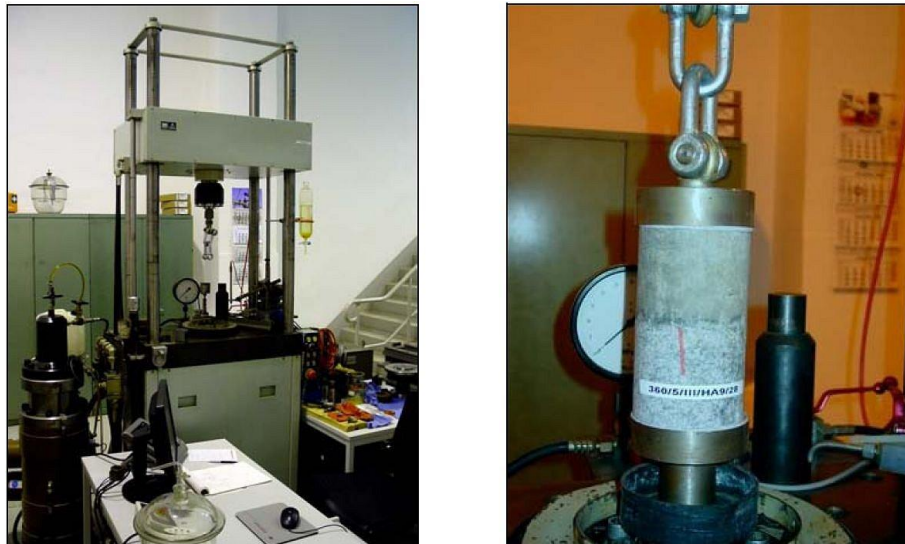


Abbildung 3-26: Prüfmaschine SHM 250 zur Messung der Haftzugfestigkeit. Die rechte Abbildung verdeutlicht die Lasteinleitung in die Probekörper.

Die Probekörper waren visuell intakt und konnten für die Prüfung eingesetzt werden. Die Haftzugfestigkeiten der sechs Probekörper reichten von 185 kN/m² (0,19 MPa) bis 1.641 kN/m² (1,64 MPa) bei einem arithmetischen Mittelwert von 777 kN/m² (0,78 MPa). In der Abbildung 3-27 sind die einzelnen Messresultate zum Vergleich grafisch dargestellt.

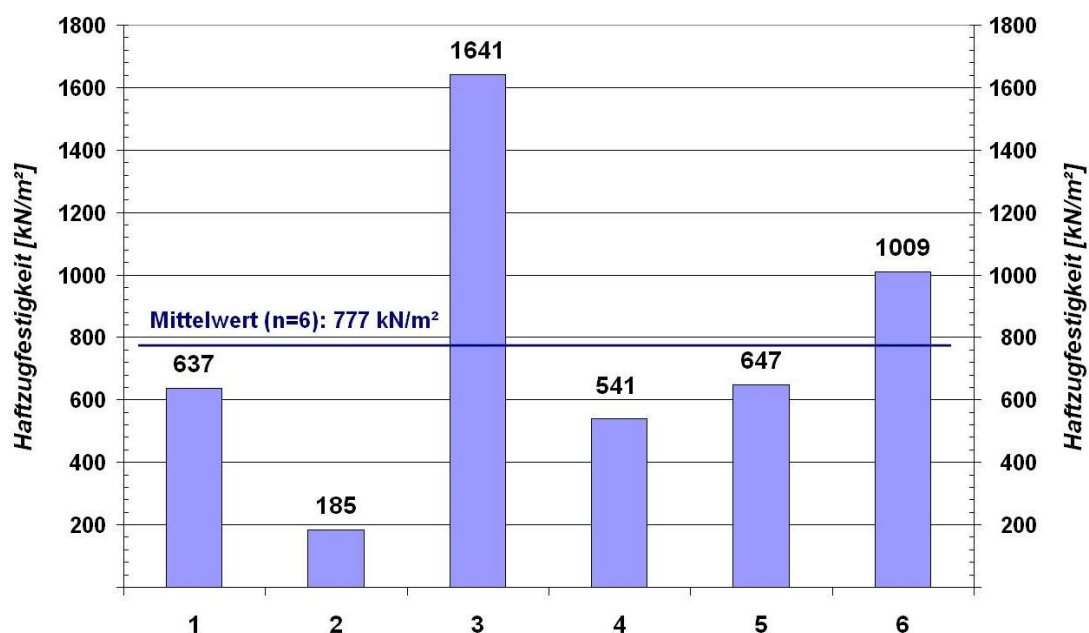


Abbildung 3-27: Haftzugfestigkeiten der Kontaktflächen Natron-Wasserglas/Steinsalz.

Die Durchführung von Prüfungen der Scherfestigkeit ist beispielsweise in der DIN 18137-1 und der DIN EN 1052-3 beschrieben. In Folge der Probekörperbeschaffenheit und der Prüfbedingungen wurde jedoch von den im Normwesen angegebenen Rahmenbedingungen abgewichen. Aus diesem Grund wird im Folgenden die Prüfmethodik im Detail beschrieben.

Für die Messung der Scherfestigkeit ist es erforderlich die Probekörper nach dem Ausschalen und der visuellen Prüfung auf Unversehrtheit in eine zweiteilige Scherbox zu fixieren, die in der Abbildung 3-28 dargestellt ist.

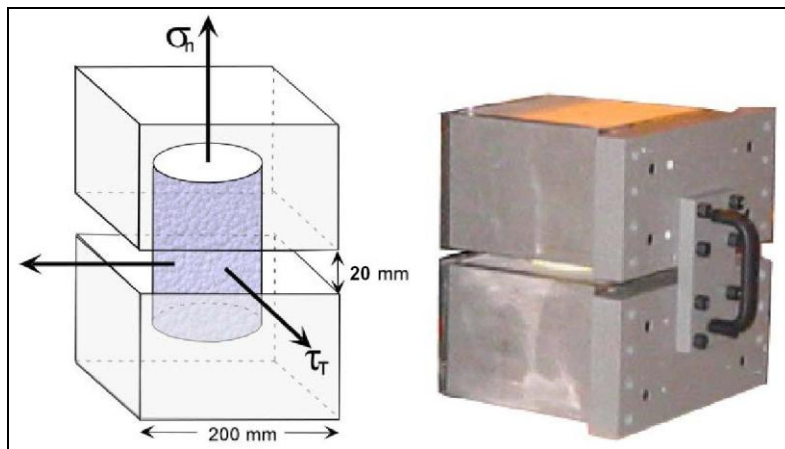


Abbildung 3-28: Zweiteilige Scherbox. Die Abkürzung σ_n kennzeichnet die Normalspannung und τ_T die Scherspannung.

Als Vorbereitung für die Bestimmungen wurden die Probekörper mit schrumpfender Kunststoffolie ummantelt, um Löseeffekte während des Eingießens in die Scherboxen mittels Mörtel zu verhindern. Das Eingießen erfolgte in zwei Schritten. Zuerst wurde der Unterkasten der Scherboxen aufgegossen und nach Aushärten und Wenden der oberer Scherkasten befüllt. Es verblieb ein 20 mm breiter Scherspalt zwischen beiden Scherkästen, in welchem die Scherung stattfand. Die Trennflächen waren parallel zur Scherfläche angeordnet, d. h., dass bei der Messung die Wirkungslinie der Scherkraft bzw. Spannung in der zu untersuchenden Schichtfläche liegt und die Wirkungslinie der Normalspannung senkrecht zu dieser Fläche orientiert ist. Die Schrumpffolie im Bereich des Scherspalt wurde kurz vor Messbeginn entfernt.

Die Messungen erfolgten mit einem MTS-Scher-Test-System (Modell 816), dessen Aufbau Abbildung 3-29 und Abbildung 3-30 zeigen. Es besteht aus einem zweiachsigen Versuchsaufbau mit vertikaler und horizontaler Krafteinleitung, dem Aufbau für Scherversuche mit der zweiteiligen Scherbox sowie der servohydraulischen Regeleinheit für zwei Kanäle, vertikal und horizontal, die jeweils kraft- oder weggesteuert sein können.

Der Versuchsaufbau besteht aus einem steif ausgebildeten viersäuligen Lastrahmen, der zur Aufnahme und zur vertikalen Belastung der Scherbox durch den oberen Hydraulikzylinder dient. Seitlich angeflanscht ist ein Tisch, auf dem ein Horizontalzylinder in einem horizontalen Kraftrahmen zum Aufbringen der seitlichen Scherkraft angeordnet ist. Während die gesamte Scherbox vertikal mit Druck beaufschlagt wird, kann die untere Box horizontal unter der Auflast verschoben werden. Während der Belastung wird über vier an den Ecken der Scherbox befindliche Wegaufnehmer die vertikale Verschiebung, also das Aufgleitverhalten, gemessen und über zwei horizontal angeordnete Messaufnehmer die horizontale Verschiebung der Scherboxhälften zueinander bestimmt.

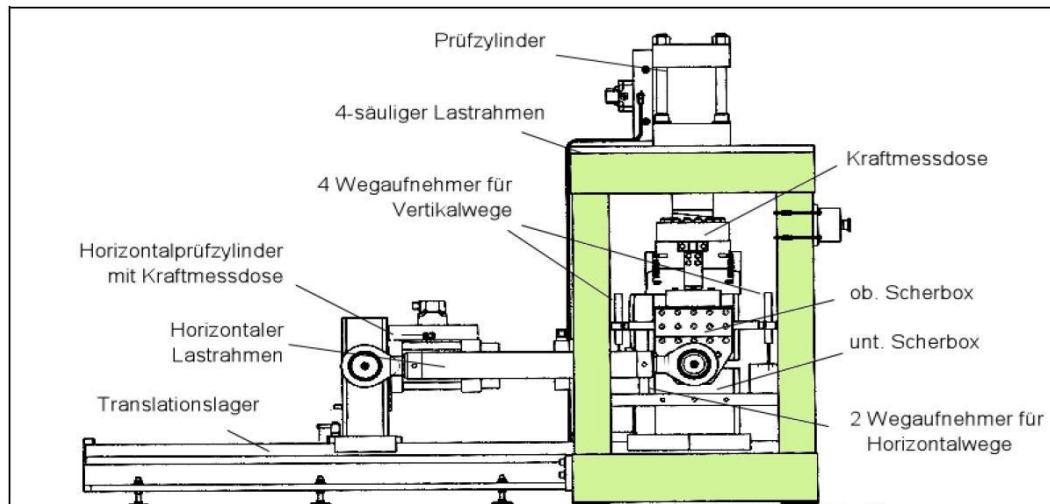


Abbildung 3-29: MTS-Scher-Test-System (Modell 816). Schematischer Aufbau der wesentlichen technischen Komponenten.

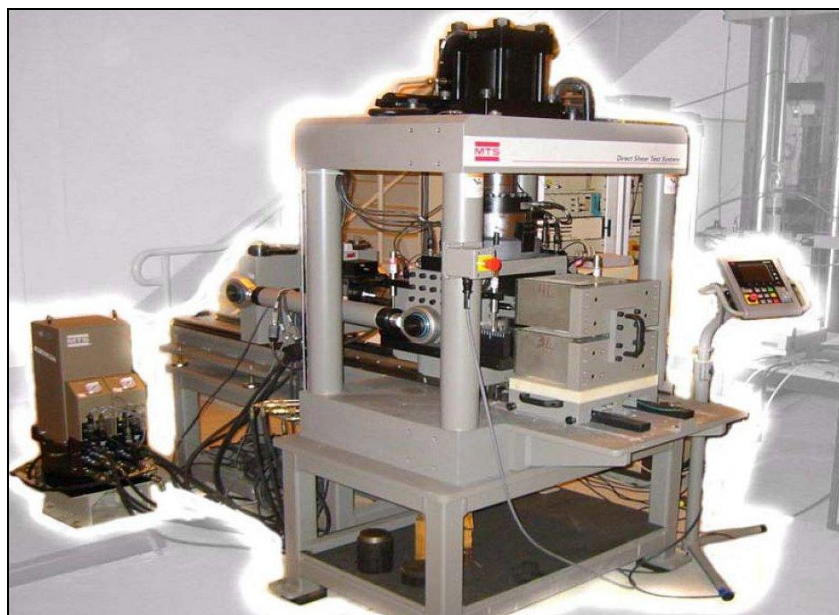


Abbildung 3-30: MTS-Scher-Test-System (Modell 816). Foto des Gerätes im Prüflabor.

Mit dem Scherprüfsystem lassen sich Scherversuche unter konstanter Normallast (CNL) und Normalsteifigkeit (CNS) sowie dilatanzfreie Scherversuche (Normalverschiebung = 0) durchführen. Es erfolgten CNL-Messungen mit unterschiedlichen Normalspannungen. Auf eine Vorkompaktion der eingebauten Probekörper wurde verzichtet. Direkt nach Aufbringen der Normalspannung erfolgte die Scherung bei einer Verschiebungsgeschwindigkeit von 0,002 mm/s. Die Normalspannung wird konstant gehalten, während die Schubspannung ansteigt. Alle Probekörper (SV1–SV6) wurden über die Spitzen- oder Peakscherfestigkeit (τ_P) hinaus bis in ein Restfestigkeitsniveau (τ_{Rest}) durchschert, wobei teilweise in einer zweiten

Stufe die Normalspannung (σ_N) erhöht wurde. Die Messwerte fasst die Tabelle 3-8 zusammen. In der Abbildung 3-31 sind die Daten grafisch dargestellt. In das Diagramm wurden lineare Anpassungen an die Restfestigkeiten bei der Annahme eines kohäsiven und eines kohäsionslosen Verbundes der Kontaktflächen eingetragen.

Tabelle 3-8: Spitzen- bzw. Peakscherfestigkeiten (τ_P) sowie Restfestigkeiten (τ_{Rest}) der Kontaktflächen Steinsalz-NWG. Alle Angaben in MPa. Index*: Der Messwert wird aufgrund einer möglichen Vorschädigung der Kontaktfläche als Ausreißer gewertet.

Probekörper	σ_N	τ_P	τ_{Rest}	Probekörper	σ_N	τ_P	τ_{Rest}
SV1	0,50	1,39		SV4	1,00	1,90	
	0,50		0,60		1,00		1,20
	1,25		1,10				
SV2	0,50	1,28		SV5	1,50	2,18	
	0,50		0,73		1,50		1,45
	1,75		1,65				
SV3	0,25	0,57*		SV6	0,35	0,92	
	0,25		0,52		0,35		0,60
	0,60		0,69		0,85		0,95

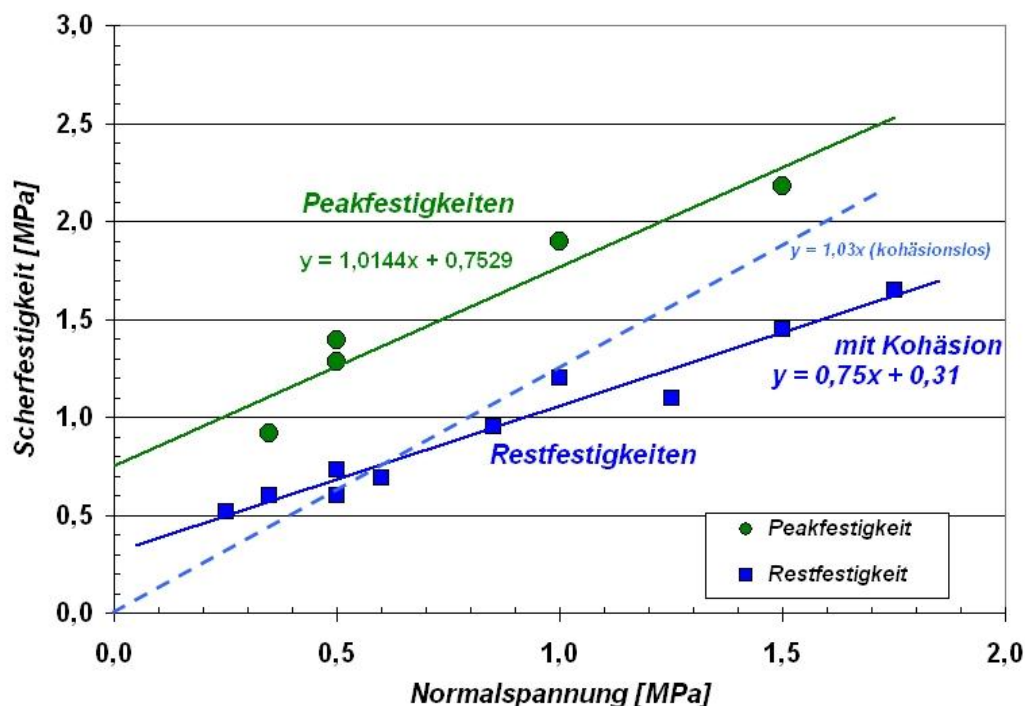


Abbildung 3-31: Spitzen- bzw. Peakscherfestigkeiten sowie Restfestigkeiten in Abhängigkeit der Normalspannung beim Scheren der Probekörper.

Eine allgemein gültige Beurteilung der Versuchsergebnisse gestaltet sich schwierig, da ein konkreter Anwendungsfall zur Bewertung der Festigkeit derzeit nicht vorliegt. Jedoch liegen die ermittelten Haftzugfestigkeiten der Kontaktfläche Steinsalz/ Natronwasserglas (Mittelwert 0,7 MPa) im Vergleich zu Haftzugfestigkeiten zwischen Salzbeton und Steinsalz in vergleichbaren Größenordnungen (Mauke & Laske 2007). In Verbindung mit den ermittelten Scherfestigkeiten zeigen diese ersten Versuchsergebnisse, dass Natronwasserglas als Injektionsmittel als geeignet angesehen werden kann.

3.6 Abschließende Betrachtung

Ziel des Kapitel 3 war die Einsetzbarkeit von Natron-Wasserglas als Injektionsmittel in Steinsalz zu bewerten. Des Weiteren sollte eine Beurteilung der Langzeitbeständigkeit des Injektionsgutes erfolgen. Dies geschah durch Literaturlauswertungen und Laborversuche.

Zunächst wurden die Stoffgruppe der Natron-Wassergläser und die zu ihrer Erhärtung im salinaren Milieu föhrenden Reaktionsmechanismen und die als Sekundärphasen auftretenden Magnesium-Oxi-Cloride (MOC) und Magnesium-Oxi-Sulfate (MOS) vorgestellt. Anhand von Literaturangaben konnte hergeleitet werden, dass beim Kontakt von Natron-Wasserglas mit Steinsalz Halit und amorphe Silikatphasen entstehen. Bei den Silikatphasen ist mit zunehmender Polymerisation ein Strukturaufbau und damit eine Abnahme der Löslichkeit zu erwarten. Bei einem nachträglichen Kontakt mit gesättigten salinaren Lösungen sind eine weitere Polymerisation der SiO_2 -Phasen und die Bildung von MOC, MOS und Salzmineralen möglich. In der Natur gibt es zahlreiche Beispiele für geochemische Milieus, bei denen sich in Analogie zu Wasserglaslösungen langzeitstabile kristalline Silikate durch Fällung bzw. Flockung gelöster und kolloidaler Silikatspezies bilden (z. B. Achate). Bei den natürlichen Vorkommen in salinaren Ablagerungen sind marine und kontinentale Milieus zu betrachten. In marinen Salzablagerungen sind authigene Quarze keine Seltenheit, welche in unterschiedlichen Evaporitbecken und über die gesamten Eindunstungszyklen beobachtet werden. In den kontinentalen Ablagerungen treten u. a. amorphe Kieselsäure, SiO_2 -Polymorphosen und chemisch dem Wasserglas verwandte Na-Hydrosilikate auf.

Zur Überprüfung der Langzeitstabilität von injiziertem Wasserglas, wurden Laborversuche an Gemischen aus Halitgrus und Natron-Wasserglas (Silikatgel) in Kontakt mit gesättigten salinaren Lösungen durchgeführt. Ziel der Untersuchungen war, in Abhängigkeit der Reaktionszeit Befunde zur Löslichkeit und ggf. strukturelle Veränderungen der SiO_2 -Phasen in den Salzlösungen und Informationen über Mineralum- bzw. Mineralneubildungen zu erhalten.

Die Ergebnisse zeigen, dass beim Kontakt des Silikatgels mit den konzentrierten salinaren Lösungen SiO_2 -Phasen gebildet werden, die mit zunehmender Versuchszeit eine innere Struktur aufbauen, Na-Ionen abgeben und wenn in der Lösung vorhanden, Mg-Ionen einbauen. Die Löslichkeit der SiO_2 -Phasen ist in Mg-haltigen salinaren Lösungen vernachlässigbar gering (geringer als die Löslichkeit von Quarz in wässriger Lösung). In Gegenwart von Mg-haltigen salinaren Lösungen wird langfristig die stabile 3-1-8-MOC Phase gebildet. Halit ist als stabile Phase zu betrachten, da die verwendeten Lösungen halitgesättigt sind.

tigt sind. Aus den amorphen Silikatgelen entwickeln sich langsam kristalline Strukturen, so dass über lange Zeiträume letztendlich Quarze entstehen können. Eine derartige Mineralentwicklung lässt sich aus den Laborversuchen und den Naturbeobachtungen ableiten.

Bei partikelfreien Injektionsmitteln wie dem Wasserglas, wird das Eindringvermögen von der Viskosität des Injektionsmittels bestimmt. Die Viskosität der Wasserglaslösungen ist abhängig von der Konzentration, der Temperatur und dem Verhältnis von SiO_2 : M_2O ($\text{M} = \text{K}$ oder Na). Sie nimmt mit dem Feststoffanteil der Wasserglaslösung zu, wobei der Viskositätsanstieg nicht gleichmäßig, sondern ab einer bestimmten Konzentration schlagartig erfolgt. Eine genaue Viskositätsmessung ist bei gelierenden Wasserglaslösungen schwierig. Eine Wasserglas-Injektion in Steinsalz wurde modellhaft beschrieben. Unmittelbar nach dem Zusammentreffen von Natron-Wasserglas und Halit polymerisieren die Si-O-Moleküle zu einer amorphen SiO_2 -Masse, welche am Entstehungsort verbleibt. Diese frisch gebildete amorphe Masse fungiert als eine Schmierschicht auf der das eindringende Wasserglas ins Gebirge gleitet. Durch diese Schmierschicht diffundieren Na-Ionen, welche am Kontakt zum Wasserglas weitere Gelierung bewirken. Dieser Vorgang verläuft solange ab, bis die gesamte Injektionsschicht geliert ist.

Bei der Überprüfung der Festigkeitseigenschaften des Silikat-Salz-Systems hat sich gezeigt, dass die Anforderungen an den mechanischen Verbund vom Standort und der jeweiligen Belastung abhängig ist. Die gemessenen Haftzug- und Scherfestigkeiten der Kontaktflächen von mit Natron-Wasserglas verbundenen Steinsalzkerne scheinen den Einsatz von Natron-Wasserglas als Injektionsmittel für Steinsalz zu rechtfertigen.

4 Injektionen von Wasserglas- Daten aus in-situ- und Laboruntersuchungen

In der bautechnischen Praxis werden Injektionen zur Abdichtung in der Regel nach empirischen Maßstäben platziert. Der Injektionsvorgang wird dabei solange durchgeführt, bis die gewünschte Wirkung erreicht ist. Da diese Injektionen vorwiegend im Belastungsfall durchgeführt werden, ist deren Wirkung sofort, bzw. mit geringer zeitlicher Verzögerung erkennbar. Abweichend hierzu werden auch Injektionen zu einem Zeitpunkt durchgeführt, an dem der Lastfall noch nicht vorliegt. In diesem Fall ist jedoch gewährleistet, dass der Lastfall in einem Zeitraum eintritt, der ein nachträgliches Nachbessern ermöglicht. In diesen Fällen ist eine empirische Bemessung der durchzuführenden Injektionen möglich, da eventuell auftretende Abweichungen zur Injektionsplanung korrigierbar sind.

In einem Endlager liegt der Lastfall zur Bauzeit der Abdichtung und in der Betriebsphase des Endlagers jedoch nicht vor. Je nach Endlagerkonzept tritt der Lastfall an den Abdichtungen erst nach Jahrzehnten, bzw. noch längeren Zeiträumen auf. Zu diesem Zeitpunkt sind die Vergütungsstellen nicht mehr zugänglich. Daher ist es notwendig, den Injektionsvorgang theoretisch so genau zu beschreiben, dass die Vergütungsmaßnahmen im Rahmen des Langzeitsicherheitsnachweises bewertet werden können. Für diese Bewertung ist ein hinreichendes theoretisches Verständnis von Injektionen notwendig, dass die Abdichtungswirkung einer Injektion auf Modellebene beschreibbar macht. Für die Erstellung von Modellansätzen ist eine geeignete Datenbasis notwendig.

Für die Erzeugung einer geeigneten Datenbasis wurden im vorliegenden Forschungsvorhaben Laboruntersuchungen an Bohrkernen und in-situ-Untersuchungen an einem geeigneten Standort im Salinar durchgeführt.

4.1 In-situ-Injektion von Wasserglas – vorbereitende Arbeiten

4.1.1 Randbedingungen

Entsprechend der Konzeption für ein geplantes HAW-Endlager (GRS 2011) wurden die Untersuchungen in der lithostratigraphischen Serie des z2 (Stäufurt-Folge) durchgeführt. Um die Untersuchungsergebnisse auf einen Standort für ein geplantes HAW-Endlager übertragen zu können, wurden für die Auswahl des Untersuchungsstandortes folgende bergtechnischen Randbedingungen festgelegt:

- Die Teufenlage des Standortes muss mindestens 800-m betragen.
- Der Standort muss ein aktives Konvergenzverhalten aufweisen.
- Die offene Standzeit des Untersuchungsstandortes muss zum Zeitpunkt der Untersuchungen mindestens ein Jahr betragen.
- Der Untersuchungsstandort muss in einem von weiteren Auffahrungen weitgehend ungestörten Bereich liegen.

Für das durchzuführende Untersuchungsprogramm in situ musste sichergestellt werden, dass die ermittelten Messergebnisse repräsentativ für den Standort sind und nicht durch die bergmännischen und messtechnischen, bzw. technologischen Vorarbeiten beeinflusst werden. Deswegen waren die Untersuchungen so zu führen, dass die ALZ in ihrer Form und Struktur nicht beeinflusst wurde bzw. die notwendigen Eingriffe in das System der ALZ auf ein Minimum begrenzt wurden. Um die Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten und den Einfluss der für die Untersuchungen notwendigen Eingriffe in das System der ALZ zu erkennen, wurde der grundlegende Systemparameter Permeabilität vor Beginn der Untersuchungen bestimmt.

4.1.2 Bergbauliche und Ingenieurgeologische Situation

Der für die Versuchsdurchführung ausgewählte Standort befindet sich im Werk Niedersachsen Riedel der K+S AG. Das Bergwerk Niedersachsen-Riedel befindet sich z. Z. in der Flutung. Die Flutung des Grubengebäudes wurde zum Zeitpunkt der in-situ-Messungen über mehrere Einleitpunkte realisiert, die entsprechend des Flutungskonzeptes einzeln bzw. parallel mit Flutungsmedium beschickt werden. Die Einleitpunkte sind als Verzehrbereiche ausgeführt, in denen das Flutungsmedium in einem seigeren Grubenraum frei oder unter Lauge aus der Flutungsleitung austritt.

Die für die Durchführung des Untersuchungsprogramms ausgewählte Lokation befindet sich im C2 Bandberg in einer Teufe von ca. 1087,5 m (-1041,5 mNN). Die Bandstrecke wurde mit einem Hohlraumprofil von 32 m² und einem Einfallen von 9 gon aufgefahren. Die Auffahrung des C2 Bandberg verbindet die 500-m-Sohle mit der 1190-m-Sohle und erfolgte in einem von weiteren Auffahrungen weitgehend ungestörten Bereich. Ca. 35 m unterhalb der geplanten Untersuchungslokation wurde parallel zum C2 Bandberg eine Sumpfstrecke mit gegenläufigem Einfallen von 9 gon aufgefahren. Im Bereich der Untersuchungslokation beträgt der Abstand zwischen beiden Grubenbauen ca. 12 m. Die Bandstrecke wurde 1986 in den stratigraphischen Einheiten der Staßfurt-Folge (z2) aufgefahren. Die anstehenden Schichten fallen mit ca. 90 gon ein und streichen quer zur Auffahrungsrichtung. In dem für die Versuche ausgewählten Bereich wurden 1996 zwei Kernbohrungen Ø 300 mm gestoßen. Die Bohrkerns sind feinstratigraphisch ausgewertet. In unmittelbarer Nähe existiert eine Konvergenzmessstelle, die für das Vorhaben wieder aktiviert wurden. Zum heutigen Zeitpunkt weist der Standort ein aktives Konvergenzverhalten auf. In Abbildung 4-1 ist der Versuchsstandort rot dargestellt.

Im Liegenden der Untersuchungslokation befindet sich mit einer Entfernung von ca. 230 m flacher Länge der Zugang zum Einleitpunkt 2, zu dem eine Rohrleitung für die Förderung des Flutungsmediums führt. Im weiteren Verlauf des Bandberges C2 steht in einer Entfernung von ca. 1000 m flacher Länge in einem Teufenniveau ca. 1300 m der offene Flutungsspiegel an.

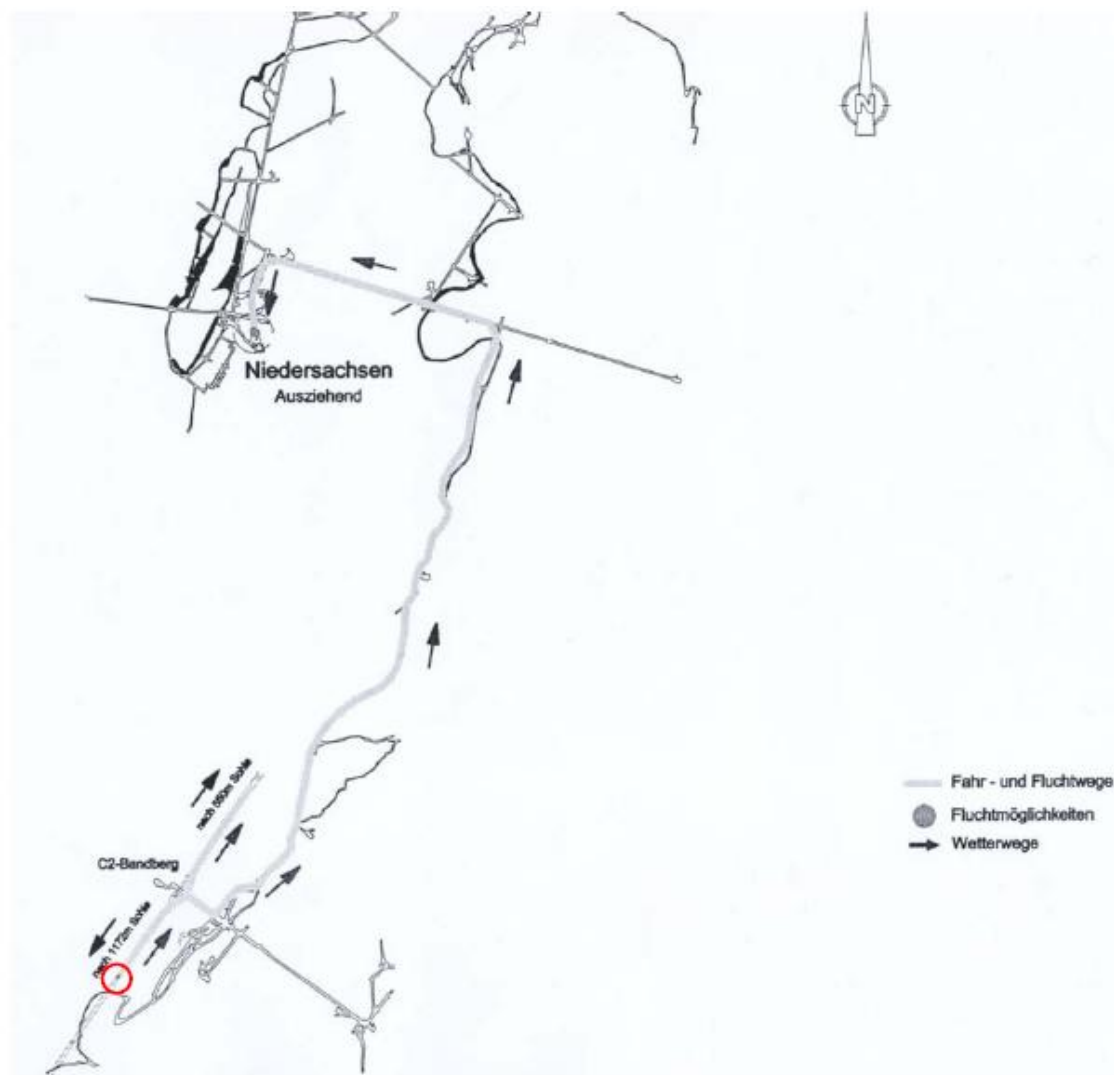


Abbildung 4-1: Lage des Versuchsstandortes am C2 – Bandberg, Werk Niedersachsen – Riedel, Sohlenriss der 800 m Sohle.

4.1.3 Bewertung vorhandener und durchgeführter geotechnische Messungen am Untersuchungsstandort

Im Untersuchungsgebiet wurde durch die K+S AG in der Betriebsphase des Bergwerkes Niedersachsen Riedel eine Konvergenzmessstelle betrieben. Die Messstelle besteht aus jeweils 3 horizontal und 3 vertikal, orthogonal zueinander angeordneten Konvergenzstrecken. Die Konvergenzstrecken sind jeweils in 2 m, 4 m und 6 m im Gebirge verankert. Die Messstelle wurde im Rahmen der Auffahrung des C2 Bandbergs eingerichtet und erstmalig am 08.05.1996 gemessen. In Tabelle 1 sind die Jahreskonvergenzraten der Konvergenzmeßstelle C2 Bandberg für den Zeitraum vom 05.08.1996 bis 09.11.2009 aufgeführt. Die Messstelle wurde nach der Erstmessung zum Anfang halbjährlich und im Folgenden mit größeren Abständen bis zum 27.10.1999 gemessen. In Vorbereitung des Standortes für die Untersuchungen wurde die Messstelle am 09.11.2009 reaktiviert. Die am 09.11.2009 ermittelten Konvergenzraten erscheinen im Vergleich zu den Messwerten aus den Jahren 1996 bis 1999 plausibel. Zum jetzigen Zeitpunkt werden für die horizontale Messrichtung Konver-

genzraten im Bereich von 8,3 mm/a bis 11,4 mm/a und für die vertikalen Messrichtungen 11,5 mm/a bis 13,1 mm/a ermittelt. Im Vergleich zu der Messung vom 03.03.1999 haben sich damit die horizontalen Konvergenzraten um ca. 40 % bis 60 % erhöht und die vertikalen Konvergenzraten im Bereich von ca. 10 % verringert.

Tabelle 4-1: Konvergenzraten der Konvergenzmeßstelle 1085m Sohle C2 Bandberg

Datum	08.05.1996	25.07.1996	06.11.1996	30.04.1997	03.03.1999	27.10.1999	09.11.2009
	Konvergenzrate [mm/a]						
2m Horizontal	0,0	85,2	-43,9	6,3	8,3	11,5	11,4
4m Horizontal	1,0	3,3	10,2	4,6	5,9	4,6	9,2
6m Horizontal	2,0	7,5	5,6	2,3	5,0	6,0	8,3
2m Vertikal	4,0	15,0	18,3	17,7	15,2	14,0	13,1
4m Vertikal	5,0	46,8	-15,4	14,2	13,3	11,2	11,5
6m Vertikal	6,0	9,8	9,8	15,2	11,2	12,0	11,5

Damit weist das rezente Verschiebungsfeld am Untersuchungsstandort eine Anisotropie auf, die als markante Sohlenhebungen beobachtet werden kann. In Abbildung 4-2 ist der Untersuchungsstandort abgebildet.

Auf Grund der ermittelten Konvergenzraten und den nachgewiesenen Hebungen im Sohlenbereich ist davon auszugehen, dass im Bereich der Untersuchungslokalisation sich eine repräsentative ALZ ausgebildet hat.



Abbildung 4-2: Versuchsstandort im C2 – Bandberg, Werk Niedersachsen – Riedel, mit deutlichen Sohlhebungen und großflächigen Abschalungen am rechten Stoß.

Im Zeitraum vom 24.11.2010 bis 25.03.2011 wurden am Untersuchungsstandort die zeitliche Entwicklung der Lufttemperatur sowie Luftfeuchtigkeit erfasst. Der erfasste Temperaturverlauf zeigt im Messzeitraum einen nahezu stetigen Verlauf, der von einer jahreszeitlichen Schwankung überprägt ist. Die ermittelte Schwankungsbreite entspricht mit ca. 2,4 K, wie das gemessene Temperaturniveau mit einer Durchschnittstemperatur von 28,5 °C Temperaturmesswerten von vergleichbaren Standorten in gleicher Teufenlage. Entgegengesetzt zum erfassten Temperaturverlauf weist die relative Luftfeuchtigkeit eine höhere Schwankungsbreite auf. Im zu betrachtenden Messzeitraum wurde für die relative Luftfeuchtigkeit ein Minimum von 7,2 % und ein Maximum von 32,9 % ermittelt. Diese erhebliche Schwankungsbreite der relativen Luftfeuchtigkeit resultiert vor allem aus dem aktiven Einleiten von Flutungswasser in das Grubengebäude. Die ermittelten Zeitreihen von relativer Luftfeuchtigkeit und Lufttemperatur sind in Abbildung 4-3 dargestellt.

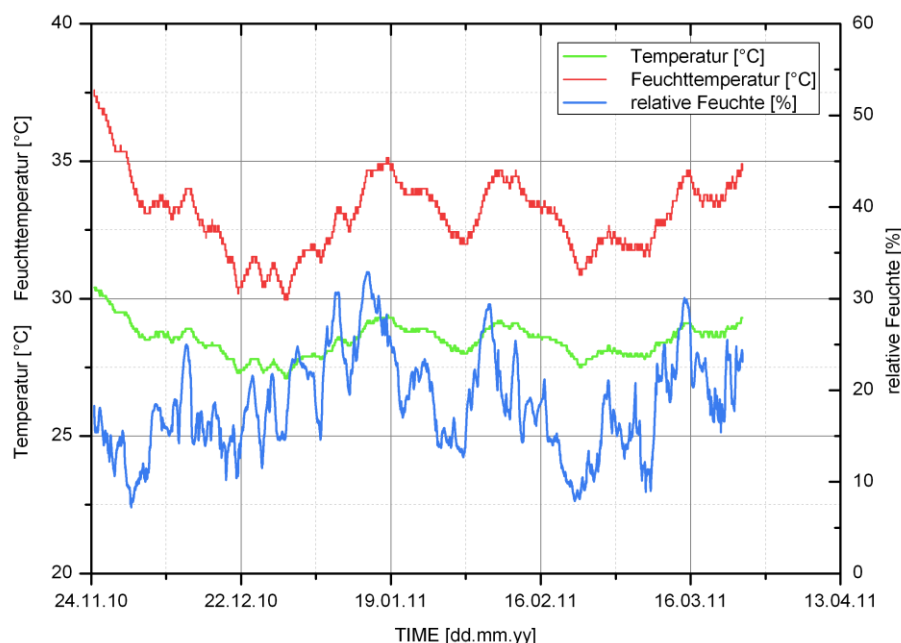


Abbildung 4-3: Zeitreihen von relativer Luftfeuchtigkeit und Lufttemperatur für den Versuchsstandort im Zeitbereich vom 24.11.2010 bis 25.03.2011.

4.1.4 Vorbereitung des Standortes

Für die Vorbereitung der Untersuchungslokation wurde der Standort bergmännisch beraubt. Dabei wurde auf den Einsatz von maschineller Beraubetechnik verzichtet. In einem weiteren Schritt wurden vom betreffenden Stoßabschnitt wetterbedingte Verunreinigungen (Staub, Dieselruß, etc.) durch Fegen entfernt. Auf die Behandlung des Stoßes durch das Abwaschen mit Wasser oder NaCl-Lösung wurde entsprechend der im Kap. 4.1.1 definierten Randbedingungen verzichtet, da nicht ausgeschlossen werden kann, dass diese Maßnahmen zu einer Veränderung der oberflächennahen ALZ führen.

4.1.5 Auswahl der Konturabdichtung

Für die Durchführung der Injektionen im Bereich des oberflächennahen Rissystems der ALZ ist es notwendig, ein Injektionswiderlager zu erstellen. Das Injektionswiderlager muss dabei den Abschluss des Rissystems der ALZ zur Streckenkontur (Luftseite) und die Aufnahme der radialen Spannungskomponente des Injektionsdrucks gewährleisten. Hierfür ist das Injektionswiderlager so auszulegen, dass es entsprechend des geplanten Injektionsdrucks eine angepasste mechanische Stabilität und gegenüber dem Injektionsmedium eine hinreichend geringe Permeabilität aufweist. Die mechanische Stabilität des Widerlagers wird dabei zum einen durch die Festigkeitseigenschaften des Widerlagerbaustoffs, zum anderen durch die Art der Befestigung an der Kontur bestimmt. Die für eine hinreichende Abdichtwirkung des Widerlagers notwendige Permeabilität wird dabei durch den Widerlagerbaustoff definiert. Eine Möglichkeit, den Abschluss des Rissystems der ALZ zu realisieren, ist durch den Einsatz von Baustoffoberflächenpackern gegeben. Diese können sowohl in Ortbetonbauweise als auch in Spritzbetonbauweise ausgeführt werden. So wurden beispielsweise im Rahmen des Forschungsvorhabens CARLA, Baustoffoberflächenpacker in Ortbetonbauweise mit den Abmessungen von 0,5 m x 0,5 m, als Widerlager für die Injektion mit niedrig viskosem Kunststoff erstellt (Kaledin 2008). Im selben Forschungsvorhaben wurden zur Beurteilung der Permeabilitätsverhältnisse zwischen MgO-Spritzbeton und dem Carnallitgebirge, Oberflächenpacker in Spritzbetonbauweise mit den Maßen 1,05 x 3,2 x 0,45 m (B x H x T) erstellt (Kudla & Priestel 2010). Für die Durchführung der in-situ-Untersuchungen wurde die Herstellung der Oberflächenpacker in Spritzbetonbauweise auf Grund der hohen technologischen Anforderungen nicht weiter verfolgt. In Kudla & Priestel (2010) wird berichtet, dass die Qualität des Verbundes von aufgespritztem Sorelbeton und anstehendem Gebirge in Abhängigkeit der verwendeten Betonrezeptur und dem Spritzverfahren variiert.

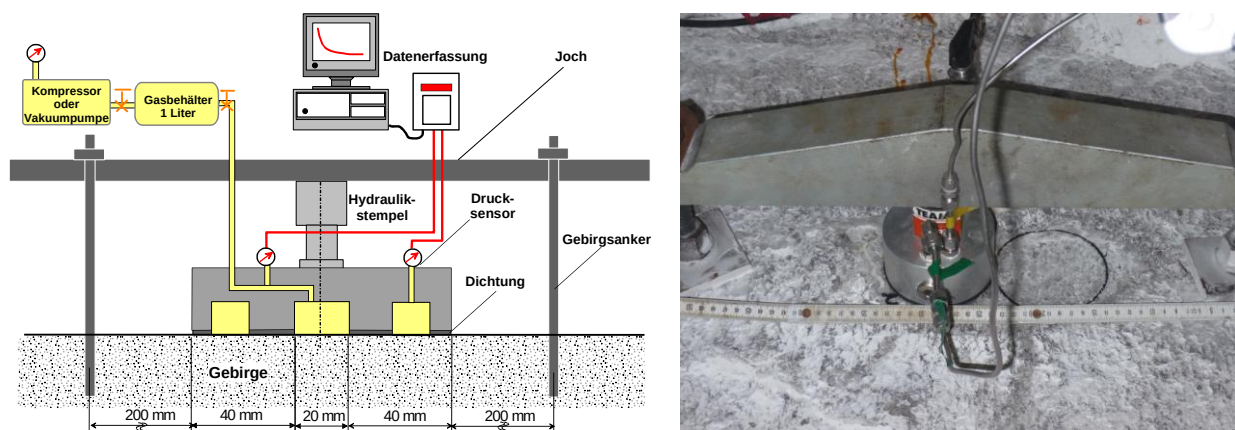
Für eine Realisierung der Oberflächenpacker in Ortbetonbauweise können MgO-Beton und Salzbeton als gleichwertige Betonbaustoffe betrachtet werden. Beide Baustoffe werden in der bergbaulichen Praxis als Massenprodukt eingesetzt und sind somit hinsichtlich ihrer Verarbeitungsfähigkeit, Festigkeitseigenschaften und ihres Permeabilitätsniveaus hinreichend bekannt. Für den Einsatz als Baustoffoberflächenpacker in Ortbetonbauweise ist es jedoch notwendig, auch das Volumenverhalten (Quellen/Schrumpfen), die Bildung von Überstandslösung und das Temperaturverhalten während des Abbindeprozesses zu betrachten. So führt ein Quellen des Oberflächenpackerbaustoffs zu einer Beanspruchung der Schalung des Oberflächenpackers, die konstruktiv durch eine Verstärkung der Schalung abgetragen werden muss. Gleiches gilt für eine hohe Temperaturentwicklung, die zu einer temperaturinduzierten Volumendehnung des Oberflächenpackers führen kann. Ein Schrumpfen des Baustoffs führt hingegen zu einer Ablösung des Oberflächenpackerbaustoffs von der Kontur. Durch die Bildung von Überstandslösung kann es zu einem Eindringen von Lösung in das Rissystem kommen, welche die Permeabilität der ALZ verändert. In Tabelle 4-2 werden die Eigenschaften von MgO- und Salzbeton hinsichtlich ihres Volumenverhaltens, der Bildung von Überstandslösung und der Temperaturentwicklung verglichen.

Tabelle 4-2 Eigenschaften von Sorel- und Salzbeton

Baustoff	MgO-Beton	Salzbeton
Volumenverhalten	Quellen	Schrumpfen
Überstandslösung	wenig	mittel/ viel
Temperaturentwicklung	hoch	gering

Unter Beachtung der in Kap. 4.1.1 formulierten Randbedingungen ist das für einen Baustoffoberflächenpacker zu verwendende Material so auszuwählen, dass der Eintrag von Feuchtigkeit in das Gebirge auf ein Minimum begrenzt wird. Weiterhin ist zu gewährleisten, dass sich zwischen Oberflächenpacker und Gebirge (Stoß) ein stetiger, form- und kraftschlüssiger Verbund ausbildet. Entsprechend der Tabelle 4-2 ist für den Bau der Konturabdichtungen die Verwendung von Salzbeton auf Grund des möglichen Lösungseintrags in die ALZ nicht möglich. Bei der Verwendung von MgO-Beton sind weitreichende konstruktive Maßnahmen notwendig, um die auftretenden Temperatur- und Quelldehnungen aufzunehmen. Als Schalung wäre der Einsatz eines Stahlzylinders mit Klöpperboden notwendig, der mit Hilfe von Ankern am Stoss arretiert wird. Diese Konstruktion ist in der Umsetzung anspruchsvoll, zeitaufwendig und wäre zudem nur für die Durchführung eines Versuches geeignet.

Als Alternative wurde der Einsatz von mobilen Oberflächenpackern geprüft. Im Forschungsvorhaben „Zerstörungsfreie In-situ-Permeabilitätsmessung“ FKZ 02 E 10447 wurde von der Fa. IBeWa ein mobiler Oberflächenpacker entwickelt (Voigt et al. 2011). Der Oberflächenpacker ist so konstruiert, dass ein Hohlvolumen, der Prüf- oder Druckraum (DR), an der Gesteinsoberfläche so abgedichtet wird, dass der Gasstrom von diesem Volumen zur unabgedichteten Gesteinsfläche verläuft. Abbildung 4-4 zeigt die Prinzipskizze und ein Foto des Oberflächenpackers.

**Abbildung 4-4: Prinzipskizze der Komponenten des Oberflächenpackers (links) und Foto des Oberflächenpackers beim in-situ-Test (rechts).**

Zur Erzielung der Abdichtung wird der Packer mit Hilfe eines Jochs und eines Hydraulikstempels an die Gebirgsoberfläche gepresst. Zur Beurteilung und Bilanzierung des Strömungsprozesses ist um den Druckraum ein ringförmiger Kontrollraum (KR) angeordnet.

Beide Volumina sind mit Drucksensoren ausgerüstet. Die weitere Ausrüstung der Packeranordnung besteht aus:

- Kompressor oder Vakuumpumpe mit Gasbehälter zur Druckbeaufschlagung,
- Datenlogger,
- Computer,
- Verbindungsschläuche und Absperreinrichtung.

Der Oberflächenpacker kann sowohl für Tests mit Vakuum als auch mit Überdruck angewendet werden. Die Beschaffenheit der Gebirgsoberfläche erfordert, auch bei schonender bergmännischer Herstellung, eine Glättung der Oberfläche vor dem Test zur Gewährleistung der Packerdichtheit. Die Glättung wird durch geringes Anschleifen der Kontur um wenige Millimeter erreicht.

Für die Durchführung der in-situ-Injektionen wurde das zugrundeliegende Messverfahren adaptiert. Dafür wird der um den Prüfraum angeordnete, ringförmige Kontrollraum drucklos mit Natron-Wasserglas gefüllt. Infolge der drucklosen Befüllung des Kontrollraums dringt das Natron-Wasserglas nicht in die ALZ ein. Vielmehr bildet sich am Kontakt zwischen Steinsalz und Wasserglas, wie in Kap 3.1.1.2 beschrieben, instantan eine Gelschicht aus, die den Kontrollraum gegenüber dem Einstromen von flüssigem Natron-Wasserglas abdichtet. Auf Grund der Inkompressibilität von Flüssigkeiten wird damit im Bereich der Kontrollräume ein formstabiles und dichtes Widerlager für die Durchführung von Injektionen im Bereich der ALZ geschaffen. Abbildung 4-5 zeigt schematisch die Wirkungsweise des Injektionswiderlagers.

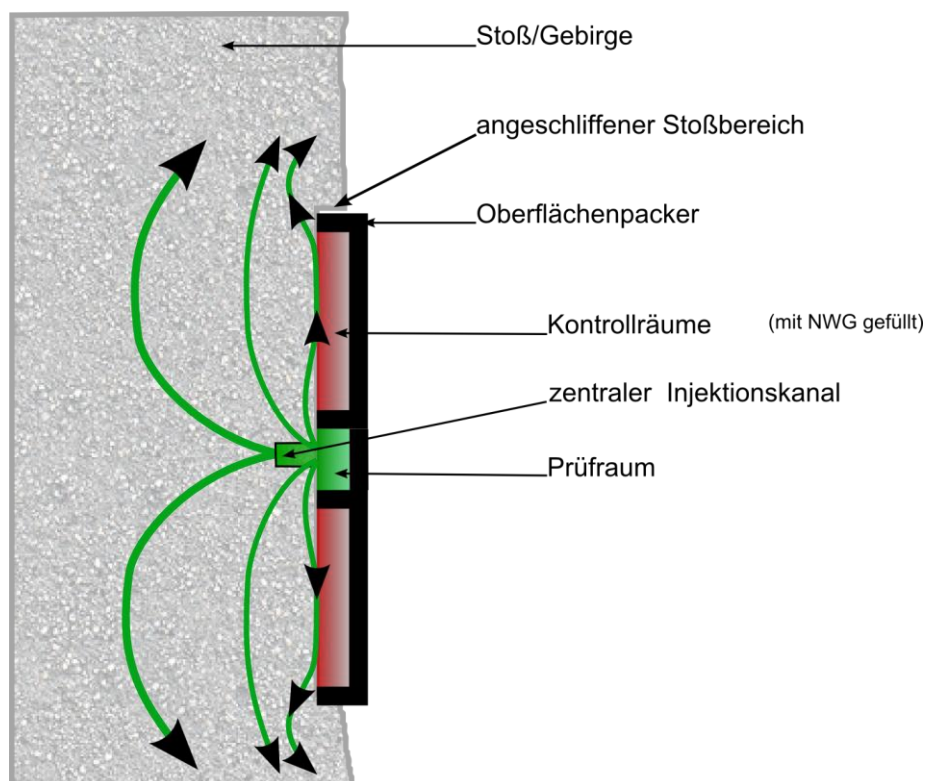


Abbildung 4-5: Schematische Zeichnung: Wirkungsweise des Oberflächenpackers als Injektionswiderlager.

Wird nach dem drucklosen Befüllen des Kontrollraums der Prüfraum (grün) druckhaft mit Natron-Wasserglas beaufschlagt, kommt es zu einem Eindringen von Natron-Wasserglas (Injektion) in das Rissystem der ALZ, die durch das geschaffene Widerlager (rot) gegenüber der Kontur abgedichtet wird. In Abbildung 4-5 sind schematisch mögliche Strömungswege gekennzeichnet. Somit steht für die Durchführung der in-situ-Injektionen ein Injektionswiderlager zur Verfügung, das eine sichere Abdichtung der ALZ zur Streckenkantur gewährleistet, eine hinreichende mechanische Stabilität aufweist und die im Kap. 4.1.1 formulierten Randbedingung – Minimierung der notwendigen Eingriffe in das System der ALZ – erfüllt.

4.2 In-situ-Injektion von Wasserglas

Um die Injektionswirkung zu quantifizieren, wird im Rahmen von in-situ-Versuchen die Veränderung der Permeabilität vor und nach einer Vergütung des konturnahen Gebirgsbereiches mit Wasserglas untersucht. Entsprechend der in Kap. 4.1.1 formulierten Randbedingungen gliedert sich das folgende Kapitel entsprechend des in-situ-Messprogrammes in drei wesentliche Arbeitsschritte:

- Bestimmung des initialen Gaspermeabilität und anschließende Vergleichsmessung nach längerer Standzeit
- Folgemessung der Permeabilitäten nach Eingriff in das System durch die Herstellung des Injektionskanals
- Injektion von Wasserglas und anschließende Messung der Permeabilität, um eine Dichtwirkung zu quantifizieren

4.2.1 Initiale Gaspermeabilität

Zur Beurteilung der Injektionswirkung wurden im Vorfeld der Injektionen Permeabilitätsmessungen im konturnahen Gebirgsbereichs mit dem in Kap. 4.1.5 beschriebenen mobilen Oberflächenpacker durchgeführt. Der Versuchsstandort am Südost-Stoß der Bandstrecke C2 gliedert sich insgesamt in drei Messbereiche, die dem Staßfurt-Steinsalz (Na_2) zuzuordnen sind. An jedem Messbereich wurden zwei nahe beieinander liegende Vergleichsmessungen durchgeführt. Eine schematische Darstellung der bearbeiteten Messpunkte mit Positionierung der Oberflächenpacker und einen Eindruck über die Oberflächenverhältnisse der Streckenkantur zeigen die Abbildung 4-6 und Abbildung 4-7.

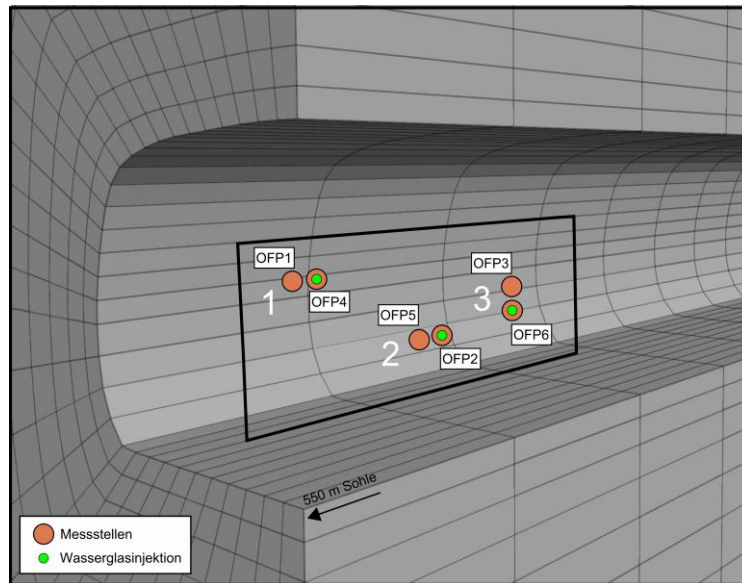


Abbildung 4-6: Schematische Darstellung zur Lage der Messstellen an der Streckenkontur.



Abbildung 4-7: Lage der Untersuchungsbereiche und der einzelnen Messstellen der mobilen Oberflächenpacker am Südost-Stoß. Die Darstellung zeigt die bereits angeschliffenen Oberflächen inklusive der gestoßenen Gebirgsanker.

Zur Positionierung der Packer wurden in einem ersten Schritt Bohrungen gestoßen und Gebirgsanker für die Oberflächenpackerjoche (Widerlager) gesetzt. Um eine dichte Anbindung der Oberflächenpacker an die Oberfläche zu gewährleisten, wurde die Oberfläche einer jeden Messstelle je nach Erfordernis 5-9 mm angeschliffen. Die ersten Permeabilitätsmessungen fanden im November 2010 statt. Da durch die Behandlung des oberflächennahen Bereiches mit eventuellen Veränderungen in der Auflockerungszone zu rechnen ist, wurden Vergleichsmessungen zur Permeabilitätsermittlung erneut nach ca. 165 Tagen Standzeit im Mai 2011 durchgeführt. Die Untersuchungen wurden mit Prüfdrücken

zwischen 0,38 – 1 MPa (absolut) vorgenommen. Die Messergebnisse der Permeabilitätsuntersuchungen sind in Tabelle 4-3 aufgeführt.

Tabelle 4-3: Initiale Permeabilitätsbestimmungen im November 2010 und Nachfolgemessungen nach einer Standzeit von ca. 165 Tagen im Mai 2011. Zusätzlich ist für jeden Messpunkt das Verhältnis der Permeabilität 2010 zur Permeabilität 2011 aufgelistet

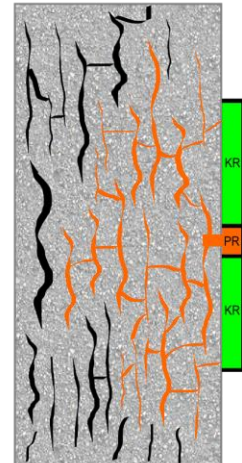
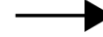
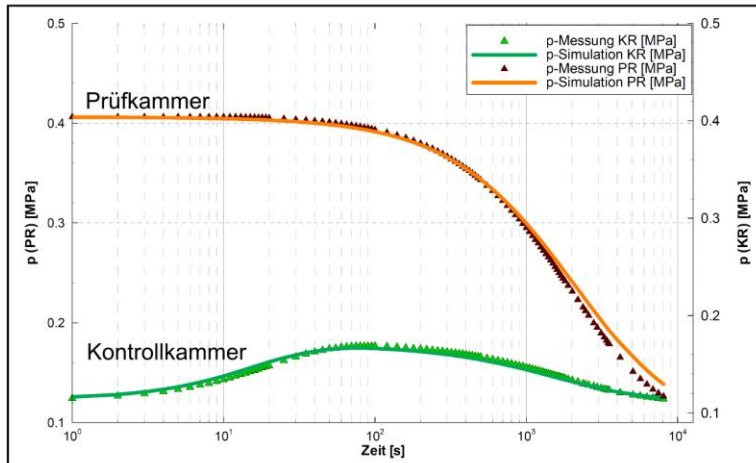
Messbereich	Messung	Permeabilität k		$k_{\text{GAS}}(2010) / k_{\text{GAS}}(2011)$
		Nov. 2010	Mai 2011	
1	OFP 1	5E-15 m ²	6E-15 m ²	0,8 ↑
	OFP 4	1E-14 m ²	3,8E-14 m ²	0,3 ↑
2	OFP 2	2,5E-15 m ²	1,8E-15 m ²	1,4 ↓
	OFP 5	1E-15 m ²	8,1E-16 m ²	1,2 ↓
3	OFP 3	8,9E-15 m ²	6,5E-14 m ²	0,1 ↑
	OFP 6	4,3E-16 m ²	9,5E-16 m ²	0,5 ↑

Die drei Messbereiche weisen Permeabilitäten zwischen 9,5E-16 m² und 1E-14 m² auf. Für vier der sechs Messstellen wurde nach einer Standzeit von 165 Tagen im Rahmen der Folgemessungen eine Erhöhung der effektiven Gaspermeabilität nachgewiesen. Für den Messbereich 2 (OFP2, OFP5) ist eine Reduzierung der Permeabilitäten nachzuweisen, was auf einen Einfluss der Lage der Messpunkte vermuten lässt. Inwiefern der im Vergleich zu den anderen Messbereichen geringere Abstand zur Streckensohle und ein damit verbundener divergenter Einspannungszustand eine Rolle spielt, kann nicht beurteilt werden. Ebenso können Heterogenitäten in der Struktur des Steinsalzes sowie äußere Einflüsse durch Temperatur- oder Feuchteschwankungen als Grund nicht ausgeschlossen werden. Insgesamt liegen jedoch die gemessenen Permeabilitäten der Anfangs- und Folgemessungen in der gleichen Größenordnung, weshalb lediglich von einer geringen Beeinflussung der Oberflächenkontur durch die Schleiftiefe ausgegangen werden kann.

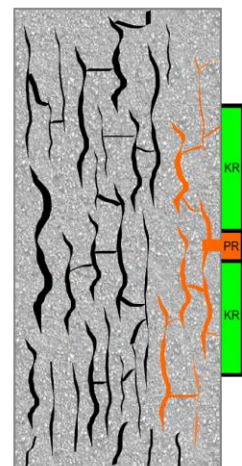
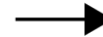
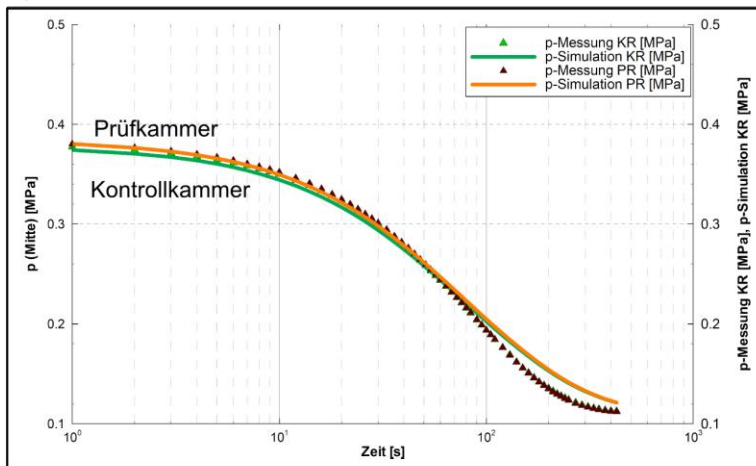
Hinsichtlich der gemessenen Druckabfallkurven (Druckänderungen über die Zeit in Prüf- und Kontrollkammer) sind deutliche Unterschiede zwischen den Messstellen festzustellen. Für den größten Teil der Messstellen kann nach Aufbringen eines Fluiddruckes in der Prüfkammer eine Druckantwort in der Kontrollkammer nach etwa 10–100 s festgestellt werden. Eine dahingehende Druckkurve ist exemplarisch für die Messstelle OFP5 in Abbildung 4-8a dargestellt. Demgegenüber zeigen sich jedoch auch Messkurven, bei denen sowohl eine Druckantwort unmittelbar nach Aufbringen des Prüfdruckes in der Kontrollkammer erfasst wird als auch ein Zustrom zur Kontrollkammer vollständig fehlt (Abbildung 4-8b,c).

Eine Beurteilung der Rissysteme anhand der Druckabfallkurven gestaltet sich schwierig. Die Druckkurven aus Abbildung 4-8a deuten darauf hin, dass in diesem Fall durch den mobilen Oberflächenpacker ein dem Abstand der Druckkammern entsprechend großes Rissystem angeschlossen wird. Eine visuelle Begutachtung injizierter Steinsalzproben (Kap 4.2.4) zeigt zudem, dass neben senkrecht ins Gebirge verlaufenden Rissen primär oberflächenparallele Risse erfasst werden.

a)



b)



c)

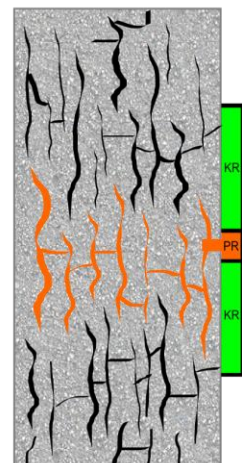
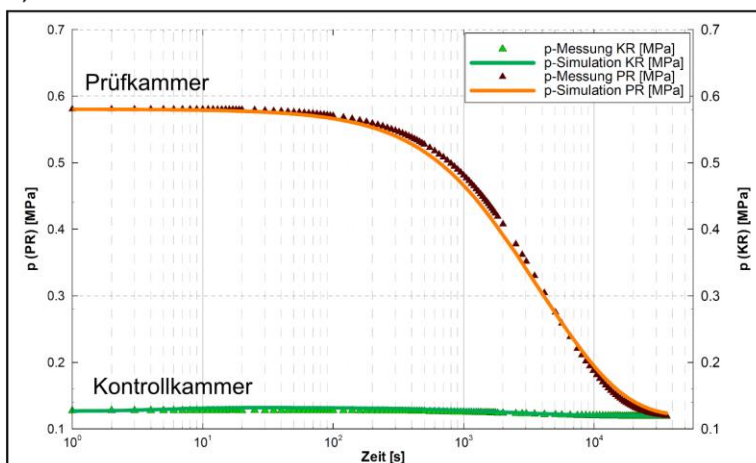


Abbildung 4-8: Darstellung der Druckkurven aus den Permeabilitätsmessungen exemplarisch für die Messstellen a) OFP5 (Nov. 2010) b) OFP1 (Nov. 2010) und c) OFP6 (Nov. 2010) sowie ein daraus abgeleitetes Strömungsverhalten.

Jedoch ist die von der Prüfkammer genutzte Fläche mit ca. 3,14 cm² in Bezug zur Korngröße des vorliegenden Steinsalzes (mittel-grobkörnig) recht klein, so dass eine Anbindung hinreichend vieler Fließkanäle zur Beurteilung einer integralen Permeabilität sich als schwierig herausstellt. Zusätzlich ist der Abstand zwischen den beiden Prüfkammern in Relation zur Größe des Rissystems recht klein. Die gemessenen Permeabilitäten und eine Beurteilung des Rissystems durch die Druckabfallkurven sind daher nur für einen recht kleinen Bereich der Steinsalzstruktur zulässig. So deuten die Druckkurven in Abbildung 4-8b,c darauf hin, dass in dem einen Fall primär oberflächenparallele Risse (hydraulischer Kurzschluss zwischen den Prüfkammern) und in dem anderen Fall bevorzugt ins Gebirge verlaufende Risse am Strömungsprozess teilgenommen haben.

4.2.2 Permeabilitäten nach Herstellung des Injektionskanals

Die vorausgegangenen Permeabilitätsmessungen haben gezeigt, dass der erfasste Durchströmungsbereich in der Auflockerungszone entscheidend von der Anbindung der Prüfkammer an das Rissystem beeinflusst wird. Um im Hinblick auf die Injektionsversuche eine verbesserte Anbindung an das Rissinventar zu schaffen, wurde an den drei für die Injektionsversuchen vorgesehenen Messstellen (OFP2, OFP4, OFP6) eine Bohrung mit dem Durchmesser von 10 mm und einer Teufe von 20 mm in der Mitte des anliegenden Prüfraumes gestoßen (Abbildung 4-9). Die Abströmfläche der Prüfkammer erweitert sich um die Mantelfläche der Bohrung um das dreifache und schließt weiter innen liegende Bereiche der Auflockerungszone an. Der Einfluss der vergrößerten Abströmfläche auf die Permeabilität wurde unmittelbar im Anschluss an die Folgemessungen im Mai 2011 durch erneute Messungen überprüft.



Abbildung 4-9: Messstelle OFP4 nach Herstellung des Injektionskanals.

Die Ergebnisse nach Setzen des Bohrloches zeigen für die Messungen OFP6 eine Vergrößerung der Permeabilitäten um eine Größenordnung, während jedoch das Permeabilitätsniveau für die Messungen OFP2 und OFP4 insgesamt deutlich um eine Größenordnung sinkt (Tabelle 4-4). Eine Interpretation gestaltet sich aufgrund der geringen Anzahl von Messwerte jedoch als schwierig. Eine Verringerung der Permeabilität kann mög-

licherweise mit dem durch die Bohrung erfassten Gebirgsbereich in Beziehung gebracht werden. Der ursprünglich durch die Prüfkammer erfasste äußerste Bereich der Auflockerungszone wird partiell durch weiter innen liegende, weniger permeable Bereiche substituiert. Mit Hilfe der Bohrung wird somit die anzuströmende Fläche vergrößert, jedoch die integrale Permeabilität (aus Prüfraum und Bohrung) verringert. Des Weiteren kann aber auch eine Beeinflussung des Rissystems durch den Bohrprozess nicht ausgeschlossen werden (Rissentstehung durch Bohrrreibung oder aber Verstopfen der Fließkanäle durch Bohrmehl).

Tabelle 4-4: Permeabilitätsbestimmungen nach Herstellung des Injektionskanals.

Messbereich	Messung	Permeabilität
1	OFP 4	8,5E-15 m ²
2	OFP 2	6E-16 m ²
3	OFP 6	2,7E-15m ²

4.2.3 Injektion von Wasserglas

Ziel der Versuchsdurchführung ist es, über den Prüfraum des Oberflächenpackers Wasserglas in den oberflächennahen Gebirgsbereich zu injizieren und den Vergütungsgrad durch anschließende Permeabilitätsmessungen zu untersuchen. Um eine direkte Strömung vom Prüfraum in den Kontrollraum zu verhindern, wurde im Vorfeld der Injektion Wasserglas in den Kontrollraum geleitet (Abbildung 4-10a). Die Wasserglasreaktion führt zu einer Abdichtung des vom Kontrollraum erfassten Oberflächenbereiches und fungiert somit indirekt als Dichtelement. Der Injektionsdruck im Prüfraum wurde mit Hilfe einer angeschlossenen Handpumpe hergestellt. Die Messungen wurden mit langsamer Druckerhöhung solange durchgeführt, bis ein oberflächlicher Wasserglasaustritt an der Gebirgskontur zu verzeichnen war. Über die Hubabmessung der Handpumpe konnte zudem eine Volumenbilanzierung der Injektionsmengen vorgenommen werden. Für die Messstellen OFP6 und OFP2 erfolgten die Injektionen eine Woche nach Herstellung des Injektionskanals, für die Messstelle OFP4 am gleichen Tag.

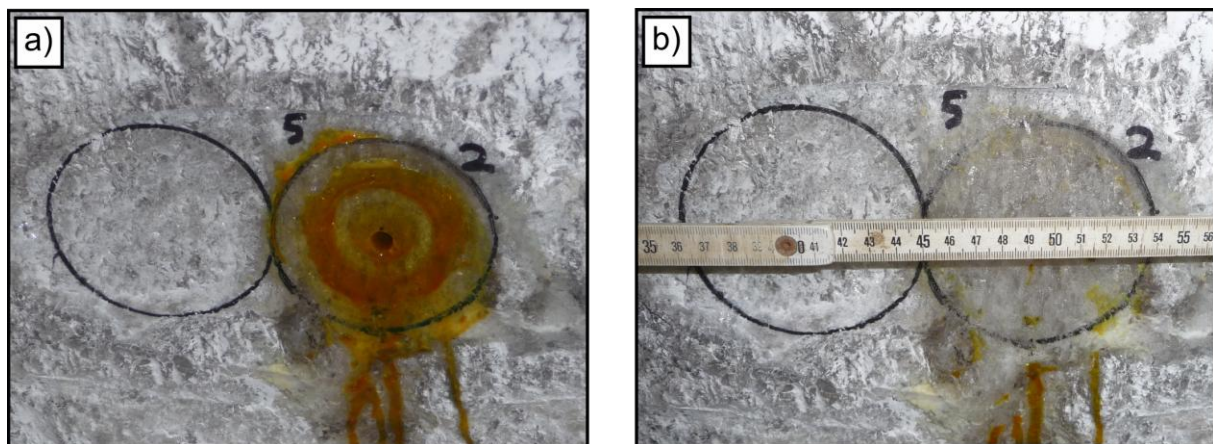


Abbildung 4-10: Messstelle OFP2 nach Wasserglasinjektion in (a). Sichtbar ist die Abdichtung der Fläche der Kontrollkammer, durch Einleitung von Wasserglas unmittelbar vor Injektion. In b) ist die gereinigte Oberfläche aufgezeigt.

Nach einer einwöchigen Reaktionsphase wurden erneut Permeabilitätsuntersuchungen durchgeführt, um eine Dichtwirkung zu quantifizieren. Zuvor wurde der Gebirgsstoß mit Hilfe eines Spachtels gereinigt, um überschüssiges Wasserglas zu entfernen (Abbildung 4-10b). Die Behandlung des Gebirgsstoßes nach der Injektion war unerlässlich, um den Dichtsitz des Oberflächenpackers für die folgenden Permeabilitätsmessungen zu gewährleisten.

In Abbildung 4-11a ist der Druckverlauf der Wasserglasinjektion für die Messstelle OFP2 dargestellt. Die erste Phase beschreibt einen Druckanstieg auf ~5 MPa bis zum Austritt an der Gebirgskontur durch eine gleichmäßige Umströmung des Dichtelements (Abbildung 4-11b). Dabei wurden ca. 14 cm³ Wasserglas verpresst. In der zweiten Phase wurden unter einem Druck von ~3,8 MPa etwa 22 cm³ Wasserglas injiziert. Der anschließende Druckabfall wurde bei geschlossenem Ventil erfasst.

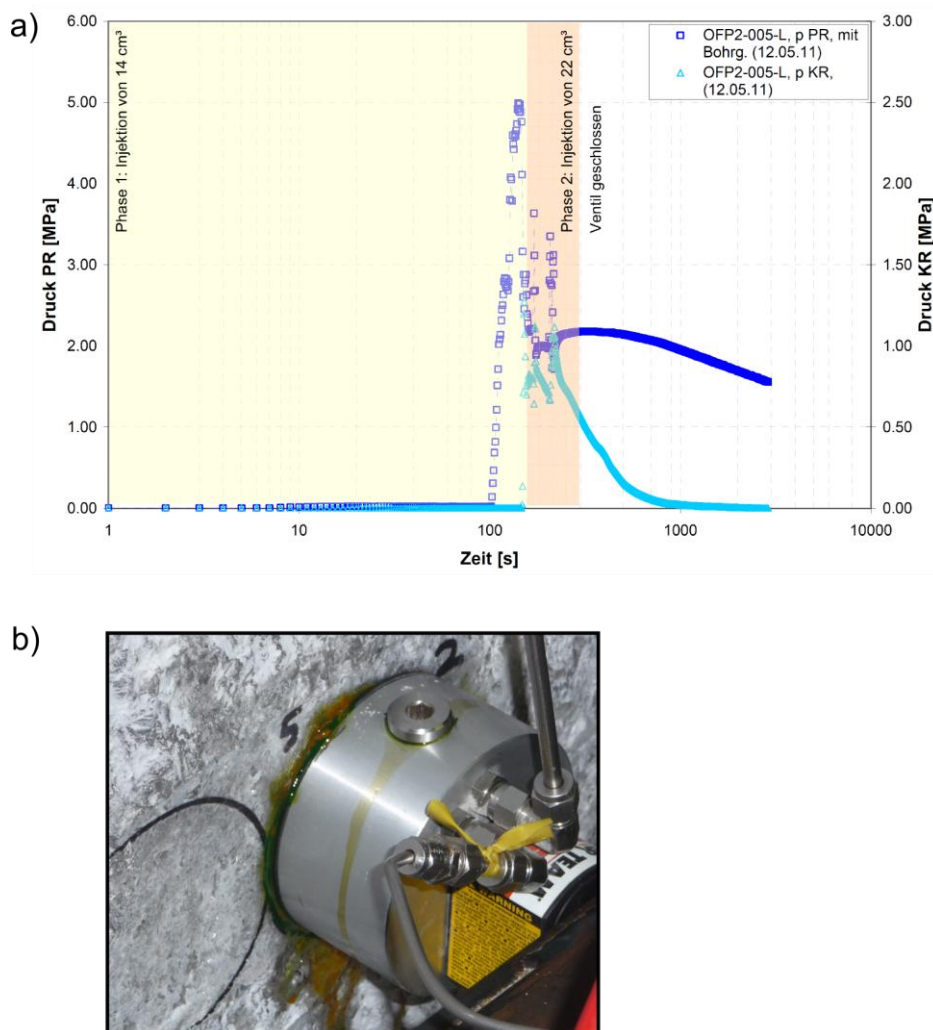


Abbildung 4-11: Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP2 (a) sowie Umströmung des Dichtelements während der Messung (b).

Für die Messstelle OFP6 wurde bei ähnlichen Druckniveaus gearbeitet. Unter einem Druckanstieg bis maximal 4,4 MPa wurden etwa 25 cm³ Wasserglas injiziert. Jedoch kam es am Maximaldruck zum Austritt am Oberflächenpacker aufgrund eines undichten Dichtelements,

so dass eine exakte Bilanzierung der Wasserglasmengen aufgrund der Wasserglasverluste nicht möglich ist.

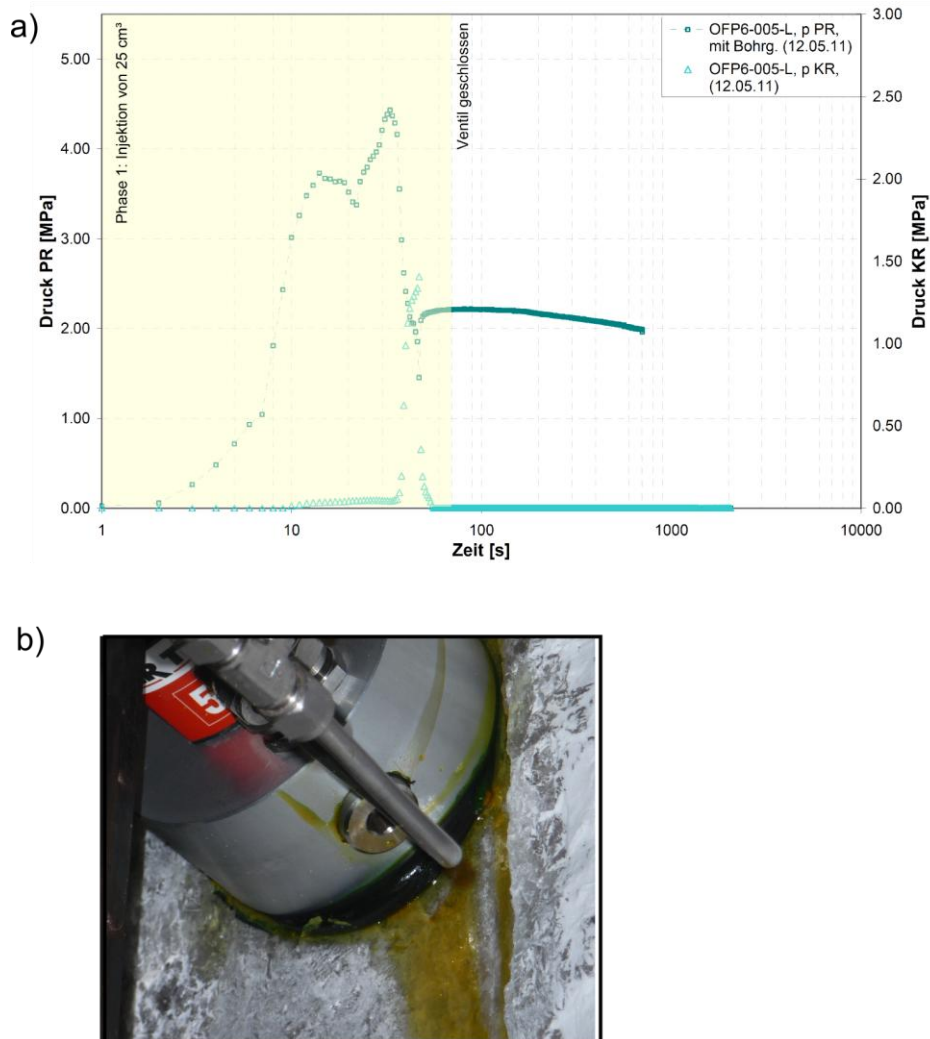


Abbildung 4-12: Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP6 (a) sowie Ausströmung am undichten Dichtelement des Oberflächenpackers (b).

An der Messstelle OFP4 konnte im Vergleich zu den anderen Messstellen ein deutlich geringeres Wasserglasvolumen injiziert werden. In der ersten Prüfphase wurden bei maximalen Injektionsdrücken von 3,8 MPa insgesamt 6 cm³ Wasserglas verpresst. In der zweiten Phase konnte erneut mit einem Volumen von 6 cm³ durchströmt werden. Die geringen Injektionsmengen können auf das mit ca. 1 MPa gemessene Druckniveau in der Kontrollkammer zurückgeführt werden. Bei der Befüllung des Kontrollraumes zur Abdichtung der Oberflächenkontur und anschließender Sicherung des Oberflächenpackers durch eine Erhöhung des Anpressdruckes, konnte der Druck in der Kontrollkammer verfahrenstechnisch nicht vollständig abgebaut werden. Eventuell sind bei diesem Prozess bereits geringe Mengen Wasserglas über den Kontrollraum eingedrungen, die zu einem Verschluss bestehender Fließwege geführt haben. Gleichwohl sind in geringem Abstand zum Oberflächenpacker drei Wasserglasaustrittsstellen festgestellt wurden, die auf eine Durchströmung diskreter Wegsamkeiten zwischen Prüfraum und Kontrollraum hinweisen.

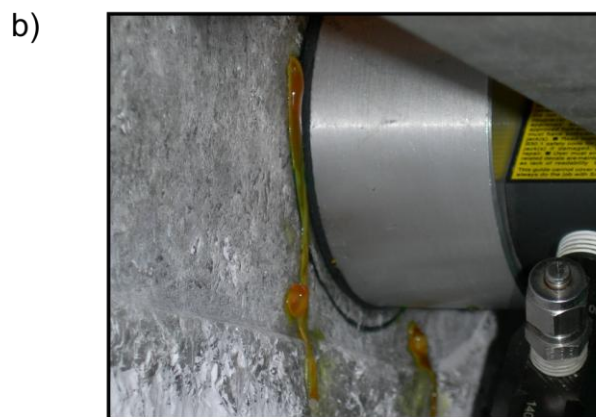
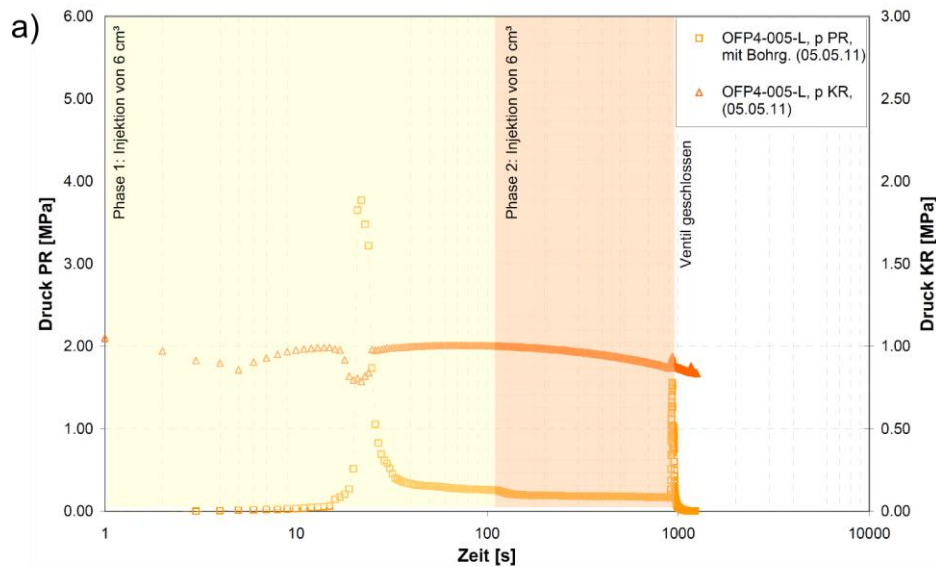


Abbildung 4-13: Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP4 (a) sowie Wasserglasaustrittsstellen in geringem Abstand zum Oberflächenpacker (b).

Nach einer Woche wurden an den beschriebenen Messstellen erneut Permeabilitätsuntersuchungen durchgeführt, um die Dichtwirkung der Vergütung zu quantifizieren. Für alle drei Messstellen ist eine deutliche Verringerung des Permeabilitätsniveaus im Vergleich zu den initialen Permeabilitätswerten (Tabelle 4-3, Tabelle 4-4) festzustellen (Tabelle 4-5).

Tabelle 4-5: Permeabilitätsbestimmungen eine Woche nach Durchführung der Injektionsarbeiten mit Wasserglas.

Messbereich	Messung	Permeabilitätsmessung nach Injektion/ Prüfdruck	Wiederholung der Permeabilitätsmessung / Prüfdruck
1	OFP 4	8,0E-20 m² / 0,47 MPa	1,6E-17 m² / 0,29 MPa
2	OFP 2	1,0E-21 m² / 0,24 MPa	3,3E-18 m² / 0,46 MPa
3	OFP 6	6,4E-17 m² / 0,23 MPa	3,2E-17 m² / 0,46 MPa

An der Messstelle OFP2 wurde bei einem anfänglichen Prüfdruck von 0,24 MPa (absolut) eine Permeabilität von 1,0E-21 m² ermittelt (Tabelle 4-5). Allerdings kann der Prüfdruck nicht

über die gesamte Prüfdauer aufrechterhalten werden. Nach etwa 300000 s (~83 h) findet ein plötzlicher Druckabfall statt (Abbildung 4-14). Eine Versuchswiederholung bei einem erhöhten Prüfdruck von 0,46 MPa zeigt eine vergleichbare Druckreaktion bereits nach ca. 8000 s (~2,2 h). Gleichzeitig kann eine deutlich größere Permeabilität von $3,3\text{E-}18\text{ m}^2$ festgestellt werden.

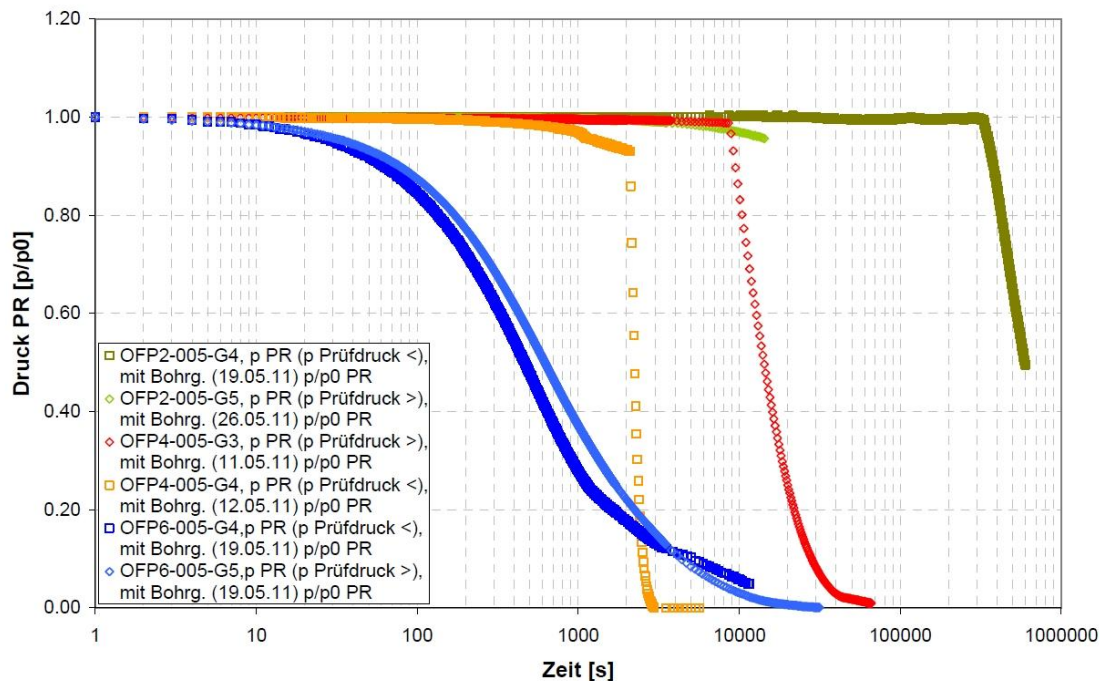


Abbildung 4-14: Druckganglinien (normierte Druckabfallkurven) für die Prüf- und Kontrollkammer der Permeabilitätsmessungen nach der Wasserglaseinjektion.

Für die Messungen OFP4 kann ein vergleichbares Verhalten wie für die Messung am OFP2 beobachtet werden. Durch die Wasserglaseinjektion konnte zunächst das Durchlässigkeitsverhalten deutlich verringert werden. Gaspermeabilitätsmessungen mit einem Prüfdruck von 0,47 MPa weisen einen Wert von $8,0\text{E-}20\text{ m}^2$ nach (Tabelle 4-5). Nach einer bestimmten Zeit kommt es auch hier zu einem plötzlichen Druckabfall (Abbildung 4-14). Die zweite Permeabilitätsmessung mit einem Prüfdruck von 0,29 MPa ergibt eine merklich höhere Permeabilität an, weshalb erneut von der Bildung einer Wegsamkeit ausgegangen werden kann. Die im Anschluss an die Wasserglaseinjektion durchgeführten Permeabilitätsmessungen ergeben für die Messstelle OFP6 ein ebenso geringes Permeabilitätsniveau, wenn auch nicht in dem gleichen Maße (Tabelle 4-5). Bei einem Prüfdruck von 0,23 MPa stellt sich eine Permeabilität von $6,4\text{E-}17\text{ m}^2$ ein. Eine Bildung neuer Wegsamkeiten konnte mit Hilfe der Druckganglinien nicht beobachtet werden (Abbildung 4-14). Dies bestätigt auch die Vergleichsmessung unter Erhöhung des Prüfdruckes auf 0,46 MPa, bei der Permeabilitäten mit Werten von $3,2\text{E-}17\text{ m}^2$ in der gleichen Größenordnung nachgewiesen werden.

Offensichtlich sind die beobachteten Druckabfälle auf die Entstehung von höher permeablen Wegsamkeiten zurückzuführen, die sich aufgrund von Verformungsprozessen im Rissystem unter dem Einfluss des Prüfdruckes ergeben. Der Prüfdruck verringert die auf den Rissflächen angreifende Normalspannungskomponente, was mit einer Verringerung der

Scherfestigkeit einzelner Risse einhergeht. Möglicherweise spielt hier auch die Reaktionszeit des Wasserglases eine entscheidende Rolle. Insbesondere sind in diesem Zusammenhang Bereiche im Zentrum der Risse zu nennen, die keinen direkten Kontakt zum Steinsalz aufweisen und stellenweise Regionen mit unvollständiger Aushärtung bilden können. Dabei kann von einer Nachhaltigkeit der Verformungsprozesse ausgegangen werden, da bei den beschriebenen Versuchswiederholungen eine geringe Permeabilität nachgewiesen wird. Grundsätzlich wird für diesen Effekt das Fehlen eines Injektionswiderlagers in radialer Richtung gesehen.

Um das Eindringverhalten von Natron-Wasserglas ohne Erstellung eines Injektionskanals qualitativ zu beurteilen, wurde abschließend ein zusätzlicher Injektionsversuch an der Messstelle OFP3 durchgeführt. An dieser Messstelle wurde eine Ausgangspermeabilität von $8,9\text{E-}15\text{ m}^2$ ermittelt. Für die Folgemessung nach 169 Tagen konnte ein vergrößertes Permeabilitätsniveau mit $6,5\text{E-}14\text{ m}^2$ festgestellt werden. In Abbildung 4-15 ist der Druckverlauf der Wasserglasinjektion für die Messstelle OFP3 dargestellt. Die erste Phase beschreibt einen Druckanstieg auf $\sim 3\text{ MPa}$ bis zum Austritt des Wasserglases an der noch nicht verschlossenen Entlüftungsleitung. Hierbei wurde mit ca. 10 cm^3 Wasserglas geströmt bis die Entlüftungsleitung geschlossen werden konnte. In der Phase 2 konnte ein Volumen von ca. 16 cm^3 Wasserglas bis zum Austritt an der Gebirgskontur verpresst werden. Die darauf folgende Phase 3 ist gekennzeichnet durch einen Druckabfall bei fortgesetzter Injektion. Im Anschluss wurde das Beaufschlagungsventil geschlossen und der Druckabfall beobachtet. Am Ende des Versuches konnten keine Wasserglasaustrittsstellen um den OFP lokalisiert werden.

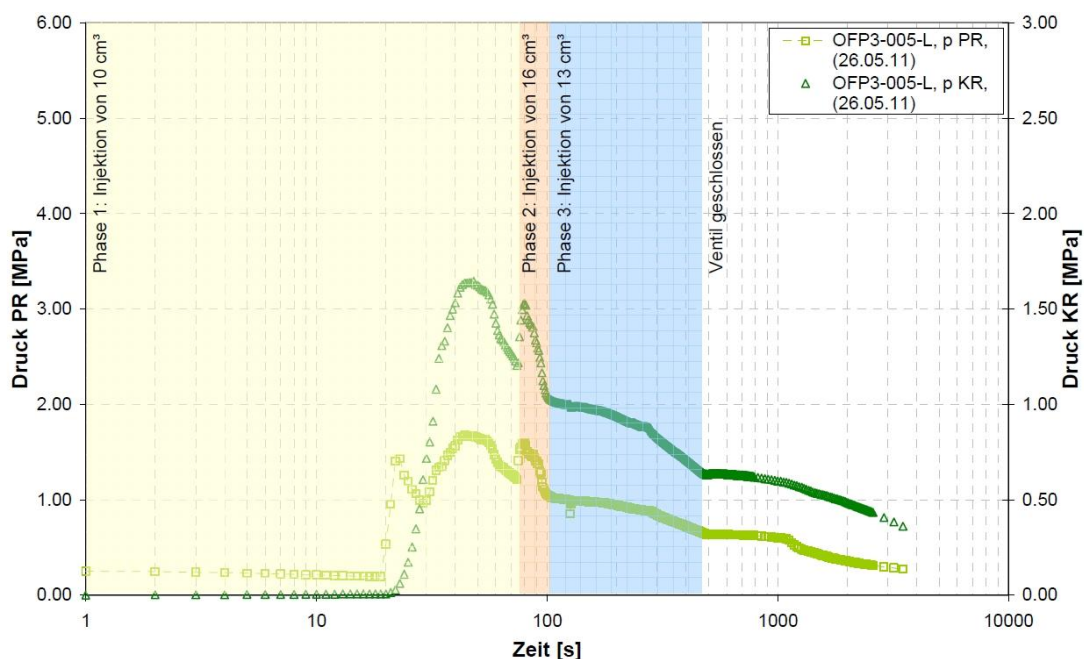


Abbildung 4-15: Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP3.

4.2.4 Bewertung der Kernproben

Nach Abschluss der Injektionsarbeiten und einer Wartezeit von ca. 3 Monaten wurden die injizierten Bereiche der Oberflächenpacker (OFP) mit einer Kernbohrkrone überbohrt. Das gewonnene Kernmaterial weist einen Durchmesser von 200 mm und eine Länge von ca. 120 mm auf. Die erbohrten Kernproben sind von sehr guter Kernqualität und konnten ohne Kernverlust gewonnen werden. Auf der Zylindermantelfläche der Probenkörper sind deutliche Rissstrukturen erkennbar, die auf eine stark konturparallel, ausgebildete Auflockerungszone hinweisen. In Abbildung 4-16 ist die Mantelfläche des Probenkörpers von Injektionspunkt OFP 3 exemplarisch dargestellt.



Abbildung 4-16: Mantelfläche des Probekörpers vom OFP 3 mit deutlichen konturparallelen Rissstrukturen

Das gewonnene Kernmaterial wurde nach der Gewinnung in einem ersten Schritt photographisch dokumentiert. Im zweiten Schritt wurde die Stirnfläche (ehemalige Streckenkontur) im Labor poliert, um oberflächliche Anhaftungen von Natron-Wasserglas zu entfernen. Das so bearbeitete Probenmaterial wurde nochmals photographisch dokumentiert. Im Folgenden werden von jeder Injektionsstelle die Abbildungen der unbearbeiteten Stirnfläche unter Tages- und UV-Licht und die polierte Stirnfläche im UV-Licht dargestellt. In den Darstellungen erscheinen Strukturen, in die Natron-Wasserglas eingedrungen ist, in einem leuchtenden Grün. Die Intensität der „Grünfärbung“ gibt dabei indirekt Aufschluss über die Eindringtiefe des Natron-Wasserglases. Oberflächennahe Strukturen mit Natron-Wasserglas erscheinen dabei Hellgrün, tiefer liegende Strukturen weisen eine dunkelgrüne Färbung auf. Die blau gefärbten Bereiche markieren hingegen Gebiete, in denen kein Natron-Wasserglas eingedrungen ist.

Kernprobe der Injektionsstelle OFP 2

An der Injektionsstelle OFP 2 wurden insgesamt ca. 36 cm³ Natron-Wasserglas injiziert. Die Injektion erfolgte vorrangig über den zentral angeordneten Injektionskanal. Daraus resultieren zwei ringförmige Strukturen die sich um den Injektionskanal bilden. Eine explizite Vorzugsrichtung kann nicht erkannt werden. Markant ist die in der Abbildung 4-17 b in Bildmitte halb ringförmige blaue Struktur um den Injektionskanal, die auf ein Fehlen von Natron-Wasserglas schließen lässt. In Schlussfolgerung dessen erfolgte die Injektion von Natron-Wasserglas hauptsächlich über den Injektionskanal und über das damit angebundene, tiefer liegende Rissssystem. Gut zu erkennen sind die Austrittsstellen von Natron-Wasserglas (helle Grünfärbung) am äußeren Rand des Injektionspackers, der in Abbildung 4-17 a als kreisförmiger, schwarzer Ring markiert ist.

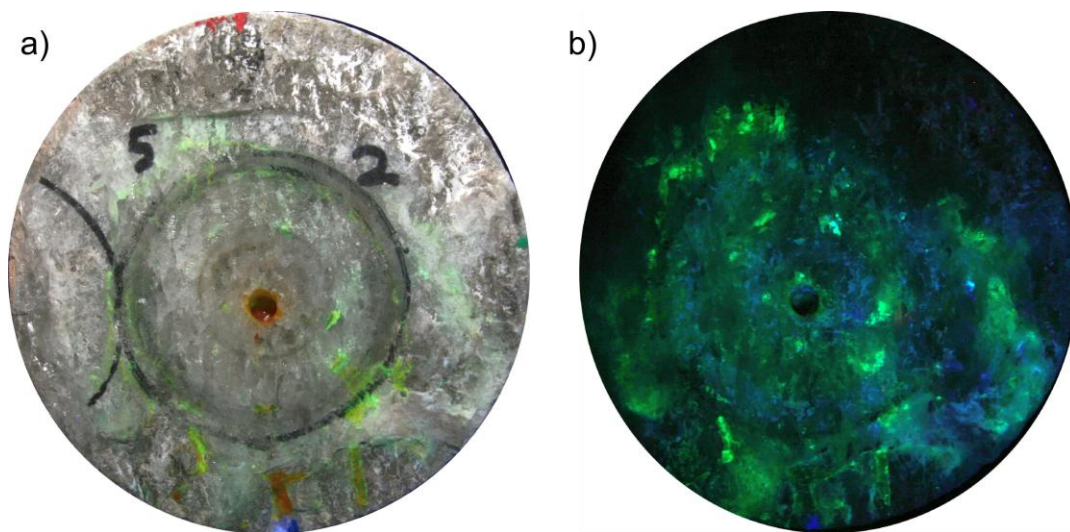


Abbildung 4-17: Kernprobe der Injektionsstelle OFP 2
a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht
b) poliert unter UV-Licht

Kernprobe der Injektionsstelle OFP 3

An der Injektionsstelle OFP 3 wurden insgesamt ca. 39 cm³ Natron-Wasserglas injiziert bis ein Austritt von Natron-Wasserglas an der Streckenkontur festgestellt wurde. Aus der Injektion resultiert eine wolkenartige Verteilung von Natron-Wasserglas, die sich in Richtung 2 Uhr nach 8 Uhr über die Stirnfläche verteilt. Die Richtung der wolkenartigen Struktur korrespondiert mit den Austrittsstellen von Natron-Wasserglas an der Streckenkontur, die in Abbildung 4-18a an der orangen Färbung erkennbar sind. Bereiche mit einer ausgeprägten Blaufärbung, die Bereiche anzeigen in die kein Natron-Wasserglas eingedrungen ist, fehlen in dieser Darstellung.

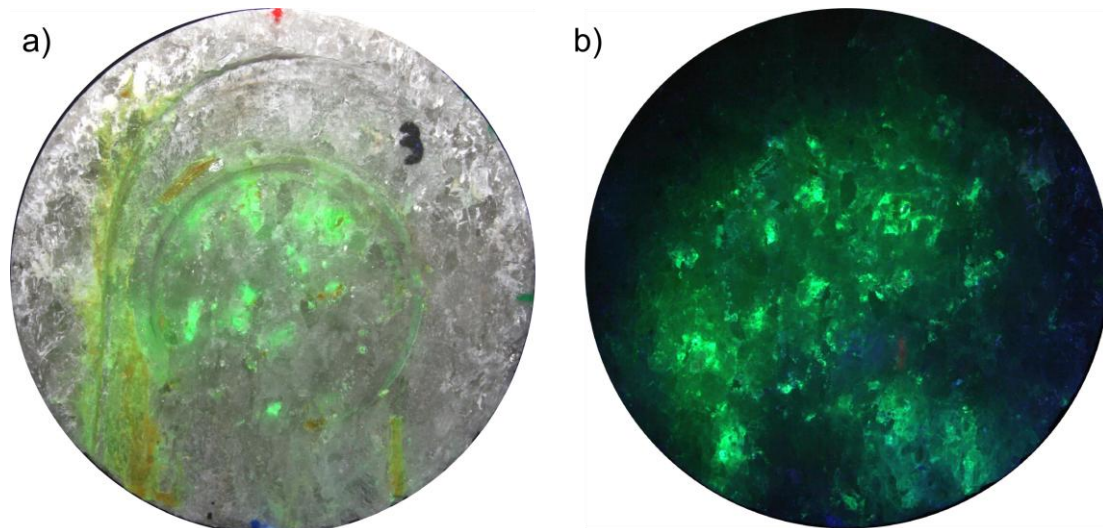


Abbildung 4-18: Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 3
a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht
b) poliert unter UV-Licht

Kernprobe der Injektionsstelle OFP 4

An der Injektionsstelle OFP 4 wurden insgesamt ca. 12 cm³ Natron-Wasserglas injiziert bis ein Austritt von Natron-Wasserglas an der Streckenkontur festgestellt wurde. Markant sind die blau gefärbten Bereiche in Abbildung 4-19 b, die halbkreisförmig den äußeren Rand des Injektionspackers markieren. Die Injektion erfolgte vorrangig über den zentral angeordneten Injektionskanal. Daraus resultiert eine wolkenartige Struktur, die ausgehend vom Injektionskanal sich halbreisförmig zwischen 3 Uhr und 9 Uhr ausbreitet. Diese Ausbreitung korrespondiert mit den festgestellten diskreten Austrittsstellen von Natron-Wasserglas in einer Entfernung von 2 bis 3 cm neben dem Injektionspacker, (siehe Kap.4.2.3 Abbildung 4-13 b).

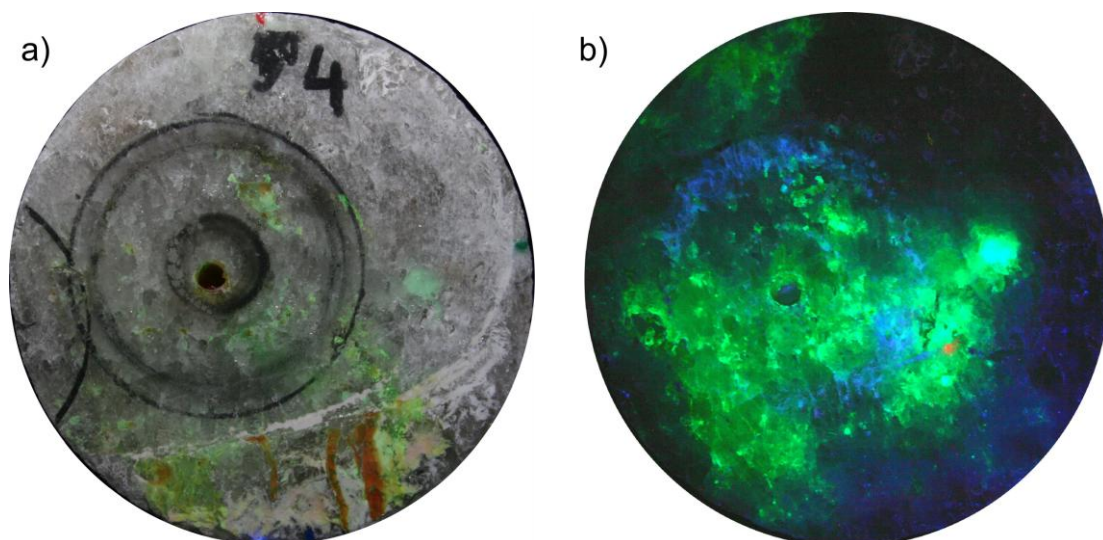


Abbildung 4-19: Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 4
a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht
b) poliert unter UV-Licht

Kernprobe der Injektionsstelle OFP 6

An der Injektionsstelle OFP 6 wurden insgesamt ca. 25 cm³ Natron-Wasserglas injiziert. Die Injektion wurde wegen eines undichten Dichtelementes abgebrochen. Dementsprechend sind in Abbildung 4-20 b wenige Bereiche zu erkennen, in die Natron-Wasserglas eingedrungen ist. Diese sind ringförmig um eine zentrale, blau gefärbte Struktur angeordnet. Der zentral angeordnete Injektionskanal weist keine Anzeichen (Grünfärbung) für ein Eindringen von Natron-Wasserglas auf.

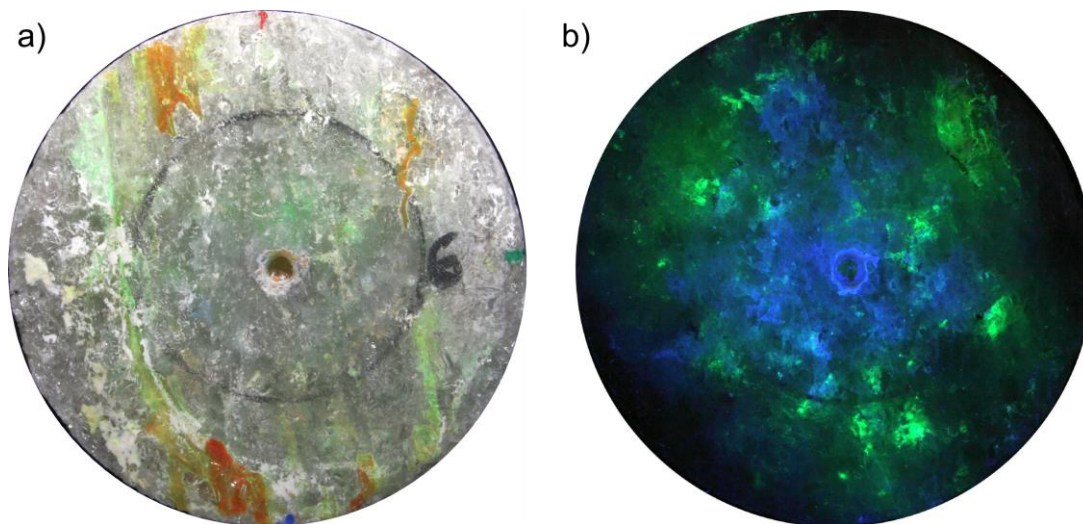


Abbildung 4-20: Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 6
a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht
b) poliert unter UV-Licht

4.3 Laborversuche an Groß-Bohrkernen

Ausgehend von den in-situ-Untersuchungen, wurden für eine Verifizierung der Messergebnisse Untersuchungen an Steinsalzbohrkernen im Labor durchgeführt. Hierfür war es vorgesehen, geeignete Prüfkörper (Bohrkerne aus Steinsalz) unter Laborbedingungen mit Natron-Wasserglas zu durchströmen. Als Ergebnis werden dabei Informationen zum Eindringverhalten von Natron-Wasserglas in das Rissystem, beschrieben durch die zeitliche Entwicklung des Volumenstroms in Abhängigkeit des Injektionsdrucks $dQ/dt = f(p,t)$, erwartet. Laboruntersuchungen haben dabei gegenüber in-situ-Messungen den Vorteil, dass die Versuchsrandbedingungen in der Regel bestimmbar und damit bekannt sind. Somit ist es möglich die ermittelten Versuchsergebnisse in Abhängigkeit des gewählten Parametersatzes darzustellen. Für die vorliegenden Laboruntersuchungen als auch für die durchgeführten in-situ-Messungen ist der wirkende Spannungszustand von großer Bedeutung. Während bei den durchgeführten in-situ-Messungen die Größe und die Form des wirkenden Spannungszustandes im Untersuchungsgebiet nur abgeschätzt, bzw. aus Messergebnissen abgeleitet werden kann, ist dieser bei Labormessungen eine regelbare Versuchsrandbedingung. Als Nachteil von Laboruntersuchungen ist die mit der Probengewinnung einhergehende Proben-schädigung zu sehen. Durch den Vergleich der in-situ-Messungen mit den

Laboruntersuchungen, sollen die Aussagen zum Eindringverhalten von Natron-Wasserglas in ein Rissssystem verifiziert werden und Erkenntnisse über den Aufbau und die Struktur der ALZ und das Eindringverhalten von Natron-Wasserglas in ein Rissssystem abgeleitet werden.

Für die Durchführung der Laboruntersuchungen wurde ein Probekörper aus dem laufenden FuE Vorhaben Schachtverschlüsse für Endlager für hochradioaktive Abfälle (ELSA, FKZ 02 E 10931) verwendet. Innerhalb des Forschungsvorhabens werden Erkenntnisse über die Permeabilitäts- und Porositätsentwicklung bzw. die Dilatanzentwicklung in der EDZ angestrebt (Kudla 2011). Der verwendete Steinsalzprobekörper weist eine zylindrische Form (Bohrkern) mit den Abmessungen $d=101\text{ mm}$ und $l=95\text{ mm}$ auf. In Abbildung 4-21 ist der verwendete Probekörper dargestellt.

Im ersten Untersuchungsschritt wurde der bergfeuchte (naturtrocken, keine künstliche Trocknung), ungeschädigte Probekörper mit einem Schrumpfschlauch ummantelt und die initiale Gaspermeabilität bestimmt. In einem zweiten Untersuchungsschritt wurde im Probekörper mit Hilfe eines Spaltzugversuches eine axiale Bruchkante erzeugt, die durch den gesamten Probekörper verläuft. Die ummantelte, geschädigte Probe ist in Abbildung 4-22 dargestellt.

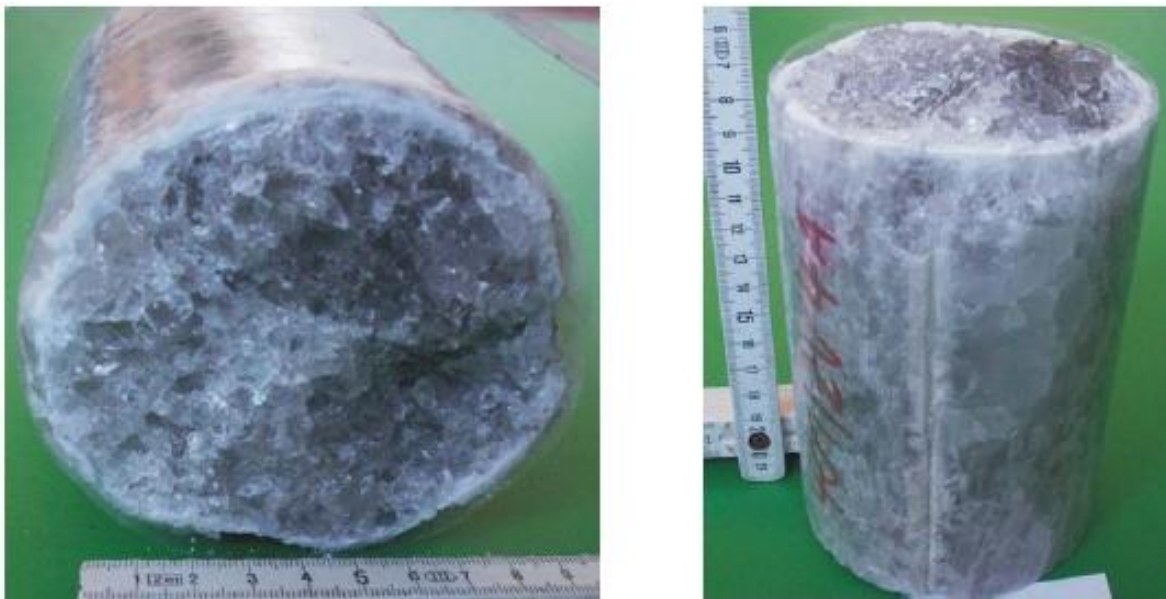


Abbildung 4-21: Probekörper P216-5 – Steinsalz (IBeWa 2011)

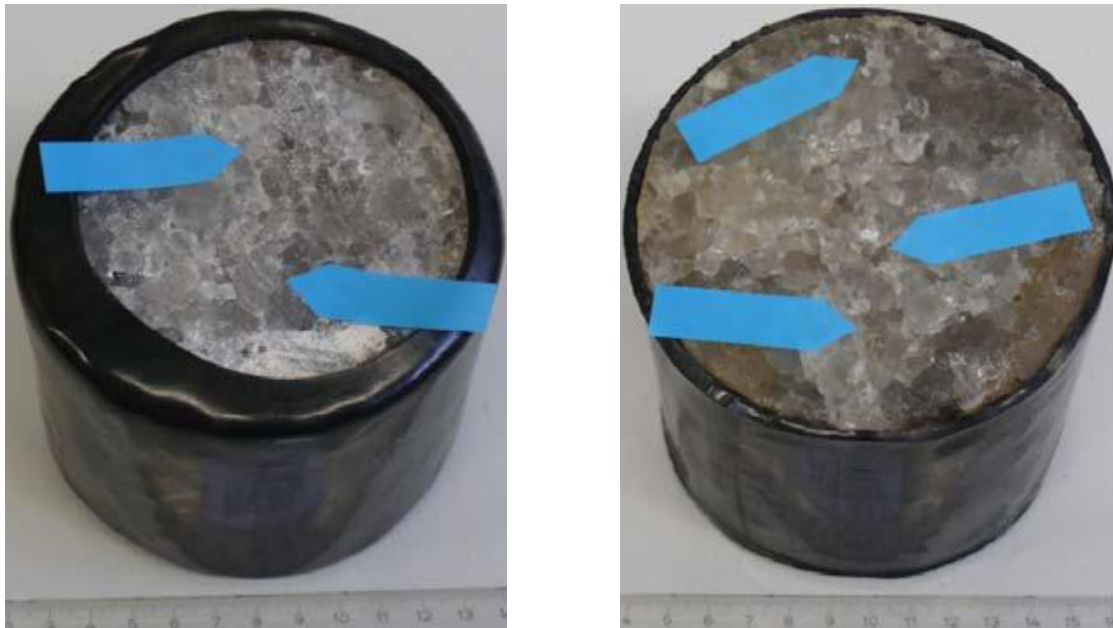


Abbildung 4-22: Probekörper P216-5/1a (links) und P216-5/1b (rechts) mit Schrumpfschlauch ummantelt. Markierung der Bruckante (Rissufer) durch blaue Pfeile (IBeWa 2011)

An der so präparierten Probe wurde in Abhängigkeit des Manteldrucks die effektive Gaspermeabilität ermittelt. Die relevanten Ergebnisse der Gaspermeabilitätsmessungen sind in Tabelle 4-6 aufgeführt. Weiterführende Angaben zu den ermittelten Versuchsergebnissen sind in (IBeWa 2011) angegeben.

Tabelle 4-6: Probe 216-5/1 (P216-5 - Teilprobe 1) Übersicht über die Versuchsergebnisse (IBeWa 2011)

<i>k</i> -Gas ungeschädigte Probe	Spaltzugfestigkeit	Einspannung	Gaspermeabilität	effektive Porosität
k_G	$\sigma_{t,SD}$	p_M	k_G	n_{eff}
$[m^2]$	$[N/mm]^2$	$[MPa]$	$[m^2]$	$[-]$
		0,27	1,4E-13	0,140
		0,58	1,1E-13	0,100
		0,75	6,1E-14	0,090
8,8E-15	1,25	1,60	3,0E-14	0,100
		3,21	1,0E-14	0,100
		6,25	2,7E-15	0,090
		10,35	1,2E-15	0,086

Entsprechend der in Tabelle 4-6 aufgeführten Ergebnisse steht damit für die Durchführung der Laboruntersuchungen ein Probekörper zur Verfügung der eine initiale effektive Gaspermeabilität von $k=8,8 \cdot 10^{-15} m^2$ aufweist, die in Folge der Schädigung bei gleichem Manteldruck von 1,60 MPa auf einen Wert von $k=3,0 \cdot 10^{-14} m^2$ abnimmt. Wird die Permeabilität der geschädigten Probe mit Hilfe der initialen effektiven Gaspermeabilität normiert ergibt sich

eine Permeabilitätserhöhung von $k/k_0=3,4$ in Folge der Schädigung. Damit ist die initiale effektive Gaspermeabilität des Probenkörpers mit den initialen effektiven Gaspermeabilitäten der in-situ-Messungen am Standort Niedersachsen Riedel vergleichbar. Hier wurden initiale Gaspermeabilitäten im Bereich von $8,9 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2 > k > 4,3 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$ bestimmt.

Für die Durchführung der Injektionsversuche im Labor wird die geschädigte Probe mit einem konstanten Manteldruck beaufschlagt und schrittweise der Fluiddruck gesteigert, bis ein messbarer Volumenstrom einsetzt und Natron-Wasserglas in das Rissssystem eindringt. Als messbare Parameter werden dabei der Volumenstrom und der Prüfdruck (Injektionsdruck) aufgezeichnet. Das Versuchskonzept beinhaltet folgende Randbedingungen:

- Einbau der Probe in eine Triaxialzelle und Beaufschlagung der Probe mit einem Manteldruck von 4,0 MPa.
- 24 h vorlaufende Standzeit bei konstantem Manteldruck vor Beginn der Durchströmung.
- Beginn der Durchströmung mit einem Fluiddruck von 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 MPa. Fortsetzung des Strömungsprozesses bei konstantem Druck bis zur Einstellung eines $Q=0 \text{ ml/min}$ bzw. halten der Druckkonstanz über einen Zeitraum von 300 s.
- Erfassung des luftseitig austretenden Wasserglasvolumens.
- Sollte die Drucksteigerung nicht zu einer Durchströmung der Probe ($q=0$) führen, ist eine Erhöhung des Druckes bis zur nächsten Druckstufe, bei der ein Strömungsprozess einsetzt, erforderlich.

Nach Einbau der Probe in die Triaxialzelle wurde mit der Durchströmung bei einer Druckstufe von 1 MPa begonnen. Über einen Zeitraum von ca. 780 s bei konstantem Druck, stellte sich die angestrebte Entwicklung einer Injektionsrate von $Q=0 \text{ ml/min}$ nicht ein. Im Folgenden wurden die geplanten Druckstufen mit einer jeweiligen Haltezeit von $t_D > 300 \text{ s}$ durchfahren. Bis zum Versucheende zum Zeitpunkt $t = 18500 \text{ s}$ wurden dabei 12,6 ml Natron-Wasserglas in den Probekörper injiziert. Zu diesem Zeitpunkt konnte kein Austritt von Natron-Wasserglas auf der Luftseite des Probenkörpers festgestellt werden. Bis zum Zeitpunkt von ca. $t = 4000 \text{ s}$ wird dabei ein oszillieren der Injektionsrate beobachtet. Ab diesen Zeitpunkt kommt es zu einer schlagartigen Abnahme des Oszillierens der Injektionsrate, die im Folgenden bis zum Versucheende zum Zeitpunkt $t=18000 \text{ s}$ von $3,5 \cdot 10^{-4} \text{ ml/s}$ auf $7,4 \cdot 10^{-5} \text{ ml/s}$ exponentiell abfällt. Die für die einzelnen Druckstufen ermittelten Injektivitätsindizes zeigen in diesem Zeitbereich ebenfalls eine stetige Abnahme. In Abbildung 4-23 sind die Messdaten des Injektionsversuchs dargestellt.

Für den Beginn des Injektionsversuchs (bis zu einem Zeitpunkt von $t = 2600 \text{ s}$) wurde für jede Druckstufe die Injektionsrate durch eine lineare Interpolation im jeweiligen Zeitbereich angepasst. In diesem Zeitbereich wurde, wie oben erwähnt, ein starkes Oszillieren der Injektionsraten beobachtet. Auf Grund der Messdaten kann davon ausgegangen werden, dass in diesem Zeitbereich die primäre Aufsättigung des Probenkörpers erfolgt und das sich daraus bildende Strömungsfeld inhomogen ist. In Abbildung 4-24 sind die Zeitreihen für den Fluiddruck [bar] und die Injektionsrate [ml/s] zusammen mit dem linearen Fit der Injektionsrate für jede Druckstufe dargestellt.

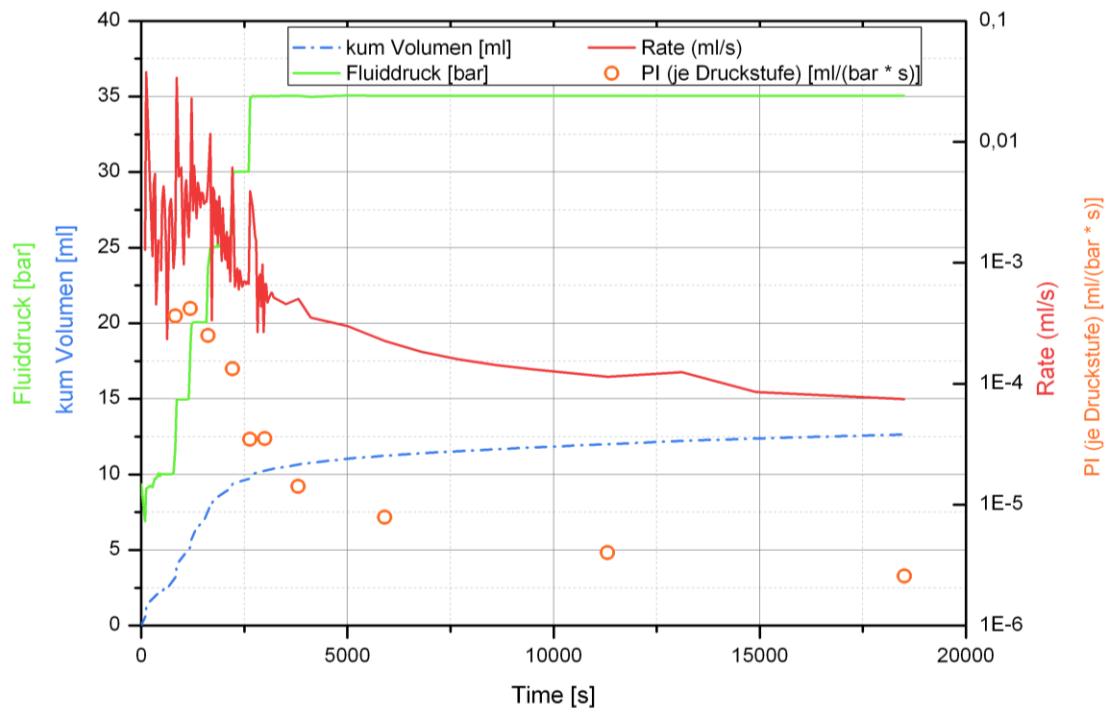


Abbildung 4-23: Durchströmungsversuch der Probe P216-5/1, Messdaten über den Injektionsverlauf und ermittelte Injektivitätsindizes

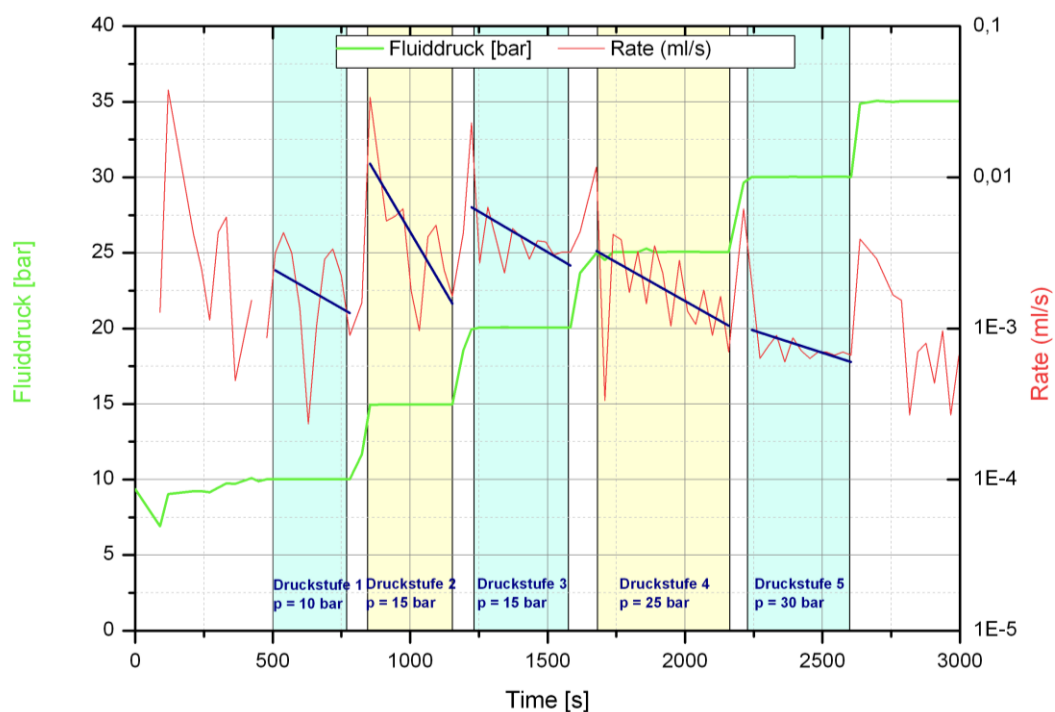


Abbildung 4-24: Durchströmungsversuch der Probe P216-5/1, Messdaten für Fluiddruck und Injektionsrate mit linearer Anpassung für den Zeitbereich $t = 0$ bis $t = 2600$ s.

4.4 Abschließende Betrachtung

Um den Injektionsvorgang mit Wasserglas eingehender beschreiben zu können, wurden in-situ-Untersuchungen an einem geeigneten Standort im Salinar sowie Laboruntersuchungen durchgeführt.

Im Rahmen der in-situ-Versuche wurde Wasserglas mit Hilfe eines mobilen Oberflächenpackers in die ALZ injiziert. Um die Injektionswirkung quantifizieren zu können, wurde die Permeabilität des konturnahen Gebirgsbereiches vor und nach einer Vergütung mit Wasserglas bestimmt. Die mit Hilfe des mobilen Oberflächenpackers ermittelten Permeabilitäten vor der Vergütung zeigen ein für geschädigtes Steinsalz übliches Permeabilitätsniveau im Bereich von $9,5\text{E-}16 \text{ m}^2$ bis $1\text{E-}14 \text{ m}^2$. Im Rahmen der darauffolgenden Injektionsarbeiten wurde mit Injektionsdrücken von 1,6 MPa bis 5 MPa gearbeitet. Es wurden Wasserglasvolumina von bis zu 39 ml injiziert. Des Weiteren zeigen Austrittstellen im geringen Abstand zum Oberflächenpacker, dass mit dem Verfahren diskrete Wegsamkeiten zwischen Prüfkammer und Kontrollkammer erfasst wurden. Alle im Anschluss daran durchgeführten Permeabilitätsmessungen weisen mit Werten im Bereich $6,4\text{E-}17 \text{ m}^2$ bis $8,0\text{E-}20 \text{ m}^2$ eine deutliche Reduzierung des Permeabilitätsniveaus um mehrere Größenordnungen auf. Es zeigt sich zudem, dass es im Rahmen der Permeabilitätsuntersuchungen aufgrund des Prüfdruckes zu hydromechanischen Verformungsprozessen im mit Wasserglas verfüllten Rissssystem kommt. Möglicherweise ist dieser Effekt abhängig von der Reaktionszeit des Wasserglases. Im Ergebnis konnte jedoch eine Eignung für die lokale Injektion von Wasserglas in die Streckenkontur mit Hilfe des mobilen Oberflächenpackers nachgewiesen werden. Für weitere Versuche wäre eine Weiterentwicklung hinsichtlich der Entlüftung (während der Befüllung der Kontrollkammer zur Abdichtung der Oberflächenkontur), der Volumenstrommessung und einer größeren Injektionsfläche erforderlich. Des Weiteren sollte der Aushärtprozess von Wasserglas und ein damit verbundener Einfluss auf die evtl. zeitlich zunehmende Festigkeit eingehend untersucht werden.

Im Rahmen weiterer Laboruntersuchungen wurden Steinsalzbohrkerne künstlich geschädigt und unter Laborbedingungen mit Wasserglas in einer Triaxialzelle durchströmt. Ziel war es, Informationen zum Eindringverhalten von Wasserglas in Abhängigkeit des Injektionsdruckes zu erhalten. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass mit der gewählten Methodik das Eindringverhalten von Natron-Wasserglas in ein Rissssystem abgebildet werden kann. Mit dem durchgeführten Injektionsversuch konnte gezeigt werden, dass das Eindringen von Natron-Wasserglas in ein definiertes Rissssystem beginnend mit einer stark instationären Phase im zeitlichen Verlauf einem Gleichgewichtszustand entgegenstrebt.

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1:	Einfluss der Mikroparameter (Polyeder- und Kontaktsteifigkeiten) auf die elastischen Eigenschaften der Gesamtprobe (Makroparameter).	33
Tabelle 2-2:	Kalibrierte Mikroparameter.	42
Tabelle 3-1:	Kennwerte des in dieser Arbeit verwendeten Natron-Wasserglases 37/40 (NWG 37/40).	60
Tabelle 3-2:	Zusammensetzung der verwendeten Salzlösungen.	70
Tabelle 3-3:	Beschreibung der Versuchsansätze sowie Probenahmefrequenzen.	71
Tabelle 3-4:	Zusammenstellung der durchgeführten Analysen der Ausgangskomponenten und der in Abhängigkeit von der Zeit aus den 4 Versuchsansätzen entnommenen Proben.	72
Tabelle 3-5:	Hauptbestandteile und pH-Werte der Lösungen aus V1a und V1b im Vergleich zur Ausgangslösung.	78
Tabelle 3-6:	Hauptbestandteile und pH-Werte der Lösungen aus der Versuchsreihe V2 im Vergleich zur Zusammensetzung der Ausgangslösung. Angaben Hauptbestandteile in Gew.% und Si in µg/g. n.a. nicht analysiert.	78
Tabelle 3-7:	Hauptbestandteile und pH-Werte der Lösungen aus der Versuchsreihe V3 im Vergleich zur Zusammensetzung der Ausgangslösung. Angaben Hauptbestandteile in Gew.% und Si in µg/g. n.a. nicht analysiert.	79
Tabelle 3-8:	Spitzen- bzw. Peakscherfestigkeiten (τ_p) sowie Restfestigkeiten (τ_{Rest}) der Kontaktflächen Steinsalz-NWG. Alle Angaben in MPa. Index*: Der Messwert wird aufgrund einer möglichen Vorschädigung der Kontaktfläche als Ausreißer gewertet.	98
Tabelle 4-1:	Konvergenzraten der Konvergenzmeßstelle 1085m Sohle C2 Bandberg	104
Tabelle 4-2:	Eigenschaften von Sorel- und Salzbeton	107
Tabelle 4-3:	Initiale Permeabilitätsbestimmungen im November 2010 und Nachfolgemessungen nach einer Standzeit von ca. 165 Tagen im Mai 2011. Zusätzlich ist für jeden Messpunkt das Verhältnis der Permeabilität 2010 zur Permeabilität 2011 aufgelistet	111
Tabelle 4-4:	Permeabilitätsbestimmungen nach Herstellung des Injektionskanals.	114
Tabelle 4-5:	Permeabilitätsbestimmungen eine Woche nach Durchführung der Injektionsarbeiten mit Wasserglas.	117
Tabelle 4-6:	Probe 216-5/1 (P216-5 - Teilprobe 1) Übersicht über die Versuchsergebnisse (IBeWa 2011)	125

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1:	Verformungsverlauf eines uniaxialen Druckversuches im Steinsalz mit großer Verformungsgeschwindigkeit (Daten aus dem BMBF-Verbundvorhaben FKZ 02 C 1004 bis 02 C 1054, Hampel et al. 2007). Dargestellt ist in a) die Spannungszunahme und in b) die volumetrische Verformung gemessen an der Dehnung in axialer Richtung.	13
Abbildung 2-2:	Schematische Darstellung von a) Stufenversetzungen und b) Schraubenversetzungen.	14
Abbildung 2-3:	Mögliche Positionen von Mikrorissen im Bezug zum Korngefüge: 1) transgranulare, 2) intergranulare, 3) intragranular, 4) interphasig und 5) transphasig (verändert nach Schild 1999).	15
Abbildung 2-4:	Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit auf a) die Axialverformung und b) die volumetrische Verformung von Staßfurt-Steinsalz (Daten aus dem BMBF-Verbundvorhaben FKZ 02 C 1004 bis 02 C 1054, Hampel et al. 2007)	17
Abbildung 2-5:	Verformungsverhalten von Steinsalz im Kriechversuch mit Darstellung der drei Kriechphasen (verändert nach Günther 2009).	18
Abbildung 2-6:	Einfluss der Rissdichte auf die Permeabilität (verändert nach Stauffer & Aharony 1992).	19
Abbildung 2-7:	Vergleich der akustischen Emissionen mit der volumetrischen Verformung sowie der Permeabilität im Triaxialversuch (Pusch et al. 2002).	20
Abbildung 2-8:	Abbildung des kristallinen Korngefüges (aus Pusch et al. 2002) in Form von Voronoi-Strukturen.	22
Abbildung 2-9:	Voronoi-Diagramm mit Laguerre-Geometrie (schwarz) mit den zugrunde liegenden Kreisen sowie das üblicherweise verwendete Voronoi-Diagramm (rot) basierend auf den Kreismittelpunkten (Walter et al. 2010).	23
Abbildung 2-10:	Auflistung der Mikroparamter der Polyederstruktur, die das Materialverhalten im Rahmen der Modellrechnungen steuern.	25
Abbildung 2-11:	Generiertes Polyedermodell (1561 Polyeder; mono-disperse, mittlere Korngröße 4 mm), das im Rahmen der Kompressionsversuche verwendet wurde. Eine axiale Belastung wird über eine Verschiebungsrandbedingung in z-Richtung des oberen Druckstempels realisiert. Bei Triaxialversuchen wird zusätzlich eine konstante Spannungsrandbedingung an den Mantelflächen aufgebracht.	27
Abbildung 2-12:	FISH Routine zur Bereinigung ungünstiger Kannten.	28
Abbildung 2-13:	Generiertes Polyedermodell, (1833 Polyeder, mono-disperse, mittlere Korngröße 4 mm) das im Rahmen der Spaltzugversuche verwendet wurde. Die obere Streifenlast wurde mittels einer	

	Verschiebungsrandbedingung an der Mantelfläche aufgebracht. Die untere Kante wurde ohne Modellierung der Druckstempel mittels einer Randbedingung in z-Richtung fixiert.	29
Abbildung 2-14:	Triaxialversuche an Staßfurt-Steinsalz der Schachanlage Asse mit Manteldrücken von 0,2-3 MPa (Hampel et al. 2007).	30
Abbildung 2-15:	Die Querdehnungszahl der Gesamtprobe wird durch Variation der Kontaktschersteifigkeit unter Beibehalt konstanter Polyedersteifigkeiten, Polyederquerdehnungen und Kontaktnormalsteifigkeiten bestimmt.	32
Abbildung 2-16:	Zugspannungs-Dehnungs-Diagramme der Spaltzugversuche für verschiedene Mikrozugfestigkeiten σ_t (Zugfestigkeiten entlang der Polyeder-grenzen).	35
Abbildung 2-17:	Darstellung eines a) Zugfestigkeits-Dehnungs-Diagrammes mit Schädigungsbild im Spaltzugversuch mit einer Mikrozugfestigkeit von 4 MPa sowie Auswertung der b) minimalen und c) maximalen Hauptspannungen.	35
Abbildung 2-18:	Zugspannung-Dehnungs-Diagramme der Spaltzugversuche mit Variation der Kohäsionswerte entlang der Polyedergrenzen.	36
Abbildung 2-19:	Uniaxiale Druckversuche mit Variation der Kohäsionswerte entlang der Polyedergrenzen (a).	37
Abbildung 2-20:	Darstellung des Spannungsverlaufes (a), der volumetrischen Verformung (b) sowie der Rissanzahl von Zug- und Scherrissen (c) eines uniaxialen Druckversuches, exemplarisch für Kohäsionswerte entlang der Polyedergrenzen von 6 MPa (vgl. Abbildung 2-19).	39
Abbildung 2-21:	Einfluss unterschiedlicher Dilatanzwinkel auf die volumetrische Verformung im uniaxialen Druckversuch.	40
Abbildung 2-22:	Verwendete Kohäsions-Plastizitäts-Kurve zur Simulation einer intrakristallinen Materialverfestigung.	41
Abbildung 2-23:	Numerisch berechnete a) Axialspannungen und b) volumetrische Verformungen in Abhängigkeit vom Manteldruck gegen die axiale Dehnung.	42
Abbildung 2-24:	Die aus Laborversuchen abgeleiteten Bereiche für die Schädigungsgrenze, die Dilatanzgrenze sowie die Festigkeitsgrenze (verändert nach Salzer 2010). Zusätzlich sind Ergebnisse aus numerischen Berechnungen eingetragen.	43
Abbildung 2-25:	Detaillierte Darstellung des Spannungsverlaufes (a), der volumetrischen Verformung (b) sowie der Rissanzahl von Zug- und Scherrissen (c) des in Abbildung 2-23 beschriebenen uniaxialen Druckversuches.	44
Abbildung 2-26:	Paralleles Plattenmodell	46
Abbildung 2-27:	Darstellung der in 3DEC relevanten Elemente zur Berechnung der	

Fließrate.	48
Abbildung 2-28: Vergleichende analytische und numerische Berechnungen für unterschiedliche Öffnungsweiten einer Einzelkluft.	48
Abbildung 2-29: Darstellung der verwendeten Polyederstruktur (Fließflächen) nach Berechnung zum stationärem Strömungszustand und Berechnung der Permeabilität für verschiedene hydraulische Öffnungsweiten (0,1 µm, 0,5 µm, 1 µm, 5 µm und 20 µm).	50
Abbildung 2-30: Darstellung des Spannungsverlaufes und der volumetrischen Verformung in a) sowie der Rissanzahl und der Permeabilität in b).	52
Abbildung 2-31: Durchströmung von Polyederflächen mit teilweise gebrochenen Kontaktpunkten (Fließknoten).	53
Abbildung 3-1: Halitkorn vor (a) und unmittelbar nach (b) dem Kontakt mit Natron-Wasserglas 37/40 (NWG). Es bildet sich schlagartig eine Gelschicht am Kontakt Natron-Wasserglas/Halit. Parallele Polarisatoren.	61
Abbildung 3-2: Neubildungen bei der Reaktion von Halit mit Natron-Wasserglas. Dentrisc (a, b) angeordnete Neubildungen sowie idiomorpher und chevronartig (c) kristallisierter Halit im Kontaktbereich Natron-Wasserglas/Halit. h-Halit, NWG-Natron-Wasserglas. Parallele Polarisatoren.	62
Abbildung 3-3: Löslichkeit von Quarz und amorphem SiO ₂ in Abhängigkeit des pH-Werts nach Palmer & Palmer (2003); berechnet auf der Grundlage thermodynamischer Daten von Weast et al. (1986).	63
Abbildung 3-4: Löslichkeit von amorphen SiO ₂ in wässriger Lösung in Abhängigkeit von der Temperatur nach Iler (1979) aus Günther (2008).	63
Abbildung 3-5: Löslichkeit von amorphen SiO ₂ in unterschiedlich konzentrierten reinen Salzlösungen. Löslichkeitsdaten aus Marshall & Warakomski (1980). Zur Orientierung sind die Löslichkeitsdaten von Quarz und frisch ausgefälltem amorphen SiO ₂ in Wasser eingetragen (Daten aus Jasmund & Lagaly 1993).	64
Abbildung 3-6: 2-dimensionale Darstellung von regelloser und geordneter Lagerung von [Si-O ₄] ⁴⁻ -Tetraeder im amorphen (a) bzw. kristallinen (b) Zustand (Bergna 2006).	65
Abbildung 3-7: Strukturformel des Magnesiumhydroxids [Mg(OH) ₂] (a) und des Mg-Hydroxid-chloridhydrates [3 Mg(OH) ₂ · MgCl ₂ · 8 H ₂ O] (b) (Holleman – Wiberg 1976).	66
Abbildung 3-8: Stabilitätsbereiche von Mg(OH) ₂ und 3-1-8-MOC-Phase nach D´Ans & Katz (1941) und D´Ans et al. (1955).	68
Abbildung 3-9: Mikroskopische Aufnahme des Ausgangsmaterial unter a) parallelen und b) gekreuzten Polarisatoren. h= Halit; SG= Silikatgel; FI= Lösungseinschlüsse; X= wahrscheinlich Belag von Na ₂ CO ₃ . Blaues Einbettungsharz deutet einen offenen Porenraum an.	69

Abbildung 3-10:	Elektronenoptische Aufnahme des Ausgangsmaterials für die Untersuchungsreihen. (BSE= Back Scattered Electron Image).	73
Abbildung 3-11:	BSE Aufnahmen von Silikatgel in Lösung der Versuchsreihe V1 (SiO_2 - $\text{NaCl-H}_2\text{O/OH}^-$ -System), nach 1 (a), 10 (b) und 360 (c) Tagen. Nach 10 Tagen sind Halitneubildungen erkennbar.	74
Abbildung 3-12:	Versuch 2 (SiO_2 - NaCl-MgCl_2 - H_2O -System): BSE Aufnahmen des Feststoffs nach 1 (a), 40 (b) und 360 (c) Tagen. Bereits nach 1 Tag sind Halitneubildungen und feine Nadeln bestehend aus MOC-Fasern erkennbar.	75
Abbildung 3-13:	Versuch 3 (SiO_2 - NaCl-KCl-MgSO_4 - MgCl_2 - H_2O -System): BSE Aufnahmen des Feststoffs nach 1 (a), 90 (b) und 360 (c) Tagen. Bereits nach 1 Tag ist ein wirres Gemenge aus MOC-Fasern erkennbar. Nach 360 Tagen sind feine runde Aggregate auf dem Silikatgel erkennbar.	77
Abbildung 3-14:	SiO_2 -Anteile aus den Versuchen V1, V2 und V3 im Vergleich zu den Löslichkeiten von amorphem SiO_2 in unterschiedlich konzentrierten reinen Salzlösungen bei 25 °C (Löslichkeitsdaten aus Marshall & Warakomsky 1980).	80
Abbildung 3-15:	Sättigungswerte der während der Versuchszeit relevanten MOC-Phasen der Versuchsreihe V2.	82
Abbildung 3-16:	Mikroskopische Aufnahme von mit Lösung Q durchströmtem Salzgrus.	83
Abbildung 3-17:	Mikroskopische Aufnahme von mit Lösung Q durchströmtem Salzgrus mit a) parallelen und b) gekreuzten Polarisatoren. h= Halit; SG= Silikatgel; MOC= Sorelphasen.	84
Abbildung 3-18:	REM Aufnahme von mit Lösung Q durchströmtem Salzgrus. Die hellen Bereiche sind Halit, die hellgrauen Säume Mg-reiche Silikatgelphase und die dunkelgrauen Bereiche sind Sorelphasen teilweise verwachsen mit Brucit.	84
Abbildung 3-19:	Vergleich zwischen einem künstlich hergestelltem Silikatgewächs (Salzkörner in Natronwasserglas-Lösung (a) und einem Moosachat mit silikatgewächsähnlichen Gebilden (b) nach Landmesser (1987).	85
Abbildung 3-20:	Quarz in sekundärem Gipsgang in Anhydritgrundmasse (Salinarquarz nach Balzer (1997).	87
Abbildung 3-21:	Dynamische Viskosität eines Wasserglases 37/40 in Abhängigkeit von der Temperatur im Vergleich zu gesättigter MgCl_2 -Lösung (Daten der MgCl_2 -Lösung aus Dietzel (1957).	89
Abbildung 3-22:	Polymerisation von Kieselsäure nach Iler (1979): In Abwesenheit von Salz kommt es zu reinem Wachstum, in saurer Lösung oder mit Salz zu Agglomeration und Gelbildung (aus Quarch 2010).	90
Abbildung 3-23:	Viskositäten von Silica-Sol/ NaCl -Lösung in Abhängigkeit der Konzentrationsverhältnisse.	91

Abbildung 3-24:	Modellvorstellung einer Wasserglas-Injektion in Steinsalz.	92
Abbildung 3-25:	Mit Natron-Wasserglas 37/40 geklebte Steinsalzkernscheiben.	93
Abbildung 3-26:	Prüfmaschine SHM 250 zur Messung der Haftzugfestigkeit. Die rechte Abbildung verdeutlicht die Lasteinleitung in die Probekörper.	95
Abbildung 3-27:	Haftzugfestigkeiten der Kontaktflächen Natron-Wasserglas/Steinsalz.	95
Abbildung 3-28:	Zweiteilige Scherbox. Die Abkürzung σ_n kennzeichnet die Normalspannung und τ_T die Scherspannung.	96
Abbildung 3-29:	MTS-Scher-Test-System (Modell 816). Schematischer Aufbau der wesentlichen technischen Komponenten.	97
Abbildung 3-30:	MTS-Scher-Test-System (Modell 816). Foto des Gerätes im Prüflabor.	97
Abbildung 3-31:	Spitzen- bzw. Peakscherfestigkeiten sowie Restfestigkeiten in Abhängigkeit der Normalspannung beim Scheren der Probekörper.	98
Abbildung 4-1:	Lage des Versuchsstandortes am C2 – Bandberg, Werk Niedersachsen – Riedel, Sohlenriss der 800 m Sohle.	103
Abbildung 4-2:	Versuchsstandort im C2 – Bandberg, Werk Niedersachsen – Riedel, mit deutlichen Sohlhebungen und großflächigen Abschalungen am rechten Stoß.	104
Abbildung 4-3:	Zeitreihen von relativer Luftfeuchtigkeit und Lufttemperatur für den Versuchsstandort im Zeitbereich vom 24.11.2010 bis 25.03.2011.	105
Abbildung 4-4:	Prinzipskizze der Komponenten des Oberflächenpackers (links) und Foto des Oberflächenpackers beim in-situ-Test (rechts).	107
Abbildung 4-5:	Schematische Zeichnung: Wirkungsweise des Oberflächenpackers als Injektionswiderlager.	108
Abbildung 4-6:	Schematische Darstellung zur Lage der Messstellen an der Streckenkontur.	110
Abbildung 4-7:	Lage der Untersuchungsbereiche und der einzelnen Messstellen der mobilen Oberflächenpacker am Südost-Stoß. Die Darstellung zeigt die bereits angeschliffenen Oberflächen inklusive der gestoßenen Gebirgsanker.	110
Abbildung 4-8:	Darstellung der Druckkurven aus den Permeabilitätsmessungen exemplarisch für die Messstellen a) OFP5 (Nov. 2010) b) OFP1 (Nov. 2010) und c) OFP6 (Nov. 2010) sowie ein daraus abgeleitetes Strömungsverhalten.	112
Abbildung 4-9:	Messstelle OFP4 nach Herstellung des Injektionskanals.	113
Abbildung 4-10:	Messstelle OFP2 nach Wasserglasinjektion in (a). Sichtbar ist die Abdichtung der Fläche der Kontrollkammer, durch Einleitung von Wasserglas unmittelbar vor Injektion. In b) ist die gereinigte Oberfläche aufgezeigt.	114
Abbildung 4-11:	Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP2 (a)	

	sowie Umströmung des Dichtelements während der Messung (b).	115
Abbildung 4-12:	Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP6 (a) sowie Ausströmung am undichten Dichtelement des Oberflächenpackers (b).	116
Abbildung 4-13:	Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP4 (a) sowie Wasserglasaustrittsstellen in geringem Abstand zum Oberflächenpacker (b).	117
Abbildung 4-14:	Druckganglinien (normierte Druckabfallkurven) für die Prüf- und Kontrollkammer der Permeabilitätsmessungen nach der Wasserglasinjektion.	118
Abbildung 4-15:	Druckgangkurven der Wasserglasinjektion für Messstelle OFP3.	119
Abbildung 4-16:	Mantelfläche des Probekörpers vom OFP 3 mit deutlichen konturparallelen Rissstrukturen	120
Abbildung 4-17:	Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 2 a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht b) poliert unter UV-Licht	121
Abbildung 4-18:	Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 3 a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht b) poliert unter UV-Licht	122
Abbildung 4-19:	Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 4 a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht b) poliert unter UV-Licht	122
Abbildung 4-20:	Kernprobe der der Injektionsstelle OFP 6 a) unbehandelt unter Tages- und UV-Licht b) poliert unter UV-Licht	123
Abbildung 4-21:	Probekörper P216-5 – Steinsalz (IBeWa 2011)	124
Abbildung 4-22:	Probekörper P216-5/1a (links) und P216-5/1b (rechts) mit Schrumpfschlauch ummantelt. Markierung der Bruckante (Rissufer) durch blaue Pfeile (IBeWa 2011)	125
Abbildung 4-23:	Durchströmungsversuch der Probe P216-5/1, Messdaten über den Injektionsverlauf und ermittelte Injektivitätsindizes	127
Abbildung 4-24:	Durchströmungsversuch der Probe P216-5/1, Messdaten für Fluiddruck und Injektionsrate mit linearer Anpassung für den Zeitbereich $t = 0$ bis $t = 2600$ s.	127

Literaturverzeichnis

Albright, J.L. & Kruckow, Th. (1958)

Schwebend gebildete Quarzkristalle in New Mexico, U.S.A. Der Aufschluss, 9, 5: 98.

Alkan, H, Cinar, Y. & Pusch, G. (2007)

Rock salt dilatancy boundary from combined acoustic emission and triaxial compression tests. Int. J. Rock. Min. Sci. (44):108-119.

Alkan, H. & Müller, W. (2008)

Numerical Modelling of Dilatancy Induced Percolative Permeation in Rock Salt. Institut für Sicherheitstechnologie (ISTec) GmbH, Bericht im Auftrag des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie.

Anthony, J.W., Bideaux, R.A., Bladh, K.W. & Nichols, M.C. (2003)

Handbook of Mineralogy. Volume 5 Borates, Carbonates, Sulfates. Mineral Data Publishing, Version 1.

Bachmann, K. (1984)

Mineralogische und chemische Untersuchungen an Bohrkernen des Staßfurt-Steinsalzes (Salzstock Asse). Dissertation, Universität Heidelberg.

Balzer, D. (1997)

Mikrofazies-Analyse von Ca-Sulfatgesteinen des Zechstein. Geol. Jb. Reihe D, Heft 106.

Bapst, G., Delmotte, L., Guth, J.L. & Kalt, A. (1983)

Natural hydrous sodium silicates: synthesis and new data about kenyaite. Fortschr. Miner., 61, 1: 11–12.

Bauch, E. (2007)

Trennbruchversagen von Festgesteinen unter triaxialen Spannungsbedingungen. Dissertation, Universität Halle-Wittenberg.

Baumgarten, L. & Konietzky, H. (2010)

Investigations on the fracture behaviour of rocks in a triaxial compression test, Proc. European Conference on Fracture (ECF-18): C.06.2-5: 1-9, Bundesanstalt für Materialprüfung und -forschung (BAM), Berlin.

Bergna, H.E. (2006)

Colloid Chemistry of Silica: An Overview.

Colloidal Silica- Fundamentals and Applications, ed. Bergna, H.E. & Roberts, W.O.; CRC Press, 9 - 35.

Berkowitz, B. (2002)

Characterizing Flow and Transport in Fractured Geological Media: A Review. *Advances in Water Resources*, 25(8-12), 861-884.

Blankenburg, H.-J. & Fruth, M. (1991)

Vergleichende mineralogische Untersuchungen an authigenen Quarzen aus Braunkohlen des Weißelsterbeckens und aus dem Staßfurt-Salinar. *Beih. z. Eur. J. Mineral.*, Vol. 3, No. 1: 32.

Bleich, W. & Schnier, H. (1997)

Projekt Morsleben – Ergebnisse festigkeitsmechanischer Laboruntersuchungen an Bohrkernen aus dem Bereich der 4. Sohle Westfeld des ERA Morsleben – AP9M21310016 – 2. Laborbericht Morsleben, Ref.B2.14. Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, Hannover.

Blum, W. (1978)

Gleitung und Erholung während plastischer Verformung kristalliner Stoffe bei hoher Temperatur. Habilitationsschrift, Universität Erlangen-Nürnberg.

Braitsch, O. (1959)

Über den Mineralbestand der wasserunlöslichen Rückstände von Salzen der Stassfurtserie im südlichen Leinetal. *Freiberger Forschungshefte*, A123: 160–175.

Brammer, K.-J. (1992)

Stoffbestand und Lanthanidenverteilung der wasserunlöslichen Mineralfraktion in marinen Zechsteinevaporiten. Dissertation, TU Clausthal, Math.-Naturwiss. Fakultät, 154 S.

Brasack, F. (1867)

Bemerkung über mikroskopische Quarzkristalle in den Stassfurter Mineralsalzen. *Zeitschr. Gesell. Naturw.*, 29: 91.

Brownell, G.M. (1942)

Quartz concretions in gypsum and anhydrite. *Univ. Toronto Stud. Geol.*, No. 47: 7–18.

Bustillo, M.A. (2001)

Cherts with Moganite in Continental Mg-Clay Deposits: An Example of “False” Magadi-Type Cherts, Madrid Basin, Spain. *J. Sed. Petrol. Research.*, 71, 3: 436–443.

Christianson, M.C., Board, M.P. & Rigby, D.B. (2004)

UDEC Simulation of Triaxial Testing of Lithophysal Tuff.

Colinvaux, P.A. & Goodman, G.D. (1971)

Recent silica gel from saline lake in Galapagos Island. *Am.Assoc.Petroleum Geol. Bull.*, 55: 333-334.

- Crerar, D.A., Axtmann, E.V. & Axtmann, R.C. (1981)
Growth and ripening of silica polymeres in aqueous solutions.-Geochim. Cosmochim. Acta, 45:1259-1266.
- Critescu, N.D. & Hunsche, U. (1998)
Time effects in rock mechanics. New York: Wiley; 342 S.
- Cundall, P.A. (1980)
UDEC- A Generalised Distinct Element Program for Modelling Jointed Rock.
- D'Ans, J. & Katz, W. (1941)
Magnesiumhydroxyd-Löslichkeiten, pH-Zahlen und Pufferung im System H_2O - $MgCl_2$ - $Mg(OH)_2$. Kali, 35: 37-41.
- D'Ans, J., Busse, W. & Freund, H. (1955)
Über basische Magnesiumchloride. Kali und Steinsalz, 8: 3-7.
- DBE TECHNOLOGY (2007)
Abdichtung von Wegsamkeiten in Salzformationen mit kristallisierenden Evaporitmineralen (AISKRISTALL). Final Report, PTKA-WTE, Förderkennzeichen 02S8112.
- Demangeon, P. (1966)
À propos des quartz authigènes des terrains salifères. Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr., 89 (4): 484–487.
- Detournay, C. & Dzik, E. (2006)
Nodal mixed discretization for tetrahedral elements. 4th international FLAC symposium, numerical modeling in geomechanics. Minnesota Itasca Consulting Group: Paper 07-02.
- DGGT; Deutsche Gesellschaft für Geotechnik e.V. (2008)
Indirekter Zugversuch an Gesteinsproben- Spaltzugversuch. Empfehlung Nr. 10 des Arbeitskrieses 3.3 „Versuchstechnik Fels“ der Deutschen Gesellschaft für Geotechnik e.V. Bautechnik 85(9): 623-627.
- Diem, W. (1985)
Petrographie, Feinstratigraphie und Petrofazies des Staßfurt-Steinsalzes (Zechstein2) im Aufschlußbereich des Salzbergwerkes Asse II bei Braunschweig.
GSF-Bericht Nr. 29/85.
- Dietzel, H. (1957)
Physikalisch-chemische Studien an Magnesiumchloridlösungen zwischen 20° und 200°C.
Diss. Bergakademie Freiberg.

Dietzel, M. (1998)

Gelöste polymere Kieselsäuren und die Stabilitäten von Magadiit, Kenyait, Quarz und amorpher Kieselsäure. Jahrestagung der Deutschen Ton- und Tonmineralgruppe e.V. (DTTG) in Greifswald.

Dietzel, M. & Böhme, G. (1997)

Adsorption und Stabilität von polymerer Kieselsäure. Chem. Erde, 57: 189–203.

DIN EN1052-3

Prüfverfahren für Mauerwerk-Teil 3: Bestimmung der Anfangsscherfestigkeit (Haftscherfestigkeit); Deutsche Fassung EN 1052-3:2002 + A1:2007.

DIN EN 12715

Ausführung von besonderen geotechnischen Arbeiten (Spezialtiefbau) Injektionen. Stand Oktober 2000.

DIN 18137-1

Baugrund, Untersuchungen von Bodenproben – Bestimmung der Scherfestigkeit – Teil 1: Begriffe und grundsätzliche Versuchsbedingungen. Stand Juli 2010.

Elliger, C. (2005)

Untersuchungen zum Permeationsverhalten von Salzlaugen in Steinsalz bei der Endlagerung wärmeentwickelnder nuklearer Abfälle. Dissertation der Technischen Universität Darmstadt.

Eugster, H.P. (1986)

Siliciclastic, Chemical, Pedogenic and Organic Sediments in Contemporary Rift Environments. Lake Magadi, Kenya: a model for rift valley hydrochemistry and sedimentation? Geol. Soc. London, Special Publications, 25: 177–189.

Fletcher, R.A. & Bibby, D.M. (1987)

Synthesis of Kenyaite and Magadiite in the presence of various anions. Clays Clay Miner., 35, 4: 318–320.

Fokker, P. A. (1998)

The Micro-Mechanics of Creep in Rocksalt. In: The Mechanical Behavior of Salt IV; Proceedings of the 4th Conference, Montreal (22):49-61.

Franz, E. (1967)

Zur Frage der Genese authigener Quarze im Salinar. Z. Angew. Geol., 13 (3): 157-159.

Funehag, J. (2004)

Sealing of Narrow Fractures in Hard Rock – A Case Study in Hallandsås, Sweden. Tunneling and Underground Space Technology, 19: H12.

Gebrande, H. (2008)

3.1.2.5 Rock forming minerals. Angenheiser, G. (ed.). SpringerMaterials – The Landolt-Börnstein Database.

Grimm, W.-D. (1961)

Ausfällung von Kieselsäure in salinar beeinflussten Sedimenten.
Z. dt. geol. Ges.; 119: 590-619.

Grimm, W.D. (1962)

Idiomorphe Quarze als Leitminerale für salinare Fazies. Erdöl Kohle Erdgas Petrochem., 15 (11): 880-887.

Groh, U., Konietzky, H., Walter, K. & Herbst, M. (2011)

„Damage simulation of brittle heterogeneous materials at the grain size level“, Theoretical and Applied Fracture mechanics (55): 31-38.

GRS (2011)

Endlagerkonzepte, Bericht zum Arbeitspaket 5, Vorläufige Sicherheitsanalyse für den Standort Gorleben, GRS 272.

Günther, R.M., Minkley, W. & Salzer, K. (2007a)

Abschließender Einzelbericht zum Verbundprojekt (BMBF FKZ 02C1024): Die Modellierung des mechanischen Verhaltens von Steinsalz-Vergleich aktueller Stoffgesetze und Vorgehensweisen, Teilprojekt 3, Teil 2: Visko-Elasto-Plastisches Stoffmodell.

Günther, R.M., Minkley, W. & Salzer, K. (2007b)

Verbundprojekt (BMBF FKZ 02C1024): Die Modellierung des mechanischen Verhaltens von Steinsalz: Vergleich aktueller Stoffgesetze und Vorgehensweisen, Teilprojekt 3, Teil I: Erweiterter Dehnungs-Verfestigungsansatz.

Günther, R.M. (2009)

Phänomenologisches Stoffmodell für duktile Salzgesteine zur Beschreibung primären, sekundären und tertiären Kriechens. Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg.

Günther, T. (2008)

Zum Fällungsprozess und Wachstum kugelförmiger SiO₂-Partikel. Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg. 202 S.

Hakami, E., & Larsson, E. (1996)

Aperture Measurements and Flow Experiments on a Single Natural Fracture. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics Abstracts, 33(4): 395_404.

Hampel, A., Schulze, O., Heemann, U., Zetsche, F., Günther, R.M., Salzer, K., Minkley, W., Hou, Z., Wolters, R., Düsterloh, U., Zapf, D., Rokahr, R. & Pudewills, A. (2007)
BMBF-Verbundvorhaben (FKZ 02 C 1004 bis 02 C 1054): Die Modellierung des mechanischen Verhaltens von Steinsalz: Vergleich aktueller Stoffgesetze und Vorgehensweisen – Synthesebericht.

Harder, H. (1965)
Experimente zur „Ausfällung“ der Kieselsäure. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 29: 700 – 708.

Harvie, C.E., Möller, N. & Weare, J.H. (1984)
The prediction of mineral solubilities in natural waters: the Na-K-Mg-Ca-SO₄-Cl-OH-HCO₃-CO₃-CO₂-H₂O systems to high ionic strength at 25 °C. *Geochim. Cosmochim. Acta* 48: 723-751.

Heemann, U. (1989)
Transientes Kriechen und Kriechbruch im Steinsalz. Dissertation, Universität Hannover.

Heide, G. (2002)
Zur Systematik nichtkristalliner Materialien. Habilitationsschrift. TU Clausthal.

Hem, J.D. (1985)
Study and interpretation of the chemical characteristics of natural water. U.S. Geological Survey Water-Supply Paper, 2254, 3rd edition, 263 p., Washington D.C.

Herbst, M., Konietzky, H. & Walter, K. (2008)
„3D Microstructural Modeling“ in: Hart, Detourney & Cundall (eds.) *Continuum and Distinct Element Numerical Modelling in Geo-Engineering*, Proceedings of the 1st International FLAC/DEM Symposium on Numerical Modeling, Paper 08-05, 435-441, ISBN 978-0-9767577-1-9.

Hollemann, A.F. & Wiberg, E. (1976)
Lehrbuch der anorganischen Chemie, Berlin; Verlag de Gryter.

Hölting, B. & Coldewey, W.G. (2005)
Hydrologie - Einführung in die Allgemeine und Angewandte Hydrogeologie. Elsevier Spektrum Akademischer Verlag.

Houser, B.B. (1985)
Magadi-type chert, indicator of a lacustrine environment in the middle Eocene McBean Formation, South Carolina. *Southeast. Geol.*, 25: 185–197.

Howley, R. A. & Shettle, D.L. (2004)
Tachydrate and Other Soluble Salts: Relevance to the Proposed Nuclear Waste Repository at Yucca Mountain, Nevada. *GMII*: 42 S.

- Hummel, W., Berner, U., Curti, E., Pearson, F.J. & Thoenen, T. (2002)
Nagra/Psi Chemical Thermodynamic Data Base 01/01. Verlag Universal-Publishers, S. 311-313.
- Hunsche, U., Mingerzahn, G. & Schulze O. (1996)
The Influence of textural Parameters and mineralogical Composition on the creep Behaviour of Rock Salt. In: The Mechanical Behavior of Salt, Proceedings of the 3rd Conference, Palaiseau, 1993: 143-151.
- Hunsche, U., Schulze, O., Walter, F. & Plischke, I. (2003)
Projekt Gorleben: Thermomechanisches Verhalten von Salzgestein –Abschlussbericht-. Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, Hannover.
- IBeWa, (2010)
TB 4.2: Teilbericht: „In situ Tests zur Eignungsprüfung der entwickelten Behandlungskonzepte“, Projekt "CARLA" Streckenverschlüsse im leichtlöslichen Salzgestein Teil 2: Erprobung von Funktionselementen.
- IBeWa (2011)
Bestimmung der Gaspermeabilität von Formgesteinproben für veränderliche Fließwege, interner Bericht, Freiberg, 2011
- Icole, M., Durand, A., Perinet, G. & Lafont, R. (1983)
Sodium silicates of Manga (Niger) as paleoenvironment indicators. *Paleogeogr. Paleoclimatol. Paleoecol.*, 42: 273–284.
- Iler, R. (1979)
The Chemistry of Silica. Wiley-Interscience Publication.
- Itasca (2006)
FLAC-User's Guide. Itasca Consulting Group, Inc.
- Itasca (2007a)
3DEC 4.1 User's Guide. Itasca Consulting Group, Inc.
- Itasca (2007b)
3DEC 4.1 Theory and Background. Itasca Consulting Group, Inc.
- Jasmund, K. & Lagaly, G. (1993)
Tonminerale und Tone: Struktur, Eigenschaften, Anwendungen und Einsatz in Industrie und Umwelt. Steinkopff Verlag GmbH, Darmstadt.
- Jing, L. & Hudson, J.A. (2002)
Numerical Methods in Rock Mechanics. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 39(4), 409-427.

Jing, L. (2003)

A Review of Techniques, Advances and Outstanding Issues in Numerical Modelling for Rock Mechanics and Rock Engineering. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 40(3), 283_353.

Joosten, H.J. (1953)

Das Joostenverfahren. Selbstverlag Haarlem-Holland, 46 S.

Kaledin, O. (2008)

Abdichtung und Verfestigung der konturnahen Auflockerungszone beim Errichten von Verschlussbauwerken im Carnallitgestein unter Verwendung von Kunststoffinjektionen. Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg.

Kazerani, T., Yang, Z.Y. & Zhao, J. (2011)

A Discrete Element Model for Predicting Shear Strength and Degradation of Rock Joint by Using Compressive and Tensile Test Data. *Rock Mech Rock Eng.* DOI: 10.1007/s00603-011-0153-6.

Kazerani, T. & Zhao, J. (2010)

Micromechanical parameters in bonded particle method for modelling of brittle material failure. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 34:1877-1895.

Kawamoto, T. & Aydan, O. (1999)

A Review of Numerical Analysis of Tunnels in Discontinuous Rock Masses. *International Journal of Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* (23): 1377-1391.

Kinrade, S.D. & Pole, D.L. (1992)

Effect of Alkali-Metal Cations on the Chemistry of Aqueous Silicate Solutions. *Inorg. Chem.* 31: 4558-4563.

Krainer, K. & Spötl, Ch. (1998)

Abiogenic silica layers within a fluvio-lacustrine succession, Bolzano Volcanic Complex, northern Italy: a Permian analogue for Magadi-type cherts? *Sedimentology*, 45, 3: 489–505.

Kostov, I. & Kostov, R.I. (2006)

Systematics and crystal genesis of carbonate minerals. *Annual of the University of Mining and Geology "St. Ivan Riski"*, Vol. 49, Part 1, Geology and Geophysics, p. 111–118.

Krauskopf, K.B. (1979)

Introduction to Geochemistry.-McGraw-Hill Book Co.; New York; 617 S.

Kudla, W. & Priestel, U. (2010)

Teilbericht zum AP 5.1 Labor- und In-situ-Untersuchungen zu den im Konzept (AP1) aufgeführten Verschlusselementen und Materialien – MgO-Beton, Projekt "CARLA" Streckenverschlüsse im leichtlöslichen Salzgestein Teil 2: Erprobung von Funktionselementen, Technische Universität Bergakademie Freiberg.

Kudla, W. (2011)

Vorhabensbeschreibung des FuE-Vorhabens Schachtverschlüsse für Endlager für hochradioaktive Abfälle ("ELSA"), Technische Universität Bergakademie Freiberg

Kühn, R. (1968)

Geochemistry of the German Potash Deposits. The Geological Society of America, Inc., Special Paper 88.

Landmesser, M. (1987)

Das Rätsel Achat. MM Katalog, Achat-Eiszeit-Siegerland, S.: 65-88.

Landsmann, O. (2001)

Das Tonliniensalz im Grubenfeld der Schachtanlage Asse - Sonderfazies in der Beckenabwicklung des norddeutschen Zechstein 2. - Horst Wachendorf Festschrift, Braunschweiger geowiss. Arb., 24: 169-180, 4 Abb., 1 Tab., Braunschweig. — authigener Quarz.

Leusmann, Th. & Engelhardt, H.-J (2007)

The Mechanical Behavior of Building Materials Based on the Hydration of Evaporite Minerals. The Mechanical Behavior of Salt-Understanding of THMC Processes in Salt ,Proceedings of the 6th Conference, Hannover, Germany, May 2007, 251-259

Liesegang, R. (1915)

Die Achate. – Steinkopf, Dresden und Leipzig; 118 S.

Mac Atee, J.L., House, R. & Eugster, H.P. (1968)

Magadiite from Trinity Country, California. Amer. Min., 53: 2061–2069.

Maglione, G. (1970)

Magadiite, an authentic sodic silicate of the evaporite facies in Kanem, northeast shore of Lake Chad. Alsace-Lorraine Serv. Carte Geol. Bull., 23: 177–189.

Manthei, G. (2004)

Characterization of acoustic emission sources in a rock salt under triaxial load. J. Acoustic Emission (22): 173-189.

Marshall, W.L. & Warakowski, J.M. (1980)

Amorphous silica solubilities – II. Effect of aqueous salt solutions at 25 °C. Geochim Cosmochim Acta, 44: 915-924.

Mauke, R. & Laske, D. (2007)

Stilllegung Endlager Morsleben, Verfüllen von Strecken mit hohen Anforderungen, Bauzustände für horizontale Strecken (ergänzende Untersuchungen zum Nachweis der Rissbeschränkung im Salzbeton) und Nachweiskonzept für das südliche Wetterrolloch). Planfestellungsverfahren zur Stilllegung des Endlagers für radioaktive Abfälle Morsleben, Verfahrensunterlage.

Meyer, Th. (2006)

Geochemische Modellierung des Langzeitverhaltens von silikatischen und alumosilikatischen Materialien. GRS-A-3350, 153 S.

Meyer, Th. & Willms, Th. (2009)

Geochemische Modellierung des Langzeitverhaltens von silikatischen und alumosilikatischen Materialien bis 90 °C. GRS-A-3493, 218 S.

Müller-Schmitz, S. (1985)

Mineralogisch-petrographische und geochemische Untersuchungen an Salzgesteinen der Staßfurt-, Leine- und Aller-Serie im Salzstock Gorleben (Niedersachsen, B.R. Deutschland). Dissertation, Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg. - authigener Quarz

Muraishi, H. (1989)

Crystallisation of silica gel in alkaline solutions at 100 to 180 °C.-Am. Mineral., 74:1147-1151.

Muraishi, H. (1995)

Experimental Study of Amorphous Silica Crystallization in Na₂CO₃-NaHCO₃ Solutions as a Source of Chert Formation in Lake Magadi. Bull. Chem. Soc. Japan, 68: 3027–3033.

Mutschler, T. (2004)

Einaxiale Druckversuche an zylindrischen Gesteinsprüfkörpern. Bautechnik, 81, 825-834.

Mysen B.O., Virgo D. & Seifert, F.A. (1982)

The structure of silicate melts: implications for chemical and physical properties of natural magma. Rev. Geophys. Space Phys. 20, 353-383.

Nachsel, G. (1966)

Quarz als Faziesindikator. Z. Angew. Geologie, 12 (6): 322–326.

Oda, M. & Iwashita, K. (1999)

Mechanics of granular materials: an introduction. Taylor & Francis.

Okrusch, M. & Matthes, S. (2009)

Mineralogie: Eine Einführung in die spezielle Mineralogie, Petrologie und Lagerstättenkunde. Springer Verlag Berlin.

Palmer, A.N. & Palmer, M.V. (2003)

Geochemistry of capillary seepage in Mammoth Cave. *Speleogenesis and Evolution of Karst Aquifers* 1 (4).

Parnell, J. (1986)

Devonian magadi-type chert in the Orcadian Basin, Scotland. *J. Sediment. Petrol.*, 56: 495–500.

Peach, C. & Spiers, C. (1996)

Influence of crystal deformation on dilatancy and permeability development in synthetic salt rock. *Tectonophysics* (256): 101-128.

Polster, M., Engelhardt, H.-J. & Heydorn, M. (2006)

Entwicklung eines Materialmodells für Magnesiabinder. *ibausil*, 16.internationale Baustofftagung 20. – 23. September 2006 in Weimar, Tagungsbericht – Band 1.

Popp, T. & Kern, H. (2000)

Monitoring the State of Microfracturing in Rock Salt During Deformation by Combined Measurements of Permeability and P- and S- Wave Velocities. *Physics and Chemistry of the Earth* (25): 149-154.

Popp, T. & Kern, H. (2001)

Evolution of dilatancy and permeability in rock salt during hydrostatic compaction and triaxial deformation. *Journal of Geophysical Research* (106): 4061-4078.

Priest, S.D. (1993)

Discontinuity Analysis for Rock Engineering. Springer.

Pundeer, G.S. (1969)

Mineralogy, Genesis and Diagenesis of a Brecciated Shaly Clay from the Zechstein Evaporite Series of Germany. *Contr. Mineral. And Petrol.*, 23: 65–85.

Pusch, G., Alkan, H. & Cinar, Y. (2002)

Mechanische und hydraulische Eigenschaften von Auflockerungszonen des Gebirges in Verbindung mit der Planung von Verschlussbauwerken im Salinar, Teil B: Hydraulische Modellbildung – Abschlussbericht. Forschungsvorhaben der Bundesministerium für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie.

Quarch, K. (2010)

Produktgestaltung an kolloidalen Agglomeraten und Gelen. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 204 S.

Reidemeister, C. (1911)

Über Salztone und Plattendolomite im Bereich der norddeutschen Kalisalzlagertstätten. Dissertation, Universität Kiel.

- Rieck, H.-P. (1996)
Natriumschichtsilicate und Schichtkieselsäuren. Nachr. Chem. Tech. Lab., 44, 7/8: 699–1004.
- Röhrich, C. (1998)
Lithologie und Genese der Chertserien des Magadi Beckes, Lake Magadi, Kenia. Dissertation, Universität Göttingen; 155 S.
- Rooney, T.P., Jones, B.F. & Neal, J.T. (1969)
Magadiite from Alkali Lake, Oregon. Amer. Min., 54, 7–8: 1034–1043.
- Salzer, K. (2010)
Gegenstand und Datengrundlage der Modellrechnungen: begleitende In-situ-Messungen, standortbezogene Laborversuche. Vortrag zur Abschlussveranstaltung des Verbundprojektes: Die Modellierung des mechanischen Verhaltens von Steinsalz-Vergleich aktueller Stoffgesetze und Vorgehensweisen
- Schettler, H. (1972)
The stratigraphical significance of idiomorphic quartz crystals in the saline formations of the Weser-Ems area, north-western Germany (with discussion). In: "Geology of Saline Deposits", Ed. G. Richter-Bernburg, UNESCO, Paris, Earth Sci. Ser. 7, p. 111–127.
- Schild, M. (1999)
Verbundene Mikroporosität in Kristallingesteinen – Fallstudie Felslabor Grimsel. Dissertation, Universität Göttingen.
- Schubel, K.A. & Simonson, B.M. (1990)
Petrography and diagenesis of cherts from Lake Magadi, Kenya. J. Sediment. Petrol., 60: 761–776.
- Schulson, E.M., Illiescu, D. & Renshaw, C.E. (1999)
On the initiation of shear faults during brittle compressive failure: A new mechanism. Journal of Geophysical Research (104): 695-705.
- Schulze, G., Greulich, Ch. & Seyfert, H. (1962)
Untersuchungen am Grauen Salzton im Spaltendiapir des oberen Allertales. Zeitschrift für Angewandte Geologie, 8, 1: 1–9.
- Siever, R. (1962)
Silica solubility, 0 °–200 °C, and diagenesis of siliceous sediments. The Journal of Geology, 70:127–150.
- Sheppard, R.A., Gude, A.J. & Hay, R.L. (1970)
Makatite, a new hydrous sodium silicate mineral from Lake Magadi, Kenya. Amer. Min., 55: 358–566.

Sokolov, P.N. (1971)

Stages in salt accumulation in the Cambrian of the Irkutsk amphitheatre (russisch). Geol. Geofiz., 9: 30–39.

Sonnenfeld, P. (1984)

Brines and Evaporites. Academic Press, Inc., Harcourt Brace Jovanovich, Publishers.

Sorrell, C.A. & Armstrong, C.R. (1976)

Reactions and Equilibria in Magnesium Oxychloride Cements. J. Am. Ceram. Soc. 59: 51-54

Spiers, C.J., Urai, J. & Gordon, S.L. (1984)

The Effect of Brine (inherent od added) on Rheology and Deformation Mechanisms in Salt Rock, Second Conference on the Mech. Behaviour of Salt, Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, Hannover, Germany, 24-28 Sep.

Stauffer, D. & Aharony, A. (1992)

Introduction to Percolation Theory. Taylor and Francis, Bristol, Pa.

Surdam, R.C., Eugster, H.P. & Mariner, R.H. (1972)

Magadi-type chert in Jurassic and Eocene to Pleistocene rocks, Wyoming. Geol. Soc. Amer. Bull., 83: 2261–2266.

Tarr, W.A. (1929)

Doubly terminated quartz crystals occurring in gypsum. Amer. Mineral., 14 (1): 19-25.

Tsang, C.F., Bernier, F. & Davies, C. (2005)

Geohydromechanical processes in the Excavation Damaged Zone in crystalline rock, rock salt, and indurated and plastic clays--in the context of radioactive waste disposal. International journal of rock mechanics and mining sciences 42(1):109-125.

Tucker, M.E. (1985)

Einführung in die Sedimentpetrologie. - F. Enke Verlag, Stuttgart.

Urai, J.L & Spiers, C.J. (2007)

The effect of grain boundary water on deformation mechanisms and rheology of rock salt during long-term deformation. Proceedings of the 6th conference on the mechanical behaviour of salt, Saltmech6, Hannover, Germany, 22-25 May 2007: 149-158.

Vergasova, L.P., Filatov, S.K., Serafimova, E.K. & Sergeeva, S.V. (1998)

Chlorartinite $\text{Mg}_2(\text{CO}_3)\text{ClOH}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ – the new mineral from exhalations of the great fissure Tolbachik eruption. Zapiski RMO, Proc. Of the Russian Mineralogical Society, 127, 2: 55–59.

Vergasova, L.P., Filatov, S.K. & Dunin-Barkovskaya, V.V. (2007)

Posteruptive activity on the first cone of the great Tolbachik fissure eruption and recent volcanogenic generation of bauxites. Journal of Volcanology and Seismology, 1, 2: 119–139.

- Voigt, H.-D., Grafe, F. & Wilsnack, Th. (2011)
Entwicklung eines Oberflächenpackers zur Bestimmung der Permeabilität von Salz- und Festgestein, Kali und Steinsalz, Heft 04/2011 im Druck.
- Walter, K., Konietzky, H. & Herbst, M. (2009)
„Three dimensional discrete element modelling to investigate damage and fracture development at the grain size level“, Proc. 2nd Int. Conf. on Computational Methods in Tunneling, Bochum, Aedificatio Publishers, Vol. 1: 215-222.
- Walter, K., Konietzky, H. & Bratskikh, A. (2010)
Bericht zum FuE-Vorhaben „Die Generierung von Mikrostrukturen in 3DEC auf Basis eines Voronoi-Gitters“. Institut für Geotechnik, TU Bergakademie Freiberg.
- Weast, R.C., Astle, W.J. & Beyer, W.H. (Eds,) (1986)
CRC handbook of Chemistry and Physics. Boca Raton, FL, CRC Press.
- Weidinger, P. (1998)
Verformungsverhalten natürlicher Steinsalze: Experimentelle Ermittlung und mikrostrukturell begründete Modellierung. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg.
- Wheeler, W.H. & Textoris, D.A. (1978)
Triassic Limestone and Chert of Playa Origin in North Carolina. J.Sed.Petrol., 48:765-776.
- Willey, J.D. (1981)
Aging of Amorphous Silica in Salt Water Solutions. Soluble Silicats, ed. Falcone, J.S. Jr.; ACS Symposium Series 194: 149-164.
- Witherspoon, P.A., Wang, J.S.Y., Iwai, K. & Gale, J.E. (1980)
Validity of Cubic Law for Fluid Flow in a Deformable Rock Fracture. Water Resources Research, 16(6), 1016-1024.
- Yoon, J., Jeon, S., Stephansson, O. & Zang, A. (2010)
Testing of Clumped particle models in simulation of laboratory rock fractures in compression. Proc. European Conference on Fracture (ECF-18): C.06.1-5: 1-9.
- Zang, A., Wagner, F.C., Rozanov, A. & Dresen, G. (2000)
Akustische Emissionen in Asse-Salzkernen beim Triaxialtest, Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, 19.
- Zang, A. & Wagner, F.C. (1998)
Uniaxiale Druckbruchversuche an Asse-Salzkernen mit akustischer Emissionsmessung. Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, 19.
- Zhang, X., Sanderson, D.J. & Barker, A.J. (2002)
Numerical Modelling and Analysis of Fluid Flow and Deformation of Fractured Rock Masses. Pergamon Boston.

Zimmer, U. (2001)

Quantitative Untersuchung zur Mikrorissigkeit aus akustischen Gesteinseigenschaften am Beispiel von Steinsalz und Anhydrit. Dissertation, Universität Berlin.

Zimmermann, E. (1907)

Über den „roten Salzton“ und den „Pegmatitanhydrit“ des jüngeren Steinsalzes. Zeitschrift für Gewinnung, Verarbeitung und Verwertung der Kalisalze, S. 377–378.

Anhang zu Kapitel 3.2.4 Ergebnisse der Versuche

Übersicht

A 1:	Vergleich der Raman Spektren des Ausgangsmaterials	155
A 2:	Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelfragmenten (hier als Glas bezeichnet) des Ausgangsmaterial.	156
A 3:	Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V1a-T1, V1a-T10, V1a-T40, V1a-T90 und V1a-T360 im Vergleich.	156
A 4:	Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V1b-T10, V1b-T40 und V1b-T90 im Vergleich.	157
A 5:	Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V2-T1, V2-T10, V2-T40, V2-T90 und V2-T360 im Vergleich.	157
A 6:	Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V3-T1, V3-T90 und V3-T360 im Vergleich.	158
A 7:	Raman Spektren von verschiedenen Kristallaggregaten	159
A 8:	Raman Spektren von verschiedenen Kristallen oder Kristallaggregaten der Proben V3-T1, V3-T90 und V3-T360.	160
A 9:	Raman Spektren von verschiedenen Kristallen oder Kristallaggregaten der Proben V3-T360 (blau) und V2-T360 (rot) im Vergleich	161
A 10:	MIR Spektren der Probeserien V1a(a) und V1b(b).	162
A 11:	MIR Spektren der Probeserie V2 und des Ausgangsmaterials (a: Gesamtspektren, b: OH Spektralbereich).	163
A 12:	MIR Spektren der Probeserie V3 und des Ausgangsmaterials (a: Gesamtspektren, b: OH Spektralbereich).	164
A 13:	RDA-Untersuchungen der Feststoffe im Zeitraum von 360 Tagen.	165
A 14:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 1 Tag (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).	166
A 15:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 10 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).	166
A 16:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 40 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).	167
A 17:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 90 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).	167
A 18:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 360 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).	168

A 19:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 10 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).	168
A 20:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 40 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).	169
A 21:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 90 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).	169
A 22:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 360 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).	170
A 23:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 1 Tag (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂).	170
A 24:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 10 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂).	171
A 25:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 40 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂).	171
A 26:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 90 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂).	172
A 27:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 360 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂).	172
A 28:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V3 nach 1 Tag (Lösung Q).	173
A 29:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V3 nach 90 Tagen (Lösung Q).	173
A 30:	Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V3 nach 360 Tagen (Lösung Q).	174
A 31:	Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V2 (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂) im Winkelbereich des amorphen Signals zwischen 20 – 25 °2θ.	174
A 32:	Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V2 (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl ₂) im Winkelausschnitt der 318-Phase (senkrechte Linie, grün) und 518-Phase (senkrechte Linie, blau).	175
A 33:	Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V3 (Lösung Q) im Winkelbereich des amorphen Signals zwischen 20 – 25 °2θ.	175
A 34:	Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V3 (Lösung Q) im Winkelausschnitt der 318-Phase (senkrechte Linie, grün) und 518-Phase (senkrechte Linie, blau).	176
A 35:	Semiquantitative Analyse einzelner Silikatgelkörner des Ausgangsmaterials im Vergleich mit denen aus Feststoffen im Kontakt mit salinaren Lösungen.	177

Ramanspektroskopie

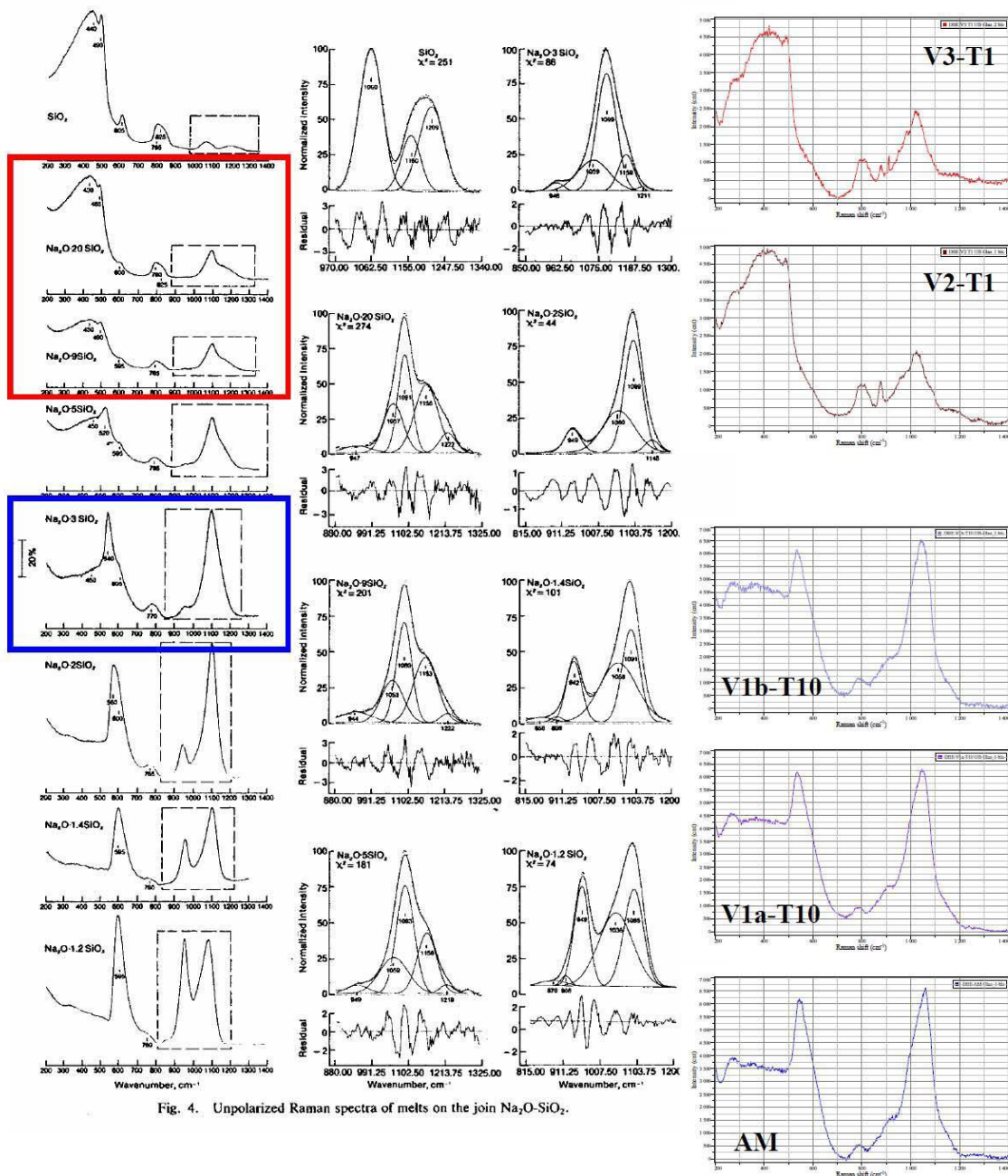
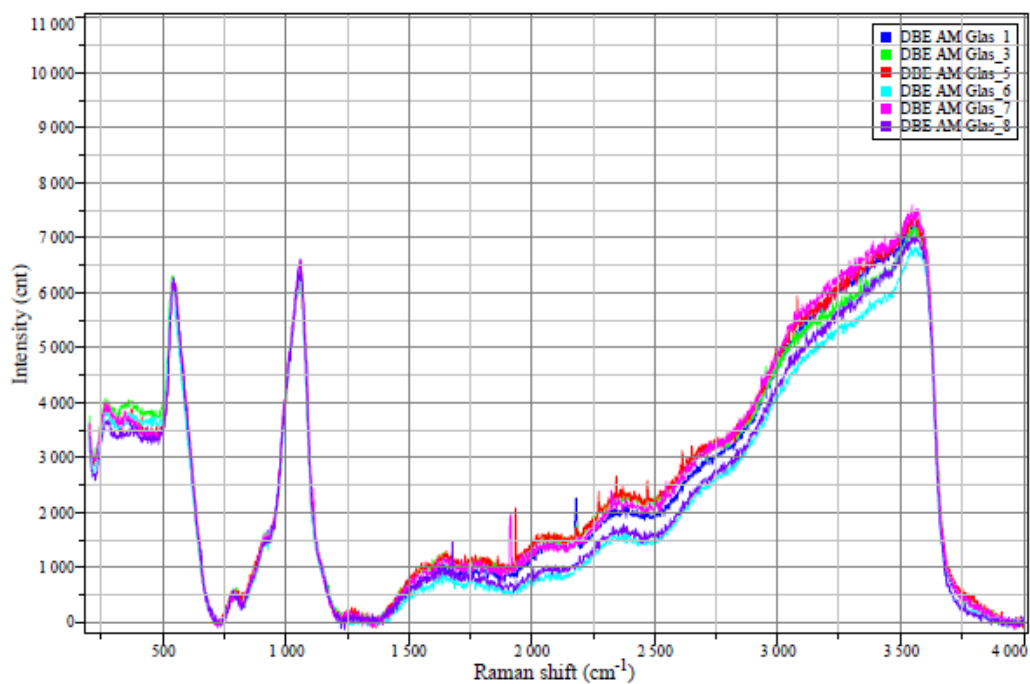


Fig. 4. Unpolarized Raman spectra of melts on the join $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$.

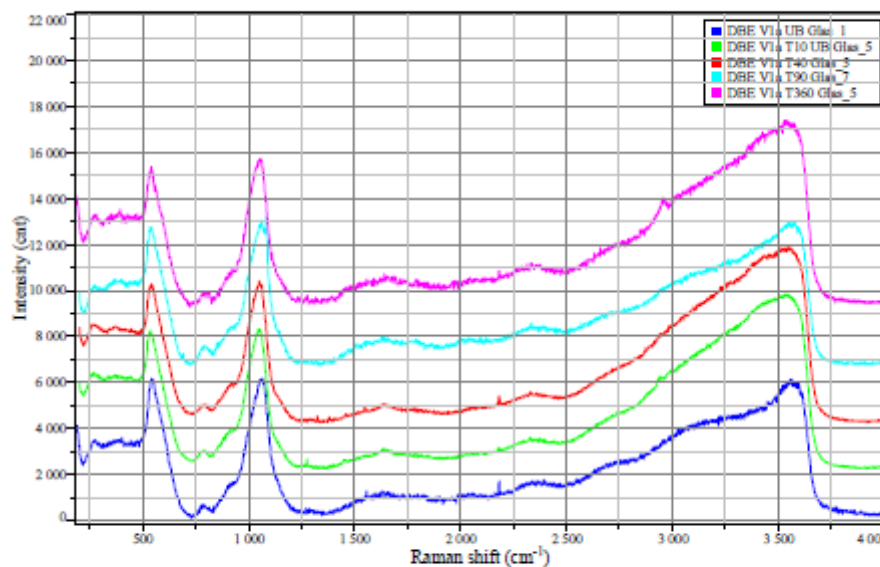
A 1:

Vergleich der Raman Spektren des Ausgangsmaterials

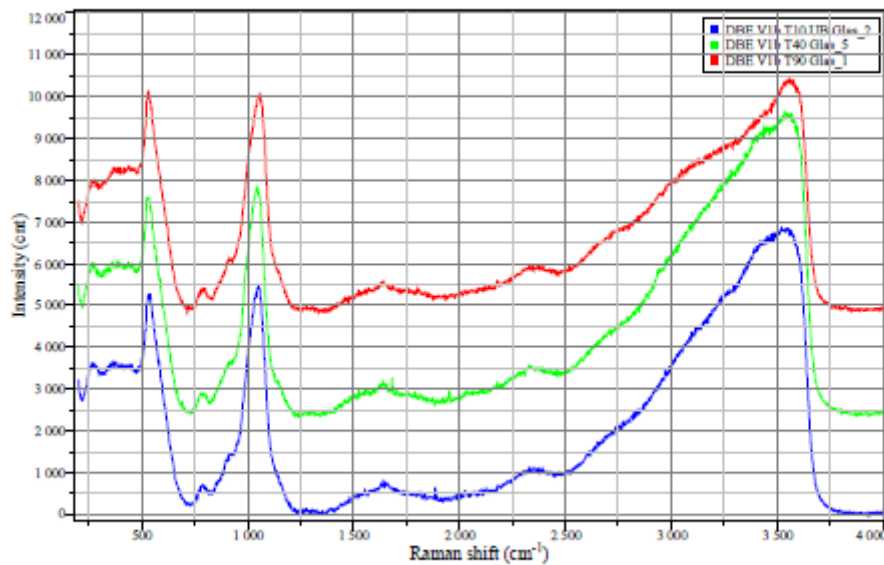
AM, V1a-T10 und V1b-T10 (Blautöne) und V2-T1 und V3-T1 (Röttöne) mit Literaturdaten von Mysen et al. (1982) an trockenen $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$ Gläsern mit variablen Na/Si Verhältnissen. Der Vergleich legt nahe, dass die Proben V2-T1 und V3-T1 eher SiO_2 -reicher sind, mit einem $\text{Na}_2\text{O:SiO}_2$ Verhältnis von ca. 1:9 bis 1:20, wohingegen die Proben AM, V1a-T1 und V1b-T1 Na-reicher sind, mit einem $\text{Na}_2\text{O:SiO}_2$ Verhältnis von ca. 1:3.



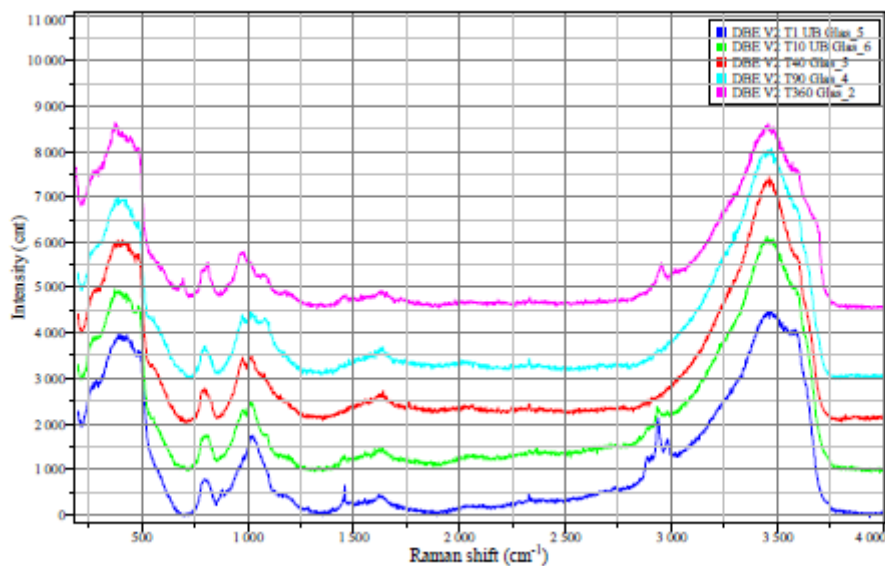
A 2: Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelfragmenten (hier als Glas bezeichnet) des Ausgangsmaterial. Für eine bessere Vergleichbarkeit sind die Spektren auf die Intensität der 535 cm^{-1} Bande normiert und übereinander geplottet.



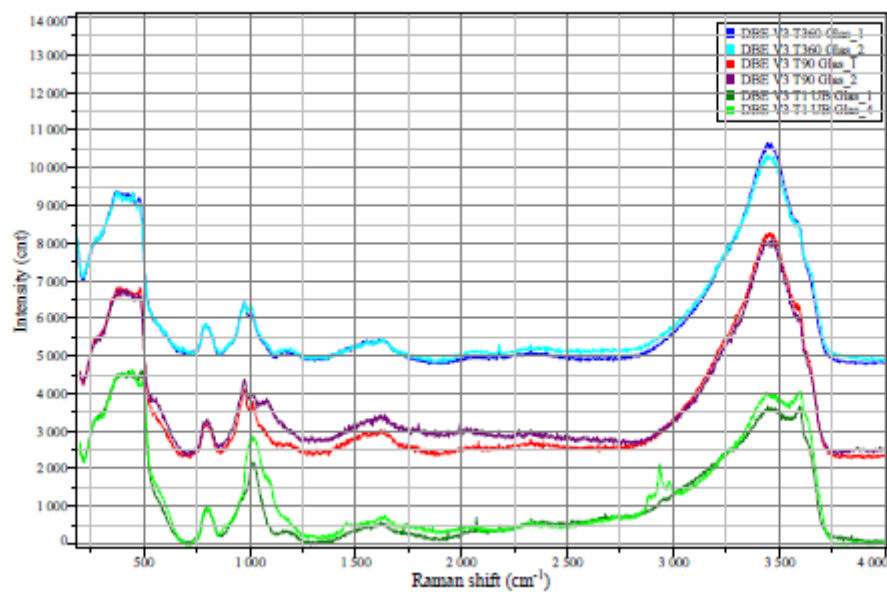
A 3: Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V1a-T1, V1a-T10, V1a-T40, V1a-T90 und V1a-T360 im Vergleich.



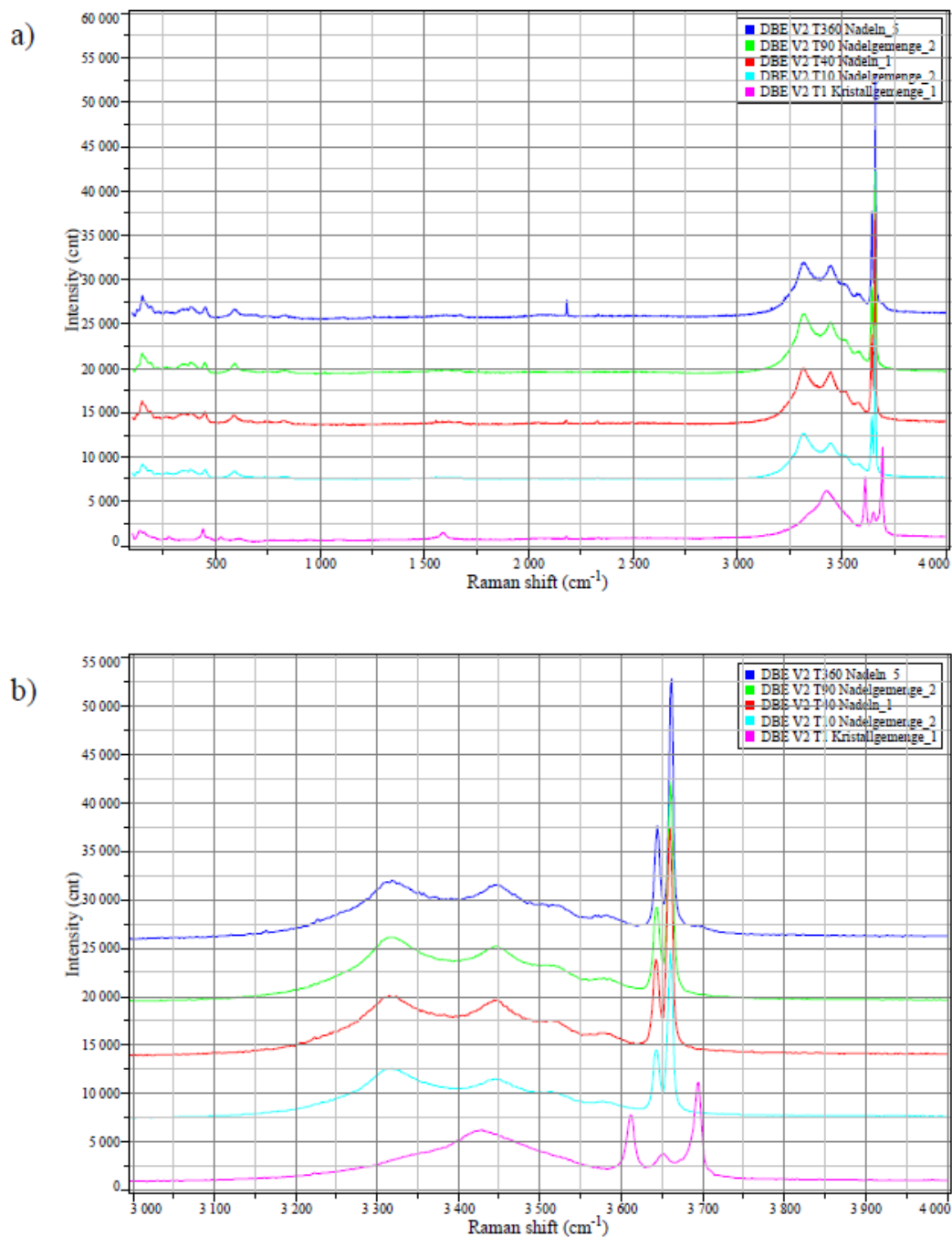
A 4: Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V1b-T10, V1b-T40 und V1b-T90 im Vergleich.



A 5: Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V2-T1, V2-T10, V2-T40, V2-T90 und V2-T360 im Vergleich.

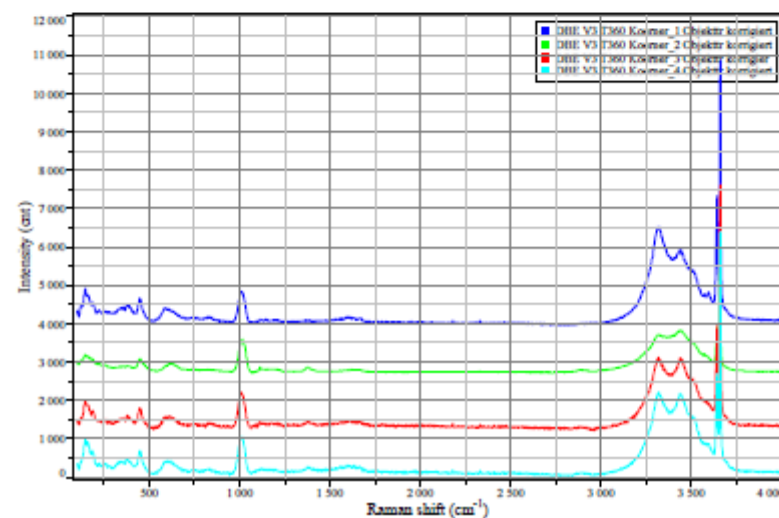
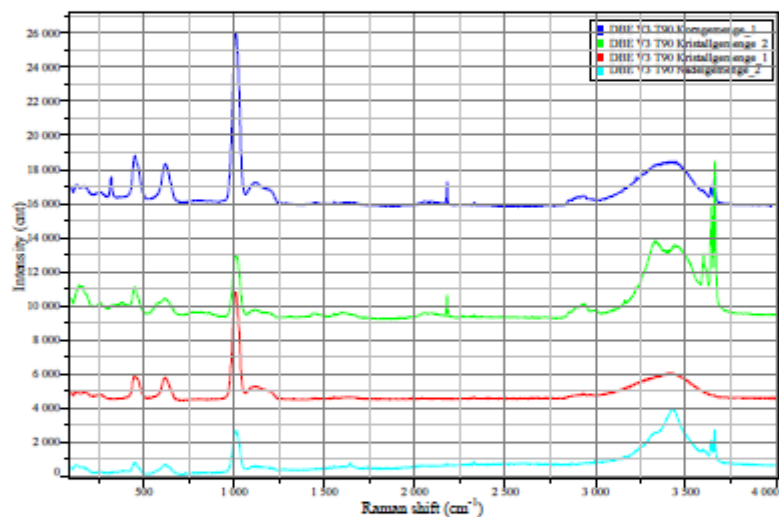
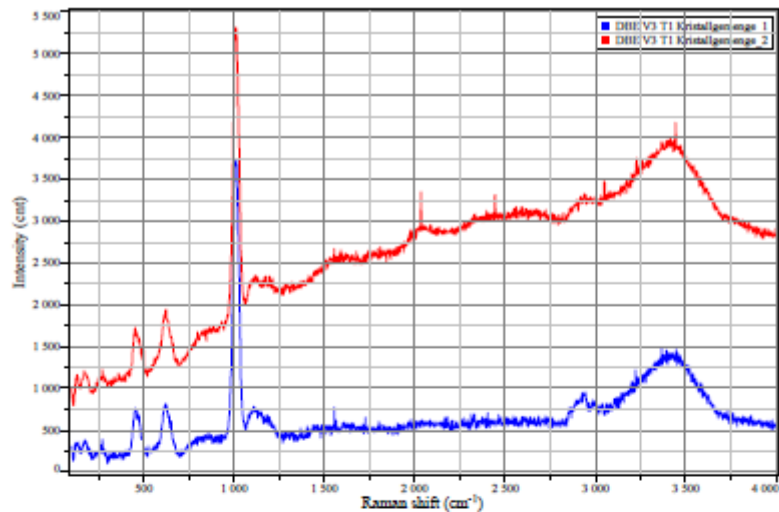


A 6: Typische Raman Spektren von verschiedenen Silikatgelpartikeln (hier als Glas bezeichnet) der Proben V3-T1, V3-T90 und V3-T360 im Vergleich.

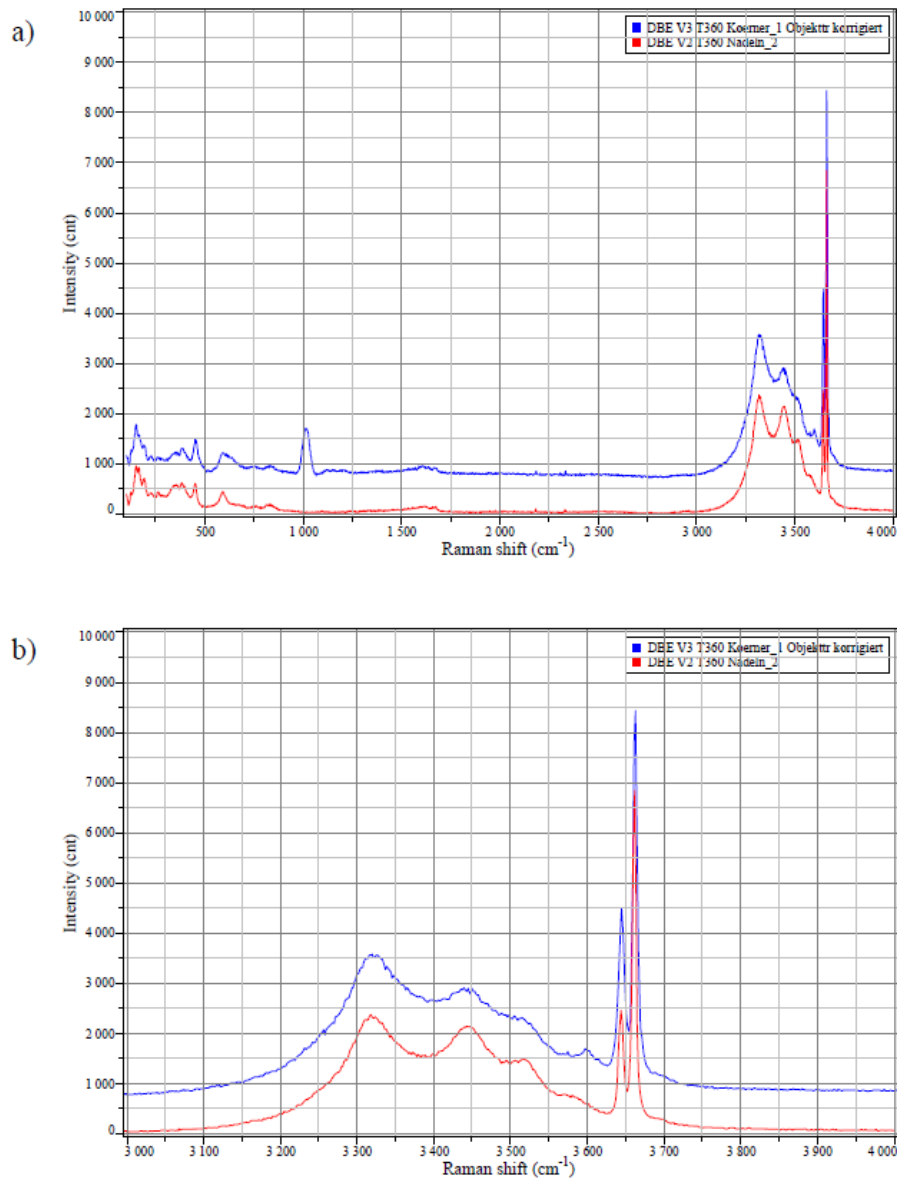


A 7:

Raman Spektren von verschiedenen Kristallaggregaten der Probe V2-T1, V2-T10, V2-T40, V2-T90 und V2-T360 (a: Gesamtspektrum, b: Spektralbereich der OH Schwingungen). Die Unterschiede zwischen der 5-1-8 Phase (V2-T1, unterstes Spektrum) und der 3-1-8 Phase (übrige Spektren) sind insbesondere im Bereich der OH Schwingungen klar ausgeprägt.

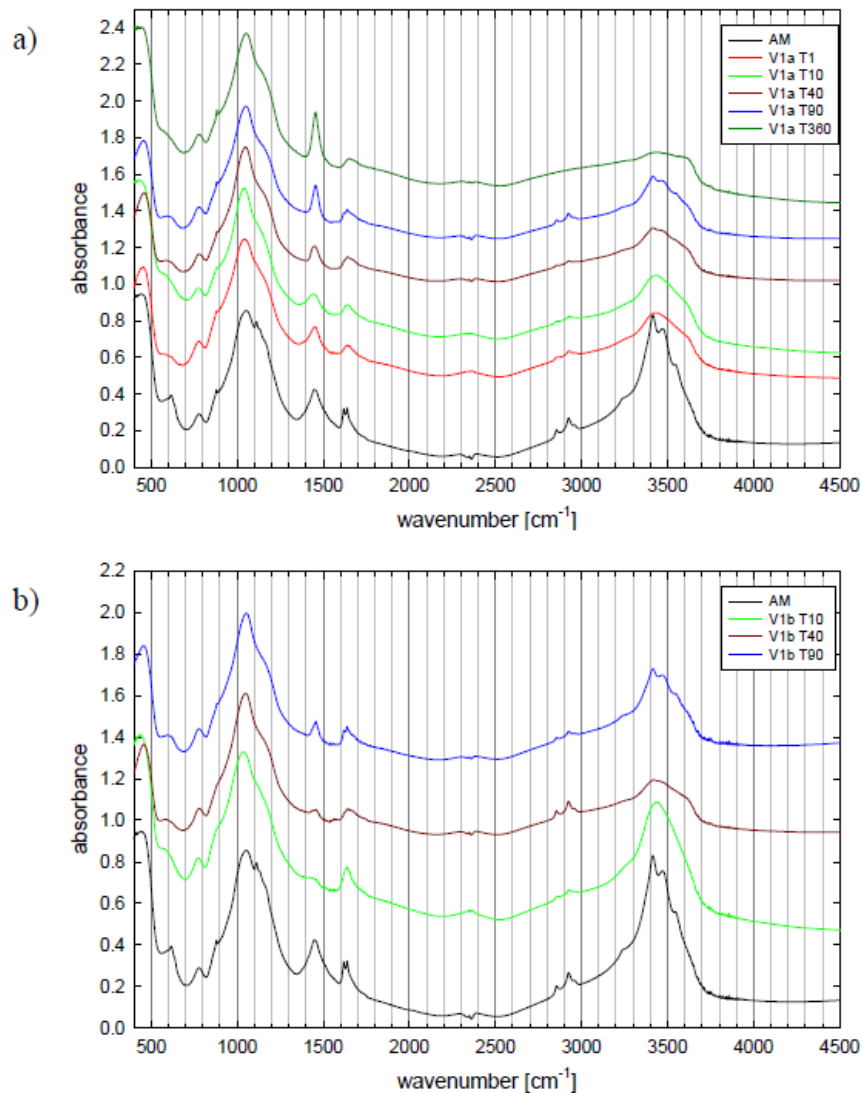


A 8: Raman Spektren von verschiedenen Kristallen oder Kristallaggregaten der Proben V3-T1, V3-T90 und V3-T360.



A 9: Raman Spektren von verschiedenen Kristallen oder Kristallaggregaten der Proben V3-T360 (blau) und V2-T360 (rot) im Vergleich (a: Gesamtspektrum, b: Spektralbereich der OH Schwingungen).

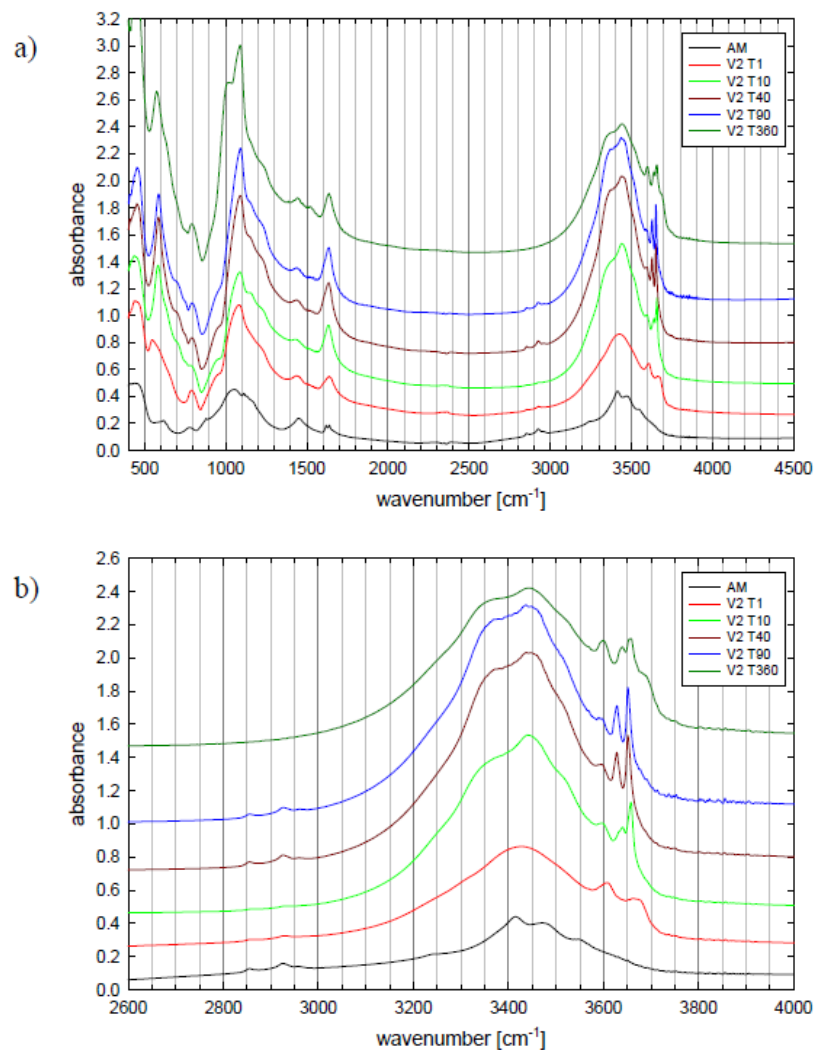
Infrarotspektroskopie



A 10:

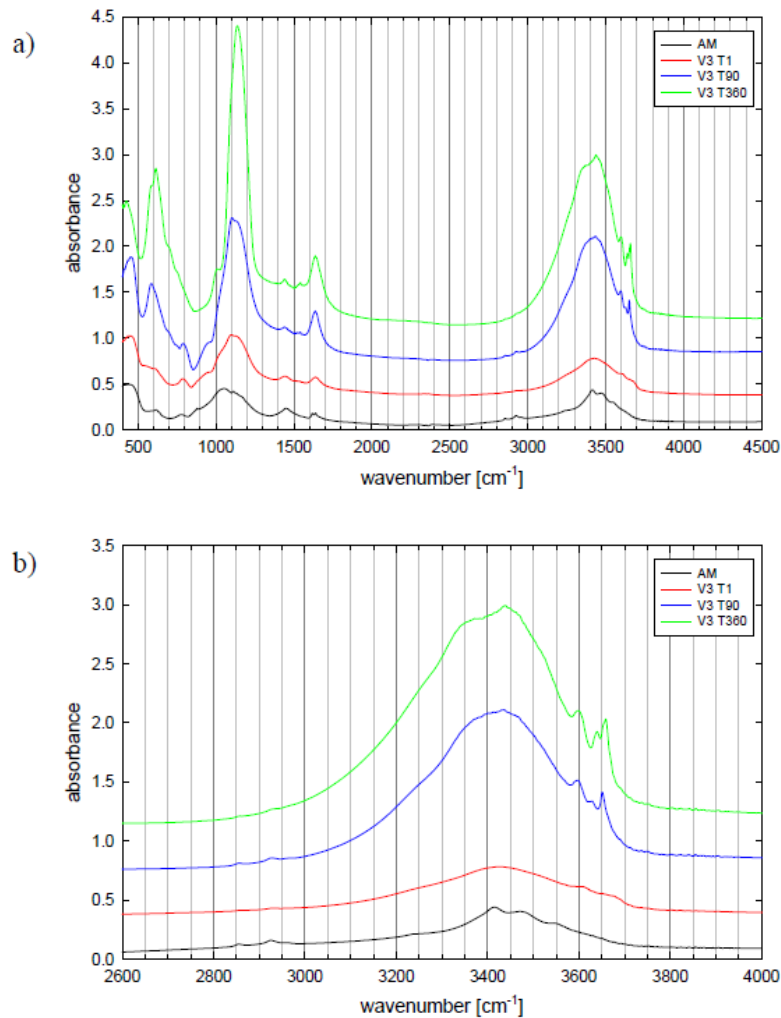
MIR Spektren der Probeserien V1a(a) und V1b(b).

Die gemessenen Proben repräsentieren hauptsächlich die Glasphase, da das in den Proben vorhandene NaCl keine infrarot-aktiven Gitterschwingungen besitzt. Die Spektren wurden auf die Intensität der 1050 cm⁻¹ Bande normiert. Scharfe Banden mit geringer Intensität deuten auf kleine Anteile zusätzlicher kristalliner Phasen hin.



A 11: MIR Spektren der Probeserie V2 und des Ausgangsmaterials (a: Gesamtspektren, b: OH Spektralbereich).

Die Spektren der V2 Serie setzen sich aus den Signalen der Silikatgelphase und den MOC-Phasen zusammen. Die 5-1-8 Phase (V2-T1) und die 3-1-8 Phase (V2-T40, V2-T90) lassen sich insbesondere im Spektralbereich der OH Bande unterscheiden. Die Spektren von V2-T10 und V2-T360 mögen auf die Präsenz von weiteren MOC-Phasen hindeuten.



A 12: MIR Spektren der Probeserie V3 und des Ausgangsmaterials (a: Gesamtspektren, b: OH Spektralbereich). Die Spektren der V3 Serie setzen sich aus den Signalen der Silikatgelphase und den MOC Phasen zusammen.

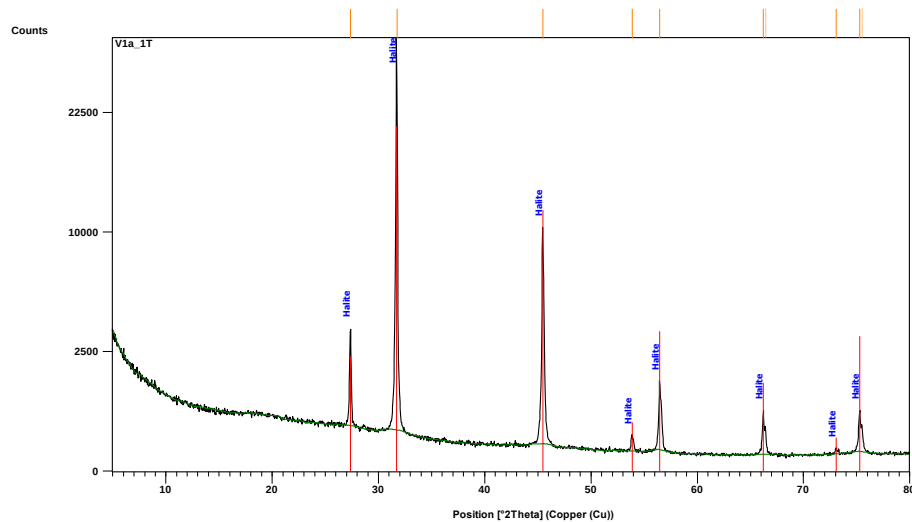
Röntgendiffraktometrie

↓Versuch/Tag→	1	10	40	90	360
V1a					
h (31.722 °2 θ)	XX	XX	XX	XX	XX
Am1 (50-53 °2 θ)	-	X	X	X	X
(a) (28.559 °2 θ)	X	X	X	X	X
V1b					
h (31.722 °2 θ)	XX	XX	XX	XX	XX
Am1 (50-53 °2 θ)	-	X	X	X	X
(a) (28.559 °2 θ)	X	X	X	X	X
V2					
h (31.722 °2 θ)	XX	XX	XX	XX	XX
Am1 (50-53 °2 θ)	-	-	-	-	X
Am2 (20 - 25 °2 θ)	O	O	O	O	O
518-Phase (11.86 °2 θ)	X	-	-	-	-
318-Phase (10.86 °2 θ)	-	X	X	X	X
(a) (28.559 °2 θ)	-	X	X	X	X
V3					
h (31.722 °2 θ)	XX	Keine Probenahme der		XX	XX
Am1 (50-53 °2 θ)	-			-	O
Am2 (20 - 25 °2 θ)	O			O	O
518-Phase (11.86 °2 θ)	(O)			-	-
318-Phase (10.86 °2 θ)	-			O	X
Sylvin (28.346 °2 θ)	-			X	X

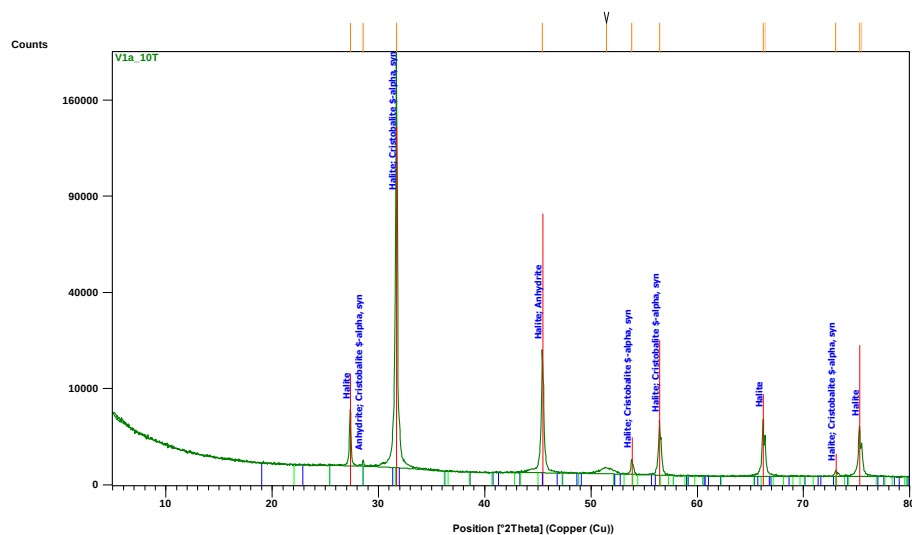
A 13:

RDA-Untersuchungen der Feststoffe im Zeitraum von 360 Tagen.

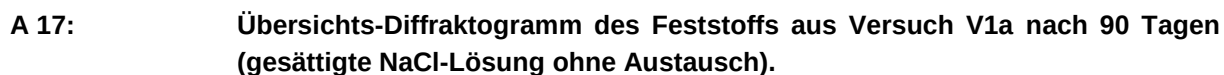
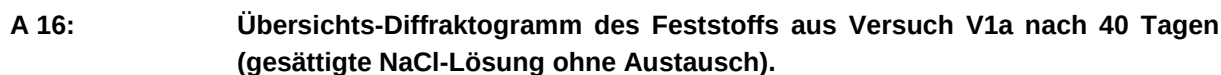
h: Halit, a: Anhydrit oder SiO₂ (Cristobalit), sy: Sylvin, Am1: Amorpher Bereich bei 50 - 53 °2 θ , Am2: Amorpher Bereich bei 20 - 25 °2 θ , 318-Phase: Mg₂(OH)₃Cl • 4H₂O, 518-Phase: Mg₃(OH)₅Cl • 4H₂O; xx: Hauptphase, x: Nebenphase, o: vorhanden, (o): vermutet, -: nicht vorhanden

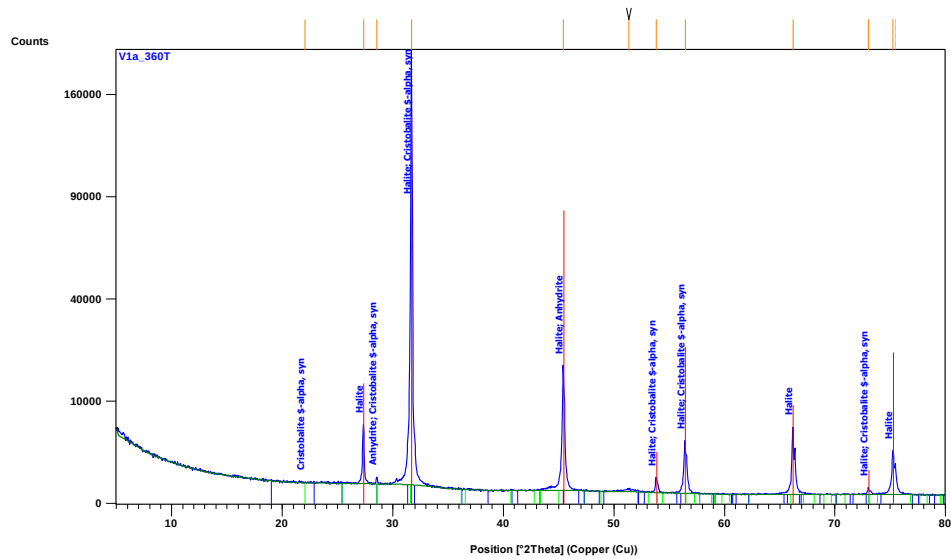


A 14: **Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 1 Tag (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).**

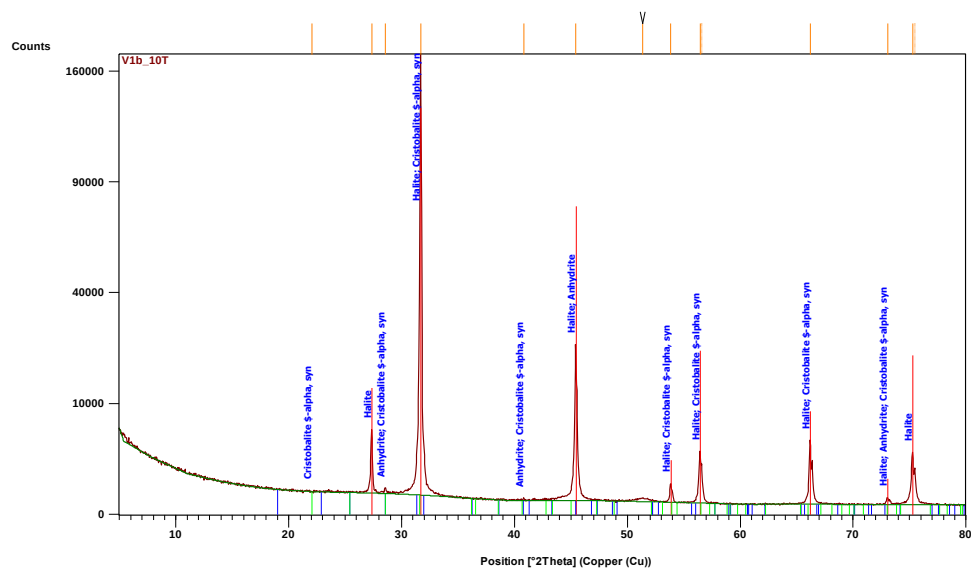


A 15: **Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 10 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).**

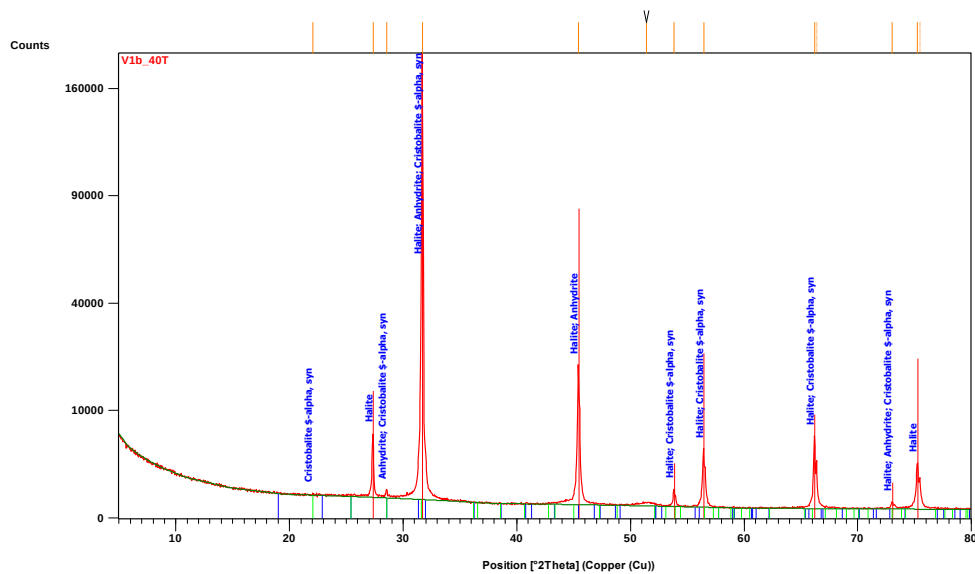




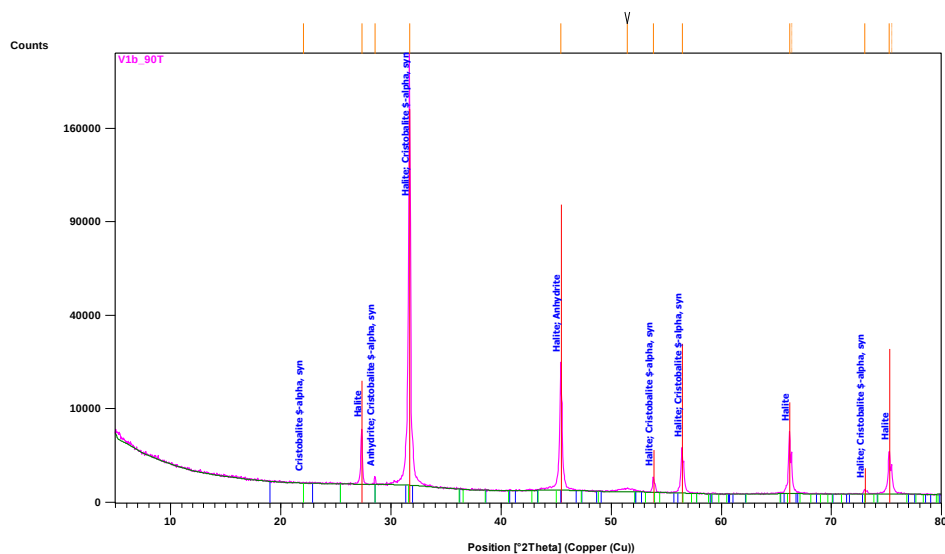
A 18: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1a nach 360 Tagen
(gesättigte NaCl-Lösung ohne Austausch).



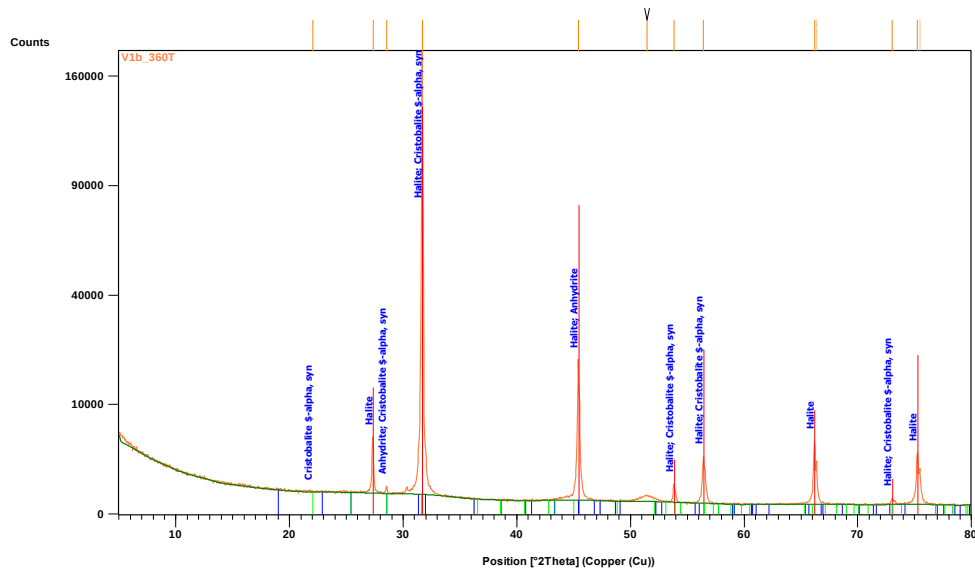
A 19: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 10 Tagen
(gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).



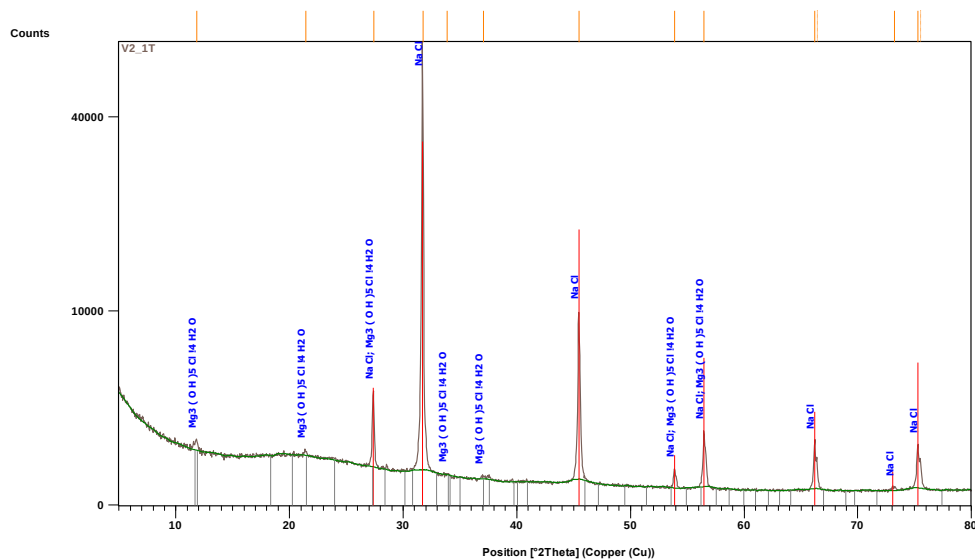
A 20: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 40 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).



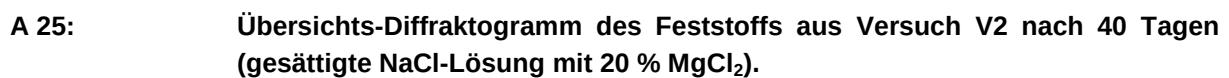
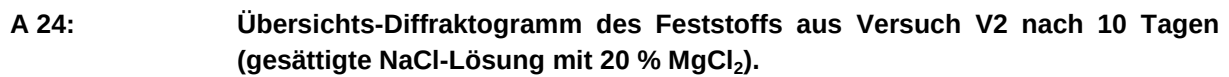
A 21: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 90 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).

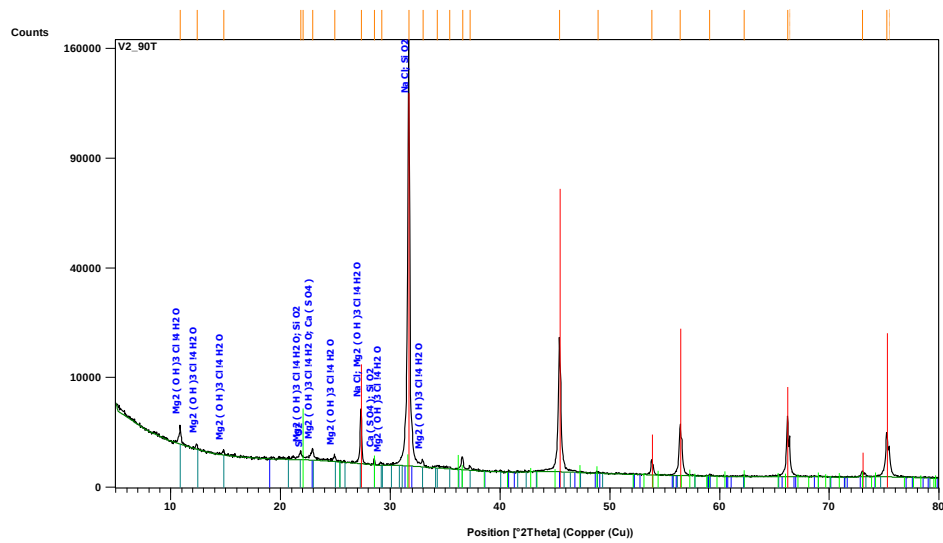


A 22: **Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V1b nach 360 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit Austausch).**

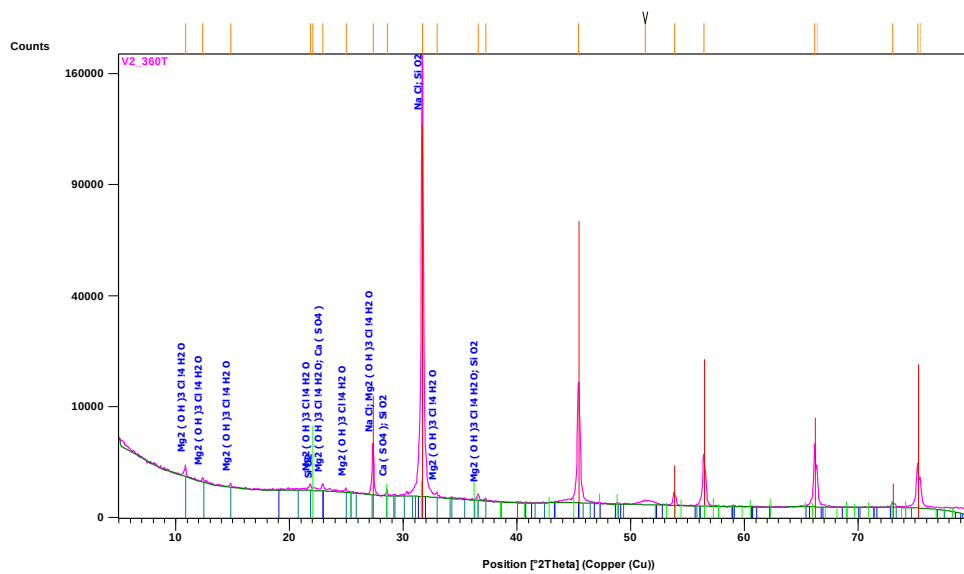


A 23: **Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 1 Tag (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl₂).**

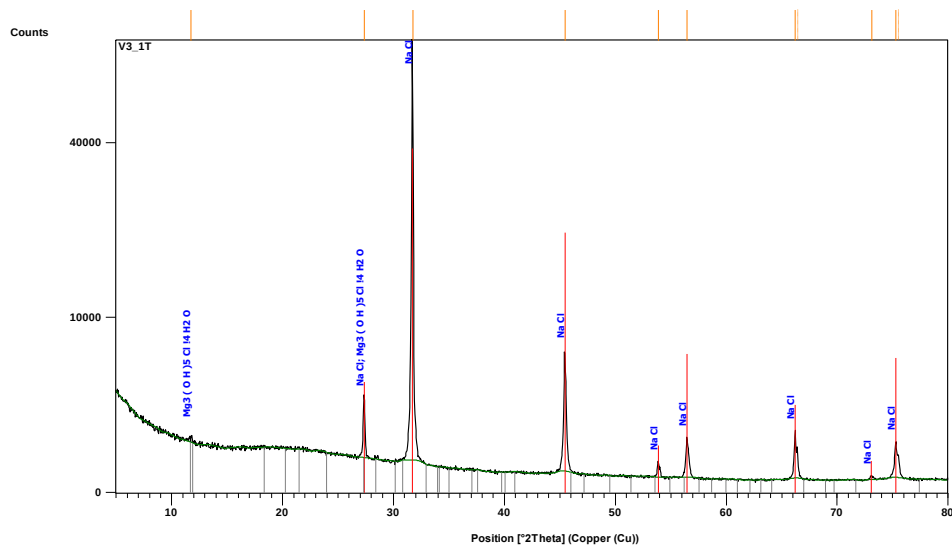




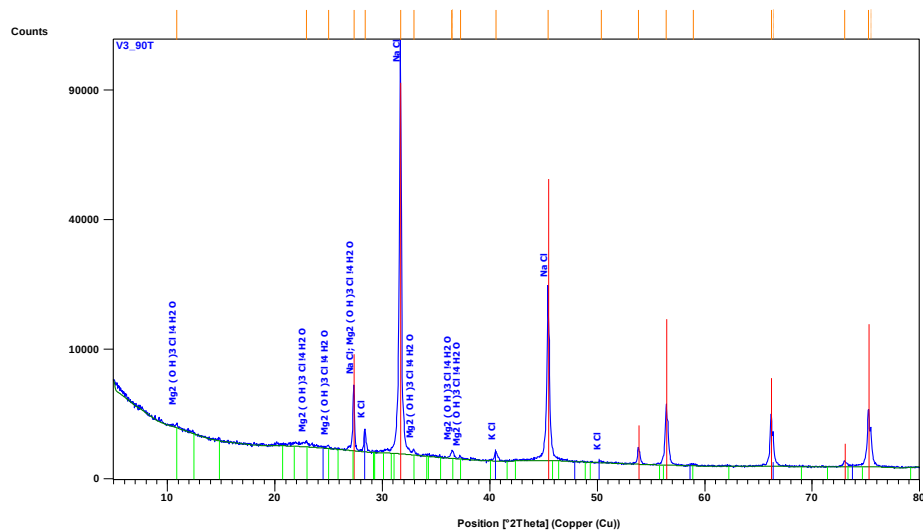
A 26: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 90 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl_2).



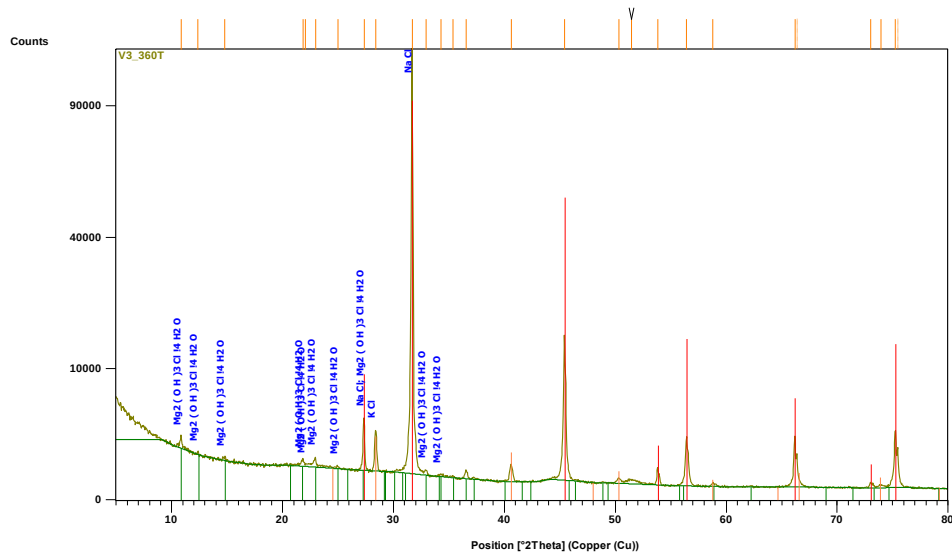
A 27: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V2 nach 360 Tagen (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl_2).



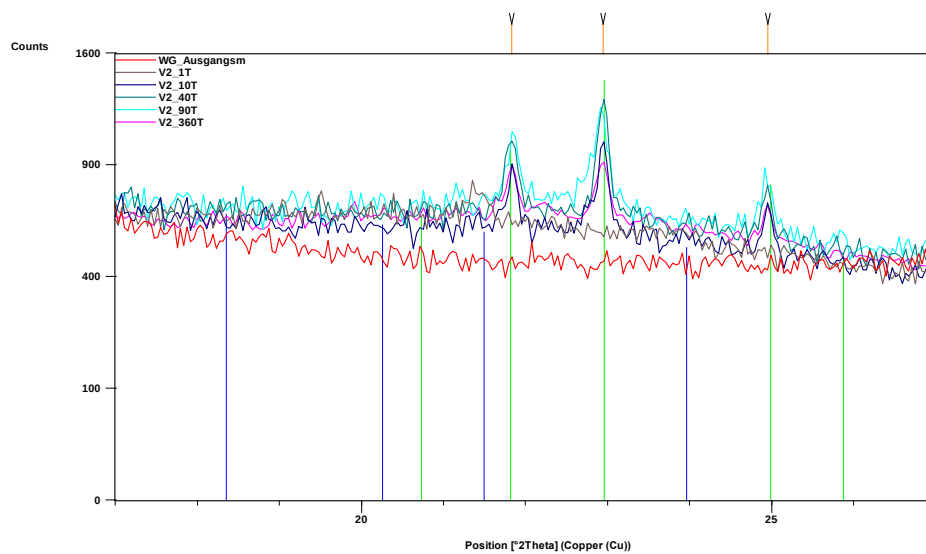
A 28: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V3 nach 1 Tag (Lösung Q).



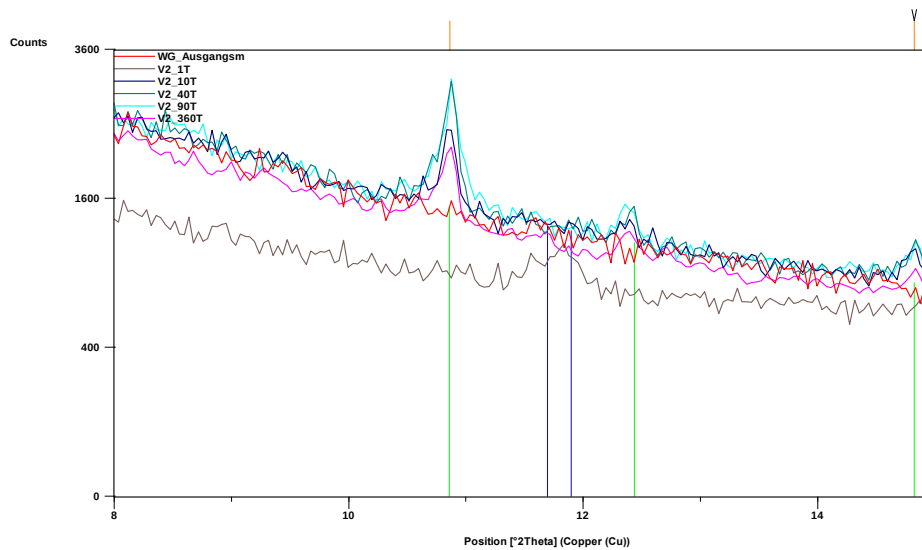
A 29: Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V3 nach 90 Tagen (Lösung Q).



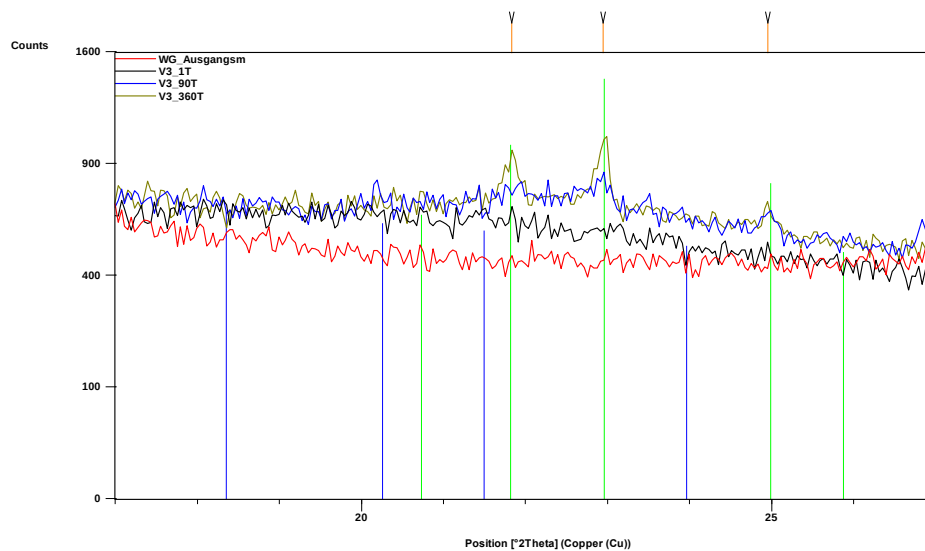
A 30: **Übersichts-Diffraktogramm des Feststoffs aus Versuch V3 nach 360 Tagen (Lösung Q).**



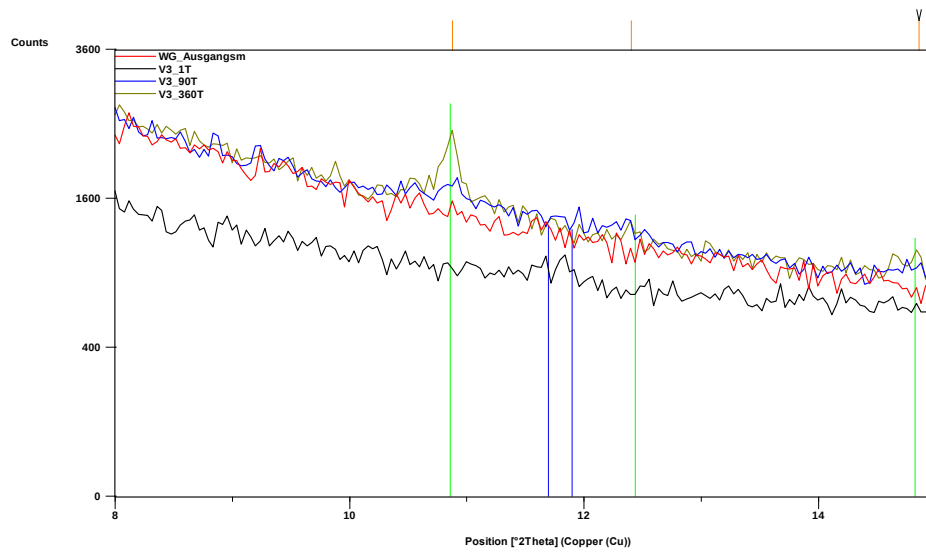
A 31: **Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V2 (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl_2) im Winkelbereich des amorphen Signals zwischen 20 – 25 °2 θ .**



A 32: Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V2 (gesättigte NaCl-Lösung mit 20 % MgCl_2) im Winkelausschnitt der 318-Phase (senkrechte Linie, grün) und 518-Phase (senkrechte Linie, blau).



A 33: Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V3 (Lösung Q) im Winkelbereich des amorphen Signals zwischen 20 – 25 °2θ.



A 34: Ausschnitt aus überlagerten Diffraktogrammen von Versuch V3 (Lösung Q) im Winkelausschnitt der 318-Phase (senkrechte Linie, grün) und 518-Phase (senkrechte Linie, blau).

Mikrosondenuntersuchungen

Silikatgel im Ausgangsmaterial			
Element	Gew.-%	Compound	Gew%
O	47.0	NaCl	1.2
Na	15.0	Na ₂ O	19.5
Si	36.4	SiO ₂	77.9
Cl	0.8		
Sum	99.2		98.7
Silikatgel nach Reaktion mit NaCl-gesättigter Lösung (V1)			
Element	Gew.-%	Komponente	Gew%
O	51	NaCl	1.8
Na	3.9	Na ₂ O	4.3
Si	43.4	SiO ₂	92.9
Cl	1.1		
Sum	99.5		99.0
Silikatgel nach Reaktion mit MgCl ₂ -dominierter Lösung (V2) (Mg-Si-Glas)			
Element	Gew%	Komponente	Gew%
O	42.4	NaCl	1.5
Na	0.6	MgO	26.1
Mg	16.4	MgCl ₂	2.4
Si	31.3	SiO ₂	66.8
Cl	2.7		
Sum	98.4		96.9
Silikatgel nach Reaktion mit MgCl ₂ -dominierter Lösung (V2) (Si-Glas)			
Element	Gew%	Komponente	Gew%
O	52.0	Na ₂ O	0.7
Na	0.6	MgO	1.5
Mg	0.9	SiO ₂	94.9
Si	44.3	Cl	0.8
Cl	0.8		
Sum	98.6		97.9

A 35: Semiquantitative Analyse einzelner Silikatgelkörner des Ausgangsmaterials im Vergleich mit denen aus Feststoffen im Kontakt mit salinaren Lösungen. O wurde stöchiometrisch berechnet. Der Chloridgehalt der gemessenen Punkte wurde mit der entsprechenden Menge Na bzw. Mg zu NaCl und MgCl₂ verrechnet.