Hochschule Merseburg

Naturwissenschaften

Fachbereich Ingenieur- und

Bachelor-Studiengang-Chemietechnik

Bachelorarbeit

Ersatzfüllstoffe in Reaktionsharzsystemen

Bachelorarbeit

vorgelegt

von

Martin Meilick

Geb. 29.08.1985 in Halle (Saale)

Matrikel-Nummer: 21418

Verantwortlicher Hochschullehrer: Prof. Dr. Mathias Seitz

Merseburg, Januar 2018 – Mai 2018

#### Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Zuhilfenahme der ausgewiesenen Hilfsmittel angefertigt habe. Sämtliche Stellen der Arbeit, die im Wortlaut oder dem Sinn nach anderen gedruckten oder im Internet verfügbaren Werken entnommen sind, habe ich durch genaue Quellenangaben kenntlich gemacht.

Halle(Saale), den 15.05.2018

Martin Meilick

# Inhalt:

1	Einleitung
2	Zielsetzung und Struktur der Bachelorarbeit
3	Anforderung von Industriefußböden und Epoxidharzsystemen
3.1	Füllstoffe in modifizierten Epoxidharzen10
3.2	Ersatzfüllstoffe10
3.3	Anforderung des Füllstoffes 11
4	Untersuchung der Füllstoffe 11
4.1	Untersuchung der Kornklassenverteilung11
4.2	Einfluss der Korngröße auf die Homogenität des Kratzspachtels12
4.3	Oberfläche der Füllstoffe 17
4.4	Oberflächenbeschaffenheit der Füllstoffe 18
4.5	Verunreinigungen des Ersatzfüllstoffes21
4.6	Wassergehalt der Ersatzfüllstoffe 21
4.7	Chemische Zusammensetzung des Füllstoffes 23
4.8	Benetzbarkeit der Füllstoffe 28
5	Grundlagen der Härtung eines modifizierten Epoxidharzes
5.1	Einfluss auf das Mischungsverhältnis
5.2	Viskosität des modifizierten Epoxidharzes
6	Strukturaufklärung des Epoxidharzes
7	Grundlagen der Adhäsion 40
7.1	Chemische und physikalische Adhäsion41
7.2	Thermodynamische Betrachtung der Adhäsion44
7.3	Mechanische Adhäsion45
8	Wechselwirkungen der Füllstoffe mit dem Epoxidharz 46
8.1	Chemisch-physikalische Adhäsion zwischen Quarzsand und Epoxidharz
8.2	Chemisch-physikalische Adhäsion zwischen Betonstaub und Epoxidharz
9	Messung mechanischer Kennwerte der gefüllten Epoxidharze 50
9.1	Druck und Biegeversuch
9.2	Auswertung der Bruchstellen vom Biegeversuch53
9.3	Lufteinschlüsse in den Bruchstellen des Biegeversuchs55
9.4	Fließverhalten des gefüllten Epoxidharzes56
9.5	Haftzugfestigkeit des gefüllten Epoxidharzes58

10	Ökologische Betrachtungen	59
11	Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblicke	60
12	Literaturverzeichnis	61
13	Abbildungsverzeichnis	65
13	Tabellenverzeichnis	68
Anhar	ng	70

## Formelverzeichnis:

Formelzeichen	Bezeichnung	Einheit
A	Fläche	cm², m²
а	Abstand	m
α	Schüttwinkel	Grad
Ar	Archimedes-Zahl	dimensionslos
$A_T$	Anströmfläche	m²
β <sub>HZ</sub>	Haftzugfestigkeit	N/mm²
Cw	Strömungswiderstandskoeffizient	dimensionslos
d	Durchmesser	µm, mm
dm	Mittlere Durchmesser	µm, mm
D63,2	Charakteristischer Teilchendurchmesser	μm
dt	Differential der Zeit	S
dp	Durchmesser Partikel	m
η	Dynamische Viskosität	Pa*s
F <sub>A</sub>	Auftriebskraft	Ν
$F_{G}$	Gewichtskraft	Ν
$F_R$	Reibungskraft	Ν

F <sub>T</sub>	Trägheitskraft	Ν
g	Erdbeschleunigung	m/s²
Y	Oberflächenspannung	kg/s²
$k_{arphi}$	Korrekturfaktor für Teilchen im Schwarmverhalten	dimensionslos
М	Feuchtigkeit	%
$m_p$	Masse Feststoffteilchen	kg
N <sub>0</sub>	Stoffmenge vor der Reaktion	mol
$N_t$	Stoffmenge nach der Reaktion	mol
Ρ	Druck	N/mm², MPa
$ ho_f$	Dichte Flüssigkeit	kg/m³
$ ho_p$	Dichte Feststoffpartikel	kg/m³
φ	Teilchenvolumen	%
Q	Wärmemenge	J
r	Stöchiometrisches Verhältnis	dimensionslos
Re	Reynolds-Zahl	dimensionslos
Sm	Massebezogene Oberfläche	cm²/g
Sv	Volumenbezogene Oberfläche	cm²/cm³
$\sigma_B$	Zugfestigkeit	N/mm², MPa

σ <sub>Bi</sub>	Biegefestigkeit	N/mm², MPa
$\sigma_D$	Druckfestigkeit	N/mm², MPa
θ	Randwinkel	Grad
Vp	Sedimentationsgeschwindigkeit Einzelteilchen	mm/h
Vss	Sedimentationsgeschwindigkeit in Teilchenschwarm	mm/h
W	Massenanteil	%
X	Beladung	kg/kg
$\overline{X}$	mittlerer Polymerisationsgrad	%

# Abkürzungsverzeichnis:

- ATR: attenuated total reflection
- FTIR: Fourier-Transform-Infrarotspektrometer
- RFA: Röntgenfluoreszenzanalyse

## 1 Einleitung

In Deutschland werden täglich etwa 65 Hektar Land durch Bebauung von Flächen, Rohstoffförderung wie zum Beispiel von Braunkohle, Kiesen und Sanden sowie zur Deponierung von Abfällen in Anspruch genommen[1]. Dies hat natürlich Konsequenzen auf das Ökosystem. So zum Beispiel nimmt die Diversität von Flora und Fauna zunehmend ab. deren Auswirkung auf den Menschen noch nicht vollständig abschätzbar sind. Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wird untersucht. inwieweit ein Ersatzfüllstoff für einen selbstverlaufenden Kunstharzkratzspachtel verwendet werden kann. Das potentielle Einsparvermögen an Rohstoff beläuft sich nominell auf 30.000 Tonnen Quarzsand im Jahr für die Bundesrepublik Deutschland. Das entspricht der Transportkapazität von circa 1.200 LKW. Ein weiterer Aspekt der Verwendung des Ersatzfüllstoffes ist der Wegfall von Transport und Entsorgungs- beziehungsweise Deponierungskosten. Der Ersatzfüllstoff des Kunstharzkratzspachtels wird praktisch in situ an den Baustellen durch den vorangegangenen Arbeitsschritt gewonnen und verwendet.

## 2 Zielsetzung und Struktur der Bachelorarbeit

Ziel dieser Bachelorarbeit ist die experimentelle Ermittlung, inwieweit Ersatzfüllstoffe für gefüllte Epoxidharzkratzspachtel verwendet werden können. Dabei konzentrieren sich die Untersuchungen auf die Wiederverwendung von Betonschleifstaub als Füllstoff für zwei handelsübliche, modifizierte Epoxidharzsysteme die in der Baustoffindustrie zur Anwendungen kommen. Es werden dabei stets Vergleiche zum bisher verwendeten Füllstoff (Quarzsand) gemacht. Dabei umfasst diese Arbeit Folgende Kapitel:

Kapitel 3: Anforderung an Industriefußböden und Verwendung von gefüllten Epoxidharze als Kratzspachtel.

Kapitel 4: Anforderung, Eigenschaften und Beschaffenheit der Füllstoff.

Kapitel 5: Grundlagen der Epoxidharzhärtung.

Kapitel 6: Chemische Struktur der Epoxidharze.

Kapitel 7: Grundlagen der Adhäsion.

Kapitel 8: Wechselwirkung zwischen Epoxidharzmatrix und den Füllstoff.

Kapitel 9: Experimentelle Untersuchung der mechanischen Kennwerte und Eigenschaften der Epoxidharzkratzspachtel in ausgehärtetem Zustand und Verarbeitbarkeit.

Kapitel 10: Ökologische Betrachtung.

## 3 Anforderung von Industriefußböden und Epoxidharzsystemen

Der überwiegende Einsatz von gefüllten Epoxidharzen kommt zur Verwendung bei stark beanspruchten Fußbodenflächen, diese sind vor allem in der Industrie und Logistik zu finden. Der Fußboden muss besondere mechanische Anforderungen erfüllen hinsichtlich seiner Druckfestigkeit, Biegefestigkeit, Haftzugfestigkeit und Abriebfestigkeit. Dies ist z.B. wegen der Belastung durch Gabelstaplerverkehr und hohe punktuellen Belastungen, beispielsweise durch schwere Bauteile, erforderlich. Ein anderer Aspekt ist das schnelle Aushärten des Epoxidharzkratzspachtels, um das Betreten und Belasten der Flächen innerhalb kürzester Zeit zu ermöglichen. Vor allem bei Reparaturen vorhandener Flächen, ist dies ein entscheidendes Kriterium um Stillstandzeiten von Produktionsanlagen zu vermeiden beziehungsweise zu verringern. Bezüglich der Chemikalienbeständigkeit zeigen auch Epoxidharze besonders gute Eigenschaften. Da der gefüllte Epoxidharzkratzspachtel nicht die Deckschicht des Fußbodens ist, sondern nur die Nivelliermasse, sind jedoch vor allem die mechanischen Kennwerte der Druck- und Biegefestigkeit von Bedeutung.

Tabelle 1: Anforderung an Industriefußböden [2].

Anwendungsbereich	Druckfestig-	Schleifverschleiß
	keit in	Abriebmenge in
	N/mm²	cm <sup>3</sup> /50cm <sup>2</sup>
1. Ausstellungsraum geringe Belastung, wenig	25	<15
Verkehr, Radlast <10KN, Reifendruck <3bar		
2. Mittlere Beanspruchung, Parkhäuser,	30	<12
Tiefgaragen, Gabelstapler Luftbereift,		
Radlast<40KN, Reifendruck <6bar		
3. Schwere Beanspruchung, Metallverarbeitung,	30	<9
KFZ-Betriebe, Stahlbau, Radlast kleiner 80KN,		
Reifendruck <10bar		
4. Sehr schwere Beanspruchung, Schwerindustrie,	35	<6
sehr schwerer Gabelstapler vollgummibereift,		
Radlast > 80KN		

Ein weiterer Aspekt, den ein Kunstharzkratzspachtel erfüllen muss, sind gute Verlaufseigenschaften beim Aufbringen der Massen auf die Flächen, damit eine Nivellierung von Unebenheiten des Untergrundes ermöglicht wird. Zudem sollte der Kunstharzkratzspachtel so homogen wie möglich sein, dies betrifft vor allem Lufteinschlüsse, außerdem kommt es zur Sedimentation von Füllstoffteilchen während der Aushärtung.

#### 3.1 Füllstoffe in modifizierten Epoxidharzen

Füllstoffe dienen zum Füllen von Epoxidharzen. Dabei bringen in der Regel Füllstoffe in solchen Harzsystemen viele Vorteile. Zum einen sind Füllstoffe im Vergleich zu dem Harz wesentlich günstiger als Beschichtungen aus reinem Harz, zum anderen verleihen sie dem Harz bessere Eigenschaften, d.h. ihr Schwindungsverhalten ist wesentlich besser als bei ungefüllten Harzen, aber auch die mechanischen Eigenschaften wie die Abriebfestigkeit und Druckfestigkeit können in dieser Komposition verbessert werden [3].

In dieser Arbeit wird der herkömmliche Füllstoff Quarzsand im Vergleich zu einem Ersatzfüllstoff untersucht.

#### 3.2 Ersatzfüllstoffe

Die hier zu untersuchenden Ersatzfüllstoffe zum Füllen der Harze sind Betonstäube aus der Bauindustrie. Diese fallen bei Oberflächenbehandlungen von Betonböden an, da in der Regel Betonböden vor dem Aufbringen von weiteren Deckschichten behandelt werden müssen, um loses Material und Zementleim zu entfernen. Alleine bei der Firma Büchner fallen im Jahr etwa 100 Tonnen Strahl- und Schleifgut an, dessen potentielle Weiterverwendung möglich ist. Die üblichen Behandlungsverfahren von Betonflächen sind das Strahlen mit Stahlkugeln, dabei wird die Betonoberfläche mit durch Druckluft beschleunigten Stahlkugeln beschossen. Durch den Aufschlag wird loses Material abgetragen. Im Anschluss wird das abgetragene Material aufgesaugt und von den Stahlkugeln (via Sieb) getrennt. Die Stahlkugeln werden im Kreislauf gefahren [4].

Ein weiteres übliches Verfahren zur Oberflächenbehandlung von Betonböden ist das Diamantschleifen. Dabei wird mit einer rotierenden Diamantscheibe axial zur Rotationsachse angeordnet, der Betonboden angeschliffen. Der entstehende Betonstaub wird mit Hilfe eines Staubsaugers abtransportiert und im Sammelbehälter aufgefangen.

## 3.3 Anforderung des Füllstoffes

Die Füllstoffe die zur Verwendung in Epoxidharzsystemen verwendet werden haben besondere Anforderungen, insbesondere bei der Verwendung in Kratzspachteln. Dabei sind folgende Kriterien von Bedeutung:

- Kornklassenverteilung
- Oberfläche
- Oberflächenbeschaffenheit
- Verunreinigungen
- Wassergehalt/Feuchtigkeitsgehalt
- Adhäsives Verhalten

# 4 Untersuchung der Füllstoffe

In diesem Abschnitt werden die Füllstoffe und deren Eigenschaften näher betrachten und untersucht.

# 4.1 Untersuchung der Kornklassenverteilung

Die Schichtdicke der Epoxidharzkratzspachtel beträgt in der Regel nur wenige Millimeter, daher sind Korndurchmesser von mehr als 2 Millimeter störend und müssen zwingend entfernt werden. Des weiteren zeigt sich, dass der ausgehärtete Kratzspachtel umso homogener ist, je geringer der Partikeldurchmesser ist, da es zu einer geringeren Sedimentation des Füllstoffes während der Aushärtung kommt. Mit Hilfe eines Handsiebes wurden die Betonstaubproben gesiebt, so konnte die Kornklassenfraktion mit einem Durchmesser von mehr als 2mm Durchmesser bestimmt werden. Der Anteil von drei Proben mit einer Kornklasse von mehr als 2mm beträgt zwischen 0,76 und 3%. Diese Grobpartikel bestehen überwiegend aus agglomeriertem Betonstaub und zerfallen durch weitere mechanische Beanspruchung in ihre Bestandteile, so dass nur ein kleiner Bestandteil nicht verwendet werden kann. Die Entfernung der Grobpartikel ist mit Hilfe eines integrierten Siebes im Staubsauger möglich, jedoch noch nicht auf Praxistauglichkeit untersucht worden.

Zur Bestimmung der restlichen Partikelgrößenverteilung des Betonstaubes wurde eine Laserbeugungsanalyse durchgeführt, da eine gewöhnliche Siebung bzw. Nasssiebung nicht zur vollständigen Aufklärung der Korngrößenverteilung des Haufwerkes beitragen konnte.

Dabei wird eine Probenmenge des Betonstaubes in Wasser suspendiert, so dass es keine Agglomerate bilden kann und die Lichtadsorption innerhalb der geforderten Grenzen bleibt. Anschließend wird eine Lichtquelle durch die suspendierte Probe geleitet, in diesem Fall ein Laserstrahl. Durch Streuprozesse an den Feststoffpartikeln entsteht ein charakteristisches Beugungsmuster, welches abhängig von der Häufigkeit der Partikeldurchmesser ist. Anhand mathematischer Gesetzmäßigkeiten kann die Probe nach der Teilchenhäufigkeit ausgewertet werden [5]. Bei der Analyse der Betonstaubproben konnte jeweils eine RRSB-Verteilung festgestellt werden. Der charakteristische Teilchendurchmesser der Proben liegt im Bereich von 23,67 µm bis 112 µm und ist unabhängig vom Abtragungsverfahren. Der Standardfüllstoff (Quarzsand) wurde mit Hilfe einer Siebanalyse klassifizierten und zeigt ebenfalls RRSB-Verteilung, der charakteristische Teilchendurchmesser beträgt 180 µm für die Sieblinie 0,1-0,3 mm.

Tabelle 2: charakteristischer Teilchendurchmesser mit Hilfe des Laserbeugungsverfahren.

Probe Betonstaub:	Fräsen 1	Fräsen 2	Kugelstrahlen 1	Kugelstrahlen 2
Charakteristischer				
Teilchendurchmesser				
(D63,2) in µm	23,67	112	65,5	65,5
Standardabweichung in				
μm	6,51	11,22	13,2	16,84

# 4.2 Einfluss der Korngröße auf die Homogenität des Kratzspachtels

Die homogene Eigenschaft der selbstverlaufenden Epoxidharzkratzspachtel werden durch die Korngröße des Füllstoffes beeinflusst. Da das Reaktionsharz nicht unmittelbar nach dem Auftragen erstarrt, sondern in Abhängigkeit von der Temperatur, eine gewisse Zeit zum Auszuhärten benötigt, können Sedimentationseffekt auftreten. Dabei sinken die Füllstoffteilchen durch den Einfluss ihrer Gewichtskraft ( $F_G$ ) ab, und die Masse wird inhomogen und weist an der Oberfläche andere Eigenschaften auf als in den tieferen Schichten. Die Gegenkräfte, die ein Absinken der Füllstoffteilchen verhindern, ist der Auftrieb der Partikel, die Reibungskraft zwischen Fluid und Feststoffpartikel und die Trägheitskraft der Partikel.

$$F_G = m_p \times g \tag{4.1}$$

Der Auftrieb führt allerdings nur bei gleichen Dichten von Epoxidharz und Füllstoffteilchen zu einem wünschenswerten Schwebezustand. Wie Dichteuntersuchungen zeigen, liegt ein Dichteunterschied zwischen den Komponenten von circa 1500kg/m<sup>3</sup> vor. Dennoch entspricht der Auftrieb dem verdrängten Harzvolumen der Feststoffteilchen.

$$F_A = V_p \times \rho_F \times g - m_p \times g \tag{4.2}$$

Die Reibungskraft  $F_R$  zwischen dem Fluid und dem Feststoff ist abhängig von dem Widerstandbeiwert  $C_W$ . Der Widerstandsbeiwert ist abhängig von der Form der Partikel und der Reynolds-Zahle Re, dem Verhältnis von Trägheits- zu Zähigkeitskräften. Daraus ergibt sich folgende Gleichung.

$$F_R = C_W \times \frac{\rho_F}{2} \times V_p^2 \times A_T \tag{4.3}$$

$$C_W = \frac{24}{Re} f \ddot{u} r Re < 0.2$$
 (4.4)

Die Trägheitskraft  $F_T$  tritt nur auf wenn Teilchen beschleunigt werden. Dies ist im Schwerefeld der Erde der Fall.

$$F_T = \left(V_p \times \rho_p - V_p \times \rho_F \times C_m\right) \times \frac{dV_p}{dt}$$
(4.5)

Wobei  $C_m$  ein Korrekturfaktor für das mitgeschleppte Volumen darstellt und für Kugeln einen Wert von 0,5 ergibt.

Daraus ergibt sich eine Differentialgleichung für das Kräftegleichgewicht wie es in der Gleichung 4.6 dargestellt ist[6].

$$\frac{dV_p}{dt} = \frac{g \times |(\rho_p - \rho_F)|}{\rho_p + \frac{\rho_F}{2}} - \frac{3 \times C_w \times \rho_F \times V_p^2}{4dp(\rho_p + \frac{\rho_F}{2})}$$
(4.6)

Um in rechnerische Lösungen zu realisieren, wurde eine dimensionslose Kennzahl, die Archimedes-Zahl eingeführt [9].

$$Ar = \frac{g \times dp^3 \times (\rho_p - \rho_F) \times \rho_F}{\eta^2}$$
(4.7)

Zur Betrachtung der Sedimentation der Feststoffteilchen im Epoxidharz, wird zum objektiven Vergleich der Zeitverlauf der ersten 60 Minuten untersucht. Durch den Reaktionsverlauf des Harzes ändert sich zunehmenden die Viskosität des Fluides. Durch die Integration der zeitabhängigen Gleichung (4.8) aus dem Viskositätsverlauf des Epoxidharzes, kann die mittlere dynamische Viskosität über die ersten 60 Minuten errechnet werden. Daraus ergibt sich folgendes Polynom aus den Messdaten der Tabelle 9:

$$\eta = 0,3714t^2 - 5,8433t + 428,28 \tag{4.8}$$

Integration zur Mittelwertbildung ergibt:

$$\bar{\eta} = \frac{\int_{0}^{t=60} \frac{0,3714 \times t^{3}}{3} - \frac{5,8433 \times t^{2}}{2} + 428,28 \times t}{t_{Ende} - t_{Anfang}}$$

 $\bar{\eta} = 710,7 Pas$ 

Nach der Berechnung aus Gleichung (4.7) für den charakteristischen Partikeldurchmesser von 23,67 µm ergibt sich für die Archimedes-Zahl Ar ein Zahlenwert von  $4,46 \times 10^{-7}$ :

$$Ar = \frac{9,81\frac{m}{s^2} \times (2,367 \times 10^{-5}m)^3 \times (2674kg/m^3 - 1100kg/m^3) \times 1100kg/m^3}{\left(0,7107\frac{kg \times m}{s^2 \times m^2}\right)^2} = 4,46 \times 10^{-7}$$

Anhand der empirischen Gleichung (4.9) lässt sich die Reynolds-Zahl berechnen:

$$Re = \frac{Ar}{18} f \ddot{u}r Re < 0.2 \ und Ar > 3.6$$

$$Re = \frac{4.46 \times 10^{-7}}{18} = 2.48 \times 10^{-8}$$
(4.9)

Über die Reynolds-Zahl ist jetzt die Absinkgeschwindigkeit für das Einzelteilchen berechenbar. Dafür ist die empirische Gleichung 4.10 aus der Literatur zu entnehmen[9].

$$V_{p} = \frac{g \times dp^{2} \times (\rho_{p} - \rho_{F})}{18 \times \eta^{1}}$$

$$V_{p} = \frac{9.81 \frac{m}{s^{2}} \times (2.367 \times 10^{-5} m)^{2} \times (2674 kg/m^{3} - 1100 kg/m^{3})}{18 \times 0.7107 \frac{kg \times m}{s^{2} \times m^{2}}} \times 3600 \frac{s}{h} \times 1000 \frac{mm}{m}$$

$$= 2.43 \frac{mm}{h}$$

Es ergibt sich für das Einzelteilchen eine Sinkgeschwindigkeit bei den gegebenen Parametern von 2,43 mm/h.

Allerdings treten die Feststoffpartikel im Teilchenschwarm auf. Dies hat zur Folge, dass sich die Partikel beim Absinken gegenseitig behindern. Somit ist die tatsächliche Absinkgeschwindigkeit wesentlich geringer.

Um nun weitere Berechnungen anstellen zu können, muss das Teilchenvolumen  $\varphi$  der Feststoffpartikel im Fluid berechnet werden. Das Teilchenvolumen wurde nach Gleichung 4.11 und 4.12 aus der Beladung X des Fluides und den Dichten der Komponenten berechnet:

$$X = \frac{mp}{mF}$$
(4.11)  

$$X = \frac{40 \text{kg}}{20 \text{kg}} = 2 \text{kg}$$
  

$$\varphi = \frac{\chi}{\chi + \frac{\rho_p}{\rho_{pF}}}$$
(4.12)  

$$\varphi = \frac{2 \text{kg/kg}}{2 \text{kg} / \text{kg} + \frac{2674 \text{kg} / \text{m}^3}{2}} = 0.451$$

$$2 kg/kg + \frac{g}{1100 kg/m^3}$$

Daraus ergibt sich für das zu untersuchende Material mit einer Beladung von 2kg/kg ein Teilchenvolumen von 0,451.

Nach der Gleichung von Richardson und Zaki lassen sich Korrekturfaktoren für den Einfluss der Sinkgeschwindigkeit mit Schwarmeffekt nach Gleichung 4.13 berechnen [7].

$$k_{\varphi} = (1 - \varphi)^n \quad n = 4,65 \text{ für } Re < 0,2 \tag{4.13}$$

Es ergibt sich folgender Korrekturfaktor:

 $k_{\varphi} = (1 - 0.451)^{4.65} = 0.0615$ 

Die Sinkgeschwindigkeit für den Teilchenschwarm beträgt somit nach Gleichung 4.14 etwa 0,15mm pro Stunde.

$$V_{ss} = k_{\varphi} \times V_{p} \tag{4.14}$$

$$V_{ss} = 0,0615 \times 2,43 \frac{mm}{h} = 0,15 mm/h$$

Die Ergebnisse der Berechnungen sind für drei verschiedene Füllstoffe berechnet worden und in Tabelle 3 zusammengefasst. Natürlich sind die Berechnungen nur Näherungen, da es durch die Teilchenkompression während des Sedimentationsprozess zu einer Erhöhung des Teilchenvolumens kommt. Daraus resultiert eine fortlaufende Änderung des Korrekturfaktors. Dies führt dazu, dass die tatsächliche Sinkgeschwindigkeit geringer ausfällt. Des weitern sind alle Berechnungen mit idealisierten Annahmen getroffen worden. Das bedeutet das alle Teilchen kugelförmig sind, die gleiche Dichte haben und eine einheitliche Korngröße besitzen, die charakteristische Korngröße des Haufwerkes.

Tabelle 3: Sedimentationsgeschwindigkeit der verschiedenen Füllstoffe im Reaktionsharz.

Füllstoff	Fräsbeton	gestrahlter Beton	Quarzsand
Praktikeldurchmesser in µm	23,67	65,50	180,00
Sinkgeschwindigkeit Einzelteilchen in mm/h	2,43	18,64	169,95
Sinkgeschwindigkeit im Schwarm in mm/h	0,15	1,14	13,17
Prozentualer Anteil der Sinkgeschwindigkeit	1,13	8,68	100,00

Die reale Beobachtung zeigt, dass der Ersatzfüllstoff ein wesentlich homogeneres Erscheinungsbild aufzeigt als der bisher verwendete Quarzsand. Im praktischen Versuch wurde das Epoxidharz mit dem Härter in einem Mischbecher im korrekten stöchiometrischen Verhältnis gemischt, anschließend wurde der Füllstoff hinzugegeben und ebenfalls homogenisiert. Das Material wurde dann in 15 mm starkes stehendes PE-Rohr mit 10 mm Füllhöhe gefüllt. Nach dem Haushärten wurden die Probekörper aus ihrer Verschalung

gedrückt. In den Abbildungen 4.1 und 4.2 sind die Probekörper nach dem Aushärten dargestellt.



Abbildung 4.1: Zeigt das ausgehärtete Epoxidharz mit einer Füllstoffbeladung von 2kg/kg, von links nach rechts: Fräsbetonstaub mit D63,2: 23,67µm, gestrahlter Beton mit D63,2: 65,5µm und Quarzsand mit D63,2: 180µm Korndurchmesser.



Abbildung 4.2: Zeigt das ausgehärtete Harz mit einer Füllstoffbeladung von 1kg/kg, von links nach rechts: Fräsbetonstaub mit D63,2: 23,67µm, gestrahlter Beton mit D63,2: 65,5µm und Quarzsand mit D63,2: 180µm Korndurchmesser.

Noch inhomogener verhält sich der bisher verwendete Füllstoff bei geringerer Füllstoffbeladung. In der Regel werden die Kratzspachtel in Abhängigkeit ihrer Verlaufseigenschaften mit einem Füllstoffbeladungsgrad zwischen 1 bis 2 kg/kg hergestellt.

# 4.3 Oberfläche der Füllstoffe

Für weitere Betrachtungen ist es wichtig, die Oberfläche des Füllstoffes zu kennen, da wichtige Eigenschaften der Bearbeitung hinsichtlich der Benetzbarkeit und möglichen Adsorptionsprozessen zwischen dem Harz und dem Füllstoff beeinflusst werden können. Die Oberfläche eines Haufwerkes lässt sich mit Hilfe der Verteilungsfunktion der Kornklassenfraktionen im RRSB –Diagrammberechnen.

Zur Oberflächenbestimmung der Füllstoffe wurde zur Vereinfachung eine runde Kugelgestalt der Partikel angenommen. Die aus der Siebanalyse bzw. aus der Laserbeugungsanalyse gewonnenen Daten wurden mittels RRSB-Diagramm ausgewertet. Dabei wurde in der logarithmischen Teilung des Diagramms der Teilchendurchmesser zur Durchgangssumme aufgetragen. Anschließend konnte der mittlere charakteristische Teilchendurchmesser für das Haufwerk bei der Durchgangssumme von 63,2% abgelesen werden. Durch Verschieben der Geraden durch den Ursprung des Diagramms kann weiterführend der Randmaßstab bestimmt werden [8]. Für den Füllstoff Quarzsand in der Sieblinie von 0,1-0,3mm wurden ein Randmaßstab von 6,5 graphisch ermittelt. Mit den bestimmten Parametern kann nach der Gleichung 4.15 die volumenbezogene Oberfläche Sv berechnet werden. Dabei ist f der Formfaktor und nimmt für Kugeln den Wert 1 an.

$$Sv = \frac{f \times \frac{Sv \times D63,2}{f}}{d63}$$
 (4.15)

$$Sv = \frac{1 \times 6.5 \frac{cm^4}{cm^2}}{0.018 cm} = 361.1 \frac{cm^2}{cm^3}$$

Zur Berechnung der Massenbezogenen Oberfläche des Haufwerkes wird die volumenbezogene Oberfläche mit der Gleichung 4.16 umgerechnet.

$$Sm = \frac{Sv \frac{cm^2}{cm^3}}{\varrho \frac{g}{cm^3}}$$
(4.16)  
$$Sm = \frac{361,1 \frac{cm^2}{cm^3}}{2,67 \frac{g}{cm^3}} = 135,2 \frac{cm^2}{g}$$

Die durch die Sedimentationsanalyse bestimmte RRSB-Gerade der Betonstaubproben ergab für den kugelgestrahlten Betonstaub mit einer charakteristischen Korngröße von 65,5µm einen Randmaßstab von 60 durch graphische Lösung. Dadurch ergibt sich eine volumenbezogene Oberfläche von:

$$Sv = \frac{1 \times 21 \frac{cm^4}{cm^2}}{0,00655 cm} = 3206 \frac{cm^2}{cm^3}$$

Beziehungsweise eine massebezogene Oberfläche von:

$$Sm = \frac{Sv}{\varrho} = \frac{3206\frac{cm^2}{cm^3}}{2,42\frac{g}{cm^3}} = 1325\frac{cm^2}{g}$$

Vergleicht man die Füllstoffe, so ergibt sich unter der idealisierten Betrachtungsweise eine vielfach höhere Oberfläche für den Ersatzfüllstoff. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 4 dargestellt.

Tabelle 4: Oberfläche der Haufwerke in Abhängigkeit ihrer Korngrößen.	

Probe:	Fräsen 1	Fräsen 2	Kugelstrahlen 1	Kugelstrahlen 2
D63,2 in µm	23,67	112	65,5	65,5
Standaradabweichung in µm	6,51	11,22	13,2	16,84
Randmaßstab RRSB	5000	33	21	21
Massebezogene Oberfläche cm²/g	8801257	1228	1325	1325
In % zum original Füllstoff	6519450	910	981	981

# 4.4 Oberflächenbeschaffenheit der Füllstoffe

Ein wichtiger Einflussfaktor für die mechanische Verankerung zwischen Epoxidharz und Füllstoff ist insbesondere die Morphologie der Oberfläche des Füllstoffes. Gibt es hohe Rauigkeiten, Poren und Hinterschneidungen, so ist eine gute mechanische Verbindung zum Epoxidharz sichergestellt. Mit Hilfe eines Lichtmikroskops wurden die verschiedenen Füllstoffe untersucht. Dabei zeigt sich eine hohe Rauigkeit der Füllstoffkomponenten für Quarzsand und auch für den Ersatzfüllstoff, Betonstaub, wie es in den Abbildungen 4.3 bis 4.5 dargestellt ist.



Abbildung 4.3: Quarzsand bei 20-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop.

Zur Untersuchung des Ersatzfüllstoffes (gestrahlter Beton) wurden zuerst mit Hilfe eines Nasssiebes die Bestandteile mit weniger als 25µm entfernt.



Abbildung 4.4: gestrahlter Beton nach Entfernung der Feinstpartikel bei 20-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop.

Der Ersatzfüllstoff besteht etwa zu 70-80 Massenprozent aus Partikeln mit einem Durchmesser größer als 25µm, dies ist den Analysen der Laserbeugungsuntersuchung zu entnehmen, dessen Zusammensetzung wiederum zum Großteil aus Quarzsand besteht (helle Kristalle in Abbildung 4.4). Die anderen 20 bis 30 Masseprozent des Ersatzfüllstoffes sind sehr feine Partikel, die sich aneinander Haken und so kaum isoliert betrachtet werden können. In Abbildung 4.5 ist kugelgestrahlter Betonstaub ohne das Entfernen der kleinsten Partikel dargestellt.



Abbildung 4.5: gestrahlter Beton in seiner Gesamtheit bei 20-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop.

Man erkennt deutliche Zusammenballungen der Partikel, dies lässt darauf schließen, dass sich die Körnchen ineinander verhaken, daraus kann man eine raue und große Oberfläche schlussfolgern. Allerdings ist es möglich, dass es zu elektrostatischen Anziehungen kommt, die durch Reibung auf der Glasplatte des Objektivträges oder anderweitig entstanden sind[9].

Insgesamt lassen die Untersuchung der Haufwerke unter dem Lichtmikroskop Rückschlüsse zu, dass die Beschaffenheit der Oberfläche des Ersatzfüllstoffes rau ist, ins besonders bei den sehr feinen Partikeln. Eine weitere Möglichkeit um die Beschaffenheit der Partikel zu bestimmen, ist die Ermittlung des Schüttwinkels der jeweiligen Haufwerke. Dabei ist der Schüttwinkel abhängig von der Rauigkeit der Partikel und der Kornklassenverteilung. Je rauer und breiter das Spektrum der Kornklassen der Partikel ist, desto höher ist der Schüttwinkel [10]. Dabei ergibt sich für den gefrästen Beton ein Schüttwinkel  $\alpha$  von 34,29°und für Quarzsand ein Schüttwinkel von 31,17°. Das zeigt, dass die Oberflächenbeschaffenheit vom Ersatzfüllstoff hohe Rauigkeiten aufweist.



Abbildung 4.6: links Schüttwinkel von gefrästen Beton und rechts von Quarzsand.

Für präzisere Aussagen der Rauigkeit mit Hilfe der Schüttwinkelmethode sollte in weiteren Untersuchungen die Schüttwinkel gleicher Korngrößenfraktionen verglichen werden.

## 4.5 Verunreinigungen des Ersatzfüllstoffes

Durch Siebanalyse der Betonstaubproben konnten nur sehr geringe Verunreinigungen gefunden werden. Dabei ist der größte Anteil der Verunreinigungen im Überkorn mit mehr als 2mm zu finden. Das bedeutet, dass das Gros an Fremdstoffen durch die Siebung abgetrennt wird. Der andere Teil der Verunreinigungen mit Partikeldurchmessern von unter 2mm besteht überwiegend aus Stahlkugeln. Die Stahlkugeln gelangen durch den Abtragungsprozess der Betonflächen in den Betonstaub. Untersuchungen haben gezeigt, dass es zur Einbettung der Stahlkugeln in die Epoxidharzmatrix kommt, ohne negative Effekte [11].

## 4.6 Wassergehalt der Ersatzfüllstoffe

Das Epoxidharz hat hohe Anforderungen an den Wassergehalt der Füllstoffe und der zu beschichtenden Fläche, dieser sollte nach Herstellerangaben nicht über 4% liegen. Der Grund dafür ist die mögliche Hydrolyse der Oxirangruppe zu einem Diol, jedoch erfordert eine Direkthydrolyse hohe Drücke und Temperaturen, welche bei der normalen Applikation des Füllstoffes im Epoxidharz nicht gegeben sind [3]. Durch die Basizität in Verbindung mit Wasser ist auch die Entstehung von reaktiveren nukleophilen Gruppen denkbar. Durch die

Anwesenheit von Wasser kann eine OH<sup>-</sup>- Gruppe entstehen und die Oxirangruppe hydrolysieren [12]. Ein simpler Test mit Unitestpapier hat gezeigt, dass sich die Betonstaubproben mit Wasser basisch verhalten. Ein Versuch mit reinem Epoxidharz und etwas aufgeschlämmten Zement in Wasser ließen die Komponenten härten. Allerdings läuft die Reaktion sehr langsam, so hat die Aushärtung etwa 3 Wochen gedauert.



Abbildung 4.7: Reaktion der Oxirangruppe mit Hydroxydionen.

Des Weiteren kann das Wasser als Trennfilm zwischen den beiden zu verbindenden Phasen wirken, also zwischen Füllstoff und Epoxidharz. Dadurch wird die adhäsive Wirkung der Komponenten Füllstoff und Epoxidharz herabgesetzt.



Abbildung 4.8: Wasser als Trennfilm am Beispiel von Quarzsand, blau: Wasserstoffbrückenbindung zwischen der Oberfläche des Füllstoffes und dem Wasser.

Zur Bestimmung des Wassergehaltes der Ersatzfüllstoffe wurden 7 Proben im Trockenschrank bei 105°C 24h getrocknet. Die Messergebnisse zeigen, dass der Feuchtigkeitsgehalt der 7 Proben unterhalb von 4% liegt. Damit haben die Betonstäube die geforderten Kriterien erfüllt.

## 4.7 Chemische Zusammensetzung des Füllstoffes

Zur Untersuchung möglicher Wechselwirkungen zwischen der Epoxidharzmatrix und dem Füllstoff wurde zuerst die chemische Struktur der Füllstoffe bestimmt. Dabei wurde auf zwei Methoden zurückgegriffen. Zum einen die ATR-IR Spektroskopie, eine spezielle Art der Infrarotspektroskopie und zum anderen auf die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA).

#### ATR-IR Spektroskopie:

Bei der spektroskopischen Methode wird die abgeschwächte Totalreflexion am Übergang vom Kristall des Messinstrumentes zum Prüfkörper ausgenutzt. Das Prinzip dieser Methode besteht in der Messung des an der Grenzfläche zwischen einem optisch dichteren und einem optisch dünneren Medium total reflektierenden Lichtes. Der einfallende Lichtstrahl wird beim Übergang von einem optisch dichteren Medium (der ATR-Kristall (RI) mit Brechungsindex - n2) in ein optisch dünneres Medium (der Probe - n1) total reflektiert. Das Licht dringt aber zum Teil in die Probe ein. Deswegen ist bei der ATR-Methode die effektive Eindringtiefe des Strahls zu beachten. Diese wird durch Gleichung (4.17) berechnet:

$$d_p = \frac{\lambda}{2 \times pi \times n1\sqrt{\sin^2\theta} - \sqrt{\left(\frac{n2}{n1}\right)^2}}$$

(4.17)

wobei dp die Eindringtiefe der Strahlung in die Probe,  $\lambda$  Wellenlänge der Strahlung und,  $\theta$  der Einfallswinkel des Strahls ist.

Durch Gleichung (4.17) kann zusammengefasst werden, dass die Eindringtiefe des Lichtstrahls dem Mittelwert der erfassten effektiven Schichtdicken entspricht. Sie ist proportional zur Wellenlänge der einfallenden Strahlung. D.h. die Eindringtiefe wird mit hohen Wellenzahlen niedrig und bei niedrigen Wellenzahlen hoch.

Durch Adsorption spezifischer Wellenzahlen des IR-Lichtes können Aussagen über den strukturellen Aufbau der Moleküle gemacht werden. Die Adsorption kommt durch Anregung des Schwingungszustandes spezifischer Molekülgruppen zustande.

#### Röntgenfluoreszenzanalyse:

Bei der RFA wird ein anderer Effekt ausgenutzt, wobei hochenergetische elektromagnetische Strahlung auf den Probenkörper geschossen. Dadurch werden die inneren Elektronen der Atome vom Molekül angeregt und auf das nächst höhere Energieniveau gebracht. Wenn das angeregte Elektron in sein ursprüngliches Energieniveau fällt, kommt es dabei zu einer elementcharakteristischen Strahlung. Dabei können qualitative und quantitative Aussagen über die Probe getroffen werden aber nicht über deren strukturellen Aufbau.

Eine exemplarische Untersuchung von Quarzsand mit Hilfe beider Methoden hat gezeigt, dass der überwiegende Teil aus Siliziumdioxid besteht.

Tabelle 5: Chemische Zusammensetzung von Quarzsand, untersucht mit der RFA [13].

Stoff	SiO2	AI2O3	K2O	Na2O	CaO	MgO	Fe2O3	TiO2
w in %	98,15	0,02	0,09	0,25	0,11	0,07	0,01	0,04

#### Analyse des Quarzsandes mit IR-Spektroskopie

Das IR-Spektrum von Quarzsand entspricht dem Spektrum von Siliziumdioxid [14].



Abbildung 4.9: ATR-IR Spektrum von Quarzsand.

#### Untersuchung der chemischen Struktur von Beton:

Beton besteht zu etwa zwei Drittel aus Sand, dessen Hauptbestandteil Siliziumdioxid ist. Das andere Drittel besteht aus einem komplexen Gemisch, dessen Zusammensetzung und Struktur, das folgenden näher erläutert wird. Dafür muss die Herstellung bzw. die Reaktion mit von Zement mit Wasser näher betrachtet werden:

#### Herstellung von Zement:

Die Herstellung von Zementklinker im Hochofenprozess erfolgt durch das kalzinieren von Kalkmergeln und Ton bei ca. 1450°C Materialtemperatur [16]. Die chemischen Reaktionen sind in Tabelle 6 dargestellt.

Temperatur	Vorgang	Chemische Umsetzung
≤ 500 °C	Abgabe von freiem und chemisch gebundenem Wasser	
~500-900 °C	Tonzersetzung;	$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$
	Beginn der Kalkentsäuerung; Bildung von C <sub>2</sub> S, CA und C <sub>2</sub> F	Das CaO wird sofort verbraucht:
		$2CaO + SiO_2 \rightarrow C_2S$
		$CaO + Al_2O_3 \rightarrow CA$
		$\rm 2CaO + Fe_2O_3 \rightarrow C_2F$
~900-1200 °C	Kalkentsäuerung;	$2CaO + SiO_2 \rightarrow C_2S$
	CaO-Produktion wird schneller als der	$2CaO + CA \rightarrow C_{3}A$
	CaO-Verbrauch;	$3CaO + Al_2O_3 \rightarrow C_3A$
	Bildung von C <sub>2</sub> S, C <sub>3</sub> A, C <sub>2</sub> F und C <sub>4</sub> AF	$\rm 2CaO + Fe_2O_3 \rightarrow C_2F$
		$CaO + CA + C_2F \rightarrow C_4AF$
~1200-1400 °C	Bildung der Schmelzphase aus $C_3A$ und $C_2F$	
~1400-1450 °C	Bildung von C <sub>3</sub> S und C <sub>4</sub> AF	$CaO + C_2S \rightarrow C_3S$
		$CaO + CA + C_2F \rightarrow C_4AF$

Tabelle 6: Hauptreaktion beim Klinkerbrand [17].

Der entstandene Zementklinker muss anschließend gemahlen werden, um eine ausreichend hohe Reaktionsfähigkeit zu erreichen. Die chemische Zusammensetzung von Portlandzement ist in Tabelle 7 dargestellt.

Calciumoxid	61-65 %	Magnesiumoxid	0,5-4%
Kieselsäure	18-24%	Schwefeltrioxid	2-3,5%
Aluminiumoxid	4-8%	Maganoxid	0-0,5%
Eisenoxid	1-4%	Titandioxid	0,25%

Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung von Portlandzement [16].

Der gemahlene Zementklinker weist nach dem Mahlvorgang eine hohe Streubreite von etwa 1 bis 100µm auf, welches auf das hydraulische Abbinden des Betons wesentliche Auswirkungen hat [17].

#### **Reaktion des Zementes**

Portlandzement kann aufgrund seiner Eigenschaften mit Wasser neue schwer lösliche Verbindungen erzeugen [16]. Dabei laufen viele physikalische und chemische Reaktionen ab. Zuerst wird der Zementklinker mit Wasser benetzt, anschließend werden die Bestandteile hydrolysiert. Dabei werden Kationen und Anionen in Lösung gebracht und von einer Hydrathülle umgeben. Im Anschluss laufen viel komplizierte Reaktionen ab, die zum Teil von der eingesetzten Wassermenge und den Randbedingungen abhängen.

Die wichtigsten Reaktionen laufen am Zementklinker ab. Zur Vereinfachung wird nur die Reaktion von Tricalciumsilikat und Dicalciumsilikat betrachtet, welches in der Lage ist, eine Reaktion mit Wasser einzugehen. Dabei entsteht ein hydraulisches Bindemittel. Es entsteht beim Abbinden im Verlauf der Zeit eine Calciumsilikatdihydratphase welche in der Bauchemie kurz als CSH-Phase bezeichnet wird. Diese CSH-Phase verfilzt und schließt die Poren, es entsteht mit den anderen Komponenten ein festes Gefüge [18]. Durch das Wachsen der CSH-Phase an der Oberfläche des Zementklinkers wird die Hydrolyse am verbleibenden Kern des Klinkers weiter erschwert, so dass nur kleine Zementklinker vollständig in die CSH-Phase umgewandelt werden können. Größere Zementklinger werden nicht vollständig umgewandelt, sie behalten einen unreagierten Kern[17]. Die wesentlichen Reaktionen sind in den Gleichungen 4.18 und 4.19 beispielhaft dargestellt.

$$2C_3S + 6H \to C_3S_2H_3 + 3CH \tag{4.18}$$

$$2 C_2 S + 4H \to C_3 S_2 H_3 + CH \tag{4.19}$$

Tabelle 8: Zementnomenklatur [17].

AI = AI2O3	c =CO2	H = H2O	M = MgO	S = SiO2
C = CaO	F = Fe2O3	K = K2O	Na = Na2O	s =SO3

Einige mögliche CSH-Verbindungen sind an die natürliche Mineralien Tobermorit und Hillebrandit angelehnt [18]. Abbildung 4.10 zeigt die Morphologie der CSH-Phase des hydratisierten Zementes.



Abbildung 4.10: Zementstein nach 28 Tagen Hydration, sichtbar ist das dichte CSH-Gefüge und bankige Calciumhydroxidkristalle [19].

Die kristalline Struktur der CSH-Phase wird im Kapitel 7 näher erläutert.

In der Regel ist Beton nach 28 Tagen ausgehärtet, allerdings nimmt seine Festigkeit im Verlauf von Jahren weiter zu. Ein weitere chemische und zum Teil ungewollte Reaktion des ausgehärteten Betons, ist die Karbonatisierung. Dabei wird der Beton vor allem unter Aussetzung von Witterungseinflüssen durch das Einwirken von Kohlenstoffdioxid und Wasser karbonatisiert, die Reaktion verläuft nach der Gleichung (4.20). Dabei ändert der Beton seine Struktur, es sinkt die Alkalität [20].

 $CO2 + H2O \rightarrow H2CO3$ 

$$H2CO3 + Ca(OH)2 \rightarrow CaCO3 + 2H2O \tag{4.20}$$

Aufgrund der Betrachtung des Herstellungsprozesses von Zement und der Härtung zum Beton, sowie deren chemische Änderung durch Umwelteinflüsse, handelt es sich bei diesem Füllstoff um eine Vielzahl von Verbindungen.

#### Analyse des Betons mit Hilfe der IR-Spektroskopie:

Die Ersatzfüllstoffe wurden analog des Quarzsandes mit Hilfe der Infrarotspektroskopie untersucht. Dadurch können nur grobe Aussagen zur kristallinen Struktur und zur Zusammensetzung gemacht werden. Für Strukturaufklärung an kristallinen Feststoffen eignet sich eher die Röntgenbeugungsanalyse[21]. Zur Vollständigkeit werden die Ergebnisse der ATR-IR Spektroskopie hier aufgezeigt. Dabei beinhaltet der Betonstaub folgende Bestandteile:

**Calciumhydroxid:** Die sehr schwach ausgeprägte Bande im Bereich von 3100 bis 3600 1/cm sind für die symmetrischen und asymmetrischen Schwingungen der O-H Gruppen am Calcium verantwortlich [22].

**Carbonate:** Der charakteristische Bereich von Carbonationen ist in den ausgeprägten Adsorptionsbanden von 1480, 870 und 712 1/cm aufzufinden [22].

**Si-O**: Im Bereich zwischen 950-1100 1/cm kommt es zur Adsorption durch die Si-O Schwingung [22].

**Si-O-Si Kette:** Im Bereich von 800-860 1/cm und den 650 1/cm kommt es zu charakteristischen Adsorptionsbanden für Si-O-Si Schwingungen in der Molekülkette der CSH-Phase [22].



Abbildung 4.11: ATR-IR Spektrum von gefrästem Beton.

## 4.8 Benetzbarkeit der Füllstoffe

Voraussetzung für eine gute Adhäsion zwischen den beiden Phasen ist eine gute Benetzbarkeit der Feststoffpartikel mit Epoxidharz. Dabei ist die Oberflächenspannung von entscheidender Rolle. Die Oberflächenspannung ist als Arbeit definiert, die pro Fläche geleistet werden muss, um die Oberfläche der Flüssigkeit zu vergrößern [23]. In der Flüssigkeit heben sich die Kohäsionskräfte zwischen den Flüssigkeitsmolekülen gegenseitig auf, während eine nach außen gerichtete Kraft an der Oberfläche fehlt, so resultiert eine nach innen gerichtet Kraft in die Flüssigkeit, die die Ursache der Oberflächenspannung ist. Moleküle an der Flüssigkeitsoberfläche besitzen daher eine höher potentielle Energie als solche im Inneren. Möchte man ein Molekül aus dem inneren der Flüssigkeit an die Oberfläche bringen, muss die nach innen wirkende Kraft überwunden werden. Bei Abwesenheit äußerer Kräfte wird die Flüssigkeit eine Minimalfläche der Kugel einnehmen [23].

$$\gamma = \frac{dW}{dA} \tag{4.21}$$

Je leichter sich ein Feststoff benetzen lässt, desto höher ist die adhäsive Kraft zwischen dem Feststoffteilchen und der Flüssigkeitsgrenzfläche.

Zur Bestimmung der Oberflächenspannung gibt es viele Verfahren. Eine übliche Methode ist die des liegenden Tropfens, bei der in drei Phasen (fest, flüssig, gasförmig) der Randwinkel  $\theta$  als Maß für die Benetzbarkeit angesehen werden kann. Der Randwinkel wird aus dem Profil des Flüssigkeitstropfens einer ebenen Festkörperoberfläche ermittelt (abb.4.12).





Das Kräfteverhältnis am Kontaktpunkt der drei Phasen wird durch die Young`sche Gleichung beschrieben (4.22), wobei die Indizes die jeweiliges die beiden Phasen bezeichnet zwischen denen die Grenzschicht besteht. An der Stelle von  $cos\theta$  wird der Benetzungskoeffizient K eingesetzt, wenn die Extremfälle vollständiger Benetzung eintreten ist K > 1, bei Nichtbenetzung ist K< -1, daraus resultiert, das Gleichung (4.22) nur für den Zwischenbereich Gültigkeit hat.

$$\gamma_{\rm sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \times \cos\theta \tag{4.22}$$

Zur Lösung von Gleichung 4.22 geht von Zismann's empirische Methode davon aus, dass die Oberflächenspannung eines Feststoffes gleich der höchsten Oberflächenspannung einer solchen Flüssigkeit ist, welche spontan auf dem Körper spreitet. Dann kann durch Extrapolation von  $\gamma_{lv}$  auf  $\theta$ =0 (vollständige Benetzung = Spreitung) die kritische Oberflächenspannung für  $\gamma_c$ für die Benetzbarkeit des Werkstoffes ermittelt werden.

Voraussetzung für eine gute Adhäsion ist, dass die Oberflächenspannung des Füllstoffes  $\gamma_0$  kleiner oder höchsten der kritischen Oberflächenspannung  $\gamma_c$  entspricht. Nur dann ist eine Adsorption an der Oberfläche möglich.

Allerdings wird der Randwinkel von weiteren Eigenschaften des Feststoffes beeinflusst, so haben zum Beispiel die Rauheit, Heterogenität und adsorbierte Fremdstoffe große Einflüsse darauf. Dadurch gibt es keinen direkten Zusammenhang zum Benetzungsvermögen und guter Haftfestigkeit zwischen den Phasen [24].

Das Benetzungsvermögen in Abbildung 4.13 zeigt, dass sich der Betonstaub wesentlich schlechter benetzen lässt als der Quarzsand. Die Gründe dafür sind vielfältig, zum einen hat der gefräste Beton einen wesentlich kleineren mittleren Durchmesser als der Quarzsand. Daher ist auch die zu benetzende Oberfläche wesentlich größer. Eine andere Möglichkeit besteht darin, dass die Struktur der Oberfläche des Fräsbetons andere Eigenschaften aufweist als die des Quarzsandes, welches die Benetzung und damit Adsorption des Epoxidharzes an der Oberfläche erschwert.



Abbildung 4.13: links Betonstaub mit einem Epoxidharztropfen, rechts Quarzsand mit einem Epoxidharztropfen nach jeweils 30 Sekunden.

Aus den Siebanalysen ermittelten RRSB-Verteilungsfunktionen und errechneten Oberflächen der Füllstoffe ergibt sich eine vielfach höhere Oberfläche des Betonstaubes im Vergleich zum herkömmlichen Füllstoff Quarzsand der Sieblinie 0,1-0,3mm. Dies erklärt das schlechtere Mischverhalten der Füllstoffkomponenten, da eine wesentlich höhere Oberfläche benetzt werden muss.

#### 5 Grundlagen der Härtung eines modifizierten Epoxidharzes

Zum Härten eines modifizierten Epoxidharzes gibt es mehrere Möglichkeiten. Um den Rahmen der Untersuchungen so gering wie möglich zu halten, beschränkt sich diese Arbeit nur auf kalt härtende Systeme wie sie in der Baustoffchemie überwiegend zum Einsatz kommen. Bei der Kalthärtung wird dem Harz, welches aus einem Di-Epoxid besteht, ein Härter zugesetzt. Der Härter wiederum besteht aus einem Diamin. Die Epoxidgruppe ist aufgrund der Ringspannung im Molekül hoch reaktiv, sodass der aktive Wasserstoff der Amin-Gruppe unter Ringöffnung eine kovalente Verbindung eingeht. Da jedes Molekül eine bifunktionelle Gruppe besitzt, kommt es zum Aufbau eines Netzwerkes, welches polarisierte Gruppen besitzt. Die Abbildung 5.1 veranschaulicht den Reaktionsmechanismus und die sich daraus ergebenden polarisierten Gruppen im Makromolekül [25].



Abbildung 5.1: Erste Reaktion am Beispiel von Bisphenol-A-Epichlorhydrin-Harze und Isophorondiamin, einem Hauptbestandteil der heutigen Reaktionsharze im Baustellenanwendungsbereich. Dabei handelt es sich um eine nukleophile Reaktion der zweiten Ordnung.

Die im Makromolekül enthaltenen polarisierten Gruppen sind die Hydroxid-Gruppen, die sekundären bzw. tertiären Amin-Gruppe und die Ether-Gruppen. Da das sekundäre Amin noch ein reaktives Wasserstoffatom zur Verfügung hat, ist es in der Lage, mit einem weiteren Epoxidharzmolekül zu reagieren. Es bilden sich Netzwerke aus. Die Funktionalität des Härters beträgt dadurch 4 und die des Harzes 2. Daraus ergibt sich ein stöchiometrisches Verhältnis von einem Teil Härter zu zwei Teilen Harz. Die Modelhafte Darstellung des Reaktionsnetzwerkes wird wie in Abbildung 5.2 dargestellt.



Abbildung 5.2: Zweidimensionale schematische Vorstellung eines idealen Polymernetzwerkes durch Polyadditionsreaktion des Epoxidharzes (orange) und aminischen Härter (violett) im stöchiometrisch ausgeglichenem Verhältnis und bei vollständigem Umsatz [28].

Zudem ist es möglich, dass unter bestimmten Voraussetzungen die Amine als Katalysator wirken und eine anionische Selbstpolymerisation des Harzes auslösen [26]. Einmal angestoßen läuft die Reaktion von selbst ab, bis alle Monomere, die ein elektrophiles Kohlenstoffatom besitzen, welches nicht durch sterische Hinderung abgeschirmt ist, in das Makromolekül eingebaut sind. Diese Moleküle sind durch die Etherfunktionen miteinander vernetzt. Dadurch weist das Makromolekül andere Eigenschaften auf, als ein durch Amine ausgehärtetes Harz. Zudem bilden sich keine räumlichen Netzwerke aus, da jeweils nur eine Verknüpfung gebildet wird.

Des Weiteren kann die Kettenreaktion auch durch Lewis-Basen (Elektronendonator) oder durch Lewis-Säuren (Elektronenakzeptor) sowie durch Metallkomplexe katalytisch angestoßen werden, das liegt an der hohen Reaktivität des Epoxidrings [27].



Abbildung 5.3: Beginn der Vernetzung durch anionische Katalyse am Beispiel von Bisphenol-A-Epichlorhydrin-Harze und Isophorondiamin. Es kommt zum nucleophilen Angriff des primären Amins auf das sterisch zugänglichste Kohlenstoffatom der Oxirangruppe, dadurch klappt der Epoxidring auf und bildet von neuem ein Anion. Es entsteht ein lebendes Polymer, dessen Kettenwachstum sich fortsetzt.

## 5.1 Einfluss auf das Mischungsverhältnis

Die Netzwerkdichte und die Verteilung funktioneller Gruppen ändert sich, sobald das Verhältnis von Epoxid und Amin ungleich eins ist, auch bei vollständigem Umsatz, da es zu einer Selbstpolymerisation bei erhöhtem Epoxidanteil kommt, wie bereits im vorangegangenen Abschnitt erläutert wurde.

Liegt allerdings der Härter im Überschuss vor, so werden die vorhandenen aminischen Gruppen nicht umgesetzt, damit liegen viele freie, polare NH-Gruppen im Netzwerk vor, die keine weitere Verbindung eingehen [28].



Abbildung 5.4: Modellvorstellung Schematisch, als zwei dimensionales Polymernetzwerk bei Variation des Amin/Epoxidverhältnis ändert sich der Härtegrad [28].

Wird das richtige Mischungsverhältnis nicht eingehalten oder durch ungewünschte Nebenreaktion gestört, sinkt der mittlere Polymerisationsgrad dramatisch. Mathematisch wird

der mittlere Polymerisationsgrad  $\overline{X}$  für solche Systeme durch die Carothers-Gleichung ausgedrückt [29].

$$\overline{X} = \frac{1+r}{1+r-2pr} \tag{5.1}$$

Dabei ist r der Parameter für das stöchiometrische Verhältnis der funktionellen Gruppen zueinander und p der Umsatzgrad der funktionellen Gruppen der Unterschusskomponente. Der Einfluss wird im Diagramm 11 graphisch dargestellt für einen Umsatzgrad p von 99,5%.

$$p = \frac{N_0 - N_t}{N_0} \tag{5.2}$$

**Diagramm 1:** mittlerer Polymerisationsgrad bei Abweichendem Molverhältnis und damit abweichendem Verhältnis der funktionellen Gruppen zueinander bei Aminüberschuss.



Der geringere Vernetzungsgrad hat einen negativen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des gehärteten Harzes, zudem wird die chemische Beständigkeit herabgesetzt. Im Diagramm 2 wird der Einfluss auf die Härte des ausgehärteten Epoxidharzes zum Molverhältnis aufgezeigt. Es zeigt sich, das eine Toleranz von 10% Abweichung des Molverhältnises eine geringe Auswirkung auf die Härte des duroplastischen Werkstoffes haben.



**Diagramm 2:** Auswirkung bei abweichenden Molverhältnis auf die Shore D Härte, grüner Verlauf bei Aminüberschuss, roter Verlauf bei Epoxidharzüberschuss.

## 5.2 Viskosität des modifizierten Epoxidharzes

Um das Reaktionsharz verarbeiten zu können, wird es direkt vor der Anwendung im richtigen Verhältnis mit dem aminischen Härter gemischt. Um den Viskositätsverlauf zu untersuchen, wurde mit Hilfe eines Auslauftrichters die Auslaufzeit für ein bestimmtes Volumen gemessen und mit der bekannten Anfangsviskosität nach der Gleichung (5.3) ins Verhältnis gesetzt [30]. Dabei ist t die Zeit, die seit Beginn des Mischens der Komponenten verstrichen ist, Ta die Auslaufzeit und  $\eta$  die dynamische Viskosität.

$$\eta_{\text{neu}} = \frac{Ta_{neu}}{Ta_{\text{Start}}} \times \eta_{\text{Start}}$$
(5.3)

Tabelle 9: Viskosität in Abhängigkeit der Reaktionszeit bei ca. 20°C.

t in min	Ta in s	η in mPa
0	140	400,00
8	150	428,57
14	150	428,57
22	177	505,71
29	202	577,14
37	237	677,14
46	328	937,14
61	514	1468,57
**Diagramm 3:** Viskositätsverlauf des Reaktionsharzes nach dem Mischen der Komponenten ohne Füllstoff.



Der Viskositätsverlauf kann mit folgendem Polynom beschrieben werden:

 $Y = 0,3714X^2 - 5,8433X + 428,28 \tag{5.4}$ 

# 6 Strukturaufklärung des Epoxidharzes

In diesem Abschnitt werden die chemischen und strukturellen Beschaffenheiten der Komponenten des Epoxidharzes näher untersucht. Eine vollständige Aufklärung ist im Rahmen dieser Bachelorarbeit nicht möglich.

Das gefüllte und ausgehärtete Epoxidharz wurde mit Hilfe der Infrarotspektroskopie untersucht, analog der Füllstoffe. Dabei konnten für beide verwendeten Epoxidharze folgende Gruppen nachgewiesen werden:

### Alkane:

Die Molekülabsorptionsbande 2921, 2852 und 1452 1/cm sind Valenzschwingung von Methylengruppen in Bewegungsrichtung in Cycloalkanen aufgrund der guten Bandentrennung [31].

Die Molekülabsorptionsbande 732cm/1entspricht Rocking-schwingung, es sind mehr als 3 Methylengruppen in Folge verkettet.

### **Benzol:**

Die Molekülabsorptionsbande von 3100-3000 1/cm ist für vinylisch gebundene H-Atome mit sehr schwacher Absorptionsbande, nicht aromatenspezifisch [31], deshalb müssen mehrere Kriterien herangezogen werden.

Weitere Molekülabsorptionsbande 1606 1/cm und 1507 1/cm sind für C-C Streckschwingung im Benzol, und die Doppelbindung zwischen den beiden Kohlenstoffatomen verantwortlich [31].

Eine weitere Molekülabsorptionsbande bei 690 1/cm ist für die C-H Deformationsbewegung aus der Ringebene heraus verantwortlich.

Zudem ist die Molekülabsorptionsbande von 825 1/cm charakteristisch für einen in Parastellung substituierten [31].

### Aryl-Alkyl-Ether:

Die Aryl-Etherbande ist bei 1236 1/cm zu finden, zudem ist die Alkyl-Etherbande ist im Bereich von 1028 1/cm zu finden. Ein weiteres Indiz für einen Vinylether ist die starke Absorptionsbande bei 1236 1/cm. Dieser Zusammenhang passt gut mit der Kopplung des Ethers am Benzolring überein.

### Amine:

Die Molekülabsorptionsbande zwischen 1300-1200 1/cm ist charakteristisch für die C-N Streckschwingung. Inwieweit Wasserstoff am Stickstoff gebunden ist, muss durch weitere Banden charakterisiert werden. Primäre Amine können ausgeschlossen werden, da es sonst zu starken Absorptionsbanden im Bereich von 3335 1/cm und von 1615 1/cm kommen würde. Sekundäre Amine können nicht ausgeschlossen werden, allerdings liegt die charakteristische scharfe Bande von 3335 1/cm nicht vor. Dennoch ist eine breite Bande im Bereich mit geringer Absorption zu erkennen. Weiterhin könnte die Bande von 732 1/cm der N-H Wagging-Bande zugeordnet werden [31]. Somit handelt es sich mit großer Wahrscheinlichkeit um tertiäre Amine mit einem geringen Anteil an sekundären Aminen, dies ist zu erkennen an den Banden im Bereich von 2850 1/cm, die allerdings mit denen der Alkane zusammenfallen.

### Alkohole bzw. OH-Gruppen:

Charakteristische Absorptionsbanden für Hydroxylgruppen im Verbund mit einer Wasserstoffbrückenbindung an einem Sauerstoffatom ist der Wellenzahlbereich von 650 1/cm zuzuordnen.

Weitere OH-Streckschwingungen sind im Bereich von 3500-2800 1/cm sichtbar, und wird von den Streckschwingungen der Methylengruppen und NH-Gruppe überlagert [31].

### Oxiranring

Die beiden Absorptionsbanden bei einer Wellenzahl von 825 und 871 1/cm sind charakteristisch für den Oxiranring, leider ließ sich eine Abschwächung der Absorptionsbanden im Verlauf der Zeit nicht nachweißen, da das Gerät nicht für einen Langzeitversuch zur Verfügung stand [32].

### Zusammenfassung:

Eine 100%ige Strukturaufklärung ist mit Hilfe einer analytischen Methode bei sehr komplexen Molekülen nicht möglich. Anhand des IR-Molekülspektrums lassen sich grobe Aussagen treffen.

- Das Molekül besitzt einen Benzolring, dessen Substituenten in Para-Stellung angeordnet sind.
- Zudem gibt es Ether-Verknüpfungen, die über einen Aryl- und einem Alkyrest verknüpft sind.
- Die Alkyle sind mindesten über drei Kohlenstoffatome verkettet, auch zyklische Alkyle gehören dazu.
- Es gibt sekundäre und tertiäre Amine im Makromolekül, dies spricht für eine nicht 100%ig Umsetzung des Amins bei der Polyaddition.
- Weiterhin gib es Hydroxylgruppen, die vom Benzylalkohol oder von den durch die Aushärtung zustande gekommene Gruppen stammen können
- Es gibt noch immer Oxiranringe im Makromolekül.



**Abbildung 6.1:** ATR-IR Spektrum eines gefüllten Epoxidharzes nach 17h Aushärten bei Raumtemperatur.

# 7 Grundlagen der Adhäsion

Im folgenden Kapitel sollen die Grundlagen der chemisch-physikalischen und mechanischen Adhäsion näher erläutert werden. Die innerhalb eines Festkörpers wirkende Kohäsionskräfte sind auch an den Grenzflächen existent und aufgrund ihren höher energetischen Zustandes für die Adhäsion von Bedeutung [33].

### Adhäsion:

Wenn zwei Körper getrennt werden sollen, so muss eine Kraft aufgewendet werden. Der Grund dafür liegt in der atomaren oder in der molekularen Wechselwirkung der Grenzschicht beider Stoffe. Die Gesamtheit dieser Kraft, wird als Haftkraft bzw. Adhäsion bezeichnet [34].

Dabei unterscheidet man generell zwischen der mechanischen Adhäsion, die auf physikalischen-mechanischen Kräften beruht, und der spezifischen Adhäsion, welche auf chemischen, physikalischen und thermodynamischen Kräften beruht. Die physikalische Definition wird dabei nach Bischof definiert [35]

$$\sigma_H = \frac{F_i}{A_W} \tag{7.1}$$

Aw ist dabei die beim Bruch wirksame Adhäsionsoberfläche und Fi die innere Kraft pro Flächeneinheit. Da allerdings die wirksame Oberfläche und die Innern Kraft nicht experimentell zugänglich sind, bedient man sich der messbaren äußeren Kraft FA und der makroskopisch bestimmbaren Kontaktfläche Ag. Setzt man beide Größen ins Verhältnis, so gelangt man zu der Verbindungsfestigkeit  $\sigma_V$ .

$$\sigma_V = \frac{F_a}{A_g} \tag{7.2}$$

Die Bestimmung der Verbindungsfestigkeit lässt allerdings noch keine Rückschlüsse zu, welche Versagensart vorliegt. Es wird adhäsives (zwischen den Grenzflächen), Kohäsives (im reinen Stoff der Verbundwerkstoffe) und gemischtes Versagen unterschieden [33].

### 7.1 Chemische und physikalische Adhäsion

Der spezifische Anteil der auf chemisch-physikalische Adhäsion beruht, ist auf die zwischenmolekularen Wechselwirkungen, welche vereinfacht durch das Modell der Gleichung von Lennard-Jones-Gleichung für ungeladene Teilchen beschrieben werden kann, zurückgeführt [36]:

$$U = \frac{A}{r_m} - \frac{B}{r_n} = 4\varepsilon \left[ \left( \frac{s}{r} \right)^m - \left( \frac{s}{r} \right)^n \right]$$
(7.3)

Dabei stellt U die potentielle Energie der Wechselwirkung dar , r ist der Abstand der Teilchen voneinander , mit den Exponenten m=12 und n=6, A und B sind die Teilchenparameter. Des Weiteren beschreibt s den Gleichgewichtsabstand und  $\varepsilon$  die Tiefe der Potentialmulde im Gleichgewichtszustand. Der erste Ausdruck der Gleichung beschreibt die Abstoßung der Teilchen aufgrund der elektrostatischen Abstoßungskraft, welche durch Überlappung der Elektronenhülle bei geringem Abstand überwiegt. Der zweite Teil der Gleichung beschreibt die Anziehung die aufgrund der Van-Der-Waals-Kräfte zustande kommt. Durch Ableiten der potentiellen Energie erhält man

$$F = \frac{dU}{dr} \tag{7.4}$$

In Abbildung 7.1 sind beide Bindungskräfte schematisch dargestellt, dabei stellt Delta U beim Bindungsabstand r0 dar. Unterschieden werden die Bindungsarten nach ihrer Reichweite und ihrer Stärke [35,37]. Für die chemische Bindung sind Hauptvalenzbindung wie ionische-, metallische-und kovalente Bindungen verantwortlich. Gekennzeichnet sind diese Bindungsarten durch ihre kurze Reichweite und hohe Bindungsenergie im Gegensatz zur physikalischen Bindung. Der Sammelbegriff der physikalischen Bindungsenergie wird unter den Van-der-Waals-Kräften verstanden. Darunter zählen die Dispersionskraft (London-Wechselwirkung), die Dipol-Dipol-Wechselwirkung sowie die Induktionskräfte (Debye-Wechselwirkung) [38]. Die Dispersionskräfte werden durch statistische Schwankungen der Elektronendichte im Molekülorbital erzeugt. Diese temporären Dipolmomente führen zur Anziehungskraft. Unter den Dipol-Dipol-Wechselwirkungen versteht man das Auftreten von permanenten Dipolen in Molekülen. Dabei versuchen sich die Dipole im Molekül so auszurichten, dass die Dipolvektoren in einer Geraden liegen. Die induktive Wechselwirkung wird hingen durch Induktion polarisierbarer Moleküle hervorgerufen. Durch Annäherung des einen Moleküls wird durch elektrische Induktion eine Polarisierung im andere Molekül erzeugt, diese Polarisierung führt wiederum zur Anziehung untereinander.



Abbildung 7.1: Qualitative Darstellung von Bindungsenergie und Kraft des Lennard-Jones-Potentials nach [37].

Eine Sonderstellung der Dipol-Dipol-Wechselwirkung stellt die Wasserstoffbrückenbindung dar. Geht der Wasserstoff eine Bindung mit einem stark elektronegativen Atom ein, zum Beispiel mit Sauerstoff, so erhält der Wasserstoff eine positive Partialladung. Diese positive Partialladung kann nun wiederum in Interaktion mit Atomen treten, welche ein freies Elektronenpaar aufweisen. Zu diesen Atomen gehört beispielsweise Sauerstoff und Stickstoff. In Tabelle 10 sind die Reichweiten und stärken der Bindungsarten aufgeführt.

Bindungstyp	Reichweite in nm	Bindungsenergie in KJ/mol
Hauptvalenzbindung		
Ionisch Bindung	0,15 - 0,24	335 - 1050
Kovalent Bindung	0,15 - 0,24	63 - 920
Metallische Bindung	0,26 - 0,30	110 - 350
Nebenvalenzbindung		
Dipol-Dipol-Wechselwirkung	0,3 - 0,5	4,0 - 21,0
Wasserstoffbrückenbindung	0,26 -0,3	8,0 - 42,0
Induzierte Dipolbindung	0,3 - 0,5	4,0 - 42,0
Dispersionbindung	0,3 - 0,5	2

Tabelle 10: Reichweite und Energie der verschiedenen Bindungsarten nach [37, 39].

Die Zusammenfassung in Tabelle 10 zeigt, dass sich die Phasen sehr nahe kommen müssen, damit es zur Ausbildung der jeweiligen Bindungen kommen kann. Die Ausbildung von Hauptvalenzbindung sorgt zu dem für die höchste Verbindungsfestigkeit zwischen den einzelnen Phasen[39].

#### Donator-Akzeptor-Wechselwirkungen

Untersuchungen haben gezeigt, das polare Gruppen im Polymer für bis zu 70-80% der Grenzflächenwechselwirkung (Adhäsionskraft) zwischen Füllstoff und Matrix des Polymers verantwortlich sind. Dabei kommt es zu Donator-Akzeptor-Wechselwirkung [40]. Nach Jacobasch und Freitag (1979) kann folgende Reihe für Polymere aufgestellt werden:

### -CN < =CO < -COOH < -C6H5 < -OR < - OH < NH2

Dabei ändert sich die Donator-Akzeptor-Eigenschaft von links (Donor) nach rechts (Akzeptor). Polymere die adhäsiv nach dem Donator-Akzeptor-Prinzip wechselwirken sollen, müssen unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die Wahrscheinlichkeit einer unsymmetrischen Elektronendichteverteilung in der Kontaktzone größer ist, je weiter die funktionellen Gruppen in dieser Reihe voneinander entfernt sind. Kurzgesagt müssen die funktionellen Gruppen in einer Donator-Akzeptor-Reihe möglichst weit voneinander entfernt sein[40].

Für die Donator-Akzeptor-Wechselwirkung der Oberfläche des Füllstoffes müssen dabei (Gutmann 1971) mindestens drei Parametern bestimmt sein. Dabei spielt die Azidität ( $K_A$ ) und die Basizität ( $K_B$ ) eine wesentliche Rolle. Die Azidität und die Basizität einer Oberfläche

wird durch die Anwesenheit polarer Gruppen bedingt, welche Elektronen aufnehmen bzw. abgeben können. Zurzeit können die Konstanten  $K_A$  und  $K_B$  mit Hilfe der inversen Gaschromatographie bestimmt werden [40].

### 7.2 Thermodynamische Betrachtung der Adhäsion

Zur Vereinfachung der thermodynamischen Betrachtung wird zu allererst die normale Kohäsion zwischen gleichartigen Molekülen betrachten. Dabei ist die reversible thermodynamische Kohäsionsarbeit definiert als Arbeit, die benötigt wird um ein Material in zwei Teile zu trennen.

$$-U = 2\gamma = \int_{r_0}^{\infty} \sigma dr \tag{7.5}$$

Gamma ist definiert als Oberflächenenergie der neu erzeugten Oberfläche und Sigma die Separationsspannung. Bei verschiedenen Phasen (Adhäsion) gilt folgender Zusammenhang:

$$-U = W_a = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \tag{7.6}$$

Dabei ist Gamma 1 und 2 die Oberflächenenergie der beiden neu geschaffenen Oberflächen der beiden jeweiligen Phase und  $\gamma_{12}$  die Grenzflächenenergie vor der Trennung der Phasen. Die Oberfächenenergie lässt sich als thermodynamisch ungünstigen Zustand erklären, da die Nachbarn an der Oberfläche des Moleküls im Vergleich zu den inneren Molekülen fehlen. Dadurch sind die Oberflächenmoleküle in einem energetisch ungünstigen Zustand, es muss Arbeit beim Trennen der Phasen verrichtet werden [41].

# 7.3 Mechanische Adhäsion

Die mechanische Verankerung stellt neben der spezifischen Adhäsion einen wesentlichen Beitrag zur Bindung zwischen den beiden Phasen Füllstoff und Polymere dar. Dabei werden räumliche Strukturen auf der Oberfläche des Füllstoffes, wie zum Beispiel Hinterschneidungen und Poren mit dem Polymer gefüllt. Nach dem Aushärten des Polymer entsteht so eine Formschlüssige Verbindung zwischen den beiden Phasen. Man nennt diese Form der mechanischen Adhäsion auch Druckknopfprinzip [42].



Abbildung 7.2: Schematische Darstellung des Druckknopfprinzips[37].

Im Fall einer Kugelförmigen Hohlraumpore eines Materials A mit Zugang an die Oberfläche wie in Abbildung 7.3 an die Matrix eines Materials B, lässt sich die Schälkraft Fs berechnen [37].



**Abbildung 7.3:** Schematische Darstellung der mechanischen Haftung [38], orange: Polymer, blau: Füllstoff.

$$Fs = 1,76 \times \left(\frac{E_A \times a \times h^3 \times b^4 \times F_Z^3}{a^6 \times 4}\right)^{\frac{1}{4}}$$
(7.7)

Mit E<sub>A</sub> Elastizitätsmodul des Polymers, a: Abstand Kugelmittelpunkt von der Grenzfläche, h Höhe des Polymers, b: Breites des Polymers, d: Durchmesser der Kugel, und Fz ergibt sich aus der Gleichung (7.8).

$$F_{\rm z} = 2\pi r (r - \sqrt{r^2 + a^2})\sigma_{\rm B}$$
(7.8)

 $\sigma_B$ : Zugfestigkeit des Füllstoffes

Die Schälkraft Fs nimmt zu, wenn der Abstand des Kugelmittelpunktes zur Oberfläche zu nimmt und abnehmenden Kugeldurchmessers. Daraus ergibt sich eine höher mechanische Verankerung bei größerer Oberfläche des Füllstoffes [43].

# 8 Wechselwirkungen der Füllstoffe mit dem Epoxidharz

In diesem Abschnitt werden die Wechselwirkungen des Füllstoffes mit der Epoxidharzmatrix dargestellt. Es soll auch die Fragestellung auf den möglichen Einfluss der Füllstoffe auf die Festigkeit der Komposition Epoxidharz/Füllstoff theoretisch betrachtet werden.

# 8.1 Chemisch-physikalische Adhäsion zwischen Quarzsand und Epoxidharz

#### Quarzsand:

Quarzsand ist kristallin aus Sauerstoff und Silizium aufgebaut, dessen Kristallstruktur in vielen Modifikationen vorkommt. An der Oberfläche der Kristallstruktur sind jeweils Sauerstoffatome vorhanden, diese können unter Umständen geladen sein oder sogar ein Wasserstoffatom besitzen. Dadurch sind folgende Wechselwirkungen mit dem Epoxidharz möglich:

Es kann zur Ausbildung von kovalenter Bindung zwischen dem Epoxidharzmolekül und dem Quarzsand bei vorhandsein von O-H Gruppen auf der Oberfläche der Füllstoffkomponenten kommen [12,44]. Dies gilt für mineralische als auch für metallische Füllstoffe. Dabei reagiert die Oxirangruppe des Harzmoleküls mit der O-H Gruppe (Silanolgruppe) des Füllstoffes, es kommt zur Ausbildung einer kovalenten Bindung, sofern diese Gruppen nicht durch z.B. oxidschichten bei Metallen oder Verschmutzungen bei den Füllstoffen blockiert werden. Dadurch kommt es zu einer Grenzschicht, welche nur schwach gebunden ist (*Englisch*: weak-boundary-layer) [45]. Es besteht bei Quarzsanden die Möglichkeit, das Silanolgruppen

auf der Oberfläche vorhanden sind [46]. Die ATR-IR Analyse zeigt keine spezifischen Adsorptionsbanden für Silanol-Gruppen bei der Untersuchung der Füllstoffe [22]. Der Reaktionsmechanismus wird in der Abbildung 8.1 dargestellt. Inwieweit solche kovalenten Bindungen zur Grenzflächenwechselwirkung beitragen, kann in dieser Arbeit nicht untersucht werden.



Abbildung 8.1: Ausschnitt der Oberfläche eines Quarzsandkristalls in der Reaktion mit einem Epoxidharzmolekül, dabei steht die Reaktion in Konkurrenz mit dem aminischen Härter [47]. Es entsteht eine kovalente Bindung.

Weiterhin sind auch Nebenvalenzbindungen zwischen den funktionellen Gruppen des Makromoleküls und den Hydroxylgruppen des Füllstoffes möglich wie es in der Abbildung 8.2 aufgezeigt wird [40].



Abbildung 8.2: Möglich Wasserstoffbrückenbindung zwischen den funktionellen Gruppen im Makromolekül und den O-H Gruppen der Füllstoffe.



Abbildung 8.3: Mögliche kovalente Bindungen mit Eisenbestandteilen im Ersatzfüllstoff der durch das Strahlen mit Stahlkugeln eingetragen werden kann. Dabei ist nach von der ersten Oxidationsstufe des Eisens auszugehen [48].

# 8.2 Chemisch-physikalische Adhäsion zwischen Betonstaub und Epoxidharz

Der Betonstaub unterscheidet sich in seiner kristallinen und chemischen Struktur deutlich von Quarzsand.

Das Calciumsilikatdihydrat hat eine andere kristalline Struktur und Oberfläche als gewöhnlicher Quarzsand, diese ist in Abb. 8.4 dargestellt. Das CSH Gerüst setzt sich aus Tetraedern zusammen, deren Zentralteilchen ein Siliziumatom ist, an den Ecken des Tetraeders sitzt jeweils ein Sauerstoffatom. Diese Tetraeder bilden kettenartige Strukturen in denen Calcium bzw. Calciumoxid und Wasser eingebettet sind. Nach außen zeigt diese Kristallstruktur negativ geladene Sauerstoffatome und positiv geladene Calciumatome.



Abbildung 8.4: Struktur von Calciumsilikatdihydrat wie es sich in abgebundenem Beton ausbildet [49].

Durch die geladenen Teilchen an der Oberfläche des CSH-Kristalls sind Wechselwirkungen mit dem Polymer über Nebenvalenzbindungen vorstellbar. Dabei kann es zur Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen kommen, aber auch von Dipol-Dipolwechselwirkungen, wie es die Abbildung 8.5 illustriert.



Abbildung 8.5: Mögliche Nebenvalenzbindung zwischen der CSH-Phase und den funktionellen Gruppen im Makromolekül. Die polaren Gruppen können Dipol-Dipol-Wechselwirkungen mit der Oberfläche der CSH-Phase eingehen.

Insgesamt lässt sich von einer guten Wechselwirkung zwischen den Füllstoff-Phasen und der Polymermatrix ausgehen.

# 9 Messung mechanischer Kennwerte der gefüllten Epoxidharze

In diesem Abschnitt werden die mechanischen Kennwerte durch verschiedene Messmethoden bestimmt.

# 9.1 Druck und Biegeversuch

Das gefüllte Epoxidharz wurde auf Druck- und Biegefestigkeit untersucht. Dabei wurden zwei verschiedene Haufwerke von Betonstaub eingesetzt, zum einen ein Füllstoff mit einem charakteristischen Korndurchmesser von 65,5µm und zum anderen mit einem charakteristischen Korndurchmesser von 23,67µm. Zudem wurde der Standardfüllstoff Quarzsand mit D63,2 von 180µm zu vergleichszwecken verwendet. Die Beladung des Epoxidharzes mit Füllstoff betrug jeweils 2kg/kg. Es wurden zwei Standardharze verwendet, die üblicherweise in der Bauchemie zur Anwendung kommen.

Für den Biegeversuch wurden Standardprobekörper mit den Abmessungen von 80x10x4 mm nach DIN ISO 178 gegossen. Dabei wurden je Epoxidharz und Füllstoff jeweils 5 Prüfkörper hergestellt. Die Prüfkörper wurden vor dem Ausformen der Gießformen 7 Tage bei Raumtemperatur gehärtet.

Für die Ermittlung der Druckfestigkeit wurde analog der Biegefestigkeit 5 Prüfkörper je Epoxidharz und Füllstoff mit den Abmessungen 10x10x4mm hergestellt. Die Messung der Druckfestigkeit erfolgte in Anlehnung an die DIN EN ISO 604. Es handelt sich dabei um eine einaxiale Druckfestigkeitsmessung, d.h., dass das Material sich bei Druckbelastung in beide Raumrichtungen (X;Y) ausdehnen kann. In den Diagrammen 4 und 5 sind die Druckfestigkeiten mit den verschieden Füllstoffen und Standardharzen dargestellt.

Diagramm 4: Darstellung der Druckfestigkeit der gefüllten Epoxidharze mit Standardharz von Remmers ST100LV.





Diagramm 5: Darstellung der Druckfestigkeit der gefüllten Epoxidharze mit Leunaharz.

Die Auswertung der Druckfestigkeitsversuche zeigt, dass alle gefüllten Epoxidharze eine Verstärkung ihrer Druckfestigkeit erfahren, da das reine Harz nur eine Druckfestigkeit von 50 MPa aufweist [30]. Die maximale Druckfestigkeit der gefüllten Harze ist bei allen 6 Prüfreihen im Bereich von 4,5 bis 5% Dehnung der Probekörper, allerdings zeigen die Probekörper mit Betonstaubfüllung eine wesentlich langsameres auseinanderbrechen als die Quarzsandgefüllten Probekörper. Die Druckfestigkeit bleibt bei den Betonstaubgefüllten Probekörper nit Dehnung von 12% annähender auf maximalen Niveau, bei den quarzsandgefüllten Probekörper erfolgt eine rapide Abnahme der Druckfestigkeit nach Erreichen des Maximalwertes von 5% Dehnung.

Diagramm 6: Spannungs-Dehnungsverlauf bei der Druckfestigkeitsmessung im Vergleich der drei Füllstoffe mit Leuna Harz.



Diagramm 7: Darstellung der Biegefestigkeit der gefüllten Epoxidharze mit Standardharz von Remmers ST100LV.







Auch die Biegeversuche zeigen, dass die gefüllten Epoxidharze mit dem Harz von Remmers eine Verstärkung erfahren, da die maximale Biegefestigkeit des reinen Epoxidharzes lediglich 25 MPa beträgt [30].

### 9.2 Auswertung der Bruchstellen vom Biegeversuch

Ziel der Auswertung der Bruchstellen aus dem Biegeversuch ist die Ermittlung der Versagensart, und damit mögliche Hinweise auf die Einbettung der Füllstoffe in der Harzmatrix.

Die Bruchstellen wurden mit Hilfe einer Digitalkamera und einem Softwareprogramm ausgewertet. Dabei wurde anhand der Pixelfarbe eine Zuordnung getroffen. Helle Pixel wurden dem Füllstoff zugeordnet, dunkle Pixel dem Harz. Zudem wurden beide Seiten der Bruchstücken miteinander verglichen, um Aussagen über die Art des Versagens machen zu können. Überlagern sich die beiden dunklen Bereiche der Hälften des Bruches, so verlief die Fraktur durch den Füllstoff. Das Nachgeben ist somit durch kohäsives versagen im Füllstoff selbst zu suchen. Gibt es auf einer Seite des Bruchstückes stellen mit Füllstoff und auf der anderen Seite des Bruchstückes nicht, so hat die Verbindung Füllstoff-Polymer nachgegeben. Sind wiederrum beide Seiten der Bruchstücke im gleichen Gebiet dunkel, die Pixel haben die gleiche Schnittmenge, so verlief der Bruch durch die Bindungsebenen des Makromoleküls, es kam somit zum kohäsiven Nachgeben.

Die Auswertung der verschiedenen Füllstoffe zeigt deutlich, dass alle drei Möglichkeiten der Zerstörung der Bindungen auftraten, unabhängig vom Füllstoff. Leider ist diese Art der Untersuchung mit vielen Fehlern behaftet, so dass sich keine Korrelation zwischen der Art des Bindungsbruches und der Biegefestigkeit finden lässt. Die Fehler sind darin begründet, dass die Auswertung nur in der zweidimensionalen ebene stattfand, der eigentlich Bruch allerdings dreidimensional verläuft. Zudem ist die Überlagerung der Bruchhälften am genauen Ort nicht exakt zuweisbar, dies veranschaulichen die Abbildungen 9.1 und 9.2.



Abbildung 9.1: Zeigt die beiden Bruchhälften des gefüllten Epoxidharzes von Remmers mit gefrästem Betonstaub. Das eine Bruchstück wurde zum bessern Vergleich gespiegelt. Die hellen Flächen sind freigelegtes Korn, die dunklen Gebiete sind ausgehärtetes Epoxidharz.



Abbildung 9.2: Zeigt die beiden Bruchhälften des gefüllten Epoxidharzes von Remmers mit Quarzsand. Das eine Bruchstück wurde zum bessern Vergleich gespiegelt. Die hellen Flächen sind freigelegtes Korn, die dunklen Gebiete sind ausgehärtetes Epoxidharz. Anhand der Bruchhälften ist ersichtlich, dass die Füllstoffe Betonstaub und Quarzsand eine feste Verbindung mit dem Harz eingeht. Der adhäsive Bindungsbruch tritt dann auf, wenn die Grenzflächenbindung zwischen den beiden Körpern größer ist, als die Bindungskräfte in den Körpern selbst, welches zu einem kohäsiven Bruch führen würde. Da beide Versagensarten an den jeweiligen Bruchstellen auftreten, kann man davon ausgehen, dass die Grenzflächenkräfte etwa so groß sind wie die Kräfte in den Körpern selbst.

Eine exakte qualitative Aussage über das Bruchverhalten im Material ist dennoch nicht möglich, da der Betonstaub aus unterschiedlichen Komponenten besteht, zum überwiegenden Teil aus Quarzsand. Durch die rein optische Betrachtung der Bruchflächen kann keine Aussage über die Einbettung der CSH-Phase im Epoxidharz getroffen werden. Eine gerasterte Raman-Spektroskopie der Bruchflächen (Schicktanz) würde Erkenntnis über die chemische Zusammensetzung der Bruchoberfläche liefern, dadurch wäre eine Aussage über die genaue Versagensart möglich[50].

# 9.3 Lufteinschlüsse in den Bruchstellen des Biegeversuchs

Durch das Benetzen der Füllstoffkomponenten mit Epoxidharz beim Mischen des Kratzspachtels wird Luft mit in das System gebracht. Die Luft entweicht in der Regel nach Aufbringen des Kratzspachtels durch die Auftriebskraft der Luftblasen. Zusätzlich wird mittels einer Stachelwalze das Austreten der Luftblasen aus dem Kratzspachtel erleichtert. Inwieweit der Füllstoff Einfluss auf die Lufteinschlüsse hat, wurde mit Hilfe eines Softwareprogramms anhand der Bruchflächen aus dem Biegeversuch analysiert. Die Bruchflächen sind der Ausschnitt der schwächsten Stelle des Prüfkörpers, und mit hoher Wahrscheinlichkeit, ein Bereich mit vielen Lufteinschlüssen. Insgesamt wurden 30 Prüfkörper ausgewertet. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 11 und Tabelle 12 festgehalten.

Tabelle 11: Lufteinschlüsse der Bruchstellen in Prozent der Bruchfläche für das Epoxidharzsystem von Remmers ST100LV.

Füllstoff	Beton 23,67µm	Beton 65,5µm	Quarzsand 180µm
Mittelwert in % der			
Bruchfläche	12,56	10,85	7,99
Standardabweichung in %	8,85	13,70	5,11

Tabelle 12: Lufteinschlüsse der Bruchstellen in Prozent der Bruchfläche für das Epoxidharzsystem von Leuna-Harze.

Füllstoff	Beton 23,67µm	Beton 65,5µm	Quarzsand 180µm
Mittelwert in % der			
Bruchfläche	9,25	6,91	8,16
Standardabweichung in %	5,23	2,64	3,73

Dabei zeigt sich, dass das Harzsystem von Remmers eine deutlich größere Streuung aufweist, zudem ist der Anteil der Lufteinschlüsse am höchsten beim kleinsten mittleren Partikeldurchmesser. Das Epoxidharz von Leuna-Harze hat insgesamt weniger Lufteinschlüsse an den Bruchstellen. Zudem ist keine Abhängigkeit vom verwendeten Füllstoff zu erkennen.

Die praktischen Applikationen im Feldversuch müssen noch zeigen, ob Lufteinschlüsse bei der Anwendung des Ersatzfüllstoffes problematisch sind. In den meisten Fällen ist der Kratzspachtel nicht die Endschicht, sodass nach dem Anschleifen des Kratzspachtels die finale Schicht aufgebracht wird. Eventuell vorhandene Lufteinschlüsse werden dabei geöffnet und mit der Deckschicht verfüllt, sodass Lufteinschlüsse eher unproblematisch einzustufen sind [51].

# 9.4 Fließverhalten des gefüllten Epoxidharzes

Ein wichtiges Kriterium zum egalisieren von Unebenheiten und den Selbstverlauf der Spachtelmasse ist das Fließverhalten bzw. die Viskosität. Je höher die Viskosität ist, desto höher ist die innere Reibung im Fluid. Dies ist mit den Wechselwirkungen der Teilchen im Fluid begründet. Je stärker sich die Teilchen untereinander anziehen, desto höher ist die Viskosität [52]. Beim Epoxidharz nimmt die Viskosität nach der Zugabe des Härters innerhalb der ersten 30 Minuten kaum zu, dies ist natürlich stark abhängig von der Verarbeitungstemperatur, danach kommt es durch Polyaddition der Moleküle zu einem starken Anstieg der Viskosität, da die Molekülketten immer länger und unbeweglicher werden. Inwieweit der Füllstoff einen Einfluss auf die Viskosität hat, wurde mit Hilfe des Ausbreitmaßes bestimmt. Dabei wurde ein exaktes Volumen direkt nach dem Anmischen der Komponenten in eine 100ml Einmalspritze gegeben und auf eine gerade ebene Fläche, welche nicht adhäsiv ist (Backpapier), mittig aufgegeben. Der Durchmesser der breitgelaufenen Masse gibt Aufschluss auf deren Fließfähigkeit. Diese Methode soll nur zum Vergleich der verschiedenen Spachtelmassen dienen. Die Tabelle 13 zeigt die ermittelten Messwerte für das Ausbreitmaß.

Tabelle 13: Ausbreitmaß des gefüllten Epoxidharzes, das Harz ist jeweils mit einer Beladung von 2kg/kg Füllstoff versetzt.

Füllstoff	D63,2 in µm	D in cm	A in cm <sup>2</sup>	A in %	m in g	V in ml
Quarzsand	180,00	15,20	181,46	100,00	172,67	100,00
Betonstaub	65,50	17,60	243,28	134,07	167,16	100,00
Betonstaub	23,67	17,40	237,79	131,04	167,27	100,00

Das Ausbreitmaß des Ersatzfüllstoffes zeigt eine um etwa 30 Prozent größere Fläche als der quarzsandgefüllte Harz. In ersten Feldversuchen konnte auch gezeigt werden, dass das mit Ersatzfüllstoff gefüllte Harz Kellenschläge, die durch das Aufbringen der Masse entstehen, bessere egalisiert als das quarzsandgefüllte Harz. Diese Eigenschaften sind entscheidend für das Herstellen von glatten und ebenen Flächen.



Abbildung 9.3: links quarzsandgefülltes Epoxidharz, deutlich zu erkennen sind die Unebenheiten, rechts betonstaubgefülltes Epoxidharz, jeweils mit einer Füllstoffbeladung von 2kg/kg.



Abbildung 9.4: Außbreitmaß des quarzsandgefüllten Epoxidharzes oben, Ausbreitmaß des mit betonstaubgefüllten Epoxidharzes unten im Vergleich aufeinander gelegt.

# 9.5 Haftzugfestigkeit des gefüllten Epoxidharzes

Der epoxidharzgefüllte Kratzspachtel muss auf den aufzubringenden Untergründen eine gute Haftung eingehen. Dazu werden die Betonböden die beschichtet werden sollen von losen Material und Zementleim befreit. Dies geschieht in der Regel mit Diamantschleifen oder Kugelstrahlen wie zuvor bereits näher erläutert wurde. Nach dem Auftragen und Aushärten muss eine Mindesthaftzugfestigkeit von 1,5N/mm<sup>2</sup> erreicht werden um eine feste Verbindung zwischen der Betonplatte und dem Kratzspachtel zu garantieren. Dabei spielen analog der Adhäsion zwischen Füllstoff und Epoxidharz gleiche physikalische und chemische Vorgänge eine wichtige Rolle. Zur Überprüfung der Haftzugfestigkeit wurde ein Betonrasenbord angeschliffen, grundiert und besandet. Anschließend wurde das mit dem jeweiligen Füllstoffen gefüllte Epoxidharz mit einer Kelle aufgetragen. Nach 7 Tagen der Durchhärtung wurde ein Zugstempel auf die Oberfläche aufgeklebt. Nach Aushärtung des Klebers wurde die Fläche um den geklebten Stempel freigefräst, um die tatsächliche Zugfläche einzuhalten. Durch das Anbringen des Zuggerätes wurde eine Zugkraft auf den Stempel ausgeübt, bis es zum Versagen der Verbindungstelle kam. Die dabei benötigte Kraft wurde mit Hilfe einer Federkraftmessdose aufgenommen. Nach Auswertung der Abrissstellen kann man Aussagen über das Versagen der Verbindungsstelle treffen. Die Haftzugmessung wurde insgesamt mit drei verschiedenen Füllstoffsystemen durchgeführt. Dabei ist an den Abrissstellen deutlich zu erkennen, dass die Verbindung im Beton (Untergrund) nachgegen hat und nicht die Verbindungsstelle zwischen dem Kratzspachtel und Beton. Es kam somit zum kohäsiven Versagen der Verbindungsstelle wie es in Abbildung 9.5 zu erkennen ist.



Abbildung 9.5: links der gezogene Prüfstempel eines betonstaubgefüllten Epoxidharzkratzspachtels.

Art des Füllstoffes	Betonstaub-1	Betonstaub-2	Quarzsand
D63,2 des Füllstoffes in µm	23,67	65,5	180
Art des Epoxidharz	Remmers ST100LV	Remmers ST100LV	Remmers ST100LV
Beladung X des Epoxidharzes in kg/kg	2	2	2
Haftzugfestigkeit in N/mm <sup>2</sup>	3,5	3,7	3,7
Art des Versagens	kohäsiv im Beton	kohäsiv im Beton	kohäsiv im Beton

Tabelle 14: Haftzugfestigkeit der gefüllten Epoxidharzkratzspachtel.

# 10 Ökologische Betrachtungen

Zur Herstellung von Quarzsand mit entsprechenden Anforderungen für Epoxidharzsysteme müssen die Sande mehrfach gewaschen und anschließend getrocknet werden. Im Versuch wurde ermittelt, inwieweit Quarzsand mechanisch entfeuchtet werden kann. Dabei wurde Quarzsand mit Wasser vollständig benetzt, so das eine Suspension entstand. Anschließend erfolgte die Filtration mit einem Metallfilter mit einer Maschenweite von 25µm. Durch Wiegen der Sandmenge vor und nach dem Befeuchten wurde der Feuchtigkeitsgehalt ermittelt. Insgesamt wurde der Versuch dreimal wiederholt, um repräsentative Ergebnisse zu erzielen.

Der Feuchtigkeitsgehalt liegt im Mittel bei 17,8%, das entspricht einer Beladung X von 0,216 kg Wasser/kg Quarzsand. Geht man von einem zulässigen Wassergehalt von 4% aus, dies

entspricht einer Beladung von 0,04016kg Wasser/kg Quarzsand, müssen 0,17584kg Wasser/ kg Quarzsand durch thermisches Trocknen entfernt werden. Das entspricht bei einem jährlichen Quarzsandbedarf von 30000t einer Wassermenge von 5275,2t/a. Um ein Kilogramm Wasser durch thermisches Trocknen zu entfernen werden etwa 3600kJ/kg benötigt [53]. Daraus ergibt sich ein Energiebedarf von rund 20TJ, dies entspricht einem Erdgasäquivalent von ca. 530t. Die beim Verbrennen von Erdgas freigesetzte Menge an Kohlenstoffdioxid beträgt etwa 1500t. Dies entspricht der Fahrleistung eines durchschnittlichen PKWs von 10 Mio. Kilometern.

Hinzu kommt noch der energetische Aufwand für den Transport des Quarzsandes zu den Baustellen und der Abtransport des Betonstaubes zur Halde. Geht man von einer mittleren Fahrstrecke von 50km für An- und Abfahrtsweg aus, entspricht dies einem Kohlenstoffdioxidausstoß von etwa 200t Kohlenstoffdioxid im Jahr [54].

Energetisch betrachtet ließen sich durch das Verwenden des Ersatzfüllstoffes jährlich insgesamt etwa 1700t Kohlenstoffdioxid.

# 11 Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblicke

Insgesamt zeigt der verwendete Betonstaub als Füllstoff in Epoxidharzen:

- Bessere mechanische Eigenschaften als die quarzsandgefüllten Epoxidharze.
- Höhere selbstverlaufende Eigenschaften als quarzsandgefüllte Epoxidharze.
- Schlechtere Benetzbarkeit beim Mischen der Komponenten.

Zusammenfassend eignet sich Betonstaub als Füllstoff in Epoxidharzen, wie er bei den genannten Abtragungsverfahren entsteht. Inwieweit sich betonstaubgefüllte Epoxidharze bei der Applikation von größeren Flächen verhält, muss noch im praktischen Feldversuch geklärt werden. Zudem müssen noch Langzeittests hinsichtlich der Druck- und Biegefestigkeit erfolgen, daran können eventuelle Alterungserscheinungen hinsichtlich unbekannter Wechselwirkungen zwischen Epoxidharz und Betonstaub erkannt werden.

# 12 Literaturverzeichnis

[1] https://www.umweltbundesamt.de/daten/flaeche – boden – land

[2] https://www.vdzonline.de/fileadmin/gruppen/vdz/3LiteraturRecherche/Zementmerkblaetter /T1.pdf

[3] Chemische Technologie der Kunststoffe, Epoxydverbindungen A.M.Paquin, Springer-Verlag Berlin (1958)

[4] Interview, Dipl.-Ing. Hartmut Gruneberg, Abtragungsverfahren von Beton, 23.11.2017

[5] Chemietechnik Taschenbuch von Eckhard Ignatowitz Auflage 8, 2008

[6] Dr. sc. techn. Martin Zogg Einführung in die mechanische Verfahrenstechnik

[8] Chemietechnik Taschenbuch von Eckhard Ignatowitz Auflage 8

[9] Elektrostatik, Hartmut Berndt, 4. Auflage 2017,

[10] Ingenieurgeologie: Grundlagen und Anwendung, Dieter D. Genske, Springer-Verlag 2005

[11] Andrews E.H,King,,N.E.:Adhesion of epoxy resin to metals-Part1.Journal of Materials Science 11, 2004-2014 (1976)

[12] Vollhardt Organische Chemie, Neil E. Schore, K. Peter, Wiley-VCH, 2005

[13] Baustoffprüfstelle Wismar Prüfbericht – Nr.: 0421/10

[14] NIST Datenbank

[15] (journal of american ceramic society Ping Yu. R. James Krikpatrick Brent Paul F. McMillan Xiandong Cong Issue 3 Volume 82 March 1999Pages 742-748)

[16] R. Wendehorst Baustoffkunde. Hannover: Curt R. Vincentz 26.Auflage 2004

[17] K. Winnacke, R. Dittmey, L. LücherChemische Technik, Prozesse und Produkte Bd. 7

[18] J. Starke, B. Möser, F. Bellmann: Hydratation von Portlandzement. Lehrbrief des F.A. Finger Institut der Baustoffkunde am Institut Weimar

[19] http://docplayer.org/2686443-4-hydratation-des-zements-und-gefuege-des-zementsteins.htm

[20] Borchardt-Ott, W.S.(2013), Kristallographie Einführung für Naturwissenschaftler Springer Spectrum

[21] Monica Adriana Trezza, Facultad de Ingenieria, Universidad del Centro de la Pcia Buenos Aires Argentina ISSN 1980-5373

[22] Journal of american ceramic society Ping Yu R. James Kirkpatrick Brent Poe Paul F.McMillan Xiandong Cong Volume 82, Issue 3 March 1999 Pages 742-748

[23]Claus Bischof, Wulff Possart: Adhäsion – Theoretische und experimentelle Grundlagen. Akademie-Verlag, Berlin 1983, S. 17 und S. 28

- [24] Handbuch Klebtechnik von Manfred Rasche, Hanser-Verlag 2012
- [25]Berger, G, D. Braun Kunststofftechnik Band 10 Duroplaste, Verlag München 1988

[26] Stoye. D, Beuschel, G. Lackharze

– Chemie, Eigenschaften und Anwendungen. München Hanserverlag1996

[27]Bartl, Herbert et al. : 1987 Methoden der Organischen Chemie (Houben — Weyl), E 20: Makromolekulare Stoffe

[28] Dissertation Katharina Maria Adamow 2014.Einfluss von Wasser auf die Kohlenstofffaser/Epoxid-Polymermatrix, Universität Bremen

[29] Vorlesungsskript Dr. WendlerHochschule Merseburg.

[30] Remmers\_1151\_Epoxy - ST - 100 - LV\_Technisches - Merkblatt.

[31] IR Spektroskopie Helmut Günzler Hans-Ulrich Gremlich, 3.Auflage, 1999 Wiley-VCH

[32] Dr. Jörn Kanzow Uni Kiel Dissertation 2004

[33]Gleich, H.: Zusammenhang zwischen Oberflächenenergie und Adhäsionsvermögen von Polymerewerkstoffen am Beispiel von PP und PBT und deren Einfluss auf Niederdruck-Plasmatechnologie, Dissertation, Universität Duisburg-Essen (2004)

[34] Bischhof, C. Bauer, A. Possart: Adhäsion- Theoretische und experimentelle Grundlagen Akademie-Verlag Berlin (1983) [35] Bischhof, C. Bauer, A. Possart, Kapelle, R, Schulze R. D., Zur Adhäsion von Polymere-Metall-Grenzschichten und ihr praktischer Nutzen, Acta Polymerica 40:3, 214-221 (1989)

[36]Lennard-Jones, J.E.:Cohesion. The Proceeding of the Physical Society 43:5, 461-482 (1931)

[37] Potente H.: Fügen von Kunststoffen, Grundlagen, Verfahren, Anwendung. Carl-Hanser-Verlag, München 2004.

[38] Schultz, J., Nardin,M.: Theories and Mechanisms of Adhesion. in: Adhesion Promotion Techniques: Technological Applications. Marcel Dekker, New York(1999)

[39] Bischhof C.: ND-Plasamtechnik im Umfeld der Haftungsproblematik bei Metall-Polymere-Verbunden. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 24, 33-41 (1993).

[40] Oberflächenkräfte und ihr Beitrag zur Adhäsion und Haftung und Haftung Glasfaser verstärkter Thermoplaste, Dissertation, Victoria Dutschk, Technische Universität Dresden 2000

[41] Sykes, J.M.: Surface Treatments of Steels. In: Surface Analysis and Pretreatment of Plastic and Metals. Applied Science Puplishers (1982)

[42] Mittal, K. L. Pizzi, A.: Adhesion Promotion Techniques : Technological Applications, Marcel Dekkar AG, New York, Basel, (1999)

[43] Kmeth, R.: Untersuchung der Haftung von Kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen auf oberflächenbehandelten 1.4301-Edelstahl, Masterarbeit, Universität Augsburg (2009

[44] Andrews, E. H., King, N. E.: Adhesion of epoxy resin to metals-Part 1. Journal of Polymere Science 11, 2004-2014 (1976)

[45] Denica Nikolova, Dissertation, Charakterisierung und Modifizierung der Grenzflächen im Polymer-Metall-Verbund, MLU Halle-Wittenberg, (2005)

[46] M. Tschapek C. Wasowksi S. Falasca, Character and change in the hydrophilic properties of quartz sand, Journal of Nutrition and Soil Science Page 295-305, Issue 3, Volume 146 (1983)

[47] Dr.-Ing. Frank Gerdinand, Verbundoptimierung mineralisch gefüllter Epoxidharzformstoffe mittels Plasmaaktivierung, Cuvillier Verlag Göttingen (2005)

[48] Brockmann, W., Hennemann, O.D., Kollek, H.:Reaktivität und Morphologie von Metalloberflächen als Basis für ein Modell der Adhäsion. Farben und Lacke 86, 420-425 (1980)

[49] Takeshi Iwaida; Shinya Nagasaki, Satoru Tanaka, researchgate Januar 1999).

[50] Interview, Dipl.-Phys. Carsten Schicktanz, Analyse von Druckflächen, 02.03.2018

[51] Interview, Dipl.-Ing. Hartmut Gruneberg, Aufbringen von Deckschichten, 16.02.2018

[52] Rüdiger Worthoff, Technische Rheologie, Wiley-VCH, Weinheim, 1. Auflage Oktober 2013

[53] Interview, Dipl.-Ing. Frank Ramhold, Trocknung von Schüttgütern, 10.02.2018

[54] https://www.umweltbundesamt.de/themen/verkehr-laerm/emissionsdaten#textpart-1

# 13 Abbildungsverzeichnis

Abbildung	Inhalt	Seite
4.1	Sedimentation des Füllstoffes in Epoxidharz mit einer Beladung von 2 kg/kg.	16
4.2	Sedimentation des Füllstoffes in Epoxidharz mit einer Beladung von 1 kg/kg.	16
4.3	Quarzsand bei 20-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop.	19
4.4	gestrahlter Beton nach Entfernung der Feinstpartikel bei 20-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop.	19
4.5	gestrahlter Beton in seiner Gesamtheit bei 20-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop.	20
4.6	Schüttwinkel von gefrästen Beton und von Quarzsand.	21
4.7	Reaktion der Oxirangruppe mit Hydroxydionen	22
4.8	Wasser als Trennfilm am Beispiel von Quarzsand	23
4.9	ATR-IR Spektrum von Quarzsand.	24
4.10	Zementstein nach 28 Tagen Hydration	27
4.11	ATR-IR Spektrum von gefrästem Beton.	28
4.12	Flüssigkeitstropfen auf einem Festkörper im Gleichgewicht.	29

4.13	Benetzung der Füllstoffe mit Epoxidharz. 2						
5.1	Reaktionsmechanismus zwischen Harz und Härter.	30					
5.2	Schematisches Modell der Vernetzung.	32					
5.3	Reaktionsmechanismus anionische Polymerisation.	33					
5.4	Modellvorstellung Schematisch, als zwei dimensionales Polymernetzwerk bei Variation des Amin/Epoxidverhältnis ändert sich der Härtegrad.	34					
6.1:	ATR-IR Spektrum eines gefüllten Epoxidharzes nach 17h Aushärten bei Raumtemperatur.	39					
7.1	Qualitative Darstellung von Bindungsenergie und Kraft des Lennard-Jones- Potentials nach [37].	42					
7.2	Schematische Darstellung des Druckknopfprinzips [37].	45					
7.3	Schematische Darstellung der mechanischen Haftung [38].	45					
8.1	Ausschnitt der Oberfläche eines Quarzsandkristalls in der Reaktion mit ein Epoxidharzmolekül.	47					
8.2	Zeigt möglich Wasserstoffbrückenbindung zwischen den funktionellen Gruppen im Makromolekül und den O-H Gruppen der Füllstoffe.	48					
8.3	Kovalente Bindungen mit Eisenbestandteilen.	48					
8.4	Struktur der CSH-Phase.	49					
8.5	Mögliche Nebenvalenzbindung zwischen der CSH-Phase und den funktionellen Gruppen im Makromolekül.	49					

9.1	Bruchhälften des gefüllten Epoxidharzes mit Betonstaub.	54
9.2	Bruchhälften des gefüllten Epoxidharzes mit Quarzsand.	54
9.3	Kellenschläge im Kratzspachtel.	57
9.4	Ausbreitmaß der gefüllten Harze	58
9.5	Haftzugsmessung des Kratzspachtels.	59

# 13 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Anforderung von Industriefußböden [2].

Tabelle 2: charakteristischer Teilchendurchmesser mit Hilfe des Laserbeugungsverfahren.

Tabelle 3: Sedimentationsgeschwindigkeit der verschiedenen Füllstoffe im Reaktionsharz.

Tabelle 4: Oberfläche der Haufwerke in Abhängigkeit ihrer Korngröße.

Tabelle 5: Chemische Zusammensetzung von Quarzsand untersucht mit der RFA[14].

Tabelle 6: Hauptreaktion beim Klinkerbrand [18].

Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung von Portlandzement [17].

Tabelle 8: Zementnomenklatur [17].

Tabelle 9: Viskosität in Abhängigkeit der Reaktionszeit bei ca. 20°C.

Tabelle 10: Reichweite und Energie der verschiedenen Bindungsarten.

Tabelle 11: Lufteinschlüsse der Bruchstellen in Prozent der Bruchfläche für das Epoxidharzsystem von Remmers ST100LV.

Tabelle 12: Lufteinschlüsse der Bruchstellen in Prozent der Bruchfläche für das Epoxidharzsystem von Leuna-Harze.

Tabelle 13: Ausbreitmaß des gefüllten Epoxidharzes

Tabelle 14: Haftzugfestigkeit der gefüllten Epoxidharzkratzspachtel.

Tabelle 15: Siebanalyse Überkorn mit 2mm Sieb.

Tabelle 16: Siebanalyse Quarzsand.

Tabelle 17: Nasssiebung Beton Fräsen 1.

Tabelle 18: Nasssiebung Beton Fräsen 2.

Tabelle 19: Nasssiebung gestrahlter Beton 1.

Tabelle 20: Nasssiebung gestrahlter Beton 2.

Tabelle 21: Zusammenfassung der Laserbeugungsanalyse.

Tabelle 22: Zusammenfassung der Laserbeugungsanalyse Teil 2.

Tabelle 23: Dichtebestimmung gefräster Beton mit Pyknometer.

Tabelle 24: Dichtebestimmung gestrahlter Beton mit Pyknometer.

Tabelle 25: Dichtebestimmung Quarzsand mit Pyknometer.

Tabelle 26: Feuchtigkeitsbestimmung mit Trockenschrank Teil 1.

Tabelle 27: Feuchtigkeitsbestimmung mit TrockenschrankTeil 2.

Tabelle 28: Einfluss des molverhältnises auf Shore-D-Härte.

Tabelle 29: Einfluss des molverhältnises auf Shore-D-Härte.

Tabelle 30: Auswertung der Hohlräume in den Bruchflächen aus dem Biegeversuch mit Leuna Harz und Füllstoff.

Tabelle 31: Auswertung der Hohlräume in den Bruchflächen aus dem Biegeversuch mit Remmers ST100LV und Füllstoff.

Tabelle 32: Schwindung des Epoxidharzes mit Füllstoff nach 1 Tag Aushärtung.

Tabelle 33: Schwindung des Epoxidharzes mit Füllstoff nach 7 Tag Aushärtung.

# Anhang

### Verwendete Mess- und Analysengeräte:

IR-Spektrometer: AVATAR 360 FTIR

Mikroskop: Axiostar plus mit Axio Cam MRC Zeiss

Korngrößenverteilung: Fritsch Analsetta 20

Biegefestigkeitsmessung: Zwick/ Roell Z2.5

Druckfestigkeitsmessung: Zwick Z020

Haftzugsmessung: Ericksen Model 525

### Messungen und Berechnungen:

Zu Kapitel 4.1:

Tabelle 15: Siebanalyse Überkorn mit 2mm Sieb.

Art	Einwaage g	R > 2mm in g	R in Prozent %
Estrich geschliffen	2120,68	16,2	0,76
Altbeton Kugelstrahlen RPC	2694	81,63	3,03
Altbeton Weingut-Böhme	2464,23	71,81	2,91

Tabelle 16: Siebanalyse Quarzsand.

MW in µm	Tara in g	Q-Sand in g	Netto in g	in %	R Summe	D Summe
500	279,28	279,28	0	0,00	0,00	100,00
400	455,47	455,78	0,31	0,31	0,31	99,69
300	436,43	440,66	4,23	4,23	4,54	95,46
250	260,67	266,75	6,08	6,08	10,62	89,38
200	250,5	267,35	16,85	16,85	27,47	72,53
160	257,07	285,02	27,95	27,95	55,43	44,57
125	244,36	269,66	25,3	25,30	80,73	19,27
71	236,42	254,15	17,73	17,73	98,46	1,54
0	343,55	345,09	1,54	1,54	100,00	0,00
			99,99	100		

		Einwaage in				
MW n µm	Tara in g	g	Brutto in g	Netto in g	R in %	D in %
100	40,637	5,854	41,368	0,731	12,49	87,51
63	31,672	6,135	33,003	1,331	21,70	78,30
40	31,587	4,34	33,087	1,5	34,56	65,44
25	31,553	0,974	31,981	0,428	43,94	56,06

Tabelle 17: Nasssiebung Beton Fräsen 1.

Tabelle 18: Nasssiebung Beton Fräsen 2.

MW in µm	Tara in g	Einwaage in g	Brutto in g	Netto in g	R in %	D in %
100	31,648	6,028	33,548	2,71428571	45,03	54,97
63	40,367	2,967	41,947	2,25714286	76,07	23,93
40	31,102	1,805	32,243	1,63	90,30	9,70
25	31,424	0,948	32,074	0,92857143	97,95	2,05

Tabelle 19: Nasssiebung gestrahlter Beton 1.

		Einwaage in				
MW in µm	Tara in	g	Brutto in g	Netto in g	R in %	D in %
100	31,62	5,337	32,431	0,811	15,20	84,80
63	40,339	4,22	41,623	1,284	30,43	69,57
40	31,09	2,227	32,042	0,952	42,75	57,25
25	40,13	1,651	40,98	0,85	51,48	48,52

Tabelle 20: Nasssiebung gestrahlter Beton 2.

		Einwaage in	Brutto in		R in	D in
MW in µm	Tara in g	g	g	Netto in g	%	%
100	40,689	3,368	41,129	0,440	13,06	86,94
63	31,691	2,214	32,337	0,646	29,18	70,82
40	31,609	2,979	32,96	1,351	45,35	54,65
25	40,151	0,471	40,416	0,265	56,26	43,74



Diagramm 9: RRSB-Verteilung Quarzsand und Betonstaub aus Siebung bzw. Nasssiebung.

Diagramm 10: RRSB-Diagramm Fräsen Beton 1




Diagramm 11: RRSB-Diagramm Fräsen Beton 2







Diagramm 13: RRSB-Diagramm kugelgestrahlter Beton 2.

Tabelle 21: Zusammenfassung der Laserbeugungsanalyse Teil 1.

Betonstaub Fräsen 2	D63 1 in µm	123,00	00 Betonstaub Fräsen 1	D63 1 in µm	17,00
	D63 2 in µm	120,00	Fräsen 1	D63 2 in µm	24,00
	D63 3 in µm	100,00		D63 3 in µm	30,00
	D63 4 in µm	105,00		D63 4	
	Mittelwert	112,00		Mittelwert	23,67
	Standardabw.	11,22		Standardabw.	6,51

Tabelle 22: Zusammenfassung der Laserbeugungsanalyse Teil 2.

Betonstaub Kugel- strahlen 2	D63 1 in µm	58,00	Betonstaub	D63 1 in µm	60,00
	D63 2 in µm	62,00	Kugel-	D63 2 in µm	50,00
	D63 3 in µm	52,00	Suamen	D63 3 in µm	72,00
	D63 4 in µm	90,00		D63 4 in µm	80,00
	Mittelwert	65,50		Mittelwert	65,50
	Standardabw.	16,84		Standardabw.	13,20

	Fräsen	Fräsen	Fräsen	Fräsen	Fräsen	Fräsen
Art	2-1	2-2	2-3	1-1	1-2	1-3
Leergewicht in g	31,28	31,28	31,28	31,28	31,28	31,28
Gesamtmasse in g	83,95	83,32	83,21	83,76	83,38	83,47
Gesamtvolumen in						
ml	51,35	51,35	51,35	51,35	51,35	51,35
Masse Wasser in g	50,24	50,72	50,77	50,43	50,69	50,64
Volumen Wasser in						
g	50,34	50,82	50,87	50,53	50,79	50,74
Einwaage Fest in g	2,43	1,32	1,16	2,06	1,42	1,55
Volumen Fest in g	1,01	0,52	0,47	0,82	0,56	0,60
Dichte Fest in g/ml	2,41	2,52	2,44	2,51	2,54	2,56
Mittelwert g/ml	2,46			2,54		
Standardabweichung	0,06			0,03		

Tabelle 23: Dichtebestimmung gefräster Beton mit Pyknometer.

Tabelle 24: Dichtebestimmung gestrahlter Beton mit Pyknometer.

KS=Kugelstrahlen	KS 2-1	KS 2-2	KS 2-3	KS 1-1	KS 1-2	KS 1-3
Leergewicht in g	31,28	31,28	31,28	31,28	31,28	31,28
Gesamtmasse in g	83,69	83,50	83,21	83,58	83,69	83,28
Gesamtvolumen in ml	51,35	51,35	51,35	51,35	51,35	51,35
Masse Wasser in g	50,39	50,54	50,75	50,48	50,45	50,71
Volumen Wasser in g	50,49	50,64	50,85	50,58	50,55	50,82
Einwaage Fest in g	2,02	1,67	1,18	1,82	1,95	1,28
Volumen Fest in g	0,85	0,70	0,50	0,76	0,79	0,53
Dichte Fest in g/ml	2,36	2,38	2,38	2,38	2,46	2,42
Mittelwert in g/ml	2,37			2,42		
Standardabweichung	0,01			0,04		

Tabelle 25: Dichtebestimmung Quarzsand mit Pyknometer.

QS= Quarzsand	QS 1	QS 2	QS 3
Leergewicht in g	31,28	31,28	31,28
Gesamtmasse in g	83,27	83,21	83,22
Gesamtvolumen in ml	51,35	51,35	51,35
Masse Wasser in g	50,81	50,83	50,83
Volumen Wasser in g	50,91	50,93	50,93
Einwaage Fest in g	1,18	1,11	1,11
Volumen Fest in g	0,44	0,42	0,42
Dichte Fest in g/ml	2,70	2,64	2,67
Mittelwert g/ml	2,67		
Standardabweichung	0,03		

## Zu Kapitel 4.3:



Diagramm 14: RRSB-Diagramm zur Bestimmung des Randmaßstab.

Zu Kapitel 4.5:

Tabelle 26: Feuchtigkeitsbestimmung mit Trockenschrank Teil 1.

	Feuchtigkeitsbestimmung der Ersatzfüllstoffe									
	Tara in				M in					
	g	Einwaage in g	Brutto Trocken in g	Netto Trocken in g	%					
Altheton	2,511	4,76	7,16	4,649	2,33					
Weingut-	2,516	4,53	6,938	4,422	2,38					
böhmen	2,536	7,254	9,619	7,083	2,36					
				Standardabw.	0,03					
				Mittelwert	2,36					
	Tara in				M in					
	g	Einwaage in g	Brutto Trocken in g	Netto Trocken in g	%					
	2,511	7,721	10,16	7,649	0,93					
Estrich Neu	2,529	5,602	8,079	5,55	0,93					
geschliffen	2,553	4,62	7,138	4,585	0,76					
				Standardabw.	0,10					
				Mittelwert	0,87					

		Einwaage in	Brutto Trocken in	Netto Trocken in	
	Tara in g	g	g	g	M in %
	2,565	6,599	9,105	6,54	0,89
RPC	2,526	4,373	6,866	4,34	0,75
Beton	2,558	5,863	8,368	5,81	0,90
				Standardabw.	0,08
				Mittelwert	0,85
		Einwaage in	Brutto Trocken in	Netto Trocken in	
-	Tara in g	g	g	g	M in %
	2,539	4,639	7,047	4,508	2,82
Kugelge-	2,519	5,036	7,414	4,895	2,80
strahlt 1	2,541	5,42	7,811	5,27	2,77
				Standardabw.	0,03
				Mittelwert	2,80
		Einwaage in	Brutto Trocken in	Netto Trocken in	
	Tara in g	g	g	g	M in %
	2,529	4,527	6,98	4,451	1,68
	2,528	6,064	8,489	5,961	1,70
Fräsen 1	2,533	4,748	7,201	4,668	1,68
				Standardabw.	0,01
				Mittelwert	1,69
		Einwaage in	Brutto Trocken in	Netto Trocken in	
	Tara in g	g	g	g	M in %
	2,502	3,962	6,36	3,858	2,62
	2,534	4,228	6,655	4,121	2,53
Fräsen 2	2,53	4,496	6,909	4,379	2,60
				Standardabw.	0,05
				Mittelwert	2,59
		Einwaage in	Brutto Trocken in	Netto Trocken in	
	Tara in g	g	g	g	M in %
	2,521	4,267	6,7	4,179	2,06
Kugelge-	2,515	5,755	8,16	5,645	1,91
strahlt 1	2,557	4,21	6,686	4,129	1,92
				Standardabw.	0,08
				Mittelwert	1,97

Tabelle 27: Feuchtigkeitsbestimmung mit TrockenschrankTeil 2.

## Zu Kapitel 5.1:

Probe	Harz	Härter	W	r in %	6 Shore-D-Härte						Shore D				
Nr.	in g	in g	Härter	Härter								Mittelwert			
1	21,3	8,7	1	100	81	82	80	81	82	81	80	81	82	83	81,3
2	21,3	7,83	0,9	90,00	78	80	77	78	76	78	78	78	78	77	77,8
3	21,3	6,96	0,8	80,00	78	77	77	78	76	77	77	77	76	77	77
4	21,3	5	0,575	57,47	72	75	75	77	72	77	77	77	76	75	75,3
5	21,3	2	0,23	22,99	72	75	73	72	71	74	71	72	72	70	72

Tabelle 28: Einfluss des Molverhältnises auf Shore-D-Härte.

Tabelle 29: Einfluss des Molverhältnises auf Shore-D-Härte.

Nr.	Har	Härte	W	r in %	Härte	Shore D	Shore D	Shore D	Shore D
	z in	r in g	Härter	Harz	r in	Messung	Mittelwert	Messung	Mittelwert
	g				%	23.11.2017	23.11.20	24.11.2017	24.11.20
							17		17
				100,0		78,79,78,77,		82,82,80,80,	
1	25	10	0,4	0	40	77	78	81	81
		10,62				77,75,75,80,		82,81,80,81,	
2	25	5	0,425	94,12	42,5	77	77	79	80,6
						74,76,75,77,		81,79,82,82,	
3	25	11,25	0,45	88,89	45	77	76	79	80
		11,87				74,74,77,73,		79,79,80,80,	
4	25	5	0,475	84,21	47,5	77	75	77	79
						72,75,75,77,		79,79,81,76,	
5	25	12,5	0,5	80,00	50	76	75	76	78
		13,12				70,71,73,73,		76,76,75,77,	
6	25	5	0,525	76,19	52,5	74	72	76	76
						69,68,72,71,		74,73,73,75,	
7	25	13,75	0,55	72,73	55	70	70	75	74
		14,37				71,70,66,67,		69,69,71,71,	
8	25	5	0,575	69,57	57,5	66	68	70	70
						66,65,64,67,		64,64,66,66,	
9	25	15	0,6	66,67	60	65	65	65	65

## Zu Kapitel 7.1:



Alkalizität der Betonstaubproben, von links nach rechts: Fräsbeton 1, Fräsbeton 2, gestrahlter Beton 1, gestrahlter Beton 2, Quarzsand.

Zu Kapitel 9.1:

zur Druckfestigkeitsmessung mit Betonschleifstaub D63,2: 23,67µm ;X=2; Remmers ST100LV:



Remmers Schleifstaub\_Druck.zs2

Messprotokoll zur Druckfestigkeitsmessung mit Betonstaub D63,2: 65,67µm; X=2 ;Remmers ST100LV:



Remmers Kugelgestrahlt\_Druck.zs2

Messprotokoll zur Druckfestigkeitsmessung mit Quarzsand D63,2: 180µm, X=2; Remmers ST100LV:



Remmers Quarzsand\_Druck.zs2

Messprotokoll zur Druckfestigkeitsmessung mit Betonschleifstaub D63,2: 23,67µm X=2und Leuna Harz.:



Leuna Harz Schleifstaub\_Druck.zs2

Messprotokoll zur Druckfestigkeitsmessung mit Betonstaub D63,2: 65,5µm; X=2 ; Leuna Harz:



Leuna Harz Kugelgestrahlt\_Druck.zs2

Messprotokoll zur Druckfestigkeitsmessung mit Quarzsand D63,2: 180µm; X=2 ; Leuna Harz:



Leuna Harz Quarzsand\_Druck.zs2

Messprotokoll zum Biegeversuch mit Betonschleifstaub D63,2: 23,67µm ;X=2; Remmers ST100LV:



Remmers Schleifstaub\_Biegung.zs2

Messprotokoll zum Biegeversuch mit Betonschleifstaub D63,2: 65,5  $\mu$ m ;X=2; Remmers ST100LV:



Remmers Kugelgestrahlt\_Biegung.zs2

Messprotokoll zum Biegeversuch mit Quarzsand D63,2 180 µm ;X=2; Remmers ST100LV:



Remmers Quarzsand\_Biegung.zs2

Messprotokoll zum Biegeversuch mit Betonschleifstaub D63,2: 23,67µm ;X=2; Leuna Harz:



Leuna Harz Schleifstaub\_Biegung.zs2

Messprotokoll zum Biegeversuch mit Betonstaub D63,2: 65,5 µm ;X=2; Leuna Harz:



Leuna Harz Kugelgestahlt\_Biegung.zs2

Messprotokoll zum Biegeversuch mit Quarzsand D63,2: 180µm ;X=2; Leuna Harz:



Leuna Harz Quarzsand\_Biegung.zs2

Zu Kapitel 9.3:

Tabelle 30: Auswertung der Hohlräume in den Bruchflächen aus dem Biegeversuch mit Leuna Harz und Füllstoff.

	Füllstoff		Gesamt	Gaps	
Art	Pixel	Füllstoff in %	Pixel	Pixel	gaps in %
LeuKugel1	7821,00	25,95	30144,00	1270,00	4,21
LeuKugel2	7921,00	23,08	34314,00	2096,00	6,11
LeuKugel3	7452,00	19,98	37288,00	2766,00	7,42
LeuKugel4	11050,00	31,04	35595,00	2009,00	5,64
LeuKugel5	8911,00	24,93	35742,00	3994,00	11,17
Mittelwerte		25,00			6,91
Standartabweichung		4,07			2,64
LeuQS1	7857,00	21,90	35881,00	3194,00	8,90
LeuQS2	6347,00	16,88	37604,00	735,00	1,95
LeuQS3	5760,00	16,22	35504,00	2987,00	8,41
LeuQS4	5377,00	16,67	32255,00	3076,00	9,54
LeuQS5	7921,00	24,18	32754,00	3922,00	11,97
Mittelwerte		19,17			8,16
Standartabweichung		3,63			3,73
LeuSchl1	4927,00	12,04	40905,00	4158,00	10,17
LeuSchl2	5243,00	12,33	42525,00	648,00	1,52
LeuSchl3	6635,00	17,18	38622,00	2631,00	6,81
LeuSchl4	4644,00	13,17	35256,00	4910,00	13,93
LeuSchl5	12526,00	35,25	35535,00	4919,00	13,84
Mittelwerte		18,00			9,25
Standartabweichung		9,86			5,23

	Füllstoff		Gesamt	Gaps	
	Pixel	Füllstoff in %	Pixel	Pixel	gaps in %
Kugel1	9331,00	23,47	39750,00	4386,00	11,03
Kugel2	11738,00	27,96	41976,00	1744,00	4,15
Kugel3	10846,00	29,49	36784,00	2405,00	6,54
Kugel4	9947,00	24,39	40788,00	6229,00	15,27
Kugel5	6384,00	17,89	35685,00	1058,00	2,96
Mittelwerte		24,64			7,99
Standartabweichung		4,51			5,11
QS1	15310,00	40,46	37842,00	2281,00	6,03
QS2	26637,00	64,19	41496,00	1648,00	3,97
QS3	8678,00	24,27	35754,00	766,00	2,14
QS4					
QS5	18884,00	45,79	41237,00	12892,00	31,26
Mittelwerte		43,68			10,85
Standartabweichung		16,45			13,70
schleifen1					
schleifen2	3459,00	9,63	35934,00	9265,00	25,78
schleifen3	8534,00	24,17	35306,00	2713,00	7,68
schleifen4	12201,00	33,82	36076,00	3352,00	9,29
schleifen5	5499,00	15,90	34578,00	2593,00	7,50
Mittelwerte		20,88023841			12,5645276
Standartabweichung		10,48			8,85

Tabelle 31: Auswertung der Hohlräume in den Bruchflächen aus dem Biegeversuch mit Remmers ST100LV und Füllstoff.

Zu Kapitel 10:

Tabelle 34: Wassergehalt von Quarzsand nach der Filtration.

Versuch	1	2	3
Tara in g	238,69	238,69	238,69
Brutto in g	318,41	300,23	304,22
Netto in g	79,72	61,54	65,53
Brutto in g	335,85	312,6	319,21
Netto in g	97,16	73,91	80,52
Wasser in g	17,44	12,37	14,99
X Wasser	0,22	0,20	0,23
Wasser in %	0,18	0,17	0,19
Mittelwert			
Wasser %	0,18		
Miteelwert			
Wasser X	0,22	g/g	

Ergänzung:

Tabelle 32: Schwindung des Epoxidharzes mit Füllstoff nach 1 Tag Aushärtung.

Remmers Harz ST100LV / Durchmesser Gußform 14,255mm						
	d min	d max	dm in	Schrumpfung in		
Füllstoff/Harz	mm	mm	mm	%		
Schleifstaub2:1	14,07	14,15	14,11	1,017		
Schleifstaub 2,5:1	14,02	14,25	14,135	0,842		
Schleifstaub 3:1						
(D63,2: 23,67µm)	-					
Kugelgestrahlt 2:1	14,02	14,2	14,11	1,017		
Kugelgestrahlt						
2,5:1	14,01	14,21	14,11	1,017		
Kugelgestrahlt 3:1	14,1	14,19	14,145	0,772		
(D63,2: 65,5µm)						
Quarzsand 2:1	14,05	14,08	14,065	1,333		
Quarzsand 2,5:1	14,02	14,12	14,07	1,298		
Quarzsand 3:1	14,1	14,09	14,095	1,122		
(D63,2: 180µm)						
Leuna Harz Durchm	esser / Dur	chmesser (	Gußform 14	,255mm		
	d min	d max		Schrumpfung in		
	mm	mm	dm	%		
Schleifstaub 2:1	13,95	14,15	14,05	1,438		
Schleifstaub 2,5:1	14,04	14,12	14,08	1,228		
Schleifstaub 3:1						
(D63,2: 23,67µm)						
Kugelgestrahlt 2:1	14,02	14,12	14 07	1,298		
		,	11,01	.,		
Kugelgestrahlt		,	11,01	.,		
Kugelgestrahlt 2,5:1	13,99	14,16	14,075	1,263		
Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1	13,99 14,04	14,16 14,16	14,075 14,1	1,263 1,087		
Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm)	13,99 14,04	14,16 14,16	14,075 14,1	1,263 1,087		
Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm) Quarzsand 2:1	13,99 14,04 13,89	14,16 14,16 14,04	14,075 14,1 13,965	1,263 1,087 2,034		
Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm) Quarzsand 2:1 Quarzsand 2,5:1	13,99 14,04 13,89 13,94	14,16 14,16 14,04 14	14,075 14,1 13,965 13,97	1,263 1,087 2,034 1,999		
Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm) Quarzsand 2:1 Quarzsand 2,5:1 Quarzsand 3:1	13,99 14,04 13,89 13,94 13,99	14,16 14,16 14,04 14 14,09	14,075 14,1 13,965 13,97 14,04	1,263 1,087 2,034 1,999 1,508		

	Rer	nmers Harz	ST100LV			
Füllstoff/Harz	Х	d min mm	d max mm	dm	Schwindung in %	
Schleifstaub 2:1	2	13,97	14,1	14,035	1,543	
Schleifstaub						
2,5:1	2,5	14,02	14,16	14,09	1,157	
Schleifstaub 3:1	3					
(D63,2: 23,67µm)				-		
Kugelgestrahlt 2:1	2					
Kugelgestrahlt 2,5:1	2,5	14,01	14,21	14,11	1,017	
Kugelgestrahlt 3:1	3	14,1	14,19	14,145	0,772	
(D63,2: 65,5µm)						
Quarzsand 2:1	2	13,97	14,1	14,035	1,543	
Quarzsand 2,5:1	2,5	14,02	14,08	14,05	1,438	
Quarzsand 3:1	3	14,04	14,1	14,07	1,298	
(D63,2: 180µm)						
	Leuna Harz					
	Leu	na Harz	-			
	Leu	na Harz d min mm	d max mm	dm	Schwindung in %	
Schleifstaub 2:1	Leu 2	na Harz d min mm 13,95	d max mm 14,06	dm 14,005	Schwindung in % 1,754	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub	Leu 2	na Harz d min mm 13,95	d max mm 14,06	dm 14,005	Schwindung in % 1,754	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1	Leu 2 2,5	na Harz d min mm 13,95 14,04	d max mm 14,06 14,1	dm 14,005 14,07	Schwindung in % 1,754 1,298	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1	Leu 2 2,5 3	na Harz d min mm 13,95 14,04	d max mm 14,06 14,1	dm 14,005 14,07	Schwindung in % 1,754 1,298	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm)	Leu 2 2,5 3	na Harz d min mm 13,95 14,04	d max mm 14,06 14,1	dm 14,005 14,07	Schwindung in % 1,754 1,298	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1	Leu 2 2,5 3	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04	d max mm 14,06 14,1 14,12	dm 14,005 14,07 14,08	Schwindung in % 1,754 1,298 1,228	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1 Kugelgestrahlt 2,5:1	Leu 2 2,5 3 2,5 2,5	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04 13,98	d max mm 14,06 14,1 14,12 14,12 14,14	dm 14,005 14,07 14,08 14,08	Schwindung in % 1,754 1,298 1,228 1,368	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1 Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1	Leu 2 2,5 3 2,5 2,5 3	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04 13,98 14,04	d max mm 14,06 14,1 14,12 14,12 14,14 14,08	dm 14,005 14,07 14,08 14,06 14,06	Schwindung in % 1,754 1,298 1,228 1,368 1,368	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1 Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm)	Leu 2 2,5 3 2,5 3	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04 13,98 14,04	d max mm 14,06 14,1 14,12 14,12 14,14 14,08	dm 14,005 14,07 14,08 14,06 14,06	Schwindung in % 1,754 1,298 1,228 1,368 1,368	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1 Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm) Quarzsand 2:1	Leu 2 2,5 3 2,5 2,5 3 2	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04 13,98 14,04 13,88	d max mm 14,06 14,1 14,12 14,12 14,14 14,08 14,05	dm 14,005 14,07 14,08 14,06 14,06 14,06	Schwindung in % 1,754 1,298 1,228 1,368 1,368 2,034	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1 Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm) Quarzsand 2:1 Quarzsand 2,5:1	Leu 2 2,5 3 2,5 3 2,5 2,5	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04 13,98 14,04 13,88 13,98	d max mm 14,06 14,1 14,12 14,12 14,14 14,08 14,05 14	dm 14,005 14,07 14,07 14,08 14,06 14,06 13,965 13,99	Schwindung in % 1,754 1,298 1,298 1,368 1,368 2,034 1,859	
Schleifstaub 2:1 Schleifstaub 2,5:1 Schleifstaub 3:1 (D63,2: 23,67µm) Kugelgestrahlt 2:1 Kugelgestrahlt 2,5:1 Kugelgestrahlt 3:1 (D63,2: 65,5µm) Quarzsand 2:1 Quarzsand 2,5:1	Leu 2 2,5 3 2,5 3 2,5 3 2,5 3	na Harz d min mm 13,95 14,04 14,04 13,98 14,04 13,88 13,98 13,98	d max mm 14,06 14,1 14,12 14,12 14,14 14,08 14,05 14 14,06	dm 14,005 14,07 14,07 14,08 14,06 14,06 13,965 13,99 14,02	Schwindung in % 1,754 1,298 1,228 1,368 1,368 2,034 1,859 1,649	

## Tabelle 33: Schwindung des Epoxidharzes mit Füllstoff nach 7 Tag Aushärtung.



Diagramm 15 : Schwindungsverhalten nach Teilchenvolumen des verwendeten Füllstoffes.

Diagramm 16 : Schwindungsverhalten nach Teilchenvolumen des verwendeten Füllstoffes.

