

SVV2

Qualifizierung von Strömungsbarrieren in Salzformationen



Gesellschaft für Anlagenund Reaktorsicherheit (GRS) mbH

### SVV2

Qualifizierung von Strömungsbarrieren in Salzformationen

Horst-Jürgen Herbert Uwe Hertes Lothar Meyer Karsten Hellwald Jürgen Dittrich

September 2011 Auf beiliegender CD-ROM: Anhang 1 – 5

#### Anmerkung:

Die diesem Bericht zugrundeliegenden Arbeiten wurden mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) unter dem Förderkennzeichen 02 C 1335 gefördert.

Die Arbeiten wurden von der Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit (GRS) mbH durchgeführt.

Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt allein bei den Autoren.

### Vorwort

Im Rahmen eines Vorgängerprojektes (02 E 9047) hat die GRS von 1997 bis 2000 ein salzbasiertes (arteigenes) Versatzmaterial, den Selbst Verheilendem Versatz (SVV) entwickelt und dazu ein Verfahren für dessen Einsatz vorgestellt, dass die langfristig sichere Verwahrung von Schadstoffen in untertägigen Deponien im Salinargestein unterstützt. Als Ergebnis dieser Arbeiten wurde der GRS im Jahr 2004 vom Europäischen Patentamt das Patent Nr. 00120249.8 erteilt. Es sieht den Einsatz von Versatzmaterialen vor, die erst bei Zutritt von Lösungen ihre volle abdichtende Wirkung entwickeln. Der Nachweis, dass SVV auch als eine sehr wirksame technische Barriere gegen den Zutritt von Lösungen im Steinsalz einsetzbar ist, und dass Laborergebnisse auf In-situ-Verhältnisse übertragbar sind, wurde im Zeitraum 2000 – 2004, im Projekt 02 C 0830 erbracht. Im Rahmen des vorliegenden Vorhabens, 02 C 1335, wurde dieser Nachweis auch für die Kalisalzgesteine Carnallitit und Tachhydrit geführt. Darüber hinaus wurden die experimentellen und modelltheoretischen qualitativen und quantitativen Grundlagen geschaffen, die belegen, dass SVV seine Dichteigenschaften in allen Arten von Salzgesteinen sowohl kurz-, mittel und langfristig behält und sich zwangsläufig von zunächst metastabilen zu langzeitstabilen Paragenesen entwickelt.

## Inhaltsverzeichnis

	Kurzfassung	1
1	Einleitung	5
2	Stand von Wissenschaft und Technik vor Beginn des Projektes	7
3	Gesamtziele des Vorhabens	11
4	SVV-Dichtprinzip	13
5	Ausgangsmaterial und Salzlösungen	15
6	Labormessungen	17
6.1	Kristallisationsdruckmessungen in kleinen Druckzellen	17
6.2	Permeabilitätsmessungen und Porositäts-/Permeabilitätsbeziehung	21
6.3	Messung mechanischer Parameter	23
7	Versuche zur Erfassung der Wirksamkeit von SVV-	
-	Dichtelementen	25
7.1	Technikumsversuche in Druckrohren	25
7.1.1	Versuche in kleinen Druckrohren	25
7.1.2	Versuche in großen Druckrohren	30
7.2	In-situ-Versuche	39
7.2.1	Versuche in großkalibrigen horizontalen Bohrlöchern im Steinsalz des Versuchsbergwerks Asse	39
7.2.2	SVV- Versuch in einem großkalibrigen vertikalen Bohrloch im Carnallitgestein der Asse	40
7.2.3	SVV-Versuch in einem großkalibrigen horizontalen Bohrloch im Tachhydrit in der Grube Teutschenthal	47
8	Ergebnisse zu SVV-Dichteigenschaften - Technikumsversuche	59
<b>8</b> 8.1	Ergebnisse zu SVV-Dichteigenschaften - Technikumsversuche	<b> 59</b> 59

8.1.2	Temperatur- und Druckverläufe in den Versuchen mit Tachhydrit- Lösung	64
8.2	Ergebnisse aus den großen Druckrohren	66
8.2.1	Temperatur und Druckverläufe in den Versuchen mit IP-21-Lösung	66
8.2.2	Temperatur und Druckverläufe in den Versuchen mit Tachhydrit- Lösung	68
9	Ergebnisse zu SVV-Dichteigenschaften – In-situ-Versuche	69
9.1	Ergebnisse aus dem In-situ-Versuch im Carnallitit der Asse	69
9.2	Ergebnisse aus dem In-situ-Versuch in Teutschenthal	71
9.2.1	Temperaturentwicklung im SVV-Dichtelement	72
9.2.2	Druckentwicklung im SVV-Dichtelement	74
9.2.3	Ergebnisse des Injektionstests – Permeabilität des Gesamtsystems	75
10	Ergebnisse zu geomechanischen Eigenschaften von SVV	81
11	Langzeitverhalten von SVV	85
11.1	Experimentelle Untersuchungen zu den zeitlichen Veränderungen im SVV	85
11.1.1	Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung	87
11.1.2	Reaktion von SVV mit IP21-Lösung	89
11.1.3	Reaktion von SVV mit Tachhydrit-Lösung	91
11.2	Modellierung der Reaktionen von SVV mit Salzlösungen	92
11.2.1	Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung	94
11.2.2	Reaktion von SVV mit IP21-Lösung	100
11.2.3	Reaktion von SVV mit Tachhydrit-Lösung	101
11.3	Verbleib des Wassers im SVV	102
12	Technische Anforderungen an die Realisierbarkeit von SVV- Dichtelementen	105
13	Zusammenfassung und Ausblick	107
14	Literatur	109

Abbildungsverzeichnis	113
Tabellenverzeichnis	121
Verzeichnis der Anhänge	123

### Kurzfassung

Ziel des Vorhabens 02 C 1335 war es, ein technisches Nachweiskonzept für Strömungsbarrieren aus dem arteigenen Material Selbstverheilender Salzversatz (SVV) zur Abdichtung von Strecken und Bohrlöchern in Untertagedeponien und in Endlagern in Salzformationen zu entwickeln. Dafür wurden ergänzende Labormessungen, Messungen im Technikumsmaßstab und großmaßstäbliche In-situ-Versuche in den Salzformationen Carnallitit und Tachhydrit, in den Bergwerken Asse und Teutschenthal durchgeführt. Im Carnallitit des Versuchsbergwerks Asse wurde ein 6 m tiefes Bohrloch mit dem Durchmesser von einem Meter mit SVV verschlossen und der Nachweis der Abdichtung auch der zunächst hochpermeablen Auflockerungszone erbracht. Im Tachhydrit der Grube Teutschenthal wurde ein horizontales Bohrloch von 6 m Länge und 1,2 m Durchmesser mit SVV abgedichtet und gezeigt, dass eine zunächst durchlässige Auflockerungszone innerhalb von wenigen Wochen abgedichtet werden kann und Permeabilitäten des Gesamtsystems SVV-Dichtung-Widerlager-Auflockerungszone-Salzgebirge von <10<sup>-18</sup> m<sup>2</sup> erreichbar sind, die mit der Zeit durch den Kristallisationsdruck des SVV von ca. 40 bar und durch die Gebirgskonvergenz weiter reduziert werden.

Aus **technischer Sicht** wurde damit der Nachweis erbracht, dass es möglich ist, aus SVV Dichtbauwerke zu erstellen, um die aufgelockerten Bereiche in den Salzformationen Steinsalz, Carnallitit und Tachhydrit einfach, preiswert, schnell und zuverlässig abzudichten.

Aus **hydraulischer Sicht** wurde gezeigt, dass eine SVV-Strömungsbarriere, bestehend aus Salzgebirge, Auflockerungszone, SVV-Dichtelement und technischem Widerlager, innerhalb weniger Wochen praktisch laugenundurchlässig wird. Im Rahmen dieses Projektes errichtete Dichtbauwerke aus SVV wurden maximalen Lösungsdrucken von 20 bar ausgesetzt. Es kann davon ausgegangen werden, dass bei längeren Standzeiten eines SVV-Dichtelementes auch deutlich höhere Lösungsdrucke langfristig gehalten werden können. Aus **geochemischer Sicht** wurden die Prozesse aufgeklärt, die im Laufe der Erstellung des SVV-Dichtwerkes sowie während seiner mittel- und langfristigen Entwicklung eine Rolle spielen und die Funktionalität des Bauwerkes beeinflussen:

- Die schnelle Dichtwirkung des SVV beruht auf der Wasseraufnahme und der damit einhergehenden Volumenvergrößerung des ursprünglich wasserfreien SVV-Materials MgSO<sub>4</sub> infolge der Bildung von MgSO<sub>4</sub>-Hydraten und der Ausfällung von Salzen aus der Lösung.
- Die in den Porenraum des, trocken eingebrachten, feinkörnigen SVV eingepresste Salzlösung enthält weniger Wasser, als das wasserfreie MgSO<sub>4</sub> aufnehmen kann. Darum wird die eingedrungene Lösung schnell und vollständig verbraucht.
- Durch den Wasserentzug werden die in der Lösung enthaltenen Salze quantitativ ausgefällt. Dies führt zur vollständigen Ausfüllung des ursprünglich lösungserfüllten Hohlraums im SVV durch feste Mineralphasen.
- 4. Die Porosität wird durch die beschriebenen Prozesse von ursprünglich fast 50 % innerhalb weniger Wochen auf kleiner 2 % herabgesetzt, wobei die verbleibenden Poren größtenteils isoliert sind. Dies führt zu einer Reduzierung der Permeabilität innerhalb des SVV-Dichtkörpers auf Werte um 10<sup>-19</sup> 10<sup>-20</sup> m<sup>2</sup>.
- 5. Die sofort nach dem Lösungszutritt einsetzende stark exotherme Reaktion führt zu einer kurzfristigen Temperaturerhöhung, die über 90 °C steigen kann. Der Temperaturpeak baut sich innerhalb weniger Stunden auf und ebenso schnell wieder ab. Diese Temperaturerhöhung hat nachweislich keinen negativen Einfluss auf die angestrebte Dichtwirkung des Gesamtsystems, weder im Salz-, noch im Carnallitit-, noch im Tachhydritgestein.
- 6. Durch Langzeitbeobachtungen im Labor wurde gezeigt, dass die, durch die erste schnelle Reaktion von SVV mit Salzlösung, ursprünglich gebildeten metastabilen höheren MgSO<sub>4</sub>-Hydrate sich innerhalb relativ kurzer Zeit in das langzeitstabile MgSO<sub>4</sub>-Monohydrat, den Kieserit, umwandeln. Damit entstehen mittelfristig im SVV-Dichtbauwerk Kieserit-reiche Salzparagenesen, die im chemischen Gleichgewicht mit allen umgebenden Salzen stehen und somit absolut langzeitstabil sind.

Monohydrat, bleibt die Volumenvergrößerung und die darauf beruhende Dichtwirkung für alle Zeiten erhalten.

- 8. Das durch die schrittweise Umwandlung der höheren Hydrate in Kieserit freiwerdende Wasser reagiert mit noch unverbrauchtem SVV-Material. Dies führt zunächst zu weiteren höheren MgSO<sub>4</sub>-Hydraten, die später ihr Wasser wieder abgeben und sich letztendlich auch in Kieserit umwandeln.
- 9. Jedes Mol Wasser der Lösungsmenge, die ursprünglich in den wasserfreien SVV eingepresst wurde, kann langfristig, theoretisch, ebenso viele Mole Kieserit bilden. Bei Verwendung einer NaCI-Lösung könnte das vorhandene Wasser theoretisch mehr SVV in Kieserit umwandeln, als im Bauwerk wasserfreies MgSO<sub>4</sub> vorhanden ist. Das Wasser aber, dass durch die Dehydrierung der höheren MgSO<sub>4</sub>-Hydrate entsteht und durch den Kieserit nicht gebunden werden kann, wird dann in dem nächsthöheren MgSO<sub>4</sub>-Hydrat, dem Starkeyit gebunden, der dann neben Kieserit auch langzeitstabil ist. Gleiches gilt auch bei Verwendung von IP21-Lösung. Die Tachhydrit-Lösung enthält dagegen so wenig Wasser, dass dieses in der Reaktion vollständig verbraucht wird und sich langfristig in der thermodynamisch langzeitstabilen Paragenese nur Kieserit ausbilden wird.

Aus **geomechanischer Sicht** konnte gezeigt werden, dass die mechanischen Eigenschaften des mit NaCI-Lösung ausreagiertem SVV denen des Steinsalzes ähneln und zwischen Eigenschaften von trockenem und von feuchtem Salzgrus liegen. Die mechanischen Eigenschaften von mit IP21-Lösung und Tachhydrit-Lösung ausreagiertem SVV liegen nahe an den Eigenschaften von carnallitischen Kaligesteinen. Die Autoren dieses Berichtes sind daher der Ansicht, dass die Modellierung des mechanischen Verhaltens von SVV, in erster Näherung, heute schon möglich ist, und die Ansätze herangezogen werden können, die für die Modellierung des mechanischen Verhaltens von Steinsalz und Carnallitit verfügbar sind.

### 1 Einleitung

Zur Sicherung von untertägigen Deponien (UTD) für chemotoxische Abfälle aber auch bei einzelnen untertägigen Verwertungsanlagen (UTV) in Salzformationen ist der Schutz der Allgemeinheit und der Natur vor schädlichen Umwelteinflüssen langfristig zu gewährleisten. Um dieses Schutzziel zu erreichen, ist der Zutritt von wässrigen Lösungen in die Deponie ebenso zu verhindern wie der Austritt schadstoffbeladener Lösungen aus der Deponie.

Bestehende Sicherungskonzepte für Grubenhohlräume und Schächte im Salinar gehen von einem multiplen geotechnischen Barrieresystem aus, das sich aus verschiedenen meist artfremden Baumaterialien zusammensetzt, die entweder eine hohe Dichtwirkung gegenüber Salzlösungen oder aber besondere mechanische Eigenschaften aufweisen müssen.

Bei der Führung eines Langzeitsicherheitsnachweises ist die Langzeitstabilität der in den geotechnischen Barrieren eingesetzten Materialen hoch gewichtet. Zurzeit liegen für den Nachweis der zeitlichen Entwicklung der Stabilität von artfremden Baumaterialien im Salinar nur wenige Erfahrungswerte vor. Insbesondere das zeitabhängige Korrosionsverhalten der artfremden Baumaterialien und eine mögliche Destabilisierung infolge chemischer Wechselwirkungen mit Lösungen sind Gegenstand von Forschungsprojekten. Darüber hinaus fehlen belastbare Konzepte für die Auslegung von geotechnischen Barrieren im Salinar, in denen Bereiche mit leichtlöslichen Mineralen, wie Carnallitit oder Tachhydrit, zu sichern sind.

Langzeitstabile geotechnische Barrieren, die auf arteigenes Material des Salinars zurückgreifen, wurden bisher nicht systematisch bis zur Anwendungsreife entwickelt. Zwar wurden seit 1997 vom BMBF zielgerichtete Forschungsarbeiten (02 E 9047; 02 C 0830 und 02 S 8112 (AISKRISTALL)) gefördert, die aber bisher noch keinen Eingang in Betriebspläne von Deponien und damit in die Praxis gefunden haben. Begründet ist dies durch die Forderung von Genehmigungsbehörden, die zum Nachweis von Stand der Technik erheblich mehr als ein "Experiment" als notwendig erachten.

Im Rahmen des hier beantragten Projektes sollte für das von der GRS entwickelte arteigene Material Selbstverheilender Salzversatz (SVV) dieser Nachteil durch eine Reihe großmaßstäblicher Technikums- und In-situ-Versuche ausgeglichen werden und SVV auf einen höheren Entwicklungsstand gebracht werden.

Die vorliegende Weiterentwicklung von Selbst Verheilendem Versatz (SVV) für den Nachweis der Abdichtung von Strecken in Untertagedeponien baut auf den Erkenntnissen der Projekte 02 E 9047 und 02 C 0830 auf. Ziel dieses Nachfolgeprojektes 02 C 1335 war es, die im Labormaßstab ermittelte hohe abdichtende Wirkung des SVV und seine hohe mechanische Stabilität durch großmaßstäbliche Versuche (Upscaling) zu demonstrieren.

Im Rahmen des hier vorgestellten Projektes sollte für das arteigene Material SVV dieser Nachteil durch einen entsprechenden wissenschaftlich-technischen Qualifikationsnachweis ausgeglichen werden und dieses arteigene Material auf denselben Entwicklungsstand wie artfremde Baumaterialien gebracht werden.

# 2 Stand von Wissenschaft und Technik vor Beginn des Projektes

Für die Errichtung von geotechnischen Barrieren in Salzformationen lagen umfangreiche Kenntnisse zum chemischen, hydraulischen und mechanischen Verhalten von so unterschiedlichen Werkstoffen wie quellfähige Tone, Salzbeton, Magnesiabindern und Salzgrus vor. Diese Stoffe müssen mit dem Salzgebirge chemisch kompatibel sein und zur Abdichtung und mechanischen Stabilisierung führen.

Eine für alle Belastungsfälle ausgelegte Sicherung von so unterschiedlichen Bereichen wie Steinsalz und Kalisalzen war bisher noch nicht verfügbar, aber in der fortgeschrittenen Entwicklung (z. B. Strömungsbarrieren in der ASSE und Strömungsbarrieren in Morsleben).

Als besonders ausbaufähige Verschlusstechniken werden in der Literatur die Möglichkeiten der provozierten Mineralsynthese, der Dichtungssäule und der Dichtungsschlitze betrachtet. In Analogie zur natürlichen Verheilung von Lösungszutritten in Salzformationen wurde für eine direkte Abdichtung von Fließwegen die zeitlich gesteuerte Kristallisation von arteigenem Material empfohlen. Die Durchlässigkeitsverteilung und die Versatzdichte sollten bei diesen Verfahren mittels geeigneter Techniken und über die Korngrößenverteilung beeinflusst werden können. Der Nachweis der Funktionsfähigkeit solcher Verschlussprinzipien stand aber aus. Sie waren noch nirgendwo erfolgreich getestet worden.

Neuentwickelte Baustoffe wie Selbstverheilender Versatz (SVV) und AISKRISTALL schienen dagegen besonders geeignet zu sein. Die besondere Eigenschaft beider Materialen ist die Volumenzunahme und der Wasserverbrauch bei Lösungszutritt, was automatisch zur Abdichtung führt. Der sofortige Verbrauch zutretenden Wassers schützt zudem die extrem löslichen Kalisalze vor Auflösung und bewahrt damit die Integrität des Dichtsystems mit SVV.

Im FuE-Projekt 02 E 9047 konnte der Nachweis erbracht werden, dass dehydrierte Salzmineralmischungen (SVV) im Kontakt mit Salzlösungen zu einer irreversiblen Volumenvergrößerung und einer Reduktion der effektiven Permeabilität führen können. Die Versuchsergebnisse zeigten, dass mit wasserfreiem Magnesiumsulfat im Labor eine sehr schnelle und extrem starke Permeabilitätsverringerung, ein Kristallisations-

7

druck von mehreren MPa bei einer Restfeuchte < 1 Gew. % (freies Wasser) und einen geschlossenen Porenraum von < 2 % erreicht werden kann. Damit erreicht der selbstverheilende Versatz nahezu die hydraulischen und mechanischen Eigenschaften des intakten Steinsalzes. Im Anschlussprojekt 02 C 0830 wurde die grundsätzliche Übertragbarkeit der Ergebnisse auf In-situ-Verhältnisse aufgezeigt. In In-situ-Versuchen in Bohrlöchern im Steinsalz wurde allerdings niedrigere Kristallisationsdrucke und höhere Permeabilitäten als in den Laborversuchen erreicht. Die Kristallisationsdrucke lagen bei 30 bar und die Permeabilität des Gesamtsystems SVV/Salzgebirge bei 10<sup>-19</sup> m<sup>2</sup>. Die in diesen In-situ-Versuchen nachgewiesenen Werte sind für die Praxis, d. h. auch für den Langzeitsicherheitsnachweis eines Endlagers, ausreichend.

Im FuE-Projekt 02 S 8112 (AISKRISTALL) wurde ein arteigener Baustoff auf der Basis von SVV entwickelt. Es handelt sich dabei um ein Salzgemenge, das in Analogie zu Betonen aus Bindemittel sowie Zuschlagstoffen besteht und mit Wasser oder salinaren Lösungen angemischt wird. Als Bindemittel fungieren Salze, die mit der Anmischlösung zu Hydratphasen reagieren, wobei bevorzugt MgSO4-wasserfrei und Kieserit (MgSO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O) zum Einsatz kommen. Die Erhärtungsreaktionen sind mit Verheilungsreaktionen natürlicher Evaporitabfolgen, wie der Kainitisierung vergleichbar, die bei einem Lösungskontakt kieserithaltiger Evaporitgesteine erfolgen. Diese Verwandtschaft mit Prozessen, die in der Natur zu beobachten sind, erlaubt Aussagen zur Langzeitstabilität der erhärteten Baustoffe. Die Kinetik der Hydratationsreaktionen, d. h. des zu einem homogenen Versatzkörper führenden Erhärtungsprozesses, erlaubt eine großtechnische Einbringung der Baustoffe als Pumpversatz. Die Artverwandtschaft zum Wirtsgestein und die Entwicklung eines Kristallisationsdruckes bzw. einer Volumenvergrößerung während der Erhärtung fördern die Gebirgsanbindung und den Kraftschluss zum Gebirge. Da die Baustoffe darüber hinaus eine geringe Permeabilität aufweisen, sind sie nicht nur als Stützversatz oder als Widerlager, sondern auch zur Erstellung von Abdichtelementen geeignet.

Die Entwicklung der AISKRISTALL-Baustoffe erfolgte auf der Grundlage von Verfahren der konventionellen Baustofftechnologie. Damit wird gewährleistet, dass allgemein anerkannte Qualitätssicherungsmaßnahmen der Baustoffproduktion und -einbringung auf die Baustoffe übertragbar sind. Da die Materialien AISKRISTALL und SVV bereits in der Bauphase den stabilen Endzustand erreichen können, kann zudem In-situ eine Prüfung der Integrität und der Baustoffeigenschaften erfolgen. Magnesiabinder, dazu gehören die von der K-UTEC und der TU Bergakademie Freiberg entwickelten dauerhaft druck-plastischen und festen, lastabtragenden Systeme, gehören zu der Kategorie von Baustoffen, die nach dem Stand der Technik als ein praktisch erprobtes Modul eines Verschlussbauwerkes im Salinar eingestuft werden können. Magnesiabindersysteme sind gegenüber Lösungszutritten in einem breiten Bereich der Magnesiumchloridkonzentration langzeitbeständig. Nachteilig ist ihre begrenzte Beständigkeit bei Durchströmung mit Wasser bzw. NaCl-Lösung. Thermodynamische und chemische Betrachtungen zur Langzeitbeständigkeit der Magnesiabindersysteme liegen vor.

Zu SVV lagen folgende Erkenntnisse vor:

- Die Endporosität von ausgehärtetem SVV beträgt ø = 2 5 %.
- Die Endpermeabilität erreicht Werte von  $k = 10^{-18}$  bis  $10^{-20}$  m<sup>2</sup>.
- Die Kristallisationsdrücke reichen von wenigen bar bis hin zu 100 bar.
- Bei der Aufsättigung und anschließenden Aushärtung bildet sich je nach Zuschlagstoffen und Lösung eine Vielzahl mineralischer Komponenten.
- Die Menge an gebundener Lösung nimmt mit zunehmendem Abstand vom Zulauf ab.
- Der Kristallisationsdruck schwankt lokal innerhalb der Technikumsbauwerke.
- Spitzenfestigkeit liegt zwischen der Dilatanzgrenze und Spitzenfestigkeit von Steinsalz.
- Das geomechanische Verhalten von SVV ähnelt dem Verhalten von Steinsalz.

Diese Ergebnisse wurden an SVV-Material gewonnen, das mit NaCl-gesättigter und z. T. mit IP21-Lösung reagiert hatte.

## 3 Gesamtziele des Vorhabens

Die Ziele des Vorhabens orientierten sich an folgenden Defiziten früher entwickelter Baustoffe. Langzeitstabile Barrieren, die auf arteigenes Material des Wirtsgesteins Salz zurückgreifen, wurden bisher nicht systematisch entwickelt oder getestet. Insbesondere bei Vorhandensein von leichtlöslichen Mineralen im Wirtsgestein, wie Carnallit oder Tachhydrit, standen keine adäquaten Konzepte zur Verfügung.

Mit den chemisch und mineralogisch den Salzformationen artverwandten Materialien des selbstverheilenden Salzversatzes stand ein Erfolg versprechender Werkstoff zur Verfügung der weiter qualifiziert werden musste. Es wurde das Ziel verfolgt, SVV auf einen vergleichbaren Entwicklungsstand, wie die Baumaterialien Salzbeton und Magnesiabinder zu bringen.

Für das Vorhaben wurden folgende Teilziele definiert:

### 1. Teilziel:

Entwicklung eines wissenschaftlich-technischen Nachweiskonzeptes für eine geotechnische Barriere aus SVV in einem Endlager / einer UTD in den Salzgesteinen Steinsalz, Carnallitit und Tachhydrit.

### 2. Teilziel:

Nachweis der technischen Realisierbarkeit einer geotechnischen Barriere aus SVV (als Dichtmaterial) und AISKRISTALL oder Magnesiabinder (als Widerlager):

- Entwicklung und Erprobung der großtechnischen Anwendung von SVV In-situ in unterschiedlichen Salzgesteinen
- Nachweis des Aufbaus eines Kristallisationsdruckes, der groß genug ist um die Auflockerungszone abzudichten aber nicht so hoch ist, um das umgebende Salzgestein zu schädigen

### 3. Teilziel:

Nachweis der Wirkungsweise. Die Permeabilität des Gesamtsystems Dichtbauwerk-Auflockerungszone-Gebirge sollte bei einem anstehenden Lösungsdruck von mindestens 30 bar kleiner sein als 10<sup>-17</sup>m<sup>2</sup>. Dieses Ziel sollte wie folgt erreicht werden:

- Schrittweise Überprüfung der Dichtfunktion der Barrierematerialien durch eine Reihe von Experimenten im Labor-, Technikums- und In-situ-Maßstab
- Überprüfung der Widerlagerfunktion von AISKRISTALL oder Magnesiabinder im Verbund mit dem Dichtelement SVV
- Untersuchung der Wechselwirkung der Strömungsbarriere mit der Auflockerungszone

### 4. Teilziel:

Bereitstellung von abgesicherten Materialparametern als Basisdaten für die

- Auslegung der Komponenten von Dichtbauwerken in künftigen Endlagern und UTDs in Salzformationen
- Prognose der langfristigen Wirksamkeit dieser Barrieren

## 4 SVV-Dichtprinzip

Die Entwicklung der Dichtwirkung von SVV beruht auf geochemischen Reaktionen, bei denen das Wasser einer zutretenden Lösung in das Kristallgitter von Salzmineralien eingebaut wird. Bei diesem dynamischen Prozess wird der Lösung kontinuierlich Wasser entzogen und dies letztlich ganz verbraucht. Durch den Wasserverbrauch kommt es nicht nur zur Mineralumbildung (Hydratisierung) sondern auch zur Mineralneubildung durch Ausfällung gelöster Stoffe durch Übersättigung. Die Vergrößerung des Feststoffvolumens führt bei vollständiger Reaktion zum Verschließen der hydraulischen Wegsamkeiten.

Für eine Anwendung kommen prinzipiell alle Materialien in Betracht, die mit der jeweiligen geologischen Umgebung artverwandt sind. Speziell für Salzformationen sind es konditionierte Salze bzw. Reaktionstypen:

- 1.  $H_2O$  + Salz  $\rightarrow$  hydratisiertes Salz
- 2. gelöstes Ion + Salz  $\rightarrow$  Doppelsalz
- 3.  $H_2O$  + gelöstes lon + Salz  $\rightarrow$  hydratisiertes Doppelsalz

Alle vorstehenden Reaktionstypen nutzen die Volumenvergrößerung des Feststoffanteils durch Reaktion mit den Störfalllösungen. Bei der Reaktion werden Salzhydrate, Doppelsalze und höhere Salze gebildet. Durch den Verbrauch des Lösemittels Wasser wird die Restlösung übersättigt und scheidet die in der Lösung enthaltenen gelösten Salze als Salzneubildungen im Porenraum aus. Dabei können weitere erhebliche Mengen Wasser als Kristallwasser im Feststoff gebunden werden. Dies bewirkt eine zunehmende Reduzierung des lösungserfüllten Porenraums, was den Abdichtungsvorgang verstärkt. Die Reaktion kann soweit fortschreiten, dass es zu einem vollständigen Verbrauch der Lösung und damit zur vollständigen Verfestigung mit der Ausbildung eines "trockenen" Verschlussstopfens kommt. Finden diese Prozesse in einem abgeschlossenen Volumen statt, kommt es nicht nur zu einem vollständigen Verschluss des ursprünglichen Porenraums im Versatz, sondern darüber hinaus zu einem Druckaufbau. Dieser kann seinerseits zu einem Verschließen von Wegsamkeiten in der Auflockerungszone führen. Damit ist der selbstverheilende Salzversatz eine echte Alternative zu bisher verwendeten Bau- und Verschlussmaterialien, er ist langzeitstabil und als einziges Material hat er zudem das Potential auch die Auflockerungszone zu verschließen.

Ein Beispiel für eine natürliche Selbstabdichtung von Lösungszutritten im Salz ist der autochthon gebildete Kainit. In der Natur ist das Kalisalz Kainit kein primäres Salzmineral in der üblichen evaporitischen Eindampfungsabfolge, sondern er entsteht durch lösungsmetamorphe Umbildung aus Carnallitit und Hartsalz in Folge der Einwirkung von komplexen gesättigten Salzlösungen. Im Flankenbereich von Salzlagerstätten (z. B. Kalibergwerk Siegfried I / Vogelbeck) oder unmittelbar über dem Carnallit (z. B. Asse) können mächtige Kainitlager auftreten, die auf früher aktive hydraulische lösungsführende Wegsamkeiten hinweisen, die später verschlossen wurden.

Bei der mineralogischen Untersuchung von Mineralparagenesen in der Grube BREFELD wurden neben sekundär gebildetem Kainit auch die Sulfatminerale (Kieserit, Pentahydrit, Hexahydrit, Epsomit) nachgewiesen, wie sie bei der Selbstabdichtung eines auf Magnesiumsulfat (wasserfrei) aufbauenden Salzversatzes entstehen.

Die technisch zu realisierende "Selbstverheilung" baut phänomenologisch auf dem Prinzip der "Kainitisierung" auf. Wie bei der Kainitisierung wird bei der Selbstverheilung von Magnesiumsulfat (calciniert / wasserfrei) das Wasser durch Einbau ins Kristallgitter der Reaktionslösung entzogen. Bei geeigneter Zusammensetzung des Salzversatzes bildet sich unabhängig von der Zusammensetzung der eindringenden Lösung auch Kainit.

### 5 Ausgangsmaterial und Salzlösungen

Ein Dichtelement aus SVV wird aus SVV-Material und einer Salzlösung hergestellt. SVV besteht hauptsächlich oder ausschließlich aus wasserfreiem MgSO<sub>4</sub>. Wasserfreies MgSO<sub>4</sub> wird durch Kalzinieren (Entwässern) von Kieserit (MgSO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O) gewonnen. Als Industrieprodukt wird es in großen Mengen hergestellt und ist, abhängig von den Abnahmemengen, relativ preiswert.

Als Salzlösungen stehen theoretisch alle denkbaren Salzlösungen zur Verfügung. Unabhängig vom Salz- und Wassergehalt eignen sich prinzipiell alle Lösungen zur Herstellung von langzeitstabilen Dichtelementen aus SVV. In der Praxis wird sich die Wahl der Salzlösung an den Salzgesteinen orientieren, in welchen das Dichtelement seine Funktion ausüben soll. Für Steinsalz ist eine an Steinsalz oder an Halit-, Anhydrit- und Polyhalit-gesättigte Lösung zu empfehlen. Steht das Dichtelement im Carnallitit, sollte die Lösung möglichst im Gleichgewicht mit diesem Gestein sein, um den sehr leicht löslichen Carnallit nicht anzugreifen. Zu empfehlen ist eine Q- bzw. IP21-Lösung (im Gleichgewicht mit Halit, Carnallit, Kainit, Sylvin und Polyhalit oder eine R- bzw. IP19-Lösung (gesättigt an Halit, Carnallit, Kainit, Kieserit und Polyhalit). Soll eine Dichtung im noch löslicheren Tachhydrit- und Carnallit-führenden Gestein gebaut werden empfiehlt sich eine Lösung die an diesen beiden Mineralen weitestgehend gesättigt ist.

In den Versuchen, die im Rahmen dieses Vorhabens durchgeführt wurden, wurden eine NaCl-, eine Q- bzw. IP21.Lösung und eine sogenannte Tachhydrit-Lösung verwendet (Tab. 5.1). Diese Lösungen wurden aus Chemikalien im Labor, in den benötigten Mengen von mehreren m<sup>3</sup> hergestellt. Der Aufwand zur Herstellung der Tachhydrit-Lösung war besonders hoch. Die beiden andern Lösungen können auch als natürlich vorkommende Lösungen in Kalibergwerken billig bezogen werden.

Tab. 5.1	Zusammensetzungen der in den Versuchen verwe	endeten Lösungen

Lösungstyp	Dichte [g/l]	Na	К	Ca [mm	Mg ol/kg]	CI	S
NaCI- Lösung	1,200	6000				6000	
IP21- Lösung	1, 304	250	156	1	4109	7955	316
Tachhydrit-Lösung	1, 455	53	32	4551	217	12750	

### 6 Labormessungen

In diesem Kapitel werden Messungen des Kristallisationsdrucks, der Permeabilität und Porosität sowie Messungen der mechanischen Parameter von SVV-Proben mit IP21und Tachhydrit-Lösung vorgestellt.

### 6.1 Kristallisationsdruckmessungen in kleinen Druckzellen

Kristallisationsdruckmessungen wurden im Labor in zylindrischen Druckzellen unterschiedlicher Größe durchgeführt. Detaillierte Beschreibungen dieser Zellen und der Technik der Versuchsführung finden sich in den GRS-Berichten GRS-180 und GRS-220 und müssen nicht in aller Ausführlichkeit wiederholt werden. Hier soll lediglich, zum besseren Verständnis der weiteren Ausführungen, das Prinzip der Messung und ein typischer Verlauf der Lösungs- und Kristallisationsdruckentwicklung sowie der Volumenänderungen währen der Messung nochmals illustriert werden. Der prinzipielle Aufbau der Messeinrichtung zur Messung von Kristallisationsdrucken gilt für alle Versuche im Labor, im Technikum und In-situ (s. Abb. 6.2). Auch der prinzipielle Verlauf der Änderungen von Systemvolumen, Lösungsdruck, Kristallisationsdruck ist immer gleich (Abb. 6.3). Abb. 6.4 zeigt eine typische Messung aus dem Labor. Viele weitere Beispiele finden sich in den folgenden Kapiteln, in denen die Ergebnisse der Technikums- und In-situ-Versuche diskutiert werden.



Abb. 6.1Druckzellen unterschiedlicher Form und Größe für die Messung von<br/>Kristallisationsdrucken im Labor



Abb. 6.2Prinzipskizze des Aufbaus der Messeinrichtung für die Messung des<br/>Kristallisationsdrucks



Abb. 6.3Entwicklung von Lösungsdruck, Kristallisationsdruck und Volumenver-<br/>änderungen während der Reaktion von SVV mit Salzlösungen



Abb. 6.4 Beispiel einer Messung mit der Entwicklung von Lösungsdruck, Systemdruck (Summe aus Lösungsdruck und Kristallisationsdruck) und Temperatur während der Reaktion von SVV mit Salzlösung

Die Ergebnisse dieser Messungen mit den drei Lösungen sind in Tab. 6.1 und in Abb. 6.5 dargestellt.

Tab. 6.1Kristallisationsdrucke von SVV im Kontakt mit unterschiedlichen Salzlö-<br/>sungen in Abhängigkeit von der verwendeten Salzlösung und des Fest-<br/>stoff/Lösungsverhältnises [g/g] bei einem anstehenden Lösungsdruck<br/>von ca. 30 bar

Feststoff-Lösungsverhältnis	Kristallisationsdruck [bar]			
Tachhydrit-Lösung				
1,47	37,00			
1,33	28,30			
1,39	34,90			
1,49	70,00			
1,48	89,20			
1,48	89,20			
	IP21-Lösung			
1,48	44,00			
1,48	44,00			
1,94	31,30			
1,87	70,00			
1,60	68,90			
1,67	38,50			
1,67	38,50			
1,60	16,50			
1,60	16,50			
1,60	16,50			
1,63	65,20			
	NaCI-Lösung			
1,89	37,00			
1,91	33,40			
1,95	31,00			
1,80	39,60			
1,73	35,20			
1,73	35,20			
1,89	6,60			
1,89	6,60			
1,88	25,90			
1,88	25,90			
1,94	13,60			
1,94	13,60			
1,81	45,60			
1,81	45,60			
1,77	87,10			
1,77	87,10			
2,32	22,10			
2,32	22,10			
1,86	25,60			
1,86	25,60			





#### 6.2 Permeabilitätsmessungen und Porositäts-/Permeabilitätsbeziehung

Die Permeabilitätsmessungen wurden mit der Puls-Injektionsmethode und der Durchfluss-Injektionsmethode durchgeführt. In allen Fällen wurden Lösungspermeabilitäten gemessen. Ausgewertet wurde nach dem Darcy-Gesetz. Die Beispiele in Abb. 6.6 bis Abb. 6.8 wurden an Proben aus kleinen Druckzellen und aus Druckrohren aus dem Technikum gemessen. Die im Labor und im Technikum gemessenen Permeabilitätswerte haben sich auch in Messungen in den großmaßstäblichen In-situ-Versuchen bestätigt.

Als generelles Ergebnis der Permeabilitätsmessungen ist festzuhalten, dass die sehr niedrigen mittleren Permeabilitäten an alle SVV-Proben mit allen Lösungen und in jedem Versuchsmaßstab erreicht werden.



Abb. 6.6Permeabilitätsmessungen an Probe SVV 13 mit IP21-Lösung bei einemFluiddruck von 30 bar



Abb. 6.7 Permeabilitätsmessungen an Proben aus dem kleinen Druckrohr 3 im Technikum, mit Tachhydrit-Lösung, bei einem Lösungsdruck von 70 bar (Probe aus dem Randbereich des Rohres)





Abb. 6.9 zeigt den Zusammenhang zwischen Permeabilität und Restporosität im SVV nach Reaktion mit IP21-Lösung. Ähnliche Ergebnisse wurden auch für SVV-Proben mit Tachhydritlösung erzielt.



Abb. 6.9 Porositäts-/Permeabilitätsbeziehung von SVV-Proben mit IP21-Lösung im Vergleich mit Daten von trockenem und feuchtem Steinsalzgrus

#### 6.3 Messung mechanischer Parameter

Für die Modellierung des hydraulisch-mechanischen Verhaltens eines Dichtsystems, bestehend aus dem Wirtsgestein Salz (Steinsalz oder Carnallitit oder Tachhydrit) und dem Dichtelement SVV werden Stoffmodelle sowohl für das Wirtsgestein als auch für das SVV-Dichtmaterial gebraucht.

Für das Wirtsgestein Steinsalz gibt es erprobte Stoffmodelle, die auf unterschiedlichen physikalischen und mathematischen Ansätzen und unterschiedlichen experimentellen Daten beruhen. Von den gängigen Stoffmodellen für Steinsalz berücksichtigen einige auch das Schädigungs-/Dilatanz- und Verheilungs-/Kompaktionsverhalten von Steinsalz. Mit Ansätzen zur Modellierung dieser Prozesse sind die Stoffmodelle erst in der Lage, die im Konturbereich von Hohlräumen durch den Ausbruch entstehende und für den Langzeitsicherheitsnachweis bedeutsame Auflockerungszone qualitativ zu charakterisieren sowie in ihrer raum- und zeitlichen Entwicklung (Vergrößerung und Verkleinerung je nach Beanspruchungszustand) und ihrer Intensität zu beschreiben.

Auch für das mechanische Verhalten von Carnallitit liegt ein belastbares und abgesichertes Stoffmodell vor. Es wurde vom IfG von Minkley (Popp & Salzer, 2005) entwickelt und im Rahmen des Projektes CARLA "Entwicklung eines Grundkonzeptes für langzeitstabile Streckendämme in leichtlöslichen Salzgesteinen (Carnallitit) für UTD/UTV" erfolgreich getestet. Die Beschreibung Tachhydrit- und Carnallitit-haltiger Kaligesteine wie sie in Teutschenthal auftreten ist wegen der hohen und wechselnden Kristallwassergehalte der gesteinsbildenden Minerale schwieriger. Aber auch dafür liegen im IfG Erfahrungen vor, die an Proben aus Teutschenthal, aus dem Kongo und aus Brasilien gewonnen wurden.

Leider können die bestehenden Stoffmodelle für Steinsalz (oder Salzgrus) und Carnallitit nicht auch auf SVV übertragen werden. Der für SVV charakteristische Aushärtungsbzw. Hydratationsprozess wird bei diesen Stoffmodellen nicht berücksichtigt. Während das Kompaktionsverhalten des trockenen SVV (vor Lösungszutritt) mit dem Stoffgesetz von Salzgrus ansatzweise richtig beschreibbar ist, unterscheidet sich jedoch das Kompaktionsverhalten von ausgehärtetem/ausreagiertem SVV deutlich von dem des Salzgruses.

Die GRS Braunschweig und die TU Clausthal haben sich bislang mit dem mechanischen, hydraulischen und chemischen Verhalten von SVV beschäftigt. Das zeitabhängige mechanische und hydraulische Verhalten von SVV während und nach dem Aushärtungs- bzw. Hydratationsprozess im Kontakt zu NaCI-Lösung wurde im F&E-Vorhaben "Kopplung numerischer Modelle für C:HM-Transportprozesse", (GRS-Bericht GRS-251 zu den Vorhaben 02 C 1275, 02 C 1285 und 02 C 1295) beschrieben. Zur Verfügung standen dafür umfangreiche Messungen sowohl von der TU Clausthal als auch von der GRS. Während die GRS für die Herstellung der Probekörper trockenes SVV-Material in den Druckzellen mit Lösung geflutet hat, wurden von der TU Clausthal überwiegend Versuche mit vorab mit NaCI-Lösung angemaischtem SVV durchgeführt.

Die Versuche zur Bestimmung der Bruch- und Dilatanzfestigkeit, einaxial und triaxial, werden in entsprechenden Prüfmaschinen durchgeführt. Belastungsrahmen und Triaxialzellen sind so konstruiert, dass die Versuche entsprechend dem Kármán-Prinzip durchgeführt werden können, d. h. der auf die Mantelfläche des Prüfkörpers wirkende laterale Fluiddruck (Manteldruck)  $\sigma_2 = \sigma_3$  und der Axialdruck  $\sigma_1$  können unabhängig voneinander geregelt werden. Mit den verwendeten Triaxialprüfanlagen können Manteldrücke bis zu  $\sigma_{2,3} = 75$  MPa erzeugt werden.

# 7 Versuche zur Erfassung der Wirksamkeit von SVV-Dichtelementen

Zur Untersuchung der erreichbaren Quelldrucke und der dadurch bedingten Dichtwirkung mit SVV-Dichtelementen wurden Versuch im Technikumsmaßstab in kleinen und in großen Druckrohren sowie In-situ-Versuche in Kaligesteinen mit den Lösungen IP21 und Tachhydrit-Lösung durchgeführt. Einer der In-situ-Versuche wurde in einem großkalibrigen senkrechten Bohrloch im Carnallitit der Asse und der andere in einem ebenfalls großkalibrigen horizontalen Bohrloch im Tachhydrit der Grube Teutschenthal durchgeführt

### 7.1 Technikumsversuche in Druckrohren

Die Technikumsversuche in kleinen Druckrohren wurden im Labor in Braunschweig und die in den großen Druckrohren in der Schachtanlage Asse durchgeführt.

### 7.1.1 Versuche in kleinen Druckrohren

Die Maße und das Volumen der vier kleinkalibrigen Druckrohre sind aus Tab. 7.1 zu entnehmen. Die Wandstärke der Rohre betrug ca. 2 cm. Die Rohre wurden mit Temperaturaufnehmern und Druckaufnehmern instrumentiert s. Abb. 7.1.

Verschlossen wurden die Rohre mit Deckeln, die mit je 12 Schrauben gehalten wurden.

Tab. 7.1	Maße der kleinen Druckrohre, erreichte SVV-Schüttdichten nach der Befül-
	lung

Rohrabmaße		Rohr 1	Rohr 2	Rohr 3	Rohr 4	
Ι	[cm]	100,70	99,50	96,20	97,70	
d	[cm]	30,80	30,80	30,80	30,80	
А	[cm²]	745,06	745,06	745,06	745,06	
V	[cm <sup>3</sup> ]	75027	74133	71675	72792	
Schüttdichte [ g/cm <sup>3</sup> ]		1,37	1,35	1,40	1,37	

Abb. 7.3 zeigt das Befüllen der Rohre im Labor. Das wasserfreie MgSO<sub>4</sub> wurde in die senkrecht stehenden Rohre aus den Säcken, in denen das Material angeliefert worden war, in loser Schüttung eingefüllt. Daraus ergab sich eine Schüttdichte zwischen 1,37 bis 1,40 g/cm<sup>3</sup>. Tab. 7.2 zeigt das Protokoll der Lösungsinjektion in die mit MgSO<sub>4</sub> gefüllten Rohre 1 bis 4



Abb. 7.1 Instrumentierung der Rohre mit sechs Temperaturaufnehmern im Rohrinnern (Bild links), drei davon am Rand und drei in der Mitte sowie mit PT-100 Temperaturfühlern auf der Oberfläche der Rohre (Bild links) und mit drei Druckaufnehmern, in der Mitte der Rohre (Bild Mitte)



Abb. 7.2Rohrdeckel und Ventil für das Einfüllen der Lösung. Ein gleiches Ventil<br/>befand sich am andern Ende des Rohres für den Lösungsaustritt.


- Abb. 7.3 Befüllen der Rohre mit SVV
- Tab. 7.2
   Lösungsinjektion in die mit wasserfreiem MgSO4 gefüllten kleinen Druckrohre

Rohr	m [kg]	V [I.]
Rohr 1 mit IP21-Lösung	48,7	37,3
Rohr 2 mit IP21-Lösung	41,5	31,7
Rohr 3 mit Tachhydrit-Lsg.	57,7	39,0
Rohr 4 mit IP21-Lösung	55,8	42,9

Für die Nachuntersuchungen der Probekörper aus den Rohren wurden diese nach Versuchsende in Längsrichtung aufgeflext. Zuerst wurden die Kopfstücke abgetrennt.



Abb. 7.4 Beim Abtrennen der Kopfenden der Rohre platzten die abgeflexten Deckel mit fest anhaftendem SVV ab



Abb. 7.5 Im Einströmbereich der Lösung befand sich eine ca. 15 cm tiefe Zone mit nicht erhärtetem SVV. Durch den hier lokal herrschenden Lösungsüberschuss konnte das SVV hier nicht aushärten





Die Bruchflächen im SVV-Material, an den abgeplatzten Kopfenden, nach Abtrennen der Deckel, waren konkoidal, wie bei einem glasigen Material. Nach ganz kurzer Zeit wurde das zuerst stumpf aussehende SVV glänzend und es bildeten sich auf der Oberfläche Wasserperlen. Dies war eine Folge der großen Hygroskopität des Materials. Vor allem der aus der übersättigten Lösung auskristallisierte Bischofit nimmt schnell Luftfeuchtigkeit auf und löste sich auf. Dies war ein Hinweis darauf, dass die Proben bis zu den weiteren Untersuchungen luftdicht und trocken aufzubewahren waren.



Abb. 7.7 SVV-Material aus Rohr 2 mit IP21-Lösung mit optisch erkennbaren Inhomogenitäten



Abb. 7.8 Laufender SVV-Versuch in einem kleinen Druckrohr im Labor; auf der linken Seite Lösungseingang, HPLC-Pumpe und Waage mit Lösungsvorrat

Eine detailliertere Beschreibung der Vorgehensweise bei den Versuchen mit den kleinen Druckrohren findet sich in Anhang 1.

Nach Abbruch der Versuche wurde versucht die Schrauben der Deckel zu lösen, was jedoch wegen des großen Kristallisationsdruckes nicht gelang. Darum wurden die Deckel an beiden Enden der Rohre mit einer Flex abgetrennt. Dabei wurde bei allen Rohren mit IP21-Lösung im Lösungseinströmbereich eine konisch ins Innere des Rohres zulaufende Zone nicht ausgehärtetem SVV angetroffen. Durch den hier lokal herrschenden Lösungsüberschuss konnte das Material in diesem begrenzten Bereich nicht aushärten. Nach dem Abtrennen der Deckel wurden die Rohre in Längsrichtung aufgeschnitten, zuerst auf einer Seite und danach auf der gegenüberliegenden Seite. Der hohe Kristallisationsdruck hatte zur Folge, dass die Rohre nach erfolgtem ersten Längsschnitt sofort aufgedrückt wurden. Nach erfolgtem zweiten Längsschnitt, auf der gegenüberliegenden Seite platzten die beiden Hälften mit lauten Knall auseinander und an Teilen der Rohrwandung haftete fest verwachsenes SVV, das sich nur mit großem Kraftaufwand lösen ließ. Die SVV-Probekörper waren in allen vier Rohren über die gesamte Länge fest und dicht, allerdings in den Rohren 1, 2 und 4 mit IP21-Lösung optisch weniger homogen als in Rohr 3 mit Tachhydrit-Lösung.

### 7.1.2 Versuche in großen Druckrohren

Die SVV-Versuche in großen Druckrohren wurden im Forschungsbergwerk Asse auf der 574-m-Sohle in der Begleitstrecke vor den Kammern 8 und 9 durchgeführt.



Abb. 7.9 Ausschnitt der 574 m-Sohle mit den Versuchsorten für die großen Stahlrohre und dass vertikalen Großbohrloch im Carnallitit

In Abb. 7.9 ist ein Ausschnitt der 574 m-Sohle mit den SVV-Versuchsorten für die großen Druckrohre und für das vertikale Großbohrloch im Carnallitit dargestellt. Die Ver-

suchsorte sind vom Grubenbetrieb bergtechnisch vorbereitet und gesichert worden. Die für den Versuchsbetrieb notwendige Bewetterung, Stromversorgung, Beleuchtung und Telefonanschlüsse für Datenfernübertragung und Kommunikation wurden installiert. Die Datenerfassungs- und Übertragungsanlage wurde in einem staubdichten Schrank untergebracht.

Es wurden vier Versuche in vier Stahlrohren durchgeführt. In Abb. 7.10 ist ein Rohr mit den Versuchs- und Messkomponenten dargestellt. Die Rohre wurden von der Fa. InfraServ/Höchst aus Frankfurt bezogen, die sie hergestellt und getestet hat. InfraServ ist ein führender Industriedienstleister für Chemie und verwandte Prozessindustrien. Aufgrund der Erfahrungen aus den vorab durchgeführten kleinkalibrigeren Labor- und Technikumsversuchen waren an InfraServ folgende Anforderungen gestellt worden: Laugendichte Verschraubbarkeit, nachgewiesene Druckbelastbarkeit von 40 bar. Weitere Informationen können dem Anhang 2 (Sonderbetriebsplan Nr. 1/2001, G.-Nr. W 5010-4/01 vom 12.03.2001) entnommen werden.

Tab. 7.3	Rohrabmessungen und die Schüttdichte der Befüllung mit wasserfreiem
	MgSO <sub>4</sub>

Ro	hrabmaße	Rohr 1				
I	[cm]	100,70				
d	[cm]	30,80				
А	[cm <sup>2</sup> ]	745,06				
V	[cm <sup>3</sup> ]	74506,00				
Scł	nüttdichte [ g/cm <sup>3</sup> ]	1,38				

Die vier Rohre wurden auf zwei 1,20 m hohe Schwerlastböcke mit einer Tragfähigkeit von 2x1500 kg horizontal aufgestellt, mit SVV gefüllt und danach mit Lösung geflutet.

Rohr 1: calciniertes Magnesiumsulfat mit IP21-Lösung

Rohr 2: calciniertes Magnesiumsulfat mit Tachhydrit-Lösung

Rohr 3: pelletiertes Magnesiumsulfat mit IP21-Lösung

Rohr 4: pelletiertes Magnesiumsulfat mit Tachhydrit-Lösung



Abb. 7.10 Prinzipskizze des Stahlrohres mit der Pumpe für die Laugeninjektion und der Datenerfassungsanlage

Zwei Varianten der Einbringung des wasserfreien Magnesiumsulfats wurden getestet: Rieselfähiges calciniertes Pulver mit einer Korngröße von 0 bis 1 mm und einer Schüttdichte von 1300 kg/m<sup>3</sup> wurde einmal lose eingebracht und einmal auf 1530 kg/m<sup>3</sup> verdichtet.

Für die Befüllung der Rohre wurde ein Flanschdeckel abgenommen und das Material mit der Sprengstoffverblasanlage – wie in Abb. 7.11 dargestellt - eingeblasen. Für die Verfüllung des Resthohlraumes am Ende des Rohres (Schüttrampe) wurde der Flanschdeckel wieder aufgeschraubt und das notwendige Material für die Verfüllung des Resthohlraumes über die Entlüftungsbohrung im Deckel eingeblasen. Zur Erfassung der erreichten Schüttdichte im Rohr wurde die in die Blasanlage eingefüllte Menge erfasst und das leere und das gefüllte Rohr mit einer Kranhakenwaage gewogen. Für die Wägung wurde das Rohr mit einem Kettenzug, der über einem 3 t-Spreizhülsen-Gebirgsanker in der Firste befestigt war, angehoben und auf der Kranhakenwaage das Gewicht abgelesen. Zwei Rohre wurden mit IP21-Lösung und zwei mit Tachhydrit-Lösung geflutet. Mit beiden Lösungen wurden jeweils ein Rohr mit verdichtetem und ein Rohr mit unverdichtetem Magnesiumsulfat geflutet. Für die Flutung standen zwei Pumpen zur Verfügung:

- 1. Typ Lutz 1/2" mit einer Förderrate von 53 l/min und einem Maximaldruck von 2 bar.
- 2. Typ Besta HD 2-300 mit einer Förderrate von 0,4 l/min und einem Maximaldruck von 100 bar.

Im ersten Schritt wurde der Porenraum mit hoher Förderrate und geringem Druck über das Flutventil im Flanschdeckel in kurzer Zeit weitestgehend mit Lösung befüllt, bis aus den Entlüftungsventilen Lösung austrat. Im zweiten Schritt wurde die Pumpe mit geringer Förderrate und hohem Druck an das Flutventil angeschlossen und bei offenen Entlüftungsventilen weiter geflutet. Sobald aus den Entlüftungsventilen keine Luft mehr austrat, wurden die Entlüftungsventile geschlossen und das System mit Lösung bis auf 5 bar aufgepumpt und konstant gehalten. In dieser Druckstufe wurden etwa im Abstand von 10 Minuten die Entlüftungsventile vorsichtig geöffnet und noch aus dem Porenraum aufsteigende Restluft abgelassen. Nachdem aus den Entlüftungsventilen keine Restluft mehr austrat, wurden diese verschlossen und das System mit Lösung bis auf 35 bar aufgepumpt. Der Laugendruck wurde dann über zwei Wochen konstant gehalten. Danach wurden sämtliche Ventile geschlossen. Damit war die Reaktion SVV-Salzlösung in Gang gesetzt und der Selbstverschlussmechanismus ausgelöst worden. Während und nach der Flutung wurde das befüllte Rohr täglich gewogen, um die eingebrachte Laugenmenge sowie eventuelle Laugenverluste infolge Leckagen zu erfassen.

Infolge der Hydratation des wasserfreien Magnesiumsulfates und der damit verbundenen Volumenzunahme stieg der Gesamtdruck bald über den aufgegebenen Lösungsdruck. Damit der für das Rohr zulässige Maximaldruck von 40 bar nicht überschritten wurde, war an der Entlüftungsbohrung über ein T-Stück neben dem Entlüftungsventil auch ein Überdruckventil angeschlossen worden, das auf 40 bar eingestellt war. Die über das Überdruckventil eventuell austretende Lösungsmenge hätte aufgefangen und in der Massenbilanz bei der Auswertung der Versuche berücksichtigt werden können.

An der Rohroberfläche wurden über kalibrierte Dehnungsmessstreifen und die in die Flanschdeckel eingeschraubten elektronischen Druckaufnehmer und elektronische Temperaturfühler (PT100) der Kristallisationsdruck und die Temperatur im Rohr erfasst.

Sämtliche Messwertaufnehmer und die Waagen zur Erfassung der ins Rohr eingebrachten Laugenmenge waren an eine Datenerfassungsanlage Typ ALMEMO 5990-1 angeschlossen. Über ein MODEM und eine Telefonleitung wurden die Daten zur GRS nach Braunschweig übertragen und über einen Zeitraum von 4 Wochen einmal täglich ausgewertet.



Abb. 7.11 Sprengstoff - Verblasanlage links: Skizze zur Einbringtechnik in Rohre und Großbohrlöcher rechts:Foto der Anlage



Abb. 7.12 Großkalibriges Druckrohr in der Asse

Die Messwerterfassung wurde über zwei Datenerfassungsanlagen und die dazugehörigen Messwertaufnehmer sichergestellt. Diese Anlagen wurden für alle Technikumsund In-situ-Versuche eingesetzt und je nach Bedarf angepasst. Es handelt sich hierbei um eine ALMEMO Anlage und eine Glötzl-Anlage MDL 41/40. Eine detaillierte Beschreibung beider Anlagen in der Konfiguration, wie sie im In-situ-Versuch in Teutschenthal eingesetzt wurde, findet sich in Anhang 3 (Technischer Bericht über die Datenerhebung der Messdaten im SVV2 Projekt).

Die folgenden Tabellen zeigen die Art der Flutung der vier großen Druckrohre.

Pumpentyp	Datum	Waage [g]	m [kg]	V [cm³]	V [I]	Druck vorn [bar]	Druck hinten [bar]	
Gartenpumpe	05.03.2007	154669	154,669	118357,06	118,36			
BESTA-Pumpe	06.03.2007	12265	12,265	9385,52	9,39			
BESTA-Pumpe	06.0309.03.2007	5601	5,601	4286,04	4,29			
BESTA-Pumpe	13.03.07	0,0						
	13.03.07	835,0	0,835	638,97	0,64			
BESTA-Pumpe	20.03.07 10:40	0,0				17,4	19,8	
	20.03.07 11:30	622,0	0,622	475,97	0,48	36,4	36,1	
BESTA-Pumpe	27.03.07 08:40	0,0						
	27.03.07 10:41	660,0	0,660	505,05	0,51			
BESTA-Pumpe	03.04.07 09:25	0,0				18,2	20,4	
	03.04.07 10:15	511,6	0,512	391,49	0,39	36,4	35,4	
BESTA-Pumpe	10.04.07 11:32	0,0				18,1	19,9	
	10.04.07 12:16	560,1	0,560	428,60	0,43	37,7	35,9	
BESTA-Pumpe	17.04.07 09:33	0,0				17,2	18,7	
	17.04.07 10:19	820,0	0,820	627,49	0,63	37,8	35,8	
BESTA-Pumpe	24.04.07 09:20	0,0				16,3	17,5	
	24.04.07 11:16	1107,5	1,108	847,49	0,85	37,9	37,6	
BESTA-Pumpe	02.05.07 09:17	0,0				14,9	15,8	
	02.05.07 10:27	1113,0	1,113	851,70	0,85	37,9	36,2	
BESTA-Pumpe	08.05.07 09:00	0,0				18,1	19,7	
	08.05.07 10:09	800,8	0,801	612,79	0,61	36,6	35,6	
BESTA-Pumpe	15.05.07 09:00	0,0				17,3	18,2	
	15.05.07 10:02	586,9	0,587	449,11	0,45	36,9	35,2	
BESTA-Pumpe	22.05.07 08:50	0,0				18,4	19,2	
	22.05.07 10:07	529,2	0,529	404,96	0,40	36,4	35,3	
BESTA-Pumpe	29.05.07 09:28	0,0				17,6	18,4	
	29.05.07 10:20	697,0	0,697	533,36	0,53	37,7	34,5	
BESTA-Pumpe	05.06.07 10:21	0,0				19,0	19,8	
	05.06.07 11:06	440,0	0,440	336,70	0,34	35,7	32,0	
Summe			181,82	139132,31	139,13			
Gesamtgewicht Rohr 1 am 22.05.2007: 1360 kg (Gewicht mit Augenwaage bestimmt)								

Tab. 7.4Versuchsprotokoll der Einbringung von IP21-Lösung (Dichte: 1,3068 g/cm³)in Rohr 1

\*\*\* 12.06.2007 = nach Gespräch mit Dr. Herbert erfolgt kein Nachpressen von Lösung mehr!!! Durch Undichtigkeiten an den Rohrdeckeln tritt ein Lösungsverlust und ein damit verbundener Druckabfall im System auf!

Tab. 7.5	Versuchsprotokoll der Einbringung von Tachhydrit –Lösung (Dichte:
	1,454 g/cm³ bei 30,9 °C) in Rohr 2

Pumpentyp	Datum	Waage [g.]	m [kg]	V [cm³]	V [I]	Druck vorn [bar]	Druck hinten [bar]
Gartenpumpe	13.03.07	183932	183,933	126501,10	126,50		
BESTA-Pumpe	13.03.07 15:00	9750	9,750	6705,64	6,71		
BESTA-Pumpe	13.0314.03.07	25331	25,331	17421,60	17,42		
BESTA-Pumpe	14.0315.03.07	3077,0	3,077	2116,23	2,12		
BESTA-Pumpe	15.0320.03.07	169,0	0,169	116,23	0,12		
BESTA-Pumpe	20.03.07 09:30	0,0				24,1	16,2
	20.03.07 10:30	109,0	0,109	74,97	0,07	52,2	16,2
BESTA-Pumpe	27.03.07 10:50	0,0				25,2	14,2
	27.03.07 11:00	44,0	0,044	30,26	0,03	52,5	14,2
BESTA-Pumpe	03.04.07 08:50	0,0				25,9	13,0
	03.04.07 09:00	60,0	0,060	41,27	0,04	51,5	13,0
BESTA-Pumpe	10.04.07 12:30	0,0				27,1	12,1
	10.04.07 12:35	62,0	0,062	42,64	0,04	53,9	12,1
BESTA-Pumpe	17.04.07 09:13	0,0				28,3	11,5
	17.04.07 09:20	66,8	0,067	45,94	0,05	54,3	11,5
BESTA-Pumpe	24.04.07 11:30	0,0				29,6	11,0
	24.04.07 11:40	60,0	0,060	41,27	0,04	55,3	11,0
BESTA-Pumpe	02.05.07 09:00	0,0				30,5	10,7
	02.05.07 09:05	55,0	0,055	37,83	0,04	55,0	10,7
BESTA-Pumpe	08.05.07 10:28	0,0				34,2	11,8
	08.05.07 10:41	45,0	0,045	30,95	0,03	57,3	11,8
BESTA-Pumpe	15.05.07 10:11	0,0				33,2	11,1
	15.05.07 10:30	46,0	0,046	31,64	0,03	56,2	11,1
BESTA-Pumpe	22.05.07 10:20	0,0				33,9	10,7
	22.05.07 10:33	40,8	0,041	28,06	0,03	55,4	10,7
BESTA-Pumpe	29.05.07 10:26	0,0				34,6	10,7
	29.05.07 10:30	24,0	0,024	16,51	0,02	56,3	10,7
BESTA-Pumpe	05.06.07 09:30	0,0				35,4	10,7
	05.06.07 09:35	37,0	0,037	25,45	0,03	54,8	10,7
BESTA-Pumpe	12.06.07 09:50	0,0				35,6	10,2
	12.06.07 09:55	34,0	0,034	23,38	0,02	54,2	10,2
BESTA-Pumpe	19.06.07 08:30	0,0				37,2	10,3
	19.06.07 08:41	32,0	0,032	22,01	0,02	55,5	10,3
BESTA-Pumpe	26.06.07 10:21	0,0				37,8	10,2
	26.06.07 10:31	27,0	0,027	18,57	0,02	55,3	10,2
BESTA-Pumpe	03.07.07 09:15	0,0				38,8	10,0
	03.07.07 09:21	25,0	0,025	17,19	0,02	55,0	10,0
BESTA-Pumpe	10.07.07 10:47	0,0				37,7	9,3
	10.07.07 10:53	22,5	0,023	15,47	0,02	53,5	9,3
Summe			223,050	153404,20	153,40		
Gesamtgewicht	Rohr 2 am 22.05.2	007: 1394	<b>kg</b> (Gewi	cht mit Auge	nwaage k	pestimmt)	

Pumpentyp	Datum	Waage [g.]	m [kg]	V [cm³]	V [ltr.]	Druck vorn [bar]	Druck hinten [bar]
Gartenpumpe	14.05.07 08:25	99841	99,841	76401,13	76,40		
Hand-Pumpe	14.05.07-10:30	60000	60,000	45913,68	45,91		
BESTA-Pumpe	14.05.07-12:16	9281,3	9,281	7102,31	7,10		
BESTA-Pumpe	14.0515.05.07	10720,2	10,720	8203,40	8,20	40,5	36,4
BESTA-Pumpe	15.0522.05.07	3617,0	3,617	2767,83	2,77	41,2	38,7
BESTA-Pumpe	29.05.07 08:28	0,0				28,4	25,6
	29.05.07 08:51	168,0	0,168	128,56	0,13	40,1	27,6
BESTA-Pumpe***	29.05.07 08:55	0,0				40,1	27,6
	29.05.07 09:25	255,0	0,255	195,13	0,20	38,6	38,4
BESTA-Pumpe	05.06.07 09:41	0,0				31,4	28,0
	05.06.07 10:05	106,0	0,106	81,11	0,08	40,8	29,2
BESTA-Pumpe***	05.06.07 10:06	0,0				39,0	29,4
	05.06.07 10:18	212,0	0,212	162,23	0,16	37,5	38,0
BESTA-Pumpe	12.06.07 10:35	0,0				33,6	30,3
	12.06.07 10:55	75,0	0,075	57,39	0,06	41,7	30,9
BESTA-Pumpe***	12.06.07 10:56	0,0				41,7	30,9
	12.06.07 11:05	139,0	0,139	106,37	0,11	38,7	38,8
BESTA-Pumpe	19.06.07 09:10	0,0				36,4	32,6
	19.06.07 09:33	57,5	0,058	44,00	0,04	42,6	33,4
BESTA-Pumpe***	19.06.07 09:35	0,0				42,6	33,4
	19.06.07 09:48	95,0	0,095	72,70	0,07	40,5	39,3
BESTA-Pumpe	26.06.07 09:10	0,0				38,4	34,9
	26.06.07 09:38	50,0	0,050	38,26	0,04	43,3	35,8
BESTA-Pumpe	03.07.07 09:50	0,0				37,9	34,1
	03.07.07 10:22	60,0	0,060	45,91	0,05	43,5	35,3
BESTA-Pumpe	10.07.07 09:46	0,0				36,4	32,4
	10.07.07 10:40	93,0	0,093	71,17	0,07	43,1	34,5
Summe			184,770	141391,18	141,39		
Gesamtgewicht Re	Gesamtgewicht Rohr 3 am 22.05.2007 = 1381 kg (Gewicht mit Augenwaage bestimmt)						

Tab. 7.6	Versuchsprotokoll der Einbringung von IP21-Lösung (Dichte: 1,3068 g/cm <sup>3</sup> )
	in Rohr 3

\*\*\* Befüllung von hinten!!!!!

Pumpentyp	Datum	Waage [g.]	m [kg]	V [cm³]	V [I]	Druck vorn [bar]	Druck hinten [bar]
Gartenpumpe	29.05.07 10:50	125390,4	125,390	86238,24	86,24		
BESTA-Pumpe	29.05.07	2455	2,455	1688,45	1,69		
Hand-Pumpe	29.05.07 13:30	45200	45,200	34588,31	34,59		
BESTA-Pumpe	29.0530.05.07	13163,5	13,164	10073,08	10,07	45,3	13,7
BESTA-Pumpe***	30.05.07 09:20	0,0				45,3	13,7
	30.05.07 09:55	270,0	0,270	206,61	0,21	31,5	37,9
BESTA-Pumpe	30.0505.06.07	2442,0	2,442	1868,69	1,87	48,1	10,0
BESTA-Pumpe***	05.06.07 09:15	0,0				48,1	10,0
	05.06.07 09:26	298,0	0,298	228,04	0,23	48,0	35,4
BESTA-Pumpe	12.06.07 09:56	0,0				38,2	19,3
	12.06.07 10:05	12,3	0,012	9,41	0,01	45,0	19,3
BESTA-Pumpe***	12.06.07 10:10	0,0				45,0	19,3
	12.06.07 10:29	88,2	0,088	67,49	0,07	44,9	36,7
BESTA-Pumpe	19.06.07 08:45	0,0				45,0	29,7
	19.06.07 08:55	3,7	0,004	2,83	0,00	47,4	29,7
BESTA-Pumpe***	19.06.07 08:55	0,0				47,4	29,7
	19.06.07 09:05	22,5	0,023	17,22	0,02	47,4	37,0
BESTA-Pumpe	26.06.07 09:46	0,0				47,6	34,9
	26.06.07 09:55	1,0	0,001	0,77	0,00	48,7	34,9
BESTA-Pumpe***	26.06.07 09:58	0,0				48,7	34,9
	26.06.07 10:17	7,0	0,007	5,36	0,01	48,7	37,2
BESTA-Pumpe	03.07.07 09:25	0,0				47,8	36,0
	03.07.07 09:30	3,0	0,003	2,30	0,00	48,7	36,0
BESTA-Pumpe***	03.07.07 09:32	0,0				48,7	36,0
	03.07.07 09:43	2,5	0,003	1,91	0,00	48,7	37,0
BESTA-Pumpe	10.07.07 10:56	0,0				44,8	30,3
	10.07.07 11:02	6,0	0,006	4,59	0,00	47,9	30,3
BESTA-Pumpe***	10.07.07 11:06	0,0				47,9	30,3
	10.07.07 11:20	23,0	0,023	17,60	0,02	47,9	37,3
Summe			189,388	135020,9	135,021		

Tab. 7.7Versuchsprotokoll der Einbringung von Tachhydrit –Lösung (Dichte:1,454 g/cm³ bei 30,9 °C) in Rohr 4

Gesamtgewicht Rohr 4 am 29.05.2007: 1341 kg (Gewicht mit Augenwaage bestimmt) Gesamtgewicht Rohr 4 vor Flutung am 29.05.2007: 1167 kg

\*\*\* Anschluss Dehnungsmessstreifen an Datenerfassung am 29.05.07 gegen 10:50 im Wechsel mit Dehnungsmessstreifen = Hinten Rohr 1

\*\*\* Befüllung von hinten !!!!!

#### 7.2 In-situ-Versuche

Die In-situ-Großversuche hatten zum Ziel die Übertragbarkeit der Ergebnisse aus den kleinkalibrigen Laborversuchen in den ca. 100 cm<sup>3</sup> fassenden Druckzellen und aus den Technikumsversuchen mit Druckrohren größerer Volumina (kleine Rohre 0,25 m<sup>3</sup>, große Rohre 0,78 m<sup>3</sup>) auf In-situ-relevante Volumina und Geometrien zu überprüfen. Bereits im Vorhaben 02 C 0830 waren zwei SVV-Versuche in horizontalen Bohrlöchern im Steinsalz des Versuchsbergwerkes Asse durchgeführt worden. Diese Bohrlöcher hatten ein Volumen von ca. 4,7 m<sup>3</sup>. Im neuen Vorhaben wurden ähnliche Versuche mit SVV in einem vertikalen Großbohrloch im Carnallitit der Asse (4,7 m<sup>3</sup>) und in einem horizontalen Großbohrloch im Tachhydrit der Grube Teutschenthal (6,8 m<sup>3</sup>) durchgeführt, um zu demonstrieren, dass es möglich ist Hohlräume unterschiedlicher Größe und Geometrie auch in unterschiedlichen Kalisalzen laugendicht und langzeitsicher zu verschließen. Angestrebt wurden Gesamtpermeabilitäten des Systems Salzgebirge-Auflockerungszone-SVV-Dichtelement-Widerlager von kleiner als 10<sup>-18</sup> m<sup>2</sup>. Besonderes Augenmerk wurde auch auf die praktischen Aspekte der Herstellung der Verschlüsse, der Instrumentierung, der Datenerfassung und der Nachvollziehbarkeit und Nachprüfbarkeit der Ergebnisse gelegt. Die detaillierten Protokolle aller Einzelschritte und Ergebnisse liegen diesem Bericht bei und sollen dazu beitragen, dass alle gemachten Erfahrungen bei Bedarf jederzeit nachlesbar sind.

## 7.2.1 Versuche in großkalibrigen horizontalen Bohrlöchern im Steinsalz des Versuchsbergwerks Asse

Über diese Versuche wurde im Abschlussbericht des Vorhabens 02 C 0830, im GRS-220, ISBN 3-931995-90-9 berichtet. Details können dort nachgelesen werden. Hier sollen nur die wichtigsten Schlussfolgerungen widergegeben werden, die sich aus diesen Versuchen ergeben haben:

Selbst Verheilende Salzmischungen (SVV) auf der Basis von Magnesiumsulfat (calciniert) führen im Kontakt mit salinaren Lösungen zu hydraulischen Abdichtungen unabhängig von der initialen Zusammensetzung der Lösung. Mit der geochemischen Reaktion verbunden ist die Vergrößerung des Feststoffvolumens, wodurch es zur Entwicklung eines Kristallisationsdruckes kommt. Der initiale Porenraum wird durch die Bildung von hydratisierten Magnesiumsulfat und ausgefällten Doppelsalzen geschlossen. Mit der Reaktion wird der mobile Wasseranteil der Lösung im Kristallgitter von metastabilen und stabilen Mineralen gebunden. Die Reaktion führt zur Bildung einer arteigenen langzeitstabilen Mineralparagenese. Eine vollständig durchreagierte Salzmatrix enthält kein freies Wasser. Ein mit einer hohen Porosität eingebrachter, loser Salzversatz wird durch die Reaktion in eine kompakte, mechanisch konsolidierte Salzmatrix mit hoher abdichtender Wirkung überführt.

Die Bildung einer Abdichtung ist unabhängig vom betrachteten Größenmaßstab, sie ist jedoch abhängig von der zeitlichen und räumlichen Entwicklung. Mit größer werdendem Maßstab wurden folgende phänomenologischen Abhängigkeiten festgestellt:

- Die zeitliche Entwicklung einer Abdichtung ist nicht proportional von Laugenvolumen zu Querschnittsfläche, sondern vielmehr von Laugenvolumen zu reagiertem Feststoffvolumen.
- Die integrale Permeabilität wird bestimmt durch den Durchdringungsgrad mit Lauge. Eine höhere Durchdringung führt zu niedrigeren Gesamtpermeabilitäten.
- Die Entwicklung des Kristallisationsgrades ist ebenfalls abhängig vom Durchdringungsgrad.
- Die Verteilung von strukturellen hydraulisch wirksamen Inhomogenitäten nimmt mit wachsendem Größenmaßstab zu.
- Die Bildung von bevorzugten Wegsamkeiten (Kanälen) ist bei geringem Kristallisationsdruck ausgeprägter als bei höheren Drücken.
- Eine ursprünglich hochpermeable Auflockerungszone um die Bohrlöcher herum wurde nach wenigen Wochen Reaktionszeit des SVV mit der eingebrachten Salzlösung zugedrückt.
- Infolge des sich schnell aufbauenden SVV-Kristallisationsdrucks sank die Gesamtpermeabilität des Systems Salzgebirge-Auflockerungszone-SVV-Dichtung-Widerlager nach ca. 3 Monaten Beobachtungszeit auf 10<sup>-17</sup> m<sup>2</sup>.

## 7.2.2 SVV-Versuch in einem großkalibrigen vertikalen Bohrloch im Carnallitgestein der Asse

Die vertikale Großbohrung für den SVV-Versuch im Carnallitit wurde im Versuchsbergwerk Asse auf der 574 m-Sohle, am nördlichen Stoß der Begleitstrecken gegenüber der Kammer 8 am östlichen Zugang, wie in Abb. 7.13 dargestellt, angelegt. Vor Erstellen der Bohrung mit einem Durchmesser vom einem Meter und einer vertikalen Tiefe von etwa 6,00 m wurde eine Vorbohrung mit einem Durchmesser von ca. 50 mm angelegt, an der die Gaspermeabilität des Gebirges in Abhängigkeit vom Abstand zur Sohle gemessen wurde. Danach wurde die 1,00 m Bohrung angelegt.



Abb. 7.13 Erstellung des vertikalen Großbohrlochs im Carnallitit in der Asse

Im Bohrlochtiefsten wurde sie über 0,5 m mit Gabrosplitt Korngröße 4 bis 8 mm und 0,25 m permeablen Beton (Gabrosplitt mit 10 Gew.% Portlandzement) verfüllt, um die injizierte Lösung gleichmäßig von unten nach oben über den gesamten Bohrlochquerschnitt zu verteilen. Es folgte dann die Verfüllung von 2,00 m mit calciniertem Magnesiumsulfat, das in Lagen von ca. 20 cm eingebracht und mit einem Rüttler oder Stampfer verdichtet wurde (Abb. 7.14).



Abb. 7.14 Rüttler für die Verdichtung des SVV im Bohrloch

Auf die Magnesiumsulfatverfüllung folgten 0,25 m permeabler Beton (Gabrosplitt mit 10 Gew.% Portlandzement). Über einen Stahlblechdeckel mit zwei Rohrleitungen wurden bei der Flutung die Luft aus dem Porenraum und für die Permeabilitätsmessungen die Lösung abgeführt. In die oberen 3,0 m wurde ein Betonstopfen aus Magnesiabinder als Widerlager eingebracht. Der Beton für diesen Stopfen bestand aus 1 Teil Magnesiazement mit 2 Teilen Gewerbesalz. Diese Bestandteile wurden mit IP21-Lösung dickplastisch angemischt, in die Bohrung eingebracht und mit einem Flaschenrüttler verdichtet. Der Aufbau der Bohrlochverfüllung mit der Stahlkonstruktion (Abb. 7.15) für die Abstützung des Betonstopfens ist in Abb. 7.16 und Abb. 7.17 dargestellt.



Abb. 7.15 Stahlkonstruktion für die Abstützung des Betonstopfens



Abb. 7.16Vertikales Bohrloch mit Verfüllung, SchrägbohrungenSchnitt parallel zur Strecke, Blick in Richtung nördlicher Stoß



Abb. 7.17 Vertikales Bohrloch mit Verfüllung und Stützkonstruktion Schnitt guer zur Strecke

Um vom Bergamt die Betriebsgenehmigung für den Versuch zu erhalten, wurde das Bohrloch mit einer Stahlkonstruktion gesichert, die verhindern sollte, dass durch den zu erwartenden Kristallisationsdruck der Stopfen aus dem Bohrloch herausgedrückt werden konnte. Vorgesehen war ein Flutungsdruck von 35 bar und ein Kristallisationsdruck des hydratisierten Magnesiumsulfats von etwa 40 bar. Diese Drucke werden über den Betonstopfen und eine Stahlkonstruktion auf die Firste über dem Bohrloch übertragen. Bei einem Druck von 40 bar, einem Bohrlochdurchmesser von 1,00 m und unter der Annahme, dass die Kraft weder im Magnesiumsulfat- noch im Betonstopfen auf das Gebirge übertragen wird, ergab sich für den Stahlträger eine maximale Belastung von 314 t oder 3140 kN. Für den unteren Stahlträger wurde ein Biegemoment von M = 3140  $\cdot$  2,50  $\cdot$  0,25 = 1962,5 kNm berechnet.

Gewählt wird ein HEB (IPB) 800

- 1. Biegespannung im Träger 6 =  $(1962,5 / 8980) \cdot 10^3 = 219 \text{ N/mm}^2$
- 2. kleiner als zul. Biegespannung =  $360/1,5 = 240 \text{ N/mm}^2$
- 3. Last in den Stützen: N = 3140 · 0,5 = 1570 kN

Nach den Bautechnischen Tabellen /Schneider, Werner Verlag/ kann diese Belastung bei einer Knicklänge von 3,5 m von einem Stahlträger HEB (IPB) 240 aufgenommen werden.

Zulässige Last je Stütze: N = 1790 kN

Die resultierende Last, die vom Betonstopfen auf die Stützkonstruktion übertragen wird, wurde von einer Glötzl – Kraftmessdose während der gesamten Versuchsdauer aufgenommen und registriert.

Die Flutung des Magnesiumsulfates erfolgt über den unteren Splittversatz und eine 100-mm-Schrägbohrung, in die zwei Rohrleitungen installiert wurden. Durch eine zweite Schrägbohrung, die im oberen Splittversatz endete, führten die elektrischen Leitungen für fünf Glötzl–Druckkissen und drei Glötzl–Porenwasserdruckaufnehmer. Drei der Druckkissen wurden auf der Bohrlochwandung und je eines unter und über der Magnesiumsulfatverfüllung installiert. Die Druckaufnehmer waren gleichzeitig mit Temperatursensoren ausgestattet. Die Messdaten wurden kontinuierlich von einer Glötzl– Datenerfassungsanlage aufgezeichnet. Im Bohrlochtiefsten wurden diese Schrägbohrungen mit einem hydraulischen Packer abgedichtet und zusätzlich wurden die Ringräume zwischen Packer und Streckensohle mit Beton verpresst, so dass die Kräfte auf den Packer resultierend aus dem Laugendruck auf das Gebirge abgetragen wurden.

Ziel des Versuches war:

- das Flutungsverhalten des Magnesiumsulfates
- den veränderlichen Verlauf des Porendrucks im Magnesiumsulfat
- die Temperatur im Magnesiumsulfat bei der Reaktion mit Lösung
- den Kristallisationsdruck des Magnesiumsulfates
- die Laugenpermeabilität des ausreagiertenen Magnesiumsulfates
- und die Belastung des Betonstopfens

## zu ermitteln.

Für die Flutung des gesamten Bohrloches mit Tachhydrit-Lösung wurden etwa 1,5 m<sup>3</sup> benötigt. Die Menge ist aus den jeweiligen Bohrlochvolumina, den Korndichten und den Schüttdichten errechnet.

Für die Flutung standen eine Pneumatische Umsetzpumpe sowie eine Besta HD 2-300 Pumpe mit einer Förderrate von 0,4 l/min und einem Maximaldruck von 100 bar zur Verfügung.

Die Flutung mit der Umsetzpumpe erfolgte mit max. 5 l/min. Der Anschluss der Pumpe erfolgte an die Flutungsleitung der Schrägbohrung, die im Splittversatz unten endete. Der Eingangsschlauch der Kolbenpumpe führte in einen 200 L-Behälter mit Lauge. Die Ventile der Leitungen der Schrägbohrungen sowie die Ventile der Vertikalleitung aus dem Stahlblechdeckel über dem Bohrloch waren geschlossen und wurden in Intervallen geöffnet, damit die Luft aus der gesamten Bohrlochverfüllung entweichen konnte. Um die injizierte Laugenmenge zu erfassen, wurde der volle Laugenbehälter, aus dem die Lauge gepumpt wurde, auf eine 60 kg elektronische Mettler Waage gestellt und das Gewicht kontinuierlich erfasst. Die Flutung mit 5 I/min über die untere Leitung im Splittversatz erfolgte kontinuierlich. War ein Laugenbehälter leer, wurden die Ventile zur Flutungsleitung geschlossen, die Kolbenpumpe kurz abgestellt, ein neuer Laugenbehälter auf die Waage gestellt, der Eingangsschlauch in den neuen, vollen Laugenbehälter eingesetzt und die Pumpe wieder angestellt. Die Gewichte der vollen und leeren Laugenbehälter wurden in Protokollen erfasst. Die Flutung wurde so lange fortgesetzt bis aus den Leitungen über dem Bohrlochstopfen Lauge austrat. Danach wurden die Ventile dieser Leitung geschlossen.



Abb. 7.18 Flutung des Großbohrlochs mit Tachhydrit–Lösung

Nachdem die Injektionsmenge bei einem Injektionsdruck von 35 bar unter 0,5 l/h abgefallen war, wurde anstelle der Umsetzpumpe die Besta HD 2-300 Pumpe eingesetzt worden. Die Flutungsleitung der Schrägbohrung wurde an die zentrale Leitung des Flutungsbehälters (Tauchrohr) angeschlossen. Das Gewicht des Laugenbehälters (Laugenmenge im Behälter) wurde über die Datenerfassungsanlage kontinuierlich aufgezeichnet und beobachtet.

Durch die Flutung mit 35 bar Lösungsdruck wurde, wie erwartet, schnell das ganze SVV-Volumen mit Lösung gefüllt. Der Lösungsdruck konnte jedoch nicht länger als 8 Stunden aufrechterhalten werden, da sich in dem offenbar zerrütteten Gebirge Wegsamkeiten auftaten, über die die Lösung 8 m tiefer in der Wendel austrat. Darum wurde die Laugenpumpe abgestellt und die Reaktion im SVV-Körper ohne Lösungsdruck abgewartet. Erwartungsgemäß hörte der Laugenaustritt in der Wendel sofort auf und der Kristallisationsdruck im SVV-Körper fing langsam an zu steigen.

# 7.2.3 SVV-Versuch in einem großkalibrigen horizontalen Bohrloch im Tachhydrit in der Grube Teutschenthal

In der Grube Teutschenthal auf der 658 m-Sohle (Abb. 7.19) wurde ein weiterer großmaßstäblicher In-situ-Versuch, in einem horizontalen Bohrloch, in einem Tachhydrit und Carnallit-haltigen Kaligestein durchgeführt. Abb. 7.20 zeigt eine Prinzipskizze des Versuchs einschließlich der Instrumentierung.

Der Versuchsort wurde vom Grubenbetrieb bergtechnisch vorbereitet und gesichert. Das umfasste die notwendige Bewetterung, die Stromversorgung, die Beleuchtung und den Telefonanschluss für Datenfernübertragung und Kommunikation. Die Datenerfassungs- und Übertragungsanlage wurde von der GRS in einem staubdichten Schrank untergebracht.

Das Bohrloch wurde von der Fa. Thyssen Schachtbau durch Loch-an-Loch-Bohren erstellt, da keine Krone mit dem geforderten Durchmesser von mindestens 1 m zur Verfügung stand. Die Bohrung wurde in den Stoß der Strecke vor der Kammer 210 fast horizontal, mit einer Neigung nach unten von 5 ° gebohrt (Abb. 7.21). Sie hatte nach Fertigstellung einen Durchmesser von 1,2 m und war ca. 7 m tief. Für den Versuch war es nicht erforderlich die Bohrlochwandung speziell zu präparieren. Rippen vom Lochan-Loch-Bohren und Bohrstaub waren nicht schädlich.



Abb. 7.19 Lage des Versuchsorts in der Grube Teutschenthal



Abb. 7.20 Prinzipskizze – SVV-In-situ-Versuch, horizontales Bohrloch im Bergwerk Teutschenthal, Spannunsgeber (Glötzel–Zellen, blau), Porendruckaufnehmer (rot) mit Temperaturfühlern (grün)



Abb. 7.21 Bauphase – Erstellung des Bohrlochs

Das Verschlussbauwerk bestand aus einem 2,70 m langen Dichtteil aus SVV, einem 3,70 m langen Widerlager aus Magnesiabeton und einer Flutkammer im Bohrlochtiefsten. Mit dem relativ langen Widerlager sollte einerseits das SVV-Material eingespannt werden und andererseits die streckennahe Auflockerungszone abgeschottet werden. Die Flutung des SVV erfolgte über eine Schrägbohrung ins Bohrlochtiefste, die in der mit Kies gefüllten Flutungskammer endete. Die ca. 0,55 m breite Flutungskammer wurde mit Schotter gefüllt. Eine 0,115 m starke Lochsteinmauer trennte die Flutkammer vom SVV. Zwischen dem SVV-Dichtteil und dem Widerlager befand sich eine weitere 0,100 m starke Mauer aus Betonsteinen. Die Kabel der Messfühler wurden über eine zweite Schrägbohrung aus dem Bohrloch herausgeführt. Diese Bohrung endete in der Betonsteinmauer. Durch das Widerlager und die Betonsteinmauer wurden zwei weitere Leitungen gelegt, die als Entlüftungs- und Flutungsleitungen dienten.

Die Flutung des SVV-Porenraumes erfolgt mit einer Tachhydrit-Carnallit-gesättigten Lösung, die in mehreren 1 m<sup>3</sup>-Behältern am Versuchsort zwischengelagert wurde. Die Lösung war im GRS-Labor hergestellt und in einem temperierten Lastwagen nach Teutschenthal transportiert worden. Für die Flutung des SVV-Dichtelementes standen zwei Pumpen zur Verfügung:

- 1. Typ Lutz 1/2"mit einer Förderrate von 53 l/min und einem Maximaldruck von 2 bar.
- Typ Besta HD 2-300 mit einer Förderrate von 0,4 l/min und einem Maximaldruck von 100 bar.

Bei der Flutung wurde im ersten Schritt der Porenraum mit hoher Förderrate und geringem Druck über das Flutungsventil in kurzer Zeit weitestgehend befüllt, bis aus den Entlüftungsventilen Lösung austrat. Im zweiten Schritt wurde die Pumpe mit geringerer Förderrate und hohem Druck an das Flutventil angeschlossen und bei offenen Entlüftungsventilen weiter geflutet. Sobald aus den Entlüftungsventilen keine Luft mehr austrat, wurden die Entlüftungsventile geschlossen und das System mit Lösung bis auf 5 bar aufgepumpt und konstant gehalten. In dieser Druckstufe wurden etwa im Abstand von 10 Minuten die Entlüftungsventile vorsichtig geöffnet und noch aus den Porenraum aufsteigende Restluft abgelassen. Trat aus den Entlüftungsventilen keine Restluft mehr aus, wurden diese verschlossen und das System mit Lösung auf 35 bar aufgepumpt. Der Laugendruck wurde über zwei Wochen konstant gehalten. Danach wurden sämtliche Ventile geschlossen. Über ca. zwei Monate reagierte dann das Magnesiumsulfat mit der Lösung ohne weitere Lösungszufuhr.

Sämtliche Messwertaufnehmer und die Waagen zur Erfassung der ins Bohrloch eingebrachten Laugenmenge wurden an die Datenerfassungsanlage angeschlossen. Über ein MODEM und eine Telefonleitung wurden die Daten zur GRS nach Braunschweig übertragen und täglich ausgewertet.

Die Flutung der Bohrung erfolgte über die hintere Schrägbohrung durch zwei 12 mm Edelstahlleitungen. In der Strecke ragten die Leitungen etwa 2 m aus dem Bohrloch, damit die Flutungsleitungen an der Pumpe angeschlossen werden konnten. An die Leitungen waren ein Absperrventil, über ein Kreuzstück ein Keller-Druckaufnehmer sowie ein optisches Manometer bis 50 bar und eine Kupplung für die Laugenpumpen bzw. die Flutungsbehälter angeschlossen. Im Versuchsbohrloch endete eine Leitung in der Bohrlochmitte etwa 50 cm über der Sohle und die andere Leitung endete in der Bohrlochmitte etwa 60 cm über der Sohle. In der Strecke wurden diese beiden Leitungen unverwechselbar markiert. Die Rohrleitung war am Ende über 10 cm mit Bohrungen, Durchmesser 2 mm, perforiert worden.

Die Rohrleitungen wurden zunächst provisorisch fixiert. Danach wurde die Schrägbohrung mit Bauschaum verschlossen. Eventuelle Wegsamkeiten an der Bohrlochwandung wurden mit dickplastischem Magnesiumzementmörtel verspachtelt. Nach Aushärtung der Verspachtelung wurde die Schrägbohrung von der Strecke aus mit flüssigem Magnesiabeton verfüllt.

Um die über die Rohrleitung in der hinteren Schrägbohrung injizierte Lauge möglichst über den gesamten Querschnitt gleichmäßig zu verteilen, wurden im Bohrlochtiefstem ca. 55 cm Kies mit einer Korngröße von 16 – 32 mm eingebaut. Der Kies wurde per Hand eingebracht. Dabei wurde darauf geachtet, dass die 12 mm Edelstahlrohrleitungen nicht beschädigt oder in ihrer Lage verändert wurden. Parallel dazu wurde eine 11 cm starke Lochsteinmauer aus Poroton–Stein errichtet um eine Trennung des später einzubringenden Magnesiumsulfats von der Flutkammer zu gewährleisten (Abb. 7.22).



Abb. 7.22 Bauphase – Flutungskammer mit Flutungsleitungen, Kiesschüttung und Lochsteinmauer

In die 3,0 m Magnesiumsulfatverfüllung wurden 5 Betonspannungsgeber und 3 Porenwasserdruckgeber der Fa. Glötzl eingebaut. Die elektrischen Leitungen der Druckaufnehmer wurden in je einem Schlitz in der Bohrlochwand zur oberen Schrägbohrung und durch diese Schrägbohrung in die offene Strecke zur Datenerfassungsanlage geführt. Für die Erfassung der unteren vertikalen Kristallisationsdruckkomponente wurde auf die permeable Lochsteinmauer der Glötzl-Spannungsgeber, Typ EBVW 20/30 K100, aufgebracht (Abb. 7.23, rechts). Der Spannungsgeber wurde mit 4 Schrauben und Dübeln durch die 4 Ösen an den Ecken fixiert. Bei den weiteren Arbeiten wurde darauf geachtet, dass der Spannungsgeber nicht beschädigt wird. Die elektrische Leitung wurde über die Sohle zur Bohrlochwand, durch einen Schlitz in der Bohrlochwand zur oberen Schrägbohrung, durch die Schrägbohrung in die Strecke geführt und an die Datenerfassunsanlage angeschlossen. Danach wurde die Funktion des Druckkissens überprüft, der Messwert ohne Belastung ermittelt und protokolliert.



Abb. 7.23 Glötzl-Druckaufnehmer an der Bohrlochwand und auf der permeablen Lochsteinmauer

Für die Erfassung der Horizontalkomponenten des Kristallisationsdruckes wurden vor dem Einbringen des Magnesiumsulfates drei Glötzl-Spannungsgeber gleichen Typs in 0,75 m, 1,50 m und 2,25 m vor der permeablen Lochsteinmauer (Abb. 7.23) auf drei Umfangsegmenten (Abb. 7.24) angebracht. Die Spannungsgeber wurden an der Bohrlochwand fixiert und für den direkten Kraftschluss mit Magnesiummörtel hinterfüllt.

Für die Erfassung des Lösungsrucks im Porenraum des aushärtenden SVVs wurden beim Einbringen des Magnesiumsulfates die Glötzl-Porenwasserdruckgeber, Typ EPVW 4S 100R5, in den Höhen von 0,3 m, 0,6 m und 0,9 m etwa 25 cm von der Bohrlochwand jeweils um ein Drittel versetzt horizontal eingebaut. Die elektrische Leitung eines jeden Sensors wurde über die verdichtete Lage SVV zur Bohrlochwand, durch den Schlitz in der Bohrlochwand zur oberen Schrägbohrung, durch die Schrägbohrung in die Strecke geführt und an die Datenerfassungsanlage angeschlossen. Danach wurde die Funktion überprüft. Auf den eingebauten Porenwasserdruckgeber wurde dann die nächste Lage Magnesiumsulfat aufgebracht. Sobald die letzte Lage Magnesiumsulfat eingebracht war, wurde zur Erfassung der Vertikalkomponente des Kristallisationsdruckes am vorderen Ende des Versatzkörpers ein Glötzl-Betonspannungsgeber flachliegend aufgebracht.



# Abb. 7.24 Anordnung der Glötzl-Spannungsgeber zur Erfassung des Gesamtdrucks im SVV-System (Laugendruck + Kristallisationsdruck) während der Reaktion und des Kristallisationsdrucks nach Verbrauch der Lösung am Ende der Reaktion

Nachdem alle Glötzl-Komponenten installiert waren, wurden die elektrischen Leitungen durch die Schrägbohrungen geführt, die Druckaufnehmer getestet und die Schrägbohrung verfüllt. Hierfür wurden die elektrischen Leitungen gleichmäßig auf den Umfang der Schrägbohrungen verteilt und die Schrägbohrung mit Bauschaum verschlossen.

Zur Ermittlung der Temperaturentwicklung während der Flutungs- und Reaktionsphase wurden zusätzlich drei Thermoelemente auf Höhe der Glötzl-Porenwasserdruckgeber eingebaut, an die Erfassungsanlage angeschlossen und ihre Funktion überprüft.

Zur Datenerfassung (Abb. 7.25) wurden, wie schon beschrieben, eine ALMEMO Messwerterfassungsanlage, Typ 5690-1M09 sowie eine Glötzl Mikromessstation MDL41 eingesetzt. Für die Online Überwachung während der gesamten Versuchsdauer vom Standort Braunschwieg aus wurde vom Betrieb GTS in Teutschenthal ein Modemanschluss zur Verfügung gestellt.



Abb. 7.25 Bauphase – Einrichten und Anschließen der Datenerfassung

### Verfüllung der Versuchsbohrung mit Magnesiumsulfat

Nachdem das Druckkissen auf der Lochsteinmauer und die Druckkissen an der Bohrlochwandung sowie die Thermoelemente installiert worden waren, wurde das wasserfreie Magnesiumsulfat in die Versuchsbohrung eingebaut (Abb. 7.26). Dieser Einbau erfolgte mittels einer Blasanlage. Die Füllmenge wurde durch Wägung festgestellt und protokolliert. Als der untere Schüttkegel die drei Metermarke in der Bohrung erreicht hatte, wurde damit begonnen schrittweise eine Betonsteinmauer (Abb. 7.27) zu errichten.

Bei einer Höhe von 0,6 m von der Bohrlochsohle aus gemessen wurde ein Glötzl-Spannungsgeber auf der Mauer installiert. Als nächstes wurden bei einer Höhe von ca. 1,1 m bis 1,15 m zwei 12 mm Edelstahlrohre, welche am Ende über 10 cm mit Bohrungen, Durchmesser 2 mm, perforiert waren, durch die Betonsteinmauer ca. 20 cm in die Magnesiumsulfat Schüttung montiert. Diese Rohre führten durch den späteren Bohrlochstopfen bis 2 Meter in die Strecke, um die Bohrung während der Flutung zu entlüften sowie die Strömungsmesseinrichtungen und die Auffangbehälter für die durchströmte Lauge anzuschließen.

Die verbleibenden ca. 3,5 m des Bohrloches wurden mit einem Magnesiabeton (Abb. 7.28, links) verfüllt und mit einer Injektionsschleife zum Nachverpressen mit Gießharz

versehen. Erstellt wurde der Bohrlochstopfen von der TS Bau GmbH, Niederlassung Jena.



Abb. 7.26 Bauphase – Einbau und Verdichten von Magnesiumsulfat



Abb. 7.27 Bauphase – Trennmauer zwischen Magnesiumsulfat und Widerlager



Abb. 7.28 Bauphase – Einbau des Magnesiabeton–Widerlagers

Auf den Salzbetonstopfen wurde eine Stahlplatte aufgebracht und am Stoß verankert (Abb. 7.29). Zwischen Stahlplatte und Bohrlochstopfen wurde ein Glötzl – Kraftmessgeber Typ KLN 1000 VW installiert (Abb. 7.28, rechts). Die resultierende Last, die vom Betonstopfen auf die Stützkonstruktion übertragen wird, wurde während der gesamten Versuchsdauer aufgenommen und registriert.



Abb. 7.29 Bauphase – Anbringen der Sicherheits- Stahlplatte

Die Flutung des SVV mit Tachhydrit-gesättigter Lösung wurde wie geplant und beschrieben durchgeführt. Es wurde ein Flutungsdruck von 20 bar im Bauwerk erreicht. Dieser Fluiddruck konnte jedoch nur über einen kurzen Zeitraum aufrechterhalten werden, da Lösung über den Magnesiabetonstopfen sowie über Kabel- und Ankerbohrungen in die Strecke austrat. Die Flutung wurde daraufhin für einen Monat gestoppt, um zunächst die Reaktion des SVV mit der Tachhydrit-gesättigten Lösung abzuwarten. Nach dieser einmonatigen Reaktionsphase wurde mittels einer Injektionspumpe ein Lösungsdruck von 5 bar aufgebracht und über eine Woche lang aufrechterhalten. Danach wurden alle Ventile geschlossen. Der Druckverlauf im abgeschlossenen Bauwerk wurde bis zum Beginn des geplanten Injektionstests ständig beobachtet. Die gemessenen Kristallisationsdrucke waren in verschiedenen Teilen des SVV-Stopfens unterschiedlich. Anfangs wurde lediglich an dem Druckaufnehmer, welcher direkten Kontakt zum Betonwiderlager hat, ein ansteigender Druck registriert. Die andern Fühler erkannten den aufgegebenen Lösungsdruck, fielen jedoch nach Abstellen der Pumpe wieder ab, was darauf zurückzuführen ist, dass der Quelldruck im Kontaktbereich zum Tachhydritgebirge bisher noch auf keinen Widerstand gestoßen war.

### Injektionstest

Ein Injektionstest zur Ermittlung der Permeabilität des Systems Salzgebirge-Auflockerungszone-SVV-Dichtung-Widerlager wurde vom 19. bis 21. Januar 2010 durchgeführt. Ursprünglich war geplant, den Injektionsdruck in mehreren Konstantdruck-Stufen zu erhöhen; es zeigte sich allerdings, dass bei den ersten beiden Druckstufen (2 bar und 6 bar) der Druck nicht konstant gehalten werden konnte; zusätzlich wurde die Injektion durch ständig verstopfende Leitungen erschwert. Daher konnte die Injektion auch nicht über Nacht fortgeführt werden, sondern das Intervall musste jeweils eingeschlossen werden. Am 21. Januar gelang es jedoch, den Injektionsdruck über ca. 3 Stunden bei etwa 12 bar konstant zu halten. Anschließend wurde das Intervall wieder eingeschlossen und der Injektionstest beendet.

# 8 Ergebnisse zu SVV-Dichteigenschaften - Technikumsversuche

### 8.1 Ergebnisse aus den kleinen Druckrohren

In Abb. 8.1 bis Abb. 8.8 sind die Temperaturverläufe und die Druckentwicklungen der vier SVV-Versuche in den kleinen Druckrohren im Labor dargestellt. Wie in Kapitel 7.1.1 gezeigt war in den Rohren 1, 2 und 4 SVV mit IP21-Lösung und in Rohr 3 SVV mit Tachhydrit-Lösung geflutet worden.

Die Messfühler waren in den Rohren wie folgt angeordnet:

- SVV-PQ-15: Druck 15 cm vom Lösungseinlass
- SVV-PQ-50: Druck 50 cm vom Lösungseinlass
- SVV-PQ-85: Druck 85 cm vom Lösungseinlass
- SVV-TR-15: Temperatur am inneren Rand des Rohres 15cm vom Lösungsauslass
- SVV-TR-50: Temperatur am inneren Rand des Rohres 50cm vom Lösungsauslass
- SVV-TR-85: Temperatur am inneren Rand des Rohres 85cm vom Lösungsauslass
- SVV-TRA-50: Temperatur am Außenrand des Rohres in der Mitte des Rohres
- SVV-TSz-15: Temperatur im Zentrum des Rohres, 15cm vom Lösungsauslass
- SVV-TSz-50: Temperatur im Zentrum des Rohres, 15cm vom Lösungsauslass
- SVV-TSz-85: Temperatur im Zentrum des Rohres, 15cm vom Lösungsauslass

### 8.1.1 Temperatur- und Druckverläufe in den Versuchen mit IP21-Lösung

Aus Abb. 8.1 wird deutlich, dass die Reaktion von SVV mit der Lösung sofort nach dem Eintrag der ersten Lösungsmengen eintritt und sich durch eine steile Temperaturerhöhung bemerkbar macht. Die Temperatur steigt innerhalb von wenigen Minuten von 25 auf 70 °C, flacht dann etwas ab und erreicht nach 2,5 Stunden, an allen drei Fühlern im SVV, die Höchsttemperatur von etwas über 80 °C, um danach relativ schnell wieder abzufallen und nach knapp zwei Tagen wieder die Ausgangswerte von 25 °C zu erreichen. Ähnlich schnell reagieren auch alle drei Druckaufnehmer im SVV. Alle drei steigen praktisch gleichzeitig mit dem Einschalten der Pumpe von 0 auf etwa 6 bar. Das heißt, dass sich die Lösung wie gewünscht schnell im ganzen Rohr ausbreitet. Knapp

zwei Stunden nach Einschalten der Pumpe wurde der angestrebte maximale Lösungsdruck von ca. 30 bar erreicht. Jetzt stellte sich allerdings heraus, dass die verschraubten Deckel, diesem Druck nicht standhielten und undicht wurden. Die Pumpe musste abgestellt und der Versuch abgebrochen werden, da nur ein Teil der erforderlichen Lösungsmenge in den SVV gelangt war. Temperaturen und Drucke gingen danach schnell wieder zurück.



Abb. 8.1Rohrversuch 1 mit IP21-Lösung, Druck und Temperaturentwicklung<br/>während der ersten beiden Tage

Als Konsequenz aus diesem ersten Versuch wurden dann an den andern drei Rohren die Deckel zusätzlich zur Verschraubung noch verschweißt. Damit traten dann keine Dichtigkeitsprobleme mehr auf. Die Drucke konnten sich in den Rohren 2, 3 und 4 nun frei entwickeln, was allerdings schnell dazu führte, dass sich die Deckel, infolge des großen Kristallisationsdruckes, schon kurze Zeit nach Beginn der Flutung stark nach außen wölbten. Um ein Abreißen zu verhindern wurden sie verstärkt, indem eine zusätzliche Stahlplatte darüber geschweißt wurde. Damit liefen dann die weiteren Rohrversuche wie geplant.

Auch im Rohrversuch 2 mit IP21-Lösung erreichten die Temperaturen an allen drei Fühlern im SVV schon nach kurzer Zeit auch wieder ein Maximum von ca. 85 °C und fielen danach, auch wieder wie in Versuch 1, innerhalb von ca. 2 Tagen auf Umgebungstemperatur ab. Die in den folgenden Monaten beobachteten Schwankungen sind auf die natürlichen Temperaturschwankungen im Labor zurückzuführen.



Abb. 8.2 Rohrversuch 2 mit IP21-Lösung, Temperatur- und Druckverläufe über knapp vier Monate



Abb. 8.3 Rohrversuch 2 mit IP21-Lösung, Temperaturverläufe

Betrachtet man die Druckentwicklung in diesem Versuch in den ersten Stunden nach der Flutung im Detail erkannt man, dass der Druck an allen drei Fühlern zeitgleich mit dem Einschalten der Pumpe schnell ansteigt, dann wiederholt wieder einbricht und immer wieder ansteigt, bis der Laugendruck den Sollwert von 30 bar erreicht hat. Diese Druckschwankungen sind darauf zurückzuführen, dass sich durch die Reaktion zwischen den SVV-Körnern Brücken bilden, die dem Einströmen der Lösung Widerstand entgegensetzen. Dies führt dazu, dass die Pumpe den Druck erhöhen muss, um die eingestellte feste Förderrate aufrecht zu erhalten. Da die Brücken noch schwach sind, brechen sie bei dem erhöhten Durch wieder zusammen und der Druck fällt. Dies wiederholt sich solange, bis der maximal eingestellte Laugendruck, die immer zahlreicher und fester werdenden Brücken, nicht mehr zerstören kann. Bei Rohrversuch 2 stellte sich nach einigen Tagen aber ein neues Problem heraus, dass es auch schon im Versuch 1 gegeben hatte, sich dort aber wegen der Kürze der Beobachtungsdauer noch nicht manifestierte hatte. Die eingebauten Druckaufnehmer waren versehentlich nur für 30 bar ausgelegt. Höhere Drucke, die im System durch die sich allmählich aufbauenden Kristallisationsdruck auftraten, konnten nicht mehr angezeigt werden.

Ein Monat nach Flutungsbeginn wurde der Lösungsdruck abgestellt und die Druckentwicklung weiter beobachtet. Während am Druckaufnehmer SVV-PQ-15 am Lösungseinlass der Druck nach Abschalten der Pumpe nicht abfiel, begann er bei den andern, weiter weg liegenden Aufnehmern langsam abzusinken. Der Kristallisationsdruck im SVV an der Lösungseingangsseite war damit bereits höher als 30 bar und ist innerhalb der gesamten Versuchsdauer von ca. 3,5 Monaten nicht wieder abgefallen, obwohl keine Lösung mehr nachgepumpt wurde. Die beiden andern Druckaufnehmer sind allerdings auf 10 bar (SVV-PQ-50) bzw. 5 bar (SVV-PQ-85) runtergegangen. Durch die Nachreaktion ist in der Mitte des Rohres der Druck allmählich wieder leicht angestiegen und hat am Ende des Versuches 15 bar erreicht. Diese Ergebnisse zeigen, dass die Menge Lösung, die in den unterschiedlichen Bereichen des Rohres zur Verfügung stand, unterschiedlich war. Da keine Lösung nachgepumt wurde, konnte dieser Druck über die erreichten Werte nicht mehr viel weiter hinaussteigen. Die Restlösung wurde durch die Reaktion verbraucht, wodurch die Reaktion und die Druckerhöhung zum Erliegen kamen. Dis Ergebnis zeigt allerdings auch deutlich, dass eingedrungene Lösung nicht nur sehr schnell zu einem wirksamen Verstopfen der Wegsamkeiten führt, sondern auch die eingedrungene Lösung restlos aufnimmt und bindet. Die inhomogene Lösungsverteilung im Rohr hat auch zu optischen Inhomogenitäten im ausgehärteten SVV-Material geführt. Diese Inhomogenitäten zeigen sich auch in den Röntgenaufnahmen, die nach Ende des Versuchs an drei Proben aufgenommen wurden, die 15, 50, und 85 cm vom Lösungseintrittsort entnommen worden waren.

Die identifizierten Minerale an den drei Proben (Abb. 8.4) erklären die unterschiedlichen Drucke. Der 100-er Reflex von Starkeyit (MgSO<sub>4</sub>·4H<sub>2</sub>O) tritt bei 19,86 ° 2Theta auf. Dieser Reflex ist nur am Rohreingang zu erkennen, d. h. weiter hinten hat sich kein Starkeyit gebildet. Nur am Eingang war also genügend Wasser für die Bildung von Starkeyit vorhanden. Dafür ist am Eingang auch das MgSO<sub>4</sub> (100-er Reflex bei 26,5 °2 Theta) fast völlig verbraucht, während in der Mitte und am Ende des Rohres dieser Peak noch sehr hoch ist, d. h. dass dort deutlich weniger Wasser vorhanden war. Entsprechend konnte sich dort das Volumen auch nicht so stark vergrößern und die Kristallisationsdrucke sind niedriger geblieben.


Abb. 8.4Mineralparagenese im SVV aus Rohr 2 mit IP21-Lösung in Proben, die15, 50 und 85 cm vom Lösungseintrittsort lagen

Gleiche Muster der Versuchsentwicklung zeigen sich auch in Rohr 4, welches auch mit IP21-Lösung geflutet war. Hier wurde der Lösungsdruck anfangs bis auf 45 bar erhöht und danach bei 30 bar 1,5 Monate lang aufrechterhalten. Auch hier wurden kurzfristig Temperaturen von ca. 80 °C erreicht, die sehr schnell wieder auf Umgebungstemperatur abgeklungen sind (Abb. 8.5).





Durch den höheren Lösungsdruck und die längere Flutungsdauer konnte jedoch nicht wesentlich mehr Lösung in das gesamte Rohr 4 gepumpt werden. Lediglich im vorderen Bereich ist mehr Lösung angekommen, was sich im extrem hohen Kristallisationsdruck von 90 bar am Sensor PQ 85 an der Einlassseite des Rohres zeigt (Abb. 8.6). Dadurch wurden die Poren so schnell und so wirksam verschlossen, dass die Lösung keinen Weg in die Mitte und ans hintere Ende des Rohres gefunden hat. Damit gab es auch in diesem Versuch nicht ausreichend viel Lösung um auch dort zu merklich höheren Kristallisationsdrucken zu führen als in Rohr 2. In der Mitte von Rohr 4 hat man, wie auch in Rohr 2, ca. 15 bar und am Ende des Rohr ca. 10 bar Kristallisationsdruck.

Insgesamt belegt dieser Versuch das erstaunlich hohe Dichtpotential von SVV mit IP21-Lösung.



Abb. 8.6Rohrversuch 4 mit IP21-Lösung, Druckverläufe im Innern des Rohres<br/>über 7 Monate

# 8.1.2 Temperatur- und Druckverläufe in den Versuchen mit Tachhydrit-Lösung

Im Rohr 3 wurde SVV mit Tachhydrit-Lösung geflutet. Diese Lösung hat einen deutlich höhere Dichte und einen niedrigeren Wassergehalt als die IP21- und NaCI-Lösung. Dies macht sich auch an der deutlich niedrigeren Temperatur (Abb. 8.7) bemerkbar, die in diesem Versuch erreicht wurde. Der Temperaturan- und –abstieg verläuft ebenso steil und schnell wie in den andern Versuchen, es wird aber nur ein Maximum von 57 °C erreicht. Der maximale Kristallisationsdruck (Abb. 8.8) liegt auch hier im vorderen Bereich des Rohres, erreicht aber ein niedrigeres Maximum von nur ca. 50 bar. Auch hier liegt der Kristallisationsdruck in der Mitte und am Ende des Rohres zwischen 5 und 10 bar. Diese Drucke hatten sich schon zwei Monate nach Flutungsbeginn eingestellt und blieben in dieser Größenordnung über die Beobachtungszeit von weitern sieben Monaten erhalten. Lediglich am Sensor PQ-85 ist noch ein ganz leichter Anstieg zu erkennen, was auf eine langsame Nachhydratation mit dem Verbrauch der letzten Porenlösung schließen lässt.



Abb. 8.7Rohrversuch 3 mit Tachhydrit-Lösung, Temperaturverläufe im Innern<br/>des Rohres über neun Monate



Abb. 8.8 Rohrversuch 3 mit Tachhydrit-Lösung, Druckerläufe im Innern des Rohres über neun Monate

Es gilt somit das Gleiche, das schon für die Rohre mit IP21-Lösung festgestellt wurde: SVV führt auch mit Tachhydrit-Lösung zu schnellen, sehr wirksamen Abdichtungen, die ein weiteres Vordringen der Lösung wirksam verhindern.

#### 140 40,00 35,00 120 30,00 Temperatur [°C] 100 Druck [bar] 25,00 20,00 80 15,00 60 Temp. - Vorn Temp. - Hinten 10,00 Druck - Vorn Druck - Hinten 40 5,00 20 0,00 02.03.2007 30.03.2007 27.04.2007 25.05.2007 22.06.2007 20.07.2007

## 8.2.1 Temperatur und Druckverläufe in den Versuchen mit IP-21-Lösung

Abb. 8.9 Entwicklung von Druck und Temperatur im großkalibrigen Druckrohr 1 während der Reaktion SVV mit IP21-Lösung



- Abb. 8.10 Links: Nach Reaktion mit Tachhydrit-Lösung ausgehärtetes SVV aus einem großkalibrigen Druckrohr in der Asse Probe nach Ausbau aus dem Druckrohr; Rechts: Innenansicht des SVV-Probekörpers aus einem großkalibrigen Druckrohr in der Asse nach Reaktion mit Tachhydrit-Lösung es hat sich ein sehr festes, dichtes und augenscheinlich homogenes Material ausgebildet
  - 66



Abb. 8.11 Nach Reaktion mit Tachhydrit-Lösung ausgehärtetes SVV aus einem großkalibrigen Druckrohr in der Asse – Probenvorbereitung für geomechanische Festigkeitsuntersuchungen



Abb. 8.12Entwicklung von Druck und Temperatur während der Reaktion SVV mitIP21-Lösung Druckrohr 3 in der Schachtanlage Asse

8.2.2 Temperatur und Druckverläufe in den Versuchen mit Tachhydrit-Lösung



Abb. 8.13Entwicklung von Druck und Temperatur im großkalibrigen Druckrohr 2<br/>während der Reaktion SVV mit Tachhydrit-Lösung



Abb. 8.14Entwicklung von Druck und Temperatur im großkalibrigen Druckrohr 4während der Reaktion SVV mit Tachhydrit-Lösung

# 9 Ergebnisse zu SVV-Dichteigenschaften – In-situ-Versuche

### 9.1 Ergebnisse aus dem In-situ-Versuch im Carnallitit der Asse

Die Auswertung nach der Flutungsphase hat ergeben, dass die Reaktionstemperaturen und eingebrachten Lösungsmengen den Werten aus den Vorversuchen in den kleinund großkalibrigen Druckrohren entsprachen. Während der Flutung mit der MgCl<sub>2</sub>-CaCl<sub>2</sub>-Lösung stiegen Temperaturen an vier der insgesamt 5 Fühler sehr schnell auf Werte zwischen 65 und 75 °C an und fielen genauso schnell wieder ab. Am höchstgelegenen Fühler wurde für wenige Minuten 98 °C gemessen. Siedetemperaturen und Dampfbildung wurden damit erwartungsgemäß nicht erreicht.

Wie schon berichtet, bestanden vor Versuchsbeginn Lösungswegsamkeiten zwischen der Strecke, in der der Versuch durchgeführt wurde, und der darunterliegenden Wendelstrecke. Über diese Wegsamkeiten ist dann bei Versuchsbeginn Lösung, die zur Flutung des SVV mit 30 bar eingepresst wurde, in der Wendel ausgelaufen. Die Laugenzufuhr in den SVV musste gestoppt werden. Die Reaktion des SVV mit der MgCl<sub>2</sub>-CaCl<sub>2</sub>-Lösung wurde mit der zu diesem Zeitpunkt im Porenraum des SVV befindlichen Lösung abgewartet. Nach Abschluss der Reaktion wurde mit der gleichen Lösung über die Flutungsleitung am oberen Ende des SVV-Verschlusses ein Druck von 30 bar aufgegeben. Es konnte gezeigt werden, dass die ursprünglich vorhandenen Wegsamkeiten zwischen dem Bohrlochtiefsten und der darunterliegenden Wendelstrecke durch den SVV-Verschluss abgedichtet worden waren. Die Lösung ist auch nach fünfmonatiger Beobachtungszeit nicht in der Wendelstrecke ausgetreten. Dies ist ein bemerkenswertes, jedoch von der GRS erwartetes, Ergebnis welches zeigt, dass der SVV seine Dichtfunktion entfalten kann auch wenn die Flutung des Porenraums nicht optimal erfolgt.

Überprüft wurde die Dichtheit des Stopfens durch die Beobachtung der Druckaufnehmer im Bauwerk (Abb. 9.1) sowie durch die Inaugenscheinnahme der ehemaligen Tropfstelle in der Wendel unterhalb des Versuchsortes, wo die Lösung zu einem früheren Zeitpunkt ausgetreten war, als der SVV-Stopfen noch nicht ausreagiert war. An den im Bauwerk eingebauten Fühlern ist der Druck kontinuierlich angestiegen (Abb. 9.2). Die verschiedenen Druckdosen zeigten leicht unterschiedliche Drucke an. Der höchste lag bei ca. 25 bar, der niedrigste bei 14 bar. Bei diesen Drucken handelt es sich um Kristallisationsdrucke des SVV. Aus den eingepressten Lösungsmengen ergibt sich ei-

69

ne Permeabilität des Gesamtsystems SVV-Stopfen/Auflockerungszone/Carnallitit-Gebirge von 2,3·10<sup>-17</sup> m<sup>2</sup>. Aus Labormessungen ist bekannt, dass die Permeabilität des SVV-Materials selbst um ca. 2 Zehnerpotenzen niedriger liegt.



 Abb. 9.1 Entwicklung des Laugendrucks bei der Flutung des SVV im großkalibrigen Bohrloch im Carnallitit der Asse mit Tachhydritlösung
Die drei blauen Peaks zu Beginn bedeuten, dass nach dem ersten Erreichen eines Laugendrucks von ca. 35 bar Lösung aus der Auflockerungszone herauskam



Abb. 9.2Entwicklung der Drucke innerhalb des SVV während der Reaktion mit<br/>Tachhydrit-Lösung im großkalibrigen Bohrloch im Carnallitit der Asse

Das Ergebnis des In-situ-Versuchs im Carnallitit war so positiv, dass nun auch das weitaus schwierigere Unterfangen der Herstellung eines Dichtbauwerkes in einem horizontalen Hohlraum angegangen werden konnte. Die In-situ-Versuche wurden in einem großkalibrigen horizontalen Bohrloch im Tachhydrit in der Grube Teutschenthal fortgesetzt.

# 9.2 Ergebnisse aus dem In-situ-Versuch in Teutschenthal

Aus der Bilanzierung der in den SVV eingebrachten Lösungsmengen (Abb. 9.3) ist zu erkennen, dass mehr Lösung in den Porenraum des SVV eingepresst worden war, als dem Porenraum entsprach. Dies war nur möglich, weil die Lösung nicht nur im SVV verblieb, sondern über die undichte Flutbohrung und aus einigen Ankerbohrlöchern austrat. Die ca. 2 m tiefen Ankerbohrlöcher waren für die Fixierung der Bohranlage bei der Erstellung des Großbohrlochs erstellt worden.



Abb. 9.3 Bilanzierung der eingebrachten Lösungsmengen



Abb. 9.4 Lösungsaustritte bei der Flutung des SVV aus der Flutungsleitung aus Ankerbohrlöchern

# 9.2.1 Temperaturentwicklung im SVV-Dichtelement

Für die Interpretation der Graphiken mit den Temperatur- und Druckverläufen im SVV-Dichtelement während des Versuchs müssen Art und Position der Messwertgeber im Bauwerk berücksichtigt werden. Diese sind aus Abb. 9.5 zu erkennen. A, B, C, D und E (blau) sind Glötzl-Druckaufnehmer. A liegt an der Lochsteinmauer zur Flutungskammer und E an der Betonmauer zum Widerlager.



Abb. 9.5 Temperaturentwicklung an den Temperaturfühlern der Glötzel-Zellen

Mit der Flutung des SVV-Dichtelementes wurde am 8. September 2009 begonnen. Ein erster steiler Temperaturpeak (93 °C) baute sich aber bereits aber schon vorher am 14. August auf. Er ist auf die Abbindetemperatur des Betons im Widerlager zurückzuführen, das an diesem Tag gegossen wurde. Im SVV-Dichtelement steigt die Temperatur erst mit der Flutung am 8. September steil an und erreicht am 9. September bereits ihr Maximum mit 80 °C. Sie klingt schnell wieder ab und erreicht bereits im Oktober schon fast wieder die Umgebungstemperatur. Da am 8. September, dem Tag der ersten Flutung, bereits bei 10 bar Lösungsdruck Lösung aus der Schrägbohrung der Flutungsleitung austrat, wurde die Flutung unterbrochen, das Schrägbohrloch nachverpresst und am nächsten Tag die Flutung fortgesetzt. Beim Erreichen eines Lösungsdrucks von 25 bar trat nun Lösung aus den Ankerbohrlöchern aus, was zeigte, dass die Auflockerungszone bei diesen Lösungsdrucken durchlässig geworden war. Die Flutung wurde darum unterbrochen und die Reaktion im SVV abgewartet, in der Hoffnung, dass die Selbstabdichtung durch den SVV greifen würde und den Lösungszutritt aus dem Großbohrloch in die Auflockerungszone abdichten würde. Am 13. Oktober, nach einer Reaktionszeit von ca. einem Monat, wurde Lösung nachgesetzt. Der Lösungsdruck wurde allerdings auf ca. 7 bar begrenzt, um eventuell verheilte Wegsamkeiten (Kontakte) zur Auflockerungszone nicht aufzureißen. Die 7 bar Lösungsdruck wurden eine Woche lang aufrechterhalten und danach die Lösungszufuhr wieder abgestellt. Während dieser Zeit konnten insgesamt nur 125 kg bzw. 90 Liter Lösung eingepresste werden. Bei einem Gesamtvolumen des ursprünglichen Porenraums im SVV von 1,47 m<sup>3</sup> war dies weniger als erwartet, was zeigt, dass noch vorhandener Porenraum sehr reduziert war, bzw. der Porenraum nicht mehr frei zugänglich war. Diese letzte Vermutung bestätigen auch Detailbetrachtungen der Reaktionen der einzelnen Druckund Temperatursensoren. Das Nachsetzen von Lösung wurde nur noch von wenigen Sensoren registriert. Die andern waren vom Geschehen schon durch dichten SVV völlig abgeschirmt.

Eine detaillierte Beschreibung aller Aktivitäten und Beobachtungen während dieser wiederholten Flutungsaktionen einschließlich zahlreicher Abbildungen zur Entwicklung von Temperaturen und Drucken an den einzelnen Fühlern findet sich in Anhang 4. (Flutung der Horizontalbohrung Teutschenthal). Daraus lässt sich ein extrem detailliertes Bild der Abläufe im SVV nachzeichnen.

#### 9.2.2 Druckentwicklung im SVV-Dichtelement

Die Entwicklung der Drucke im Bauwerk verläuft in den einzelnen Bereichen des Dichtelementes unterschiedlich (Abb. 9.6). Aus den Auswertungen aller Technikumsversuche ist bekannt, dass die höchsten Kristallisationsdrucke am Lösungseintrittsort auftreten, weil dort das meiste Wasser für die Hydratation zur Verfügung steht. Entsprechend hätte man am Fühle A den höchsten Druck erwarten können. Dies ist aber nicht der Fall. Im Gegenteil, dieser Fühler zeigt mit 2 bar den niedrigsten Druck. Mit 5, 8 und 10 bar liegen die Fühler C, D und B etwas höher. Der höchste Druck konnte sich mit fast 40 bar am Betonwiderlager aufbauen. Es ist anzunehmen, dass sich dort der Druck wegen des Widerstandes des unnachgiebigen Widerlagers aufbauen konnte, während er an den andern Orten ausweichenkonnte. Die Abb. 9.7 zeigt die Druckentwicklung über die gesamte inzwischen 13-monatige Laufzeit des Versuchs. Das bekannte Muster, nach dem jede Nachinjektion infolge des angelegten Lösungsdrucks zu einer Erhöhung des Drucks im System führt, der nach Abschalten der Pumpe wieder abfällt, zeigt sich auch hier sehr deutlich. Dabei fällt der Druck jedoch nicht mehr auf das ursprüngliche Niveau ab, sondern pendelt sich auf einem höheren Niveau ein, von dem er wegen der Nachreaktion mit der Restlösung langsam weiter ansteigt (z. B. an den Fühlern A und D). Durch die beiden Injektionstests, die im Januar und im Juni 2010 durchgeführt wurden, sind bei den Fühlern C und A die Drucke von 2 bzw. 5 bar im Juni auf 10 bzw. 12 bar im Oktober 2010 angestiegen. Das System wird also immer dichter.



Abb. 9.6 Entwicklung der Drucke im Bauwerk während der ersten beiden Flutungsphasen im September und Oktober 2009

Durch die Nachinjektionen gelangt noch Lösung in die permeableren Teile des Dichtelementes. Diese liegen um die Fühler C und A. Nur diese beiden Fühler haben den Lösungsdruck bei den Nachinjektionen erkannt. Zu den Fühlern B, D und E ist der Lösungsdruck von 25 bar (beim Injektionstest vom Juni 2010) nicht mehr gelangt, d. h. diese Bereiche sind praktisch dicht. Wie dicht das insgesamt wenig homogenen Gesamtsystem bestehend aus dem Dichtelement, der Auflockerungszone, dem Salzgebirge und dem Widerlager ist, wurde durch die beiden Injektionstests vom Januar und Juni 2010 überprüft. Die Auswertung des ersten Injektionstests findet sich im folgenden Kapitel. Es wurde ein Permeabilität des Gesamtsystems um 10<sup>-19</sup> m<sup>2</sup> ermittelt. Der letzte Injektionstest wurde ebenfalls ausgewertet, hat jedoch keine wesentlich andern Ergebnisse erbracht. Es ist jedoch davon auszugehen, dass sich infolge der Nachreaktion im SVV und infolge der Gebirgskonvergent die Permeabilität weiter reduzieren wird.



Abb. 9.7 Druckentwicklung im SVV-Dichtelement während der ersten beiden Flutungsphasen im September und Oktober 2009 sowie der Injektionstests im Januar und Juli 2010

#### 9.2.3 Ergebnisse des Injektionstests – Permeabilität des Gesamtsystems

Die Abb. 9.8 und Abb. 9.9 zeigen den Injektionsdruckverlauf und die injizierte Laugenmasse im Injektionstest von Mitte Januar 2010.



Abb. 9.8 Druckverlauf beim Laugeninjektionstest (Injektionsleitung b am 19.01.2010 verstopft; Konstantdruckphase am 21.01.2010 zwischen ca. 9:00 Uhr und 12:15 Uhr)



Abb. 9.9 Injizierte Laugenmasse (Werte am 19.01.2010 wegen Kristallisation in den Leitungen und ständigen Aus- und Einbauten nicht relevant; Sprünge am 20.10.2010 aus gleichem Grund; Konstantdruckphase am 21.01.2010 zwischen ca. 9:00 Uhr und 12:15 Uhr)

#### 9.2.3.1 Auswertung

Zur Abschätzung der Permeabilität wurde zunächst eine überschlägige Berechnung für den Konstantdruckbereich am 21.01.2010 durchgeführt. In einem zweiten Schritt wurden die Messwerte der Injektionsphasen vom 20. und 21.01.2010 mit den anschließenden Shut-In-Phasen insgesamt mittels des Programms WELTEST /SCH 97/ ausgewertet.

#### 9.2.3.2 Abschätzung der Systempermeabilität unter vereinfachten Annahmen

Im Fall eines stationären radialen Fluss der Lauge lässt sich die Permeabilität gemäß der Darcy-Formel für radialen Fluss abschätzen /AMY 60/:

$$k = \frac{\eta_D}{2\pi h \,\Delta p} \frac{dV}{dt} \ln(\frac{r_e}{r_B})$$

Es werden folgende Werte verwendet:

Dynamische Viskosität der Lauge:  $\eta_D = 0,00179 Pas$ Testintervalllänge: h = 0,7 mInjektionsdruck:  $\Delta p = 1,269 MPa$ Volumenfließrate:  $\frac{dV}{dt} = 9 \cdot 10^{-9} m^3 s^{-1}$ Bohrlochradius:  $r_B = 0,6 m$ "Effektiver Radius":  $r_e = 6,5 m$ 

Damit ergibt sich eine abgeschätzte Permeabilität von  $k \approx 7 \cdot 10^{-18} m^2$ .

Ein Problem stellt bei dieser Abschätzung der sogenannte effektive Radius dar. Damit ist der Radius gemeint, bis zu dem sich die Laugenfront ausbreitet bzw. bei dem keine Druckbeeinflussung durch die Injektion erfolgt. Dieser Radius ist nicht bekannt, allerdings geht er nur logarithmisch ein. Der effektive Radius wurde hier auf 6.5 m gesetzt, dies ist der Abstand des Testintervalls von der offenen Strecke, daher kann als sicher angenommen werden, dass er kleiner ist, sogar erheblich kleiner in Anbetracht des geringen injizierten Laugenvolumens (ca. 100 ml) im betrachteten Zeitraum. Eine Vereinfachung stellt diese Abschätzung insofern dar, als sie nur den radialen Fluss in der (vertikalen) Ebene des Testintervalls zulässt, also keinen zweidimensionalradialen Fluss mit Fließrichtungskomponenten in Bohrlochachse. Da damit die durchströmte Fläche kleiner als im zweidimensional-radialen Fall ist, wird die Permeabilität überschätzt.

Wegen der Wahl des effektiven Radius und der Vereinfachung auf eindimensionalradialen Fluss, die beide zu einer Überschätzung der Permeabilität führen, kann man davon ausgehen, dass der tatsächliche Permeabilitätswert deutlich niedriger liegt.

# 9.2.3.3 Auswertung mittels WELTEST

Aus den zeitlichen Verläufen der Drücke und Injelktionsraten erfolgte die Ermittlung der Permeabilität des Gesamtsystems aus Gebirge und SVV-Verschluss im zweiten Schritt unter Einsatz des kommerziellen, für Untersuchungen von Erdöl-Erdgasfeldern entwickelten Auswerteprogramms "Weltest 200" /SCH 97/. Dieses berechnet die analytische Lösung der Diffusionsgleichung (diese Option wurde benutzt) oder erlaubt die ein- oder zweidimensionale Modellierung der Druckverteilung. Iterativ wird dann die Abweichung zwischen gemessenem und berechnetem Druckverlauf minimiert.

Die Parameter, durch die der berechnete Druckverlauf bestimmt wird, sind neben den Materialeigenschaften des Fluids die Gebirgspermeabilität, die Porosität, der so genannte Wellbore-Storage-Koeffizient, und der Skinfaktor.

Der Skinfaktor beschreibt eine Zone erhöhter oder verringerter Permeabilität nahe der Bohrlochwand, die zum Beispiel durch den Bohrvorgang erzeugt worden sein kann.

Die berechneten Druckkurven sind ausgesprochen unempfindlich gegenüber Änderungen der Porosität. Daher wurde die Porosität konstant auf 1 % gesetzt; eine Vergleichsrechnung mit 0,1 % Porosität wurde ebenfalls durchgeführt.

Wellbore Storage ist während der Injektionsphase bedeutsam und steuert den Maximaldruck, der während der Injektion erreicht wird. Die Kurvenform, insbesondere während der Einschlussphase, wird durch die Permeabilität bestimmt. Die Permeabilität wurde unter Annahme zweidimensionalen radialen Flusses optimiert, dabei wurde das die Injektionskammer umgebende System aus Gebirge und SVV-Verschluss als homogen und isotrop betrachtet. Der Verlauf der Injektionsrate und des Laugendrucks während der beiden aufeinanderfolgenden Injektionstestphasen am 20. und 21.01.2010 ist zusammen mit der angepassten Druckkurve in Abb. 9.10 dargestellt. Die beiden Tests können von Weltest in einem Durchgang modelliert werden. Bei der ersten Injektionsphase musste allerdings die Injektionsrate vereinfacht werden (als konstante Rate bei gleicher gesamter Injektionsmenge), da die Spitzen bei der Injektion (siehe Abb. 9.8) nicht realistisch sind und auch von WELTEST nicht verarbeitet werden können. Die Anpassung der Injektionsphase vom 20.01. ist nicht perfekt, Grund dafür ist neben der genannten Vereinfachung sicher auch die Tatsache, dass die Injektionsversuche vom 19.01. nicht berücksichtigt werden konnten. Für die Injektionsphase vom 21.01. erreicht man bei einer Porosität von 1 % eine perfekte Anpassung für einen Wellbore-Storage-Koeffizienten von 56, einen Skinfaktor von 0 (also keine Schädigung oder Verklebung der Bohrlochwand) und einen Permeabilitätswert von  $k = 2,5 \cdot 10^{-19} m^2$ .

Bei einer Verringerung der Porosität von 1 % auf 0.1 % wird eine ähnlich gute Anpassung für einen Wellbore-Storage-Koeffizienten von 570 und eine Permeabilität von  $k = 4 \cdot 10^{-19} m^2$  erreicht.



Abb. 9.10 Testverlauf über den 20. und 21.01.2010. Rot: Fließrate (negativ wegen Injektion, während erster Testphase zu konstanter Fließrate vereinfacht), blau: gemessener Druck, schwarz: Kurvenanpassung an den Druckverlauf.

# 9.2.3.4 Schlussfolgerung

Die Injektionstests im Januar 2010 haben gezeigt, dass nach Einbringung von SVV in das Großbohrloch und anschließender Flutung bereits nach vier Monaten eine Permeabilität des Gesamtsystems in der Größenordnung von 10<sup>-19</sup> m<sup>2</sup> erreicht wurde. Damit wurde die Verschlusswirksamkeit dieses Materials eindrucksvoll nachgewiesen. Es ist zu erwarten, dass sich die Permeabilität des Systems im Lauf der Zeit durch Nachreaktion im SVV, durch Gebirgskonvergenz und durch die Rekompaktion der Auflockerungszone weiter verringern wird.

# 10 Ergebnisse zu geomechanischen Eigenschaften von SVV

Im Rahmen der FuE-Vorhaben 02 C 0830 / 02 C 1275 / 02 C 1335 wurden geomechanische Eigenschaften des SVV-Dichtmaterials nach Flutung mit Salzlösungen und Verfestigung untersucht. Lockeres SVV-Material wurde in Versuchen unterschiedlicher Größenordnung (kleine Druckzellen, Kapitel 6), Stahlrohre, Kapitel 7.1 und großkalibrige Bohrlöchern, Kapitel 7.2) eingebracht und mit unterschiedlichen Salzlösungen (NaCl-, IP21- und Tachhydrit-Lösung) bei hohen Injektionsdrücken von ca. 30 bar geflutet. Zur Beurteilung der Dichtigkeit bzw. zur Bestimmung des mechanischen Verhaltens des verfestigten SVV-Dichtkörpers wurden nach den jeweiligen Versuchen zahlreiche Proben entnommen und untersucht.

Die Dichtigkeit wurde durch die Messungen der Probendichte, Porosität, Restwassergehalt, Gaspermeabilität, Schallgeschwindigkeit und dynamischen Elastizitätsparameter charakterisiert. Die gemessenen Daten sind in Tab. 10.1 zusammengestellt. Daraus lässt sich festzustellen, dass alle SVV-Dichtkörper, in kleinen Druckzellen, großen Stahlrohren und auch in In-situ-Bohrlöchern, nach der chemischen Kristallisation und Verfestigung sehr dicht geworden sind. Die Porositäten und Permeabilitäten der ausreagierten SVV-Körper sind mit denen des Steinsalzes vergleichbar. Der SVV-Dichtkörper zeigt auch eine hohe Elastizität. Die gemessenen Schallgeschwindigkeit und der dynamische Elastizitätsmodul sind mit denen des Steinsalzes vergleichbar bzw. etwas höher.

Das Spannungs-Verformungs-Verhalten des SVV-Dichtkörpers wurde an den SVV-Proben in einer Triaxialzelle bei Manteldrücken von 0 bis 9 MPa durch Axialbeanspruchung mit konstanter Verformungsrate von 4·10<sup>-6</sup> s<sup>-1</sup> bestimmt. Als Beispiel zeigt Abb. 10.1 die Messergebnisse an den Kernproben aus dem Zentralbereich des In-situ-Versuchsbohrlochs im Steinsalz in der Asse im Vergleich mit einer Kurve des Steinsalzes beim Manteldruck von 1 MPa. Wie beim Steinsalz zeigt der SVV-Dichtkörper das typisch elasto-plastische Verformungsverhalten. Nach dem Erreichen der maximalen Effektivspannung verformt sich das SVV-Material plastisch weiter. Allerdings ist die plastische Fließverformung bis zum Bruch viel kleiner als beim Steinsalz. Im Gegenteil zum Steinsalz zeigt der SVV-Dichtkörper bis zum Bruch keine bzw. sehr kleine Volumenvergrößerung oder Dilatanz. Das wurde auch von der bei TUC in den dort durchgeführten Kriechversuchen an mit Salzlösung angemaischten SVV-Proben bestätigt /CHM Projekt/. Die gemessenen Festigkeitsdaten des SVV-Dichtkörpers sind in Abb. 10.1 zum Vergleich mit der Dilatanz- und Festigkeitsgrenze des Steinsalzes zusammengestellt. Daraus kann man feststellen, dass die Festigkeit des SVV-Dichtkörpers mit denen des Steinsalzes und auch des Carnallitits vergleichbar ist.

Die Vergleichbarkeit der Dichtigkeit bzw. der mechanischen Eigenschaften zwischen dem verfestigten SVV-Dichtmaterial und Steinsalz bzw. Carnallitit weist darauf hin, dass das SVV-Material zur langzeitigen Abdichtung von Bohrlöchern in Salzformationen sehr gut geeignet ist.



Abb. 10.1 Spannungs-Verformungs-Kurven des SVV-Dichtkörpers bei unterschiedlichem Manteldruck im Vergleich mit dem Steinsalz

	SVV mit IP21-Lösung		SVV mit Tachhydrit-Lösung			Steinsalz aus
Parameter	KR-Druckzellen	TV-Stahlrohren	KR-Druckzellen	TV-Stahlrohren	In-situ-Versuch Teutschenthal	HAW-Feld Asse
Probengröße D/L [cm/cm]	50/35	70/140	50/35	70/140	120	
Versuchszahl	3	5	3	4	1	
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]	1933 - 1990	2055 - 2147	2103 - 2129	2120 - 2132	2130	2170
Korndichte (feuchte) [kg/m <sup>3</sup> ]	2060 - 2098	2164 - 2202	2161	2142 - 2144		
Korndichte (trocken) [kg/m <sup>3</sup> ]	2295 - 2318		2161			
Wassergehalt [%]			7,4 - 8,9			
Porosität [%]	7,8	1,2 - 6,0	2,7	0,5 - 1,1		< 0,1
Gaspermeabilität [m²]	< 10-19	< 10 - 19	< 10-19			< 10 - 20
Lösungspermeabilität	< 10-20	< 10 - 20	< 10-20	< 10 - 20	< 10 - 20	
Schallgeschwindigkeit vp [m/s]	5200 - 5570	4810	5260 - 5675	4450 - 4650		4460
Schallgeschwindigkeit vs [m/s]	2870 - 3060	2472	2832 - 3086	2447 - 2500		2580
E-Modul (dyn) [GPa]	40,8 - 47,5	36,3	43,3 - 52,3	34,2 - 36,1		36,1
Querdehlnungszahl (dyn) [-]	0,28 - 0,30	0,32	0,29 - 0,30	0,28 - 0,30		0,25
Einaxialbruchfestigkeit [Mpa]	45,5 - 61,5		35,7 - 55,6			28 - 30

Tab. 10.1	Geophysikalische Eigenschaften des verfestigten SVV-Dichtkörpers aus verschiedenen Ver	suchsanlagen

# 11 Langzeitverhalten von SVV

# 11.1 Experimentelle Untersuchungen zu den zeitlichen Veränderungen im SVV

Wie in den vorherigen Kapiteln gezeigt, wurden die Versuche im Labor, im Technikum und in situ mit einer gesättigten NaCI-Lösung, einer IP21-Lösung und einer Tachhydrit-Lösung durchgeführt. Die dabei entstandenen Probekörper wurden röntgenographisch auf ihren Phasenbestand untersucht. Die Minerale, die sich bei den Reaktionen mit den drei Lösungen bilden und ihre chemischen Formeln und Molvolumina sind in Tab. 11.1 zusammengestellt.

Bei der Reaktion von SVV mit Salzlösung nimmt das wasserfreie MgSO<sub>4</sub> Wasser aus der Lösung auf und es bilden sich großvolumige, aber metastabile, Mg-Sulfat-Hydrate, die mit der Zeit ihr Wasser wieder abgeben und in den langzeitstabile Kieserit übergehen. Um die Geschwindigkeit dieses Entwässerungsprozesses zu untersuchen, wurden von drei Probekörpern, die mit den drei Lösungen hergestellt worden waren, RDA-Aufnahmen kurz nach der Aushärtung, nach sechs und nach 12 Monaten erstellt und ausgewertet. Abb. 11.1 – Abb. 11.3 zeigen diese RDA-Aufnahmen bei der Erstmessung und nach sechs Monaten. Die in den Abbildungen angegeben %-Zahlen sind nicht quantitativ belastbar. Sie wurden aus Peakflächen abgeleitet und sollen nur ungefähr die Mengenverhältnisse der Mineralphasen in den Proben verdeutlichen.



Abb. 11.1 Mineralbestand von SVV nach der Reaktion mit NaCI-Lösung, nach dem Aushärten und nach sechs Monaten



Abb. 11.2Mineralbestand von SVV nach der Reaktion mit IP21-Lösung nach dem<br/>Aushärten und nach sechs Monaten



Abb. 11.3Mineralbestand von SVV nach der Reaktion mit Tachhydrit-Lösung nach<br/>dem Aushärten und nach sechs Monaten

#### 11.1.1 Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung

Aus Abb. 11.1 ist zu erkennen, dass in der Probe mit NaCI-Lösung der Mineralbestand, der sich gleich nach dem Erhärten einstellt, aus ca. 40 % Bloedit, 28 % Hexahydrit, 14 % Epsomit, 10 % Halit und 8 % Bischofit besteht (Abb. 11.1, rote Kurve und rote Tabelle). Nach sechs Monaten bereits ist der Epsomit verschwunden (Abb. 11.4). Er hat Wasser abgegeben und sich in niedrigere MgSO₄-Hydrate, wie Hexahydrit (Abb. 11.5), Pentahydrit (Abb. 11.6) und Starkeyit (Abb. 11.7) umgewandelt, die auch tatsächlich nachgewiesen werden können. Auch große Anteile des von Anfang an vorhandenen Hexahydrits haben bereits innerhalb der ersten sechs Monate ihr Wasser abgegeben und sich in die niedrigeren Hydrate Pentahydrit und Starkeyit umgewandelt. Von ursprünglich ca. 28 % Hexahydrit sind nach sechs Monaten nur noch ca. 9 % vorhanden. Dafür sind jetzt 22 % Pentahydrit und 10 % Starkeyit aufgetaucht, die am Anfang der Reaktion noch nicht vorhanden waren. Dieser Umwandlungsprozess von einer metastabilen zu einer langzeitstabilen Paragenese des SVV wird sich fortsetzen und erst abgeschlossen sein, wenn nur noch das MgSO<sub>4</sub>-Monohydrat, der langzeitstabile Kieserit, auftritt. Das bei der Entwässerung freiwerdende Wasser wird sofort wieder in noch unreagiertem MgSO<sub>4</sub> gebunden und schließlich vollständig in den langzeitstabilen Mineralen Kieserit und Bloedit gebunden sein. SVV mit NaCI-Lösung wird

in die langzeitstabile Paragenese Halit, Bloedit und Kieserit umgewandelt, wie es auch die geochemischen Modellrechnungen zeigen. Mit diesen mineralogischen Veränderungen gehen auch Volumenänderungen einher, die im nächsten Kapitel vorgestellt werden.



MgSO₄ mit NaCl-Lösung

Abb. 11.4 Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Epsomit (100 %)-Peak



MgSO<sub>4</sub> mit NaCl-Lösung

Abb. 11.5 Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Hexahydrit (100 %)-Peak



Abb. 11.6 Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Penahydrit (100 %)-Peak



MgSO<sub>4</sub> mit NaCl-Lösung

Abb. 11.7 Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Starkeyit (100 %)-Peak

#### 11.1.2 Reaktion von SVV mit IP21-Lösung

In der Reaktion von SVV mit IP21-Lösung bildet sich eine variantenreichere Mineralparagenese aus, weil die IP21-Lösung neben NaCl auch KCl, MgCl<sub>2</sub>, MgSO<sub>4</sub> und CaSO<sub>4</sub> enthält. Durch Wasserentzug, z. B. bei der Eindunstung, können sich daraus die Minerale Halit, Carnallit, Kainit und Bischofit bilden. Die gleich nach der Aushärtung röntgenographisch nachweisbaren Minerale im SVV sind ca. 4 % Halit, 13 % Carnallit, 30 % Pentahydrit und 47 % Starkeyit (Abb. 11.2). Nach sechs Monaten waren es 81 % Starkeyit, 14 % Carnallit (praktisch unverändert), 2 % Kaliumsulfat, 1 % Halit und 3 % MgSO<sub>4</sub>.

Die Erstmessung belegt, dass von Anfang an nicht genügend Wasser im System vorhanden war, um Epsomit und Hexahydrit zu bilden. Dafür wurde viel Pentahydrit und noch mehr Starkeyit gebildet. Nach dem Verbrauch des Wassers aus der Lösung lag in der Erstmessung noch ca. 7 % wasserfreies MgSO<sub>4</sub> vor, das bisher noch nicht mit Wasser in Kontakt gekommen war. Bereiche mit unreagiertem SVV wurden z.B. auch im Technikumsversuch, im Rohr 4 mit IP21-Lösung angetroffen. Nach sechs Monaten bereits war der Pentahydrit vollständig verschwunden (Abb. 11.8). Das freigewordene Wasser war größtenteils im neugebildeten Starkeyit fixiert, der jetzt bereits mit 81 % auftrat. Ein Teil des Wassers hatte aber inzwischen auch das noch nicht reagierte wasserfreie MgSO<sub>4</sub> erreicht. Dessen Anteil am Gesamtvolumen ist in sechs Monaten von ca. 7 % auf 2 % zurückgegangen.



MgSO₄ mit IP21-Lösung

Abb. 11.8 Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit Pentahydrit- und Starkeyit-Peak

Diese Aufnahmen belegen, dass die zunächst metastabile SVV-Paragenese mit IP21-Lösung sich von anfänglichen höheren MgSO<sub>4</sub>-Hydraten zu niedrigeren Hydraten entwickelt und schließlich in der langzeitstabilen Paragenese Kieserit, Bischofit, Carnallit und Halit mündet. Anfänglich gebildeter Pentahydrit wandelt sich sehr schnell in Starkeyit und dieser wiederum in Kieserit um.

#### 11.1.3 Reaktion von SVV mit Tachhydrit-Lösung

Die in den Versuchen verwendete Tachhydritlösung enthält große Mengen CaCl<sub>2</sub> (8,22 mol), aber auch beträchtliche Mengen MgCl<sub>2</sub> (4,36 mol) und geringe Mengen NaCl (0,05 mol) und KCl (0,02 mol). Die Dichte der Lösung beträgt 1,44 g/cm<sup>3</sup> und der Wassergehalt Lösung liegt bei ca. 400 g/l. Die RDA Erstaufnahme der SVV-Probe mit Tachhydrit-Lösung (Abb. 11.3) zeigte die Mineralparagenese Bischofit (80 %), Calciumsulfat-Halbhydrat (12 %), Anhydrit (5 %) und unverbrauchtes MgSO<sub>4</sub> (3 %). Nach sechs Monaten war der relative Anteil des Bischofits in der Paragenese auf 64 % gefallen und der Halbhyratanteil auf 18 % angestiegen. Die Menge unverbrauchten MgSO<sub>4</sub> war allerdings auch angestiegen, was theoretisch nicht sein dürfte. Diese Zahlen illustrieren also nicht nur die Umwandlung des Mineralbestandes, sondern zeigen auch, dass die Proben nicht homogen waren. Die Zahlen lassen somit nur die qualitativen zeitlichen Entwicklungstrends erkennen und sind, wie schon erwähnt, nicht quantitativ belastbar.



Abb. 11.9 Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit Anhydrit- und Halbhydrat-Peak

Diese Aufnahmen zeigen, dass im SVV-System mit Tachhydrit-Lösung so wenig Wasser vorhanden ist, dass sich praktisch von Anfang an die stabile MgSO<sub>4</sub>-Phase Kieserit bildet. Für die Bildung höherer Hydrate reicht das Wasser nicht aus. Was sich allerdings wegen der hohen Ca-Gehalte der Lösung bildet, ist das CalciumsulfatHalbhydrat, das metastabil ist und sich, wie die Aufnahmen zeigen, auch relativ schnell in die stabile Anhydritphase umwandelt.

Damit konnte experimentell nachgewiesen werden, dass SVV in allen Fällen, unabhängig von der verwendeten Lösung thermodynamisch stabile Phasen bildet, die mit ihrer Salzumgebung im Gleichgewicht stehen und damit absolut langzeitstabil sind.

# 11.2 Modellierung der Reaktionen von SVV mit Salzlösungen

Die geochemischen Modellierungen wurden als thermodynamische Gleichgewichtsrechnungen mit dem Pitzer-Modell (Pitzer (1973), Pitzer and Kim (1974), Pitzer (1975), Pitzer (1991)) zur Berechnung von Ionenaktivitäten in Lösung bei 25 °C durchgeführt. Die dafür notwendigen Daten wurden aus Mariner (2005) entnommen. Es handelt sich dabei um den Yucca-Mountain-Pitzer-Datenfile, der in den USA, im Rahmen der Arbeiten im Endlagerprogramm Yucca Mountains in Nevada, entwickelt wurde. Gerechnet wurde mit dem geochemischen Rechenprogramm EQ3/6, Version 7. Die neuere Version 8 erwies sich als instabil und führte regelmäßig zu vorzeitigen Abbrüchen der Rechnungen, sobald die Wassermengen im System niedrige Werte erreichten. Dagegen konnte mit der Version 7 in allen Fällen bis zum (fast) vollständigen Wasserverbrauch gerechnet werden.

In den nachfolgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der Modellierungen der Reaktionen von SVV (reines wasserfreies MgSO<sub>4</sub>) mit den Lösungen vorgestellt, die auch in den Versuchen eingesetzt worden waren. Jede Abbildung besteht aus zwei Bildern. Im oberen Bild werden der Wasserverbrauch bei zunehmender Zugabe von MgSO<sub>4</sub> und die Zunahme des Systemvolumens dargestellt. Im unteren Bild werden das verbrauchte Volumen von SVV und die Volumina der entstehenden neuen Mineralphasen gezeigt. Die in diese Rechnungen eingehenden Molvolumina der an den Reaktionen beteiligten Minerale sind in Tab. 11.1 aufgelistet. Tab. 11.1Molvolumina der an den Reaktionen von SVV mit NaCl-, IP21- und Tach-<br/>hydrit-Lösung beteiligten Minerale

Phase	Chemische Formel	Molvolumen [cm <sup>3</sup> /mol]				
Beteiligte Phasen bei der Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung						
Wasser	H <sub>2</sub> O	18,069				
MgSO <sub>4</sub> -wasserfrei (SVV)	MgSO <sub>4</sub>	45,250				
Kieserit	MgSO <sub>4</sub> ·1H <sub>2</sub> O	56,600				
Starkeyit (Leonhardit)	MgSO <sub>4</sub> ·4H <sub>2</sub> O	95,740				
Pentahydrit	MgSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	110,760				
Hexahydrit	MgSO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	132,580				
Epsomit	MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	146,800				
Bloedit	Na <sub>2</sub> Mg(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O	149,980				
Halit	NaCl	27,015				
Beteiligte Minerale bei der Reaktion von SVV mit IP21-Lösung:						
SVV, Halit, Pentahydrit, Kieserit (s.o.) und zusätzlich						
Anhydrit	CaSO <sub>4</sub>	45,940				
Bischofit	MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	129,570				
Carnallit	KCIMgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	172,580				
Kainit	KCIMgSO <sub>4</sub> ·3H <sub>2</sub> O	115,300				
Beteiligte Minerale bei der Reaktion von SVV mit Tachhydrit-Lösung						
SVV, Anhydrit, Bischofit, Carnallit, Halit, Kieserit (s.o.)						

Die geochemische Modellierung bezieht alle berechneten Parameter (Lösungszusammensetzung, aufgelöste und neugebildete Minerale) auf 1 kg Wasser. Bei der Reaktion wird das Wasser der reagierenden Lösung schrittweise verbraucht. In gleichem Maße wird SVV verbraucht. Dabei bilden sich neue Minerale mit einem Volumen, das größer ist, als das Gesamtvolumen des Systems, in jedem Reaktionsschritt. Das Gesamtvolumen oder Systemvolumen ist die Summe der Volumina von SVV, Lösung und neugebildeten Phasen. Zu Beginn der Reaktion befindet sich in den Poren zwischen dem wasserfreien MgSO<sub>4</sub> nur Salzlösung.

Der Volumenvergrößerung während der Reaktion verdankt der SVV seine Dichtwirkung. Wie die Abbildungen zeigen, bildet sich ein Material, dass nicht nur den anfänglich großen Porenraum vollständig ausfüllt, sondern ein größeres Volumen hat, als zu Beginn der Reaktion vorhanden war. Dieses größere Volumen führt (wenn SVV eingespannt ist) zu einem Druckaufbau, zu einem Verschluss der Auflockerungszone und zu einer schnellen und langfristig aufrechterhalten bleibenden sehr effektiven Abdichtung gegen nachströmende Lösung. Auch die Umläufigkeiten in der Auflockerungszone werden durch die Kristallisationsdrucke schnell und nachhaltig beseitigt. Darin besteht der Vorzug des SVV.

In den folgenden Unterkapiteln wird quantitativ dargestellt, wie sich die Volumenverhältnisse während der Reaktionen von wasserfreiem MgSO<sub>4</sub> mit NaCl-, IP21- und Tachhydrit-Lösung darstellen. Diese Rechnungen sind belastbar, da die thermodynamische Datenbasis qualitätsgesichert, vollständig und in sich konsistent ist.

### 11.2.1 Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung

Die NaCI-Lösung ist an Halit gesättigt und hat eine Dichte von 1,1993 g/cm<sup>3</sup>. In 1 kg  $H_2O$  sind 356,7 g (entsprechend 6,103 mol) NaCI gelöst. Auf 1 kg  $H_2O$  beziehen sich alle Modellrechnungen. Bei der Eindunstung eines solchen Lösungsvolumens von NaCI-Lösung werden 164,9 cm<sup>3</sup> Halit ausgeschieden, die dazu beitragen den ursprünglichen Porenraum zu reduzieren.

Die Abbildungen Abb. 11.10 bis Abb. 11.14 bestätigen und erweitern mit quantitativen Informationen die im vorhergegangenen Kapitel beschriebenen, experimentellen Beobachtungen. Beim ersten Kontakt zwischen SVV und NaCI-Lösung bildet sich die Paragenese Bloedit, Epsomit und Halit mit den in Abb. 11.10 unten gezeigten Volumina. Währende der Reaktion, die zur Bildung von Epsomit führt, erhöht sich das Systemvolumen um knapp 30 %. Der wasserreiche Epsomit ist jedoch metastabil und wandelt sich, wie experimentell nachgewiesen wurde und wie von der Rechnungen richtig beschrieben wird, über die Stufen Hexahydrit, Pentahydrit und Starkeyit schließlich in Kieserit um. Dabei wird Wasser schrittweise frei und reagiert weiter mit bis dahin noch nicht verbrauchtem, SVV. Diese schrittweisen Übergänge von den metastabilen Paragenesen zu der letztendlich thermodynamisch stabilen Paragenese mit Kieserit, Bloedit und Halit führen auch wieder zu Freisetzung von Wasser. Aus den Ergebnissen der Modellierung lässt sich ableiten, wie viel von dem ursprünglich in den Porenraum eingedrungenen Wasser in der stabilen Phase Kieserit gebunden bleibt (s. nächstes Kapitel). In Abb. 11.11 (mit Hexahydrit), Abb. 11.12 (mit Pentahydrit), Abb. 11.13 (mit Starkeyit) und Abb. 11.14 (mit Kieserit) wird deutlich, wie viel Wasser bei jedem Entwässerungsschritt frei wird und wie viel neues, noch unverbrauchtes, MgSO4 dadurch an der Reaktion noch teilnimmt. Während bei der Bildung von Epsomit die 55,6 mol Wasser (aus 1 kg Wasser in der Ausgangslösung) ausreichen, um ca. 8 mol Epsomit (8 mol Epsomit x 7 mol Wasser in 1 mol Epsomit = 56 mol Wasser) zu hydratisieren, können mit der gleichen Wassermenge 55,6 mol Kieserit (mit 1 mol Wasser

pro Formeleinheit) gebildet werden. Die einzelnen Stufen der Entwässerung konnten berechnet werden, indem das jeweils höhere Hydrat in der Folgerechnung unterdrückt wurde.



Abb. 11.10 Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung; oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale



Abb. 11.11 Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV (reines MgSO<sub>4</sub>) mit NaCl-Lösung nach der Umwandlung von Epsomit (MgSO<sub>4</sub>\*7H<sub>2</sub>O) in Hexahydrit (MgSO<sub>4</sub>\*6H<sub>2</sub>O); oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale



Abb. 11.12 Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV mit NaCl-Lösung nach der Umwandlung von Hexahydrit in Pentahydrit; oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale



Abb. 11.13 Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung nach der Umwandlung von Pentahydrit in Starkeyit; oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale


Abb. 11.14 Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung nach der Umwandlung von Starkeyit in die langzeitstabile Paragenese mit Kieserit; oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale

#### 11.2.2 Reaktion von SVV mit IP21-Lösung

Eine IP21-Lösung ist an Halit, Carnallit, Sylvin, Kainit und Polyhalit gesättigt. Sie hat eine Dichte von 1,299 g/cm<sup>3</sup>. Wird dieser Lösung Wasser entzogen, fallen die übersättigten Mineralphasen aus und füllen zusätzlich zu den neugebildeten MgSO<sub>4</sub>-Hydratphasen den Porenraum aus. Ähnlich wie bei der Reaktion mit NaCl-Lösung werden die höheren MgSO<sub>4</sub>-Hydrate mit der Zeit in die stabile Phase Kieserit übergehen und dabei Wasser abgeben. Die langzeitstabile Mineralparagenese besteht dann aus Kieserit, Bischofit, Carnallit, Halit und etwas Anhydrit.



Abb. 11.15 Reaktion einer IP21-Lösung mit 1 kg H<sub>2</sub>O mit SVV

#### 11.2.3 Reaktion von SVV mit Tachhydrit-Lösung

Die in den Versuchen eingesetzte Tachhydrit-Lösung hat eine Dichte von 1,4554 g/cm<sup>3</sup> und ist an den Mineralen Antarcticit (CaCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O) und CaCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O gesättigt sowie an Tachhydrit (CaCl<sub>2</sub>·MgCl<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O) und Bischofit (MgCl<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O nahezu gesättigt. Wird dieser Lösung Wasser entzogen, fallen die übersättigten Mineralphasen aus und füllen zusätzlich zu den neugebildeten MgSO<sub>4</sub>-Hydratphasen den Porenraum aus.



Abb. 11.16 Reaktion einer Tachhydrit-Lösung mit 1 kg H<sub>2</sub>O mit SVV

Bei der Reaktion einer Tachhydrit-Lösung mit SVV bildet sich praktisch sofort eine langzeitstabile Paragenese mit Kieserit, Bischofit, Anhydrit, etwas Carnallit und Halit aus. Das in den Röntgenaufnahmen beobachtete Halbhydrat (CaSO<sub>4</sub>·0,5H<sub>2</sub>O) wandelt sich sehr schnell in Anhydrit um.

Die Ergebnisse der geochemischen Modellierung werden durch die experimentelle Ergebnisse gestützt und untermauern somit die bereits getroffene Aussage, dass SVV unabhängig von der verwendeten Lösung thermodynamisch stabile Mineralparagenesen bildet, die mit ihrer Salzumgebung im Gleichgewicht stehen und damit absolut langzeitstabil sind.

#### 11.3 Verbleib des Wassers im SVV

Aus den Ergebnissen der geochemischen Modellierung lässt sich ausrechnen, wie viel des ursprünglich mit der Lösung in den Porenraum eingedrungenen Wassers endgültig und thermodynamisch stabil im Kristallwasser des Kieserits gebunden bleiben wird. Diese Rechnung sieht wie folgt aus:

Gehen wir von einem SVV-Körper mit einem Volumen von 2 Litern aus und einem ursprünglichen Porenvolumen zwischen den Körnern des trockenen wasserfreien MgSO<sub>4</sub> von 50 %, ergibt das ein Lösungsvolumen von 1 Liter. Wird der SVV mit einer gesättigten NaCl-Lösung (ca. 800 g H<sub>2</sub>O/Liter Lösung, entspricht ca. 44 mol H<sub>2</sub>O) geflutet, stehen am Anfang ca. 44 mol H<sub>2</sub>O mit ca. 22 mol MgSO<sub>4</sub> im Kontakt. Bei Erreichen des thermodynamischen Gleichgewichts werden daraus 22 mol Kieserit gebildet. D. h. dass nur die Hälfte des ursprünglich eingedrungenen Wassers verbraucht wird.

Bei Verwendung einer IP21-Lösung (mit ca. 600 g H<sub>2</sub>O/Liter Lösung, entspricht ca. 33 mol H<sub>2</sub>O, werden ebenfalls nur die 22 mol vorhandenes MgSO<sub>4</sub> in Kieserit umgewandelt werden können. D. h., dass ca. 1/3 des ursprünglichen Wasser nicht gebunden bleiben wird und abwandern kann oder als Lösungseinschlüsse im Dichtbauwerk erhalten bleiben wird. Aus diesem Vergleich zeigt sich allerdings auch deutlich, dass die Verwendung von IP21-Lösung auf lange Sicht günstiger ist, als die von NaCI-Lösung, auch wenn der anfängliche Volumenzuwachs bei der NaCI-Lösung größer ist.

Noch mehr von dem ursprünglich eingedrungenen Wasser wird thermodynamisch stabil und damit endgültig im Kieserit gebunden, wenn eine Tachhydrit-Lösung mit

400 g  $H_2O$  /Liter Lösung, entsprich ca. 22 mol  $H_2O$ , verwendet wird. Dabei wird der gesamt SVV in Kieserit umgewandelt und es bleibt kein freies Wasser übrig.

## 12 Technische Anforderungen an die Realisierbarkeit von SVV-Dichtelementen

Ein Dichtbauwerk aus SVV besteht aus dem abzudichtenden Hohlraum, dem SVV-Dichtelement und Widerlagern, die das Dichtelement einschließen. Die Widerlager haben die Funktion, die Volumenausdehnung des SVV-Dichtteils zu begrenzen und somit zum Aufbau eines Kristallisationsdrucks beizutragen. Das Material der Widerlager sollte, ebenso wie das SVV-Material, der Salzumgebung, in der es errichtet wird, angepasst sein. In einer Steinsalzumgebung sollte SVV mit NaCI-Lösung geflutet werden und die Widerlager aus Portland-basiertem Salzbeton herbestellt. In Kaligesteinen sollte das SVV-Dichtelement mit einer Salzlösung geflutet werden, die im Gleichgewicht zum umgebenden Kaligestein steht. Als Material für das Widerlager bieten sich Magnesiabinder an.

Die technischen Anforderungen an die Realisierung von SVV-Dichtbauwerken sind vergleichsweise niedrig.

Es bedarf keiner besonderen Bearbeitung der Stöße, Firsten und Sohlen. Oberflächenrauhigkeiten stören ebenso wenig wie Bohrmehl oder Salzstaub. Ein Ausschneiden der Auflockerungszone kurz vor Baubeginn ist empfehlenswert, aber nicht zwingend notwendig. Wie die In-situ-Versuche gezeigt haben, reichen die Kristallisationsdrucke aus, um die Auflockerungszone nach wenigen Wochen selbsttätig zu verschließen.

Das Einbringen des trockenen, rieselfähigen SVV ist mittels pneumatischer Förderung schnell und einfach realisierbar. Ein Verdichten des eingebrachten SVV ist zwar zu empfehlen, weil damit die Kristallisationsdrucke schneller ansteigen, aber nicht unabdingbar.

Zur Einbringung der Lösung in das SVV-Dichtelement empfiehlt es sich mehrere Flutungsleitungen zu legen, um eine möglichst schnelle und gleichmäßige Flutung des gesamten Dichtelementes gleich zu Beginn der Flutung zu erreichen. Die Erfahrung der In-situ-Versuche zeigt, dass mehrere Nachinjektionen in halbjährlichem Abstand sich positiv auf die Kristallisationsdrucke und damit auf die Auflockerungszone und Dichtwirkung des Gesamtsystems auswirken.

105

Damit sind Bauwerke aus SVV verhältnismäßig schnell, einfach und preiswert zu erstellen.

#### 13 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieses Vorhabens wurde der wissenschaftliche und technische Nachweis erbracht, dass hochwirksame Strömungsbarrieren aus dem arteigenen Material SVV zur Versiegelung von Endlagern für radioaktive Stoffe und von Untertagedeponien in allen Arten von Salzgesteinen gebaut werden können. Weiterhin wurde gezeigt, dass die Eigenschaften des Dichtmaterials SVV mit allen Arten von Salzgesteinen, d. h. mit Steinsalz, mit Carnallitit und mit Tachhydrit kompatibel sind. Mittels Versuchen unterschiedlicher Größenordnung, von kleinkalibrigen Laborversuchen über Technikumsversuche unterschiedlicher Dimensionen bis zu großkalibrigen In-situ-Versuchen konnte gezeigt werden, dass ein Upscaling der Ergebnisse möglich ist. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass großkalibrige Dichtbauwerke mit geringem technischem Aufwand sowohl in horizontalen als auch in vertikalen Hohlräumen zu vergleichsweise niedrigen Kosten erstellt werden können. Es wurde demonstriert, dass eine optimale Dichtwirkung gegen Salzlösungen unter hohen hydrostatischen Drücken, unter allen denkbaren Randbedingungen hinsichtlich der Wirtsgesteine und der Hohlraumgeometrien erreicht werden kann. Weiterhin konnte plausibel dargelegt werden, dass die kurzfristig erreichte und nachweislich hohe Dichtwirkung langzeitig erhalten bleiben wird und dass das Dichtmaterial über geologische Zeiträume im geochemischen Gleichgewicht zu seiner Salzumgebung erhalten bleibt.

Durch die Verwendung arteigener Materialien (wasserfreies MgSO<sub>4</sub> mit oder ohne Zuschläge von Steinsalz oder Sylvin) ist im Vergleich zu konventionellen Baustoffen insbesondere der Nachweis der Langzeitstabilität über lange Zeiträume einfacher zu führen.

Die für eine konkrete Auslegung von Strömungsbarrieren notwendige Kenntnis von spezifischen Materialeigenschaften und praktischen Auslegungen stehen zur Verfügung. Dies betrifft insbesondere die thermischen, mechanischen, hydraulischen und geochemischen Eigenschaften der ausgewählten Materialien. Anhand der hier vorliegenden Ergebnisse sollte ein geschlossener quantitativer Sicherheitsnachweis, in der die Langzeitstabilität der Baumaterialien im Vordergrund steht, für die verschiedenen Bemessungssituationen für Strömungsbarrieren in UTDs und Endlagen im Salz geführt werden können. Die detaillierte Dokumentation in diesem Bericht zur Erarbeitung von Verschlusskonzepten und zu ihrer Realisierung bildet eine gute Grundlage für praktische, großtechnische Dichtbauwerke aus SVV in Endlagerbergwerken und Abfalldeponien in Salzformationen.

#### 14 Literatur

- Brockt, G. Fritz, K.-J. Stedingk K. Witzke T. (2001): Die ehemalige Kaligrube Brefeld bei Staßfurt - Streiflichter aus einer faszinierenden Welt.- Mineralien-Welt 12(2), 15-27.
- Droste, J.; Feddersen, H.-K.; Rothfuchs, T. (2001) Experimental Investigations on the Backfill Behaviour in Disposal Drifts in Rock Salt (VVS-Project). GRS—173, Braunschweig, März 2001.
- Europäische Patentanmeldung Nr. 00 120 249.8-2307 "Verfahren zum Verhindern des Eindringens einer Salzlösung in einen Hohlraum einer Salzlagerstätte". Anmelder: Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit (GRS) mbH, Erfinder: W. Sander.
- Fein, E.; Müller-Lyda, I. Storck, R. (1996): Ableitung einer Permeabilitätsbeziehung für Salzgrus und Dammbaumaterialien.- GRS-132, ISBN 3-923875-83-5; Köln/Deutschland.
- Harvie, C. E., Möller, N. and Weare, J. H. (1984): The prediction of mineral solubilities in natural waters, the Na-K-Mg-Ca-Cl-SO4-OH-HCO3-CO3-CO2-H2O system to high ionic strength at 25 °C. – Geochimica et Cosmochimca Acta, v. 48, 723 -751.
- HERBERT, H.-J. & KULL, H. (2004): A new self sealing and healing backfill material for repositories in salt formations.- Solution Mining Research Institute; Technical Conference, Proceeding p. 239-264 –; October 03-06, 2004; Berlin –Germany.
- HERBERT, H.-J. & KULL, H. (2004): A Self Sealing Backfill Material for Repositories in Salt Formations.- Waste Management Symposia –; WM'05 February 27 – March 3, 2005; Tucson / Arizona US.
- Herbert, H.-J. & Sander, W. (1998): Untersuchungen an Lösungszusammensetzungen bei der Migration durch das Grubengebäude Bartensleben. Bericht zum Lösungsszenario "Lösungszutritt über den Hauptanhydrit" GRS-Bericht zum Projekt Morsleben PSP-Element 9M 212 313 20, Mai 1998.

- Herbert, H.-J. & Sander, W. (1999): Untersuchungen an Lösungszusammensetzungen bei der Migration durch das Grubengebäude Bartensleben. Ergebnisbericht zu den Lösungsvorgängen bei der instantanen Flutung. GRS-Bericht zum Projekt Morsleben PSP-Element 9M 212 313.
- Herbert, H.-J. (2000): Zur Geochemie und geochemischen Modellierung hoch salinarer Lösungen – Geologisches Jahrbuch, Sonderhefte, Reihe D, Heft SD1, 329 pp.
- Herbert, H.-J. (2003): Bentonitdichtungen und Selbstverheilender Versatz.- PtwT+E Fachgespräch Verschlussbauwerke 1993 bis 2003, Freiberg 17./18. März 2003.
- Herbert, H.-J. (2009): Verschlussbauwerke aus SVV. Vortrag auf dem Projektgespräch CARLA am Schacht Halle/Angersdorf, am 02,07.2009.
- Herbert, H.-J. und Hertes U. (2009): Neuere Untersuchungen am selbstverheilenden Salzversatz. - Vortrag auf dem Fachgespräch "Verschlusssystem" des Projektträgers an der TU BA Freiberg, am 20.-21. Oktober 2009.
- Herbert, H.-J. und Hertes U. (2009):Verschlussbauwerke aus selbstverheilendem Salzversatz (SVV) - Vortrag bei der K+S Entsorgungs-GmbH in Kassel, am 20.1.2009.
- Herbert, H.-J., Kull, H., Sander, W. (2001): Weiterentwicklung eines selbstverheilenden Salzversatzes als Komponente im Barrieresystem Salinar - In "Untertägige Entsorgung - Fünftes Statusgespräch zu FuE-Vorhaben auf dem Gebiet der Entsorgung gefährlicher Abfälle in tiefen geologischen Formationen". 15.-16. Mai 2001in Leipzig; Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA-PTE Nr. 7, S.165-173.

Internetliteratur http://www.vogelbeck.de/kaliwerk.htm: Der Kalibergbau in Vogelbeck.

- KULL,H.; HERBERT;.H.-J.; SANDER, W.(2004): A new self sealing backfill material for repositories in salt formations.- DISTEC 2004 – International Conference on Radioactive Waste Disposal; April 26-28, 2004; Berlin –Germany.
- Mariner, P. (2005), In-drift precipitates/salt model, Report ANL-EBS-MD-000045 REV02, Bechtel SAIC Company, Las Vegas, Nevada, prepared for: U.S. Department of Energy O±ce of Civilian Radioactive Waste Management Office of Repository Development.

- Pitzer, K. (1973), Thermodynamics of electrolytes. 1. Theoretical basis and general equations, Journal Physical Chemistry, 77, 268-277.
- Pitzer, K. (1975), Thermodynamics of electrolytes. 5. Efects of higher-order electrostatic terms, Journal Solution Chemistry, 4, 249-265.

Pitzer, K. (1991), Activity Coe±cients in Electrolyte Solutions, 2nd ed., CRC Press.

- Pitzer, K., and J. Kim (1974), Thermodynamics of electrolytes. 4. Activity and osmotic coeficients for mixed electrolytes, Journal American Chemical Society, 96, 5701-5707.
- Popp, T. & Salzer, K. (2005): Gebirgsmechanische Eigenschaften von Carnallitit und Geotechnische Charakterisierung der ALZ - Teilbericht zum AP2: Analyse der Wirkungsbedingungen und Ableitung der Anforderungen. In: Knoll, P. et al.: Entwicklung eines Grundkonzeptes für langzeitstabile Streckendämme im leichtlöslichen Salzgestein (Carnallitit) für UTD/UTV. Abschlussbericht. BMBF-FKZ: 02C0942. Teutschenthal 2005.
- Rothfuchs, T.; Feddersen, H.-K.; Kröhn, K.-P.; Miehe, R.; Wieczorek, K. (1999): The DEBORA-Project: Development of Borehole Seals for High-Level Radioactive Waste Phase II.- Final Report; GRS-161, ISBN 3-931995-26-7; Cologne/Germany.
- SANDER, W. & HERBERT, H.-J. (2002): Wirksamkeit der Abdichtung von Versatzmaterialien.- Geochemische Untersuchungen zum Langzeitverhalten von Salzversatz mit Zuschlagstoffen.- GRS-Bericht-180, ISBN 3-931995-48-8, Köln.
- Sander, W. (1999): Wirksamkeit der Abdichtung von Versatzmaterialien In "Untertägige Entsorgung - Viertes Statusgespräch zu FuE-Vorhaben auf dem Gebiet der Entsorgung gefährlicher Abfälle in tiefen geologischen Formationen", 14.-15. September. In Clausthal-Zellerfeld; Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA-PTE Nr. 6, S.315-328.
- Sander, W. (2002): Ein neues Verfahren zum Verschluss von Entsorgungsbergwerken im Salz – Tagungsband des 2. Altbergbaukolloquiums, 7. bis 9. November 2002 in der TU Clausthal, S.372 – 388.

- Sander, W. and Herbert, H.-J. (2000): A new hydraulic barrier Performance of a selfsealing salt backfill material. In Proceedings DisTec 2000, Disposal Technologies and Conceps 2000, Kontec Gesellschaft f
  ür technische Kommunikation mbH, Hamburg. ISBN 3-9806415-3-8.
- ZINCKEN, C. (1865): Mitteilung an Prof. H.B. Geinitz vom 18.März 1865 [Über ein neues Mineral, Kainit].- Neues Jahrbuch für Mineralogie, Geologie und Paläontologie, 310.

# Abbildungsverzeichnis

Abb. 6.1	Druckzellen unterschiedlicher Form und Größe für die Messung von Kristallisationsdrucken im Labor
Abb. 6.2	Prinzipskizze des Aufbaus der Messeinrichtung für die Messung des Kristallisationsdrucks
Abb. 6.3	Entwicklung von Lösungsdruck, Kristallisationsdruck und Volumenver- änderungen während der Reaktion von SVV mit Salzlösungen
Abb. 6.4	Beispiel einer Messung mit der Entwicklung von Lösungsdruck, Systemdruck (Summe aus Lösungsdruck und Kristallisationsdruck) und Temperatur während der Reaktion von SVV mit Salzlösung
Abb. 6.5	Kristallisationsdrucke von SVV im Kontakt mit unterschiedlichen Salzlösungen in Abhängigkeit vom Feststoff/Lösungsverhältnis [g/g] bei einem anstehenden Lösungsdruck von ca. 30 bar
Abb. 6.6	Permeabilitätsmessungen an Probe SVV 13 mit IP21-Lösung bei einem Fluiddruck von 30 bar
Abb. 6.7	Permeabilitätsmessungen an Proben aus dem kleinen Druckrohr 3 im Technikum, mit Tachhydrit-Lösung, bei einem Lösungsdruck von 70 bar (Probe aus dem Randbereich des Rohres)
Abb. 6.8	Permeabilitätsmessungen an Proben aus dem kleinen Druckrohr 3 im Technikum, mit Tachhydrit-Lösung, bei einem Lösungsdruck von 70 bar (Probe aus dem Zentrum des Rohres)
Abb. 6.9	Porositäts-/Permeabilitätsbeziehung von SVV-Proben mit IP21-Lösung im Vergleich mit Daten von trockenem und feuchtem Steinsalzgrus
Abb. 7.1	Instrumentierung der Rohre mit sechs Temperaturaufnehmern im Rohr- innern (Bild links), drei davon am Rand und drei in der Mitte sowie mit PT-100 Temperaturfühlern auf der Oberfläche der Rohre (Bild links) und mit drei Druckaufnehmern, in der Mitte der Rohre (Bild Mitte)

Abb. 7.2	Rohrdeckel und Ventil für das Einfüllen der Lösung. Ein gleiches Ventil
	befand sich am andern Ende des Rohres für den Lösungsaustritt 26
Abb. 7.3	Befüllen der Rohre mit SVV
Abb. 7.4	Beim Abtrennen der Kopfenden der Rohre platzten die abgeflexten Deckel mit fest anhaftendem SVV ab
Abb. 7.5	Im Einströmbereich der Lösung befand sich eine ca. 15 cm tiefe Zone mit nicht erhärtetem SVV. Durch den hier lokal herrschenden Lösungs- überschuss konnte das SVV hier nicht aushärten
Abb. 7.6	SVV-Probekörper aus Rohr 2 mit IP21-Lösung nach Aufflexen des Rohres
Abb. 7.7	SVV-Material aus Rohr 2 mit IP21-Lösung mit optisch erkennbaren Inhomogenitäten
Abb. 7.8	Laufender SVV-Versuch in einem kleinen Druckrohr im Labor; auf der linken Seite Lösungseingang, HPLC-Pumpe und Waage mit Lösungs- vorrat
Abb. 7.9	Ausschnitt der 574 m-Sohle mit den Versuchsorten für die großen Stahlrohre und dass vertikalen Großbohrloch im Carnallitit
Abb. 7.10	Prinzipskizze des Stahlrohres mit der Pumpe für die Laugeninjektion und der Datenerfassungsanlage
Abb. 7.11	Sprengstoff - Verblasanlage
Abb. 7.12	Großkalibriges Druckrohr in der Asse
Abb. 7.13	Erstellung des vertikalen Großbohrlochs im Carnallitit in der Asse 41
Abb. 7.14	Rüttler für die Verdichtung des SVV im Bohrloch 42
Abb. 7.15	Stahlkonstruktion für die Abstützung des Betonstopfens

Abb. 7.16	Vertikales Bohrloch mit Verfüllung, Schrägbohrungen Schnitt parallel zur Strecke, Blick in Richtung nördlicher Stoß
Abb. 7.17	Vertikales Bohrloch mit Verfüllung und Stützkonstruktion Schnitt quer zur Strecke
Abb. 7.18	Flutung des Großbohrlochs mit Tachhydrit-Lösung 46
Abb. 7.19	Lage des Versuchsorts in der Grube Teutschenthal 48
Abb. 7.20	Prinzipskizze – SVV-In-situ-Versuch, horizontales Bohrloch im Berg- werk Teutschenthal, Spannunsgeber (Glötzel–Zellen, blau), Poren- druckaufnehmer (rot) mit Temperaturfühlern (grün)
Abb. 7.21	Bauphase – Erstellung des Bohrlochs 49
Abb. 7.22	Bauphase – Flutungskammer mit Flutungsleitungen, Kiesschüttung und Lochsteinmauer
Abb. 7.23	Glötzl-Druckaufnehmer an der Bohrlochwand und auf der permeablen Lochsteinmauer
Abb. 7.24	Anordnung der Glötzl-Spannungsgeber zur Erfassung des Gesamt- drucks im SVV-System (Laugendruck + Kristallisationsdruck) während der Reaktion und des Kristallisationsdrucks nach Verbrauch der Lösung am Ende der Reaktion
Abb. 7.25	Bauphase – Einrichten und Anschließen der Datenerfassung54
Abb. 7.26	Bauphase – Einbau und Verdichten von Magnesiumsulfat55
Abb. 7.27	Bauphase – Trennmauer zwischen Magnesiumsulfat und Widerlager 55
Abb. 7.28	Bauphase – Einbau des Magnesiabeton–Widerlagers55
Abb. 7.29	Bauphase – Anbringen der Sicherheits- Stahlplatte

Abb. 8.1	Rohrversuch 1 mit IP21-Lösung, Druck und Temperaturentwicklung während der ersten beiden Tage
Abb. 8.2	Rohrversuch 2 mit IP21-Lösung, Temperatur- und Druckverläufe über knapp vier Monate
Abb. 8.3	Rohrversuch 2 mit IP21-Lösung, Temperaturverläufe61
Abb. 8.4	Mineralparagenese im SVV aus Rohr 2 mit IP21-Lösung in Proben, die 15, 50 und 85 cm vom Lösungseintrittsort lagen
Abb. 8.5	Rohrversuch 4 mit IP21-Lösung, Temperaturverläufe im Innern des Rohres über sechs Monate
Abb. 8.6	Rohrversuch 4 mit IP21-Lösung, Druckverläufe im Innern des Rohres über 7 Monate
Abb. 8.7	Rohrversuch 3 mit Tachhydrit-Lösung, Temperaturverläufe im Innern des Rohres über neun Monate
Abb. 8.8	Rohrversuch 3 mit Tachhydrit-Lösung, Druckerläufe im Innern des Rohres über neun Monate
Abb. 8.9	Entwicklung von Druck und Temperatur im großkalibrigen Druckrohr 1 während der Reaktion SVV mit IP21-Lösung
Abb. 8.10	Links: Nach Reaktion mit Tachhydrit-Lösung ausgehärtetes SVV aus einem großkalibrigen Druckrohr in der Asse – Probe nach Ausbau aus dem Druckrohr; Rechts: Innenansicht des SVV-Probekörpers aus einem großkalibrigen Druckrohr in der Asse nach Reaktion mit Tachhydrit-Lösung – es hat sich ein sehr festes, dichtes und augenscheinlich homogenes Material ausgebildet
Abb. 8.11	Nach Reaktion mit Tachhydrit-Lösung ausgehärtetes SVV aus einem großkalibrigen Druckrohr in der Asse – Probenvorbereitung für geome- chanische Festigkeitsuntersuchungen

Abb. 8.12	Entwicklung von Druck und Temperatur während der Reaktion SVV mit IP21-Lösung Druckrohr 3 in der Schachtanlage Asse
Abb. 8.13	Entwicklung von Druck und Temperatur im großkalibrigen Druckrohr 2 während der Reaktion SVV mit Tachhydrit-Lösung
Abb. 8.14	Entwicklung von Druck und Temperatur im großkalibrigen Druckrohr 4 während der Reaktion SVV mit Tachhydrit-Lösung
Abb. 9.1	Entwicklung des Laugendrucks bei der Flutung des SVV im groß- kalibrigen Bohrloch im Carnallitit der Asse mit Tachhydritlösung
Abb. 9.2	Entwicklung der Drucke innerhalb des SVV während der Reaktion mit Tachhydrit-Lösung im großkalibrigen Bohrloch im Carnallitit der Asse70
Abb. 9.3	Bilanzierung der eingebrachten Lösungsmengen71
Abb. 9.4	Lösungsaustritte bei der Flutung des SVV aus der Flutungsleitung aus Ankerbohrlöchern
Abb. 9.5	Temperaturentwicklung an den Temperaturfühlern der Glötzel-Zellen 72
Abb. 9.6	Entwicklung der Drucke im Bauwerk während der ersten beiden Flutungsphasen im September und Oktober 200974
Abb. 9.7	Druckentwicklung im SVV-Dichtelement während der ersten beiden Flutungsphasen im September und Oktober 2009 sowie der Injektions- tests im Januar und Juli 2010
Abb. 9.8	Druckverlauf beim Laugeninjektionstest (Injektionsleitung b am 19.01.2010 verstopft; Konstantdruckphase am 21.01.2010 zwischen ca. 9:00 Uhr und 12:15 Uhr)
Abb. 9.9	Injizierte Laugenmasse (Werte am 19.01.2010 wegen Kristallisation in den Leitungen und ständigen Aus- und Einbauten nicht relevant; Sprünge am 20.10.2010 aus gleichem Grund; Konstantdruckphase am 21.01.2010 zwischen ca. 9:00 Uhr und 12:15 Uhr)

Abb. 9.10	Testverlauf über den 20. und 21.01.2010. Rot: Fließrate (negativ wegen Injektion, während erster Testphase zu konstanter Fließrate vereinfacht), blau: gemessener Druck, schwarz: Kurvenanpassung an
	den Druckverlauf
Abb. 10.1	Spannungs-Verformungs-Kurven des SVV-Dichtkörpers bei unter- schiedlichem Manteldruck im Vergleich mit dem Steinsalz
Abb. 11.1	Mineralbestand von SVV nach der Reaktion mit NaCI-Lösung, nach dem Aushärten und nach sechs Monaten
Abb. 11.2	Mineralbestand von SVV nach der Reaktion mit IP21-Lösung nach dem Aushärten und nach sechs Monaten
Abb. 11.3	Mineralbestand von SVV nach der Reaktion mit Tachhydrit-Lösung nach dem Aushärten und nach sechs Monaten
Abb. 11.4	Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Epsomit (100 %)-Peak 88
Abb. 11.5	Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Hexahydrit (100 %)- Peak
Abb. 11.6	Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Penahydrit (100 %)- Peak
Abb. 11.7	Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit dem Starkeyit (100 %)-Peak 89
Abb. 11.8	Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit Pentahydrit- und Starkeyit- Peak
Abb. 11.9	Ausschnitt aus den RDA-Diagrammen mit Anhydrit- und Halbhydrat- Peak
Abb. 11.10	Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung; oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale

- Abb. 11.14 Geochemische Modellierung der Reaktion von SVV mit NaCI-Lösung nach der Umwandlung von Starkeyit in die langzeitstabile Paragenese mit Kieserit; oben: Entwicklung der Wassergehalte und des Systemvolumens, unten: aufgelöste Mengen SVV und neugebildete Minerale..... 99
- Abb. 11.15 Reaktion einer IP21-Lösung mit 1 kg H<sub>2</sub>O mit SVV...... 100
- Abb. 11.16 Reaktion einer Tachhydrit-Lösung mit 1 kg H<sub>2</sub>O mit SVV...... 101

### Tabellenverzeichnis

Tab. 5.1	Zusammensetzungen der in den Versuchen verwendeten Lösungen 15
Tab. 6.1	Kristallisationsdrucke von SVV im Kontakt mit unterschiedlichen Salz- lösungen in Abhängigkeit von der verwendeten Salzlösung und des Feststoff/Lösungsverhältnises [g/g] bei einem anstehenden Lösungs- druck von ca. 30 bar
Tab. 7.1	Maße der kleinen Druckrohre, erreichte SVV-Schüttdichten nach der Befüllung
Tab. 7.2	Lösungsinjektion in die mit wasserfreiem MgSO4 gefüllten kleinen Druckrohre27
Tab. 7.3	Rohrabmessungen und die Schüttdichte der Befüllung mit wasserfreiem MgSO <sub>4</sub> 31
Tab. 7.4	Versuchsprotokoll der Einbringung von IP21-Lösung (Dichte: 1,3068 g/cm <sup>3</sup> ) in Rohr 1
Tab. 7.5	Versuchsprotokoll der Einbringung von Tachhydrit –Lösung (Dichte: 1,454 g/cm <sup>3</sup> bei 30,9 °C) in Rohr 2
Tab. 7.6	Versuchsprotokoll der Einbringung von IP21-Lösung (Dichte: 1,3068 g/cm <sup>3</sup> ) in Rohr 3
Tab. 7.7	Versuchsprotokoll der Einbringung von Tachhydrit –Lösung (Dichte: 1,454 g/cm <sup>3</sup> bei 30,9 °C) in Rohr 4
Tab. 10.1	Geophysikalische Eigenschaften des verfestigten SVV-Dichtkörpers aus verschiedenen Versuchsanlagen
Tab. 11.1	Molvolumina der an den Reaktionen von SVV mit NaCl-, IP21- und Tachhydrit-Lösung beteiligten Minerale

## Verzeichnis der Anhänge

Anhang 1	Installationsbericht Versuchsrohre Technikum
Anhang 2	Sonderbetriebsplan Nr. 1/2001, GNr. W 5010-4/01 vom 12.03.2001
Anhang 3	Technischer Bericht über die Datenerhebung der Messdaten im SVV2 Projekt
Anhang 4	Flutung der Horizontalbohrung Teutschenthal
Anhang 5	Ergebnisse zu geomechanischen Eigenschaften von SVV

Gesellschaft für Anlagenund Reaktorsicherheit (GRS) mbH

Schwertnergasse 1 50667 Köln Telefon +49 221 2068-0 Telefax +49 221 2068-888

Forschungszentrum **85748 Garching b. München** Telefon +49 89 32004-0 Telefax +49 89 32004-300

Kurfürstendamm 200 **10719 Berlin** Telefon +49 30 88589-0 Telefax +49 30 88589-111

Theodor-Heuss-Straße 4 **38122 Braunschweig** Telefon +49 531 8012-0 Telefax +49 531 8012-200

www.grs.de