

Fachhochschule Koblenz - Amtliche Materialprüfstelle Glas und Keramik
Rheinstraße 56 - 56203 Höhr-Grenzhausen

Singhofener Quarz-Kieswerke GmbH
Frau P. Schütz
Herrn W. Antweiler
Geschäftsleitung
Rennweg 64 - 66, Hallen-Center
56626 Andernach

EINGEGANGEN

03. April 2006

Erl.

**Amtliche Materialprüfstelle
Glas und Keramik**

- Keramische Rohstoffe
- Silikatkeramische Werkstoffe
- Oxidische und Nichtoxidische Werkstoffe
- Feuerfeste Baustoffe
- Thermophysikalische Untersuchungen
- Chemische Analytik
- Mineral- und Gefügeuntersuchungen
- Wärme- und Verfahrenstechnische Untersuchungen

Telefon (02624) 91090 (910915)

Telefax (02624) 910940

<http://www.fh-koblenz.de>

E-Mail: fbkeram@fh-koblenz.de

Betreff: Prüfbericht KP 58/06 vom 31.03.2006

An der von der Firma Singhofener Quarz-Kieswerke, Andernach/Singhofen, übergebenen Probe

- Filterkuchen H.W. Schmitz

wurden zur Charakterisierung des Materials folgende Untersuchungen durchgeführt:

- chemische Analyse,
- Mineralphasenanalyse,
- Korngrößenverteilung,
- Dehnungs-Schwindungs-Verhalten,
- Thermisches Verhalten (Schwindungskenngrößen, Wasseraufnahme),
- Wärmeausdehnungskoeffizient,
- Mechanische Eigenschaften (Biegebruchfestigkeit).

1. Chemische Analyse

Die chemische Analyse wurde nach folgendem Regime durchgeführt:

- Bestimmung der Elementoxide in Schmelztabletten nach DIN EN ISO 12677,
- Bestimmung des Glühverlustes nach DIN 51070, Teil 9.

Das Ergebniss der chemischen Analyse ist der Tabelle 1 zu entnehmen.

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts/s)	Background (counts/s)	Tip Width (°2Theta)	Significance
2,12662	8,06	42,47178	517,34	52,76	0,10000	5,99
2,05289	0,46	44,07556	29,26	54,85	0,16000	0,59
1,99916	1,50	45,32500	96,57	56,48	0,16000	0,86
1,97922	5,66	45,80734	363,37	57,11	0,10000	4,10
1,94405	0,78	46,68474	49,80	58,26	0,40000	0,76
1,89255	1,05	48,03382	67,42	60,01	0,20000	1,33
1,81732	17,99	50,15644	1154,83	62,78	0,10000	9,85
1,78708	0,66	51,06549	42,31	63,97	0,16000	0,82
1,68560	2,32	54,38442	149,02	78,99	0,20000	1,36
1,67112	8,37	54,89497	537,43	81,73	0,12000	5,17
1,65882	4,58	55,33704	294,01	84,11	0,12000	2,73
1,62476	1,30	56,60002	83,65	90,89	0,12000	0,90

Comment

Ton Schmitz
Abschlämmung Singhofener Quarz

Sample: Schmitz-Ton
Operator: Ro
Submitter: MP
File Name: C:\PROGRA~1\WIN5100\DATA\000-141.SMP
Material/Liquid: Ton/0.002 M NaP2O7

Test Number: 1	Analysis Type: Standard
Analyzed: 18.01.06 12:34:00	Run Time: 1:28 hrs:min
Reported: 18.01.06 14:05:21	Sample Density: 2.600 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7225 cp	Liquid Density: 0.9941 g/cm ³
Analysis Temp: 35.0 °C	Base/Full Scale: 131 / 91 KCnts/s
Full Scale Mass: 91.5%	Reynolds Number: 0.42

Report by Size Table

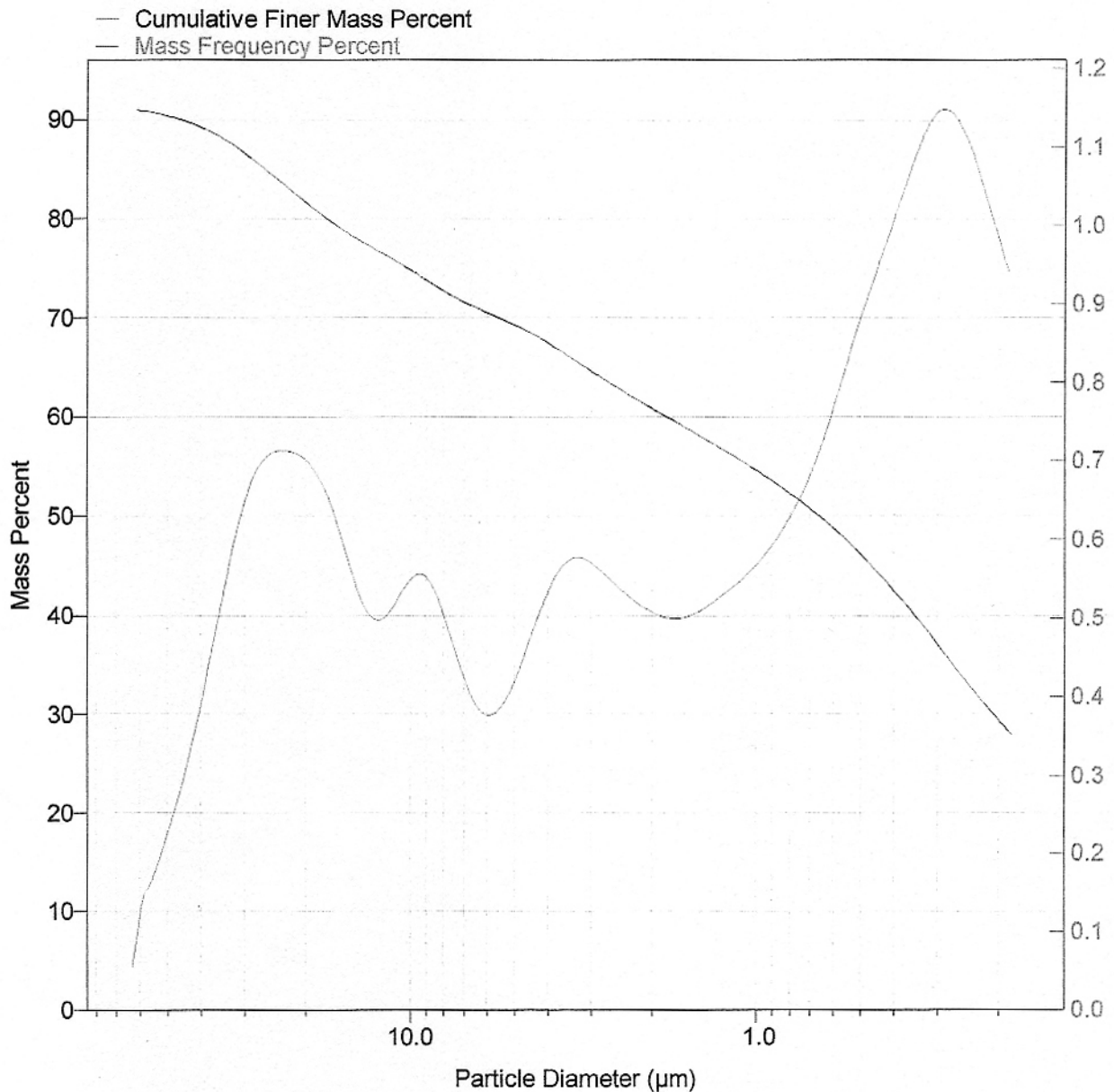
Low Diameter (µm)	Cumulative Mass Finer (Percent)
63.00	91.0
20.00	81.6
6.300	70.8

Low Diameter (µm)	Cumulative Mass Finer (Percent)
2.000	60.8
0.630	49.4
0.200	29.3

Sample: Schmitz-Ton
Operator: Ro
Submitter: MP
File Name: C:\PROGRA~1\WIN5100\DATA\000-141.SMP
Material/Liquid: Ton/0.002 M NaP2O7

Test Number: 1	Analysis Type: Standard
Analyzed: 18.01.06 12:34:00	Run Time: 1:28 hrs:min
Reported: 18.01.06 14:05:21	Sample Density: 2.600 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7225 cp	Liquid Density: 0.9941 g/cm ³
Analysis Temp: 35.0 °C	Base/Full Scale: 131 / 91 KCnts/s
Full Scale Mass: 91.5%	Reynolds Number: 0.42

Cumulative Finer Mass Percent vs. Diameter



Sample: Schmitz-Ton
Operator: Ro
Submitter: MP
File Name: C:\PROGRA~1\WIN5100\DATA\000-141.SMP
Material/Liquid: Ton/0.002 M NaP2O7

Test Number: 1	Analysis Type: Standard
Analyzed: 18.01.06 12:34:00	Run Time: 1:28 hrs:min
Reported: 18.01.06 14:05:21	Sample Density: 2.600 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7225 cp	Liquid Density: 0.9941 g/cm ³
Analysis Temp: 35.0 °C	Base/Full Scale: 131 / 91 KCnts/s
Full Scale Mass: 91.5%	Reynolds Number: 0.42

Summary Report

Full scale pump speed: 3	Stir time: 300 secs
Bubble detection: Coarse	Stir speed: High
Starting Size: 63.00 µm	Probe time: 300 secs
Ending Size: 0.18 µm	

Parameter 1	0.000	Parameter 2	0.000	Parameter 3	0.000
-------------	-------	-------------	-------	-------------	-------

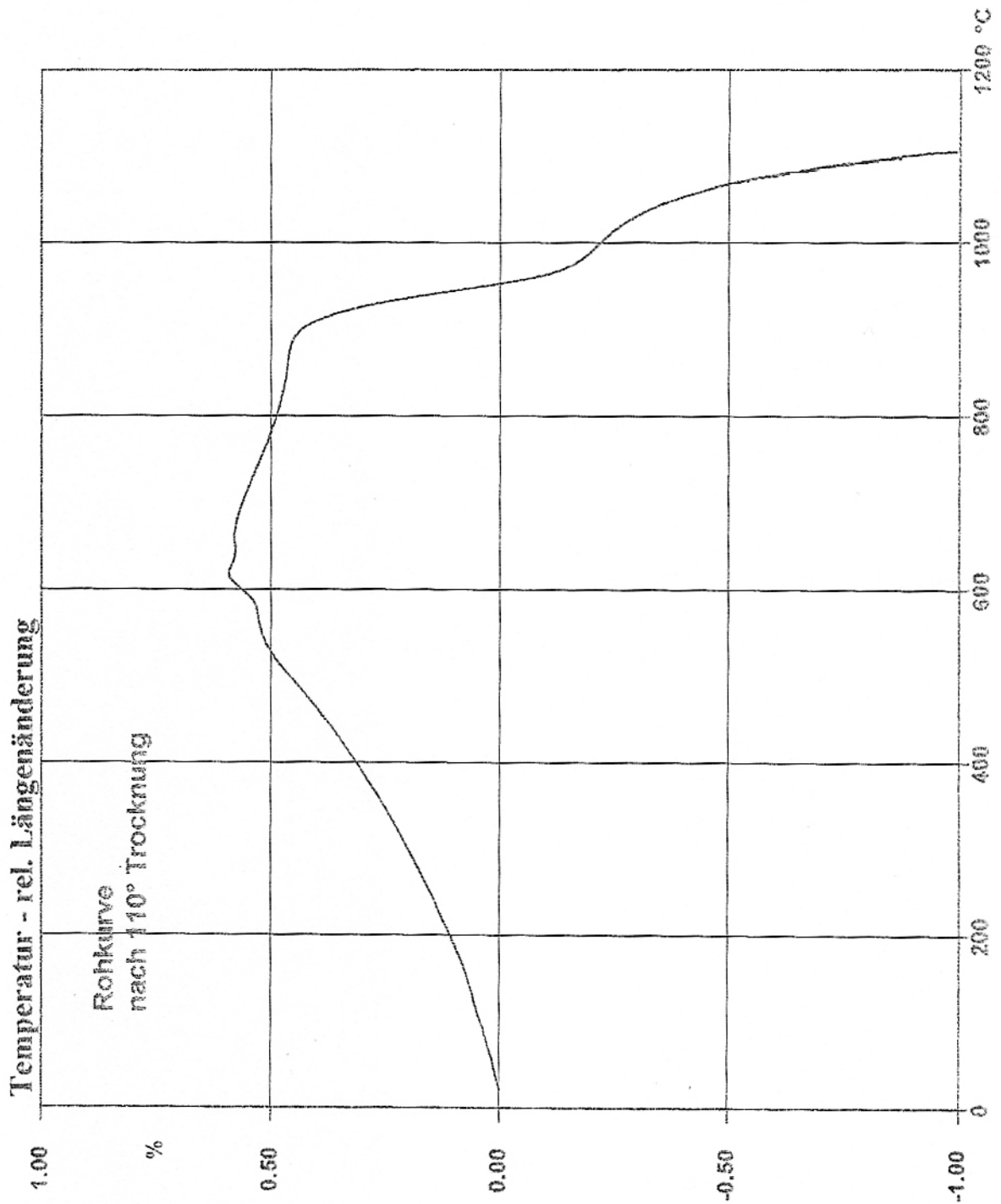
Mass Distribution Arithmetic Statistics

	σ (of 1)		σ (of 1)
Mean	7.773 0.000	Mode	0.282 0.000
		Median	0.663 0.000

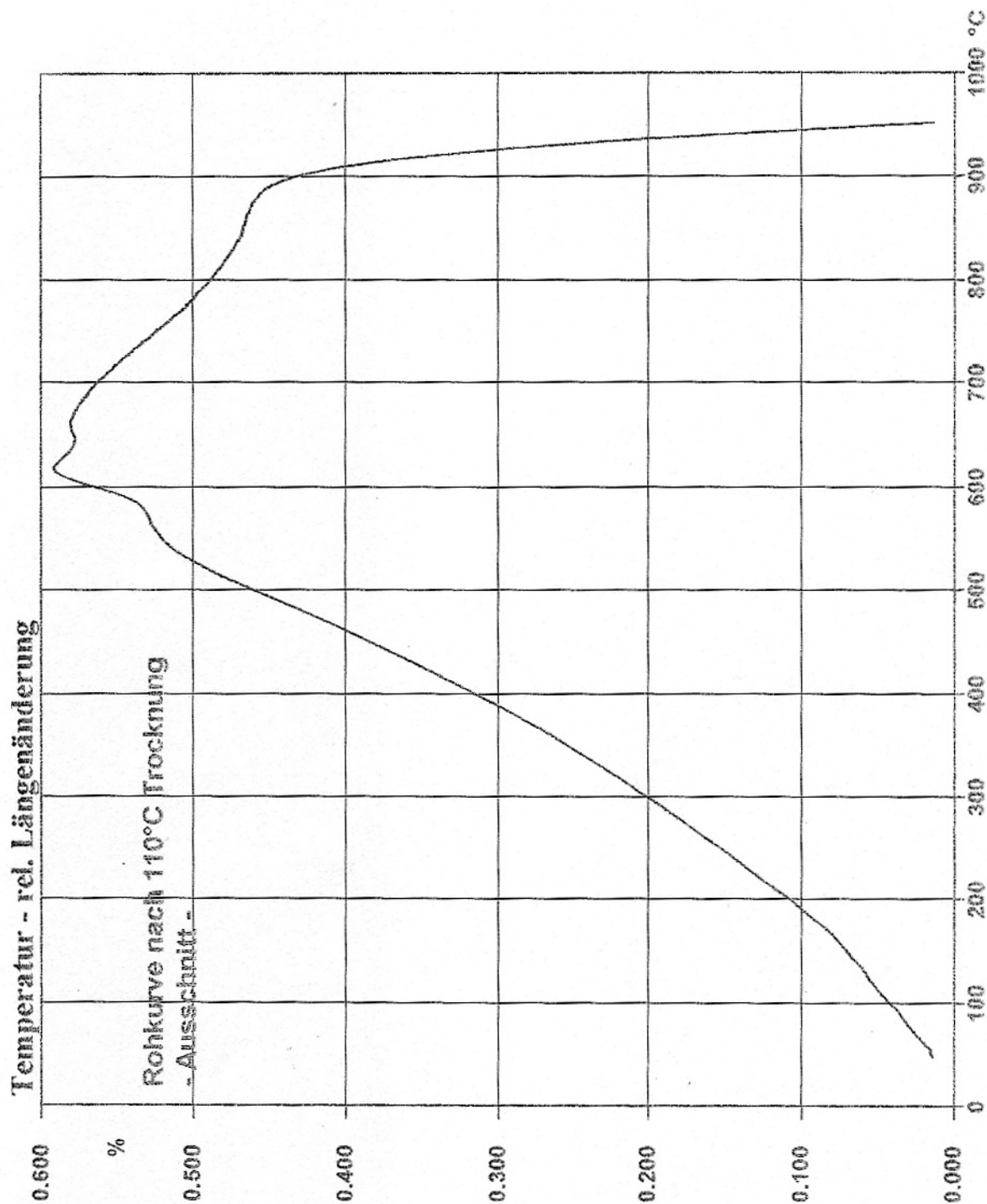
Selected Percentiles

Percent Finer	Diameter (µm)
100.0	64.94
75.0	10.33
50.0	0.663
25.0	0.183

Anlage 3

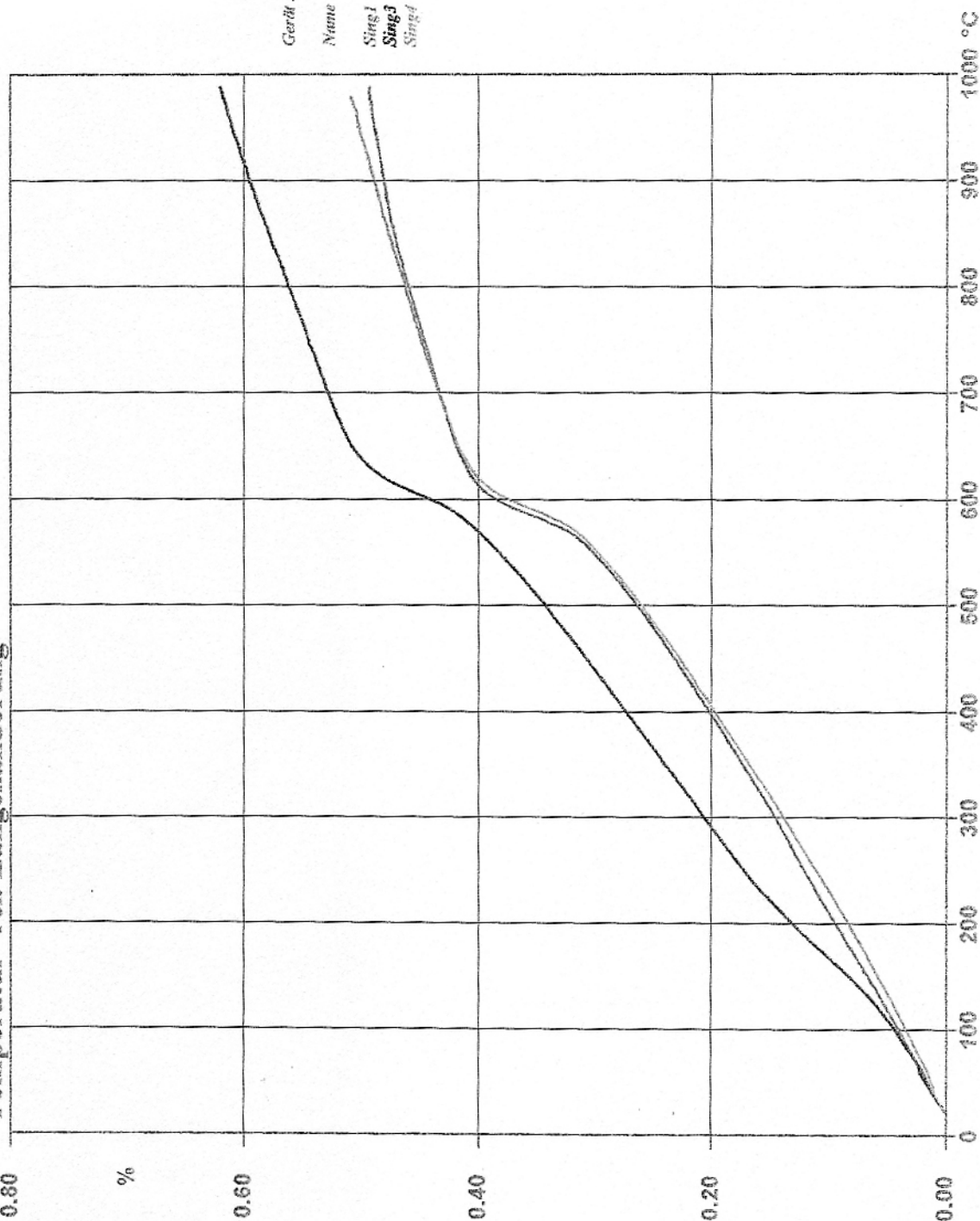


Gerät :	DIL804
Versuchsname :	Sing4
Datum :	03.02.06
Material :	Rohkurve 110
Anfangslänge :	48.40 mm
Durchmesser :	8 mm
Messsystem :	AL203
Atmosphäre :	Luft
Max. Temperatur :	1106.8 °C
Temperaturprogramm :	1100-10
Korrektur :	Saphir
Bezugstemperatur :	20 °C
Benutzer :	Mü



Gerät : DIL804
 Versuchsnr. : Sing4
 Datum : 03.02.06
 Material : Rohkurve 110
 Anfangslänge : 48.40 mm
 Durchmesser : 8 mm
 Meßsystem : AL203
 Atmosphäre : Luft
 Max. Temperatur : 1106.8 °C
 Temperaturprogramm : 1100-10
 Korrektur : Saphir
 Bezugstemperatur : 20 °C
 Benutzer : Mh

Temperatur -rel. Längenänderung



Gerät :

Name

Sing1

Sing3

Sing4

DIL804

Material

vorbrand 100 ...

vorbrand 120 ...

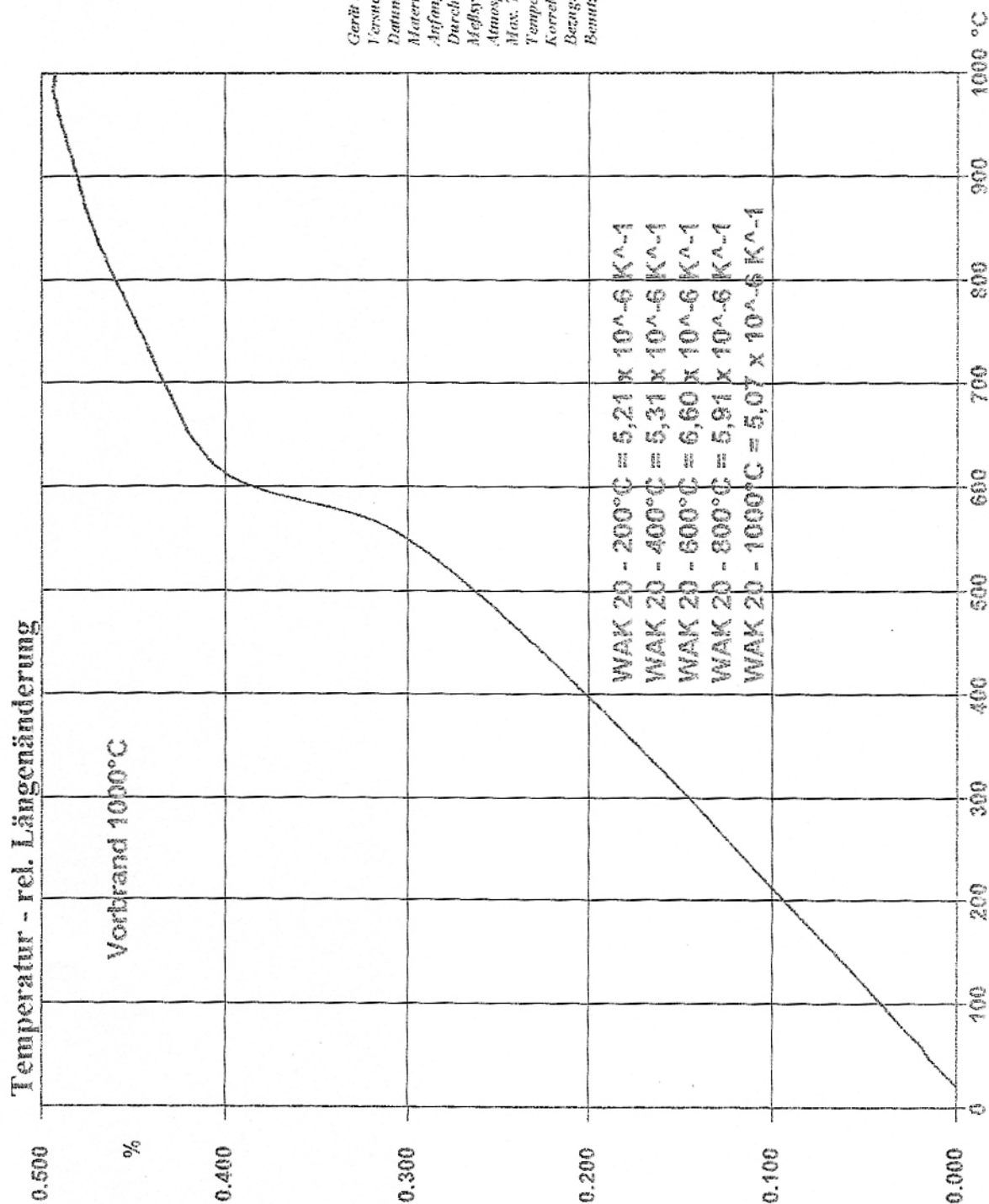
vorbrand 110 ...

Korrektur

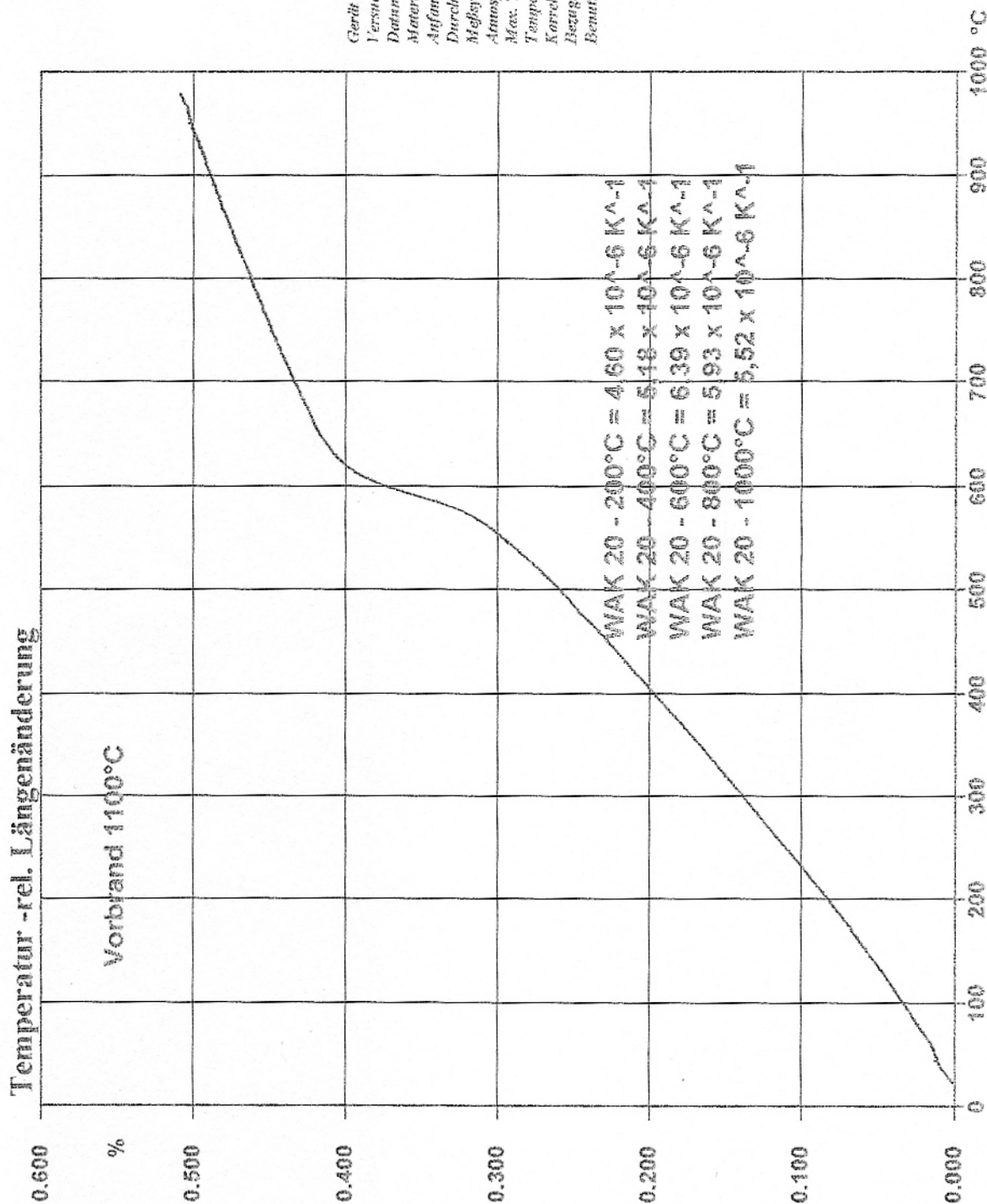
Saphir

Saphir

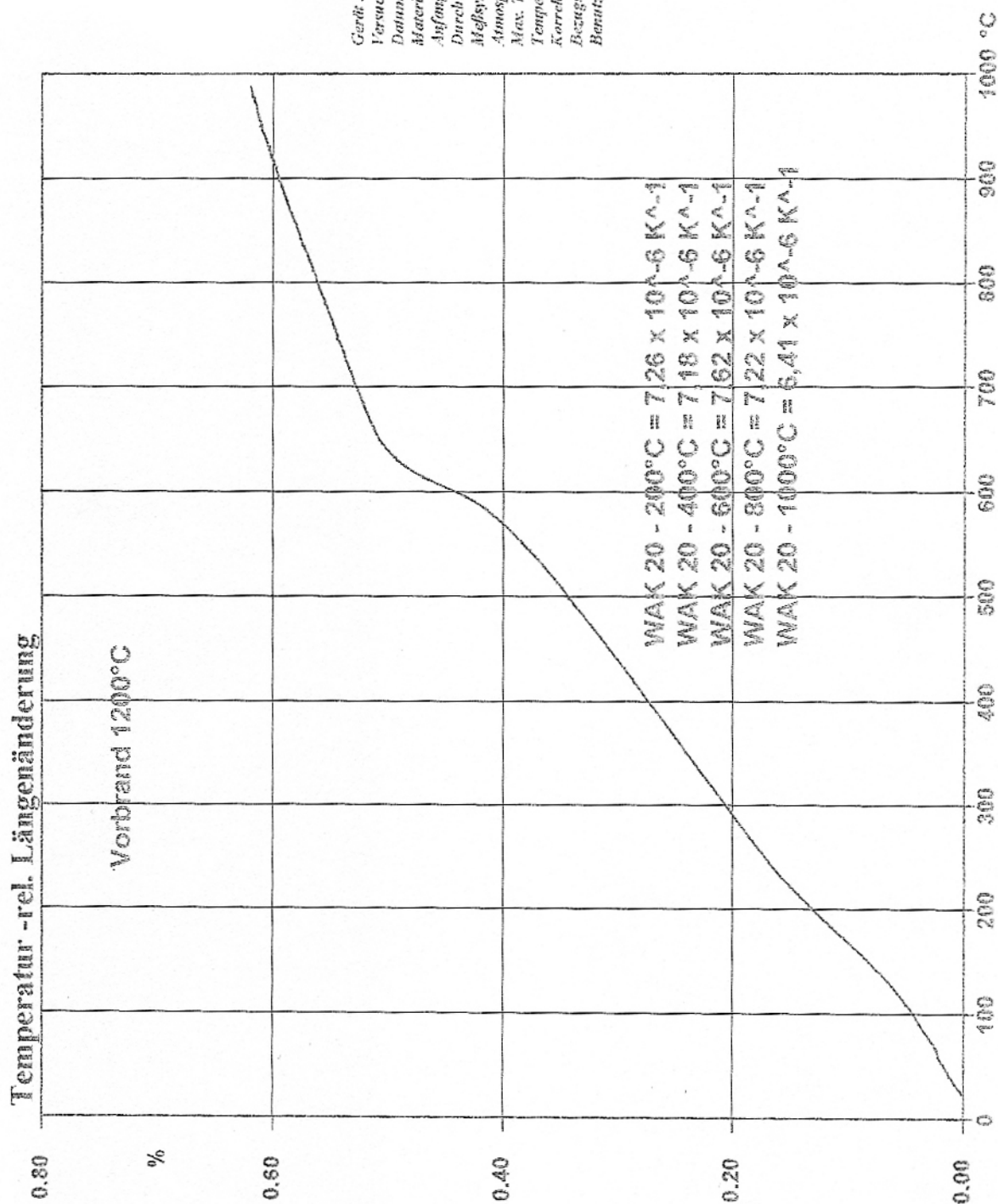
Saphir



Gerät : DIL804
 Versuchsnr. : Singl
 Datum : 03.02.06
 Material : vorbrand 1000°C
 Anfangslänge : 48,00 mm
 Durchmesser : 8 mm
 Meßsystem : ADO3
 Atmosphäre : Luft
 Max. Temperatur : 1076,2 °C
 Temperaturprogramm : 1100-10
 Korrektur : Saphir
 Bezugstemperatur : 20 °C
 Benutzer : ml



Gerät : DIL 804
 Versuchsanlage : Sing4
 Datum : 06.02.06
 Material : vorbrand 1100°C
 Anfangslänge : 47,60 mm
 Durchmesser : 8 mm
 Meßsystem : Al2O3
 Atmosphäre : Luft
 Max. Temperatur : 931,4 °C
 Temperaturprogramm : 1100-10
 Korrektur : Saphir
 Bezugstemperatur : 20 °C
 Benutzer : ml



Gerät: DIL 804
 Versuchsaufst.: Sing3
 Datum: 04.02.06
 Material: Vorbrand 1200°C
 Anfangslänge: 47,00 mm
 Durchmesser: 8 mm
 Meßsystem: AL203
 Atmosphäre: Luft
 Max. Temperatur: 1002,1 °C
 Temperaturprogramm: 1100-10
 Korrektur: Saphir
 Bezugstemperatur: 20 °C
 Benutzer: nil

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzungen der Probe inkl. Glühverlust

Oxid	Filterkuchen Angaben in Masse-%
SiO ₂	68,69
Al ₂ O ₃	23,86
Fe ₂ O ₃	3,66
TiO ₂	2,03
MgO	0,27
CaO	0,24
MnO	0,02
Na ₂ O	-
K ₂ O	0,97
Cr ₂ O ₃	0,03
P ₂ O ₅	0,14
V ₂ O ₅	0,05
ZnO	0,01
ZrO ₂	0,07
SO ₃	0,02
Summe	100,00
Glühverlust	8,40

2. Mineralphasenanalyse

Die Mineralbestandteile der Probe wurden mittels der Röntgenbeugungsanalyse ermittelt. Die Vorbehandlung der Probe erfolgte durch Trocknung bei 110 °C bis zur Massekonstanz und eine anschließende Zerkleinerung < 63 µm in der Scheibenschwingmühle (10 s Zerkleinerungszeit). Diese Analyse ist mit dem PHILIPS-X'Pert Röntgendiffraktometer im Winkelbereich von 3 bis 60° (2°θ) mit insgesamt 90 Minuten Messzeit durchgeführt worden. Die Beschleunigungsspannung des Röntgenerators betrug U = 40 kV und die Stromstärke I = 45 mA. Das Messprotokoll ist dem Bericht als Anlage 1 beigelegt.

Folgende Mineralphasen konnten qualitativ identifiziert werden:

- Quarz,
- Kaolinit,
- Muskovit,
- Eisenhydroxid/Eisenoxid,
- Rutil.

Die wesentlichen Mineralphasen sind Quarz, Kaolinit und Muskovit (Glimmermineral).

3. Korngrößenanalyse

Die Korngrößenanalyse bis 63 µm wurde mittels Nasssiebanalyse durchgeführt. Die Kornklassen < 63 µm sind mit dem Micromeritics Sedigraph 5100 ermittelt worden. Die Ergebnisse sind der Tabelle 2 und der Anlage 2 zu entnehmen.

Die Messbedingungen für die Sedigraph-Analyse sind:

Feststoffdichte $2,600 \text{ g/cm}^3$
 Dichte Wasser $0,9941 \text{ g/cm}^3$ (35 °C)
 Peptisator $0,002 \text{ mol NaP}_2\text{O}_7$

Tabelle 2 Darstellung des Siebdurchganges (D)

Korngröße in μm	D (Siebdurchgang) Angaben in Masse-%
500	100,0
250	99,9
125	98,6
63	91,5
20	81,6
6,3	70,8
2,0	60,8
0,63	49,4
0,20	29,3

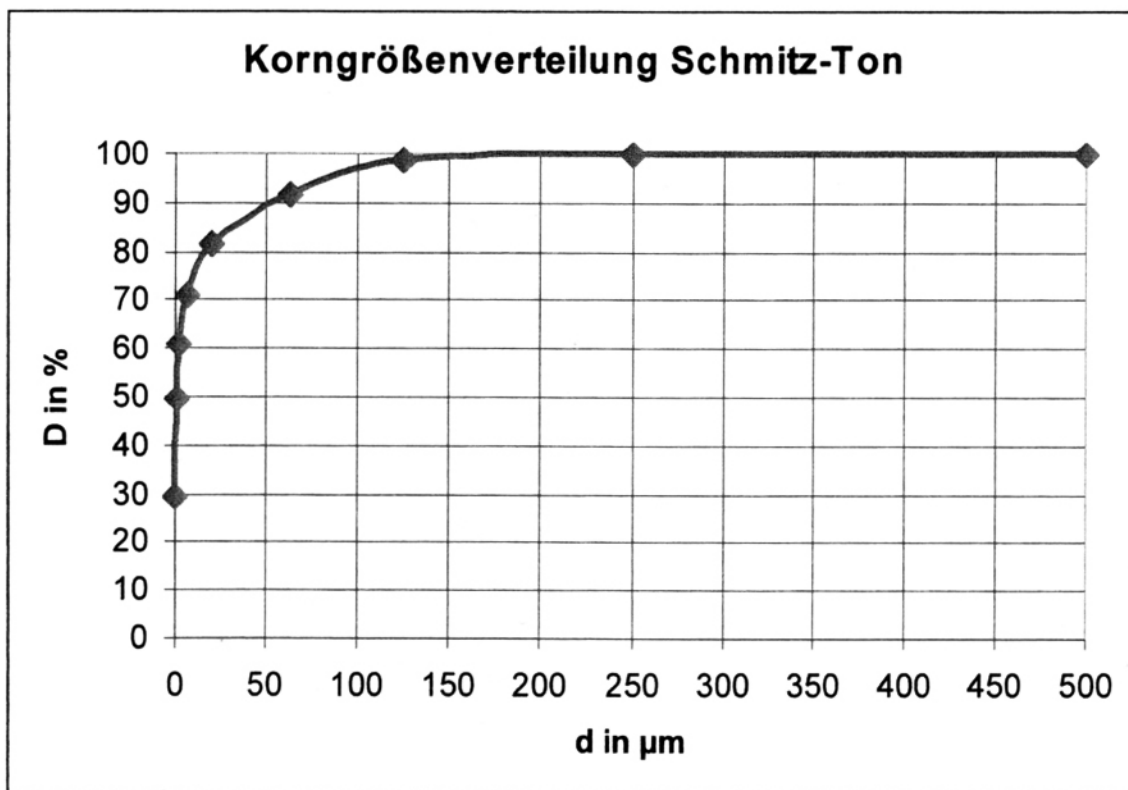


Bild 1 Korngrößenverteilung Schmitz-Ton

d_{50} $0,66 \mu\text{m}$
 Siebrückstand > 63 μm 8,5 %
 Kornklasse < 2 μm 60,8 %

4. Thermisches Verhalten

Zunächst wurde die Feuchte des Filterkuchens mit 25,1 % (Mittelwert aus fünf Einzelmessungen) bestimmt. Mit dieser Feuchte sind mittels Vakuumstrangpresse entsprechende Probekörper mit 20 mm Durchmesser und einer Länge von 150 mm gezogen worden. Anschließend wurden die Probekörper 24 h an Luft und danach 24 h bei 110 °C getrocknet. Die Formgebung ist prinzipiell als problemlos einzustufen.

An den Probekörpern wurden

- Trockenschwindung sowie Brenn- und Gesamtschwindung nach Brand bei 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C (Elektroofen mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 100 K/h und 30 min Haltezeit),
- Wasseraufnahme, Rohdichte und offene Porosität nach Brand bei 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C,
- Lab-Werte nach Brand bei 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C

bestimmt. Die Ergebnisse sind den nachfolgenden Tabellen 3 und 4 zu entnehmen.

Tabelle 3 Kenngrößen nach der Formgebung und dem Brennprozess

Kenngröße	Rohzustand	1000 °C	1100 °C	1200 °C
Trockenschwindung in %	5,5	-	-	-
Brennschwindung in %	-	1,0	4,3	5,7
Gesamtschwindung in %	-	6,5	9,8	11,2
Wasseraufnahme in %	-	21,9	13,4	10,2
Rohdichte in g/cm³	-	1,68	1,94	2,03
Offene Porosität in %	-	36,8	26,7	21,1

Die Kenngrößen der Farbwerte (Lab-Werte) sind in der Tabelle 4 zusammengefasst.

Tabelle 4 Lab-Werte nach dem Brennprozess

Kenngröße	1000 °C	1100 °C	1200 °C
L (Helligkeitswert) (100 = weiß/ 0 = schwarz)	73,0	71,1	71,8
a (+ rot/- grün)	13,0	11,4	7,8
b (+ gelb/- blau)	26,9	32,3	37,9

Mit steigender Temperatur nimmt der gelbe Farbton zu, der rote Farbton vermindert sich. Der Helligkeitswert bleibt nahezu gleich.

Die Dehnungs-Schwindungs-Kurve und die Wärmeausdehnungskurven (WAK-Kurven nach den Bränden bei 1000 °C, 1100 °C und 1200 °C) sind den Anlagen 3 bis 7 zu entnehmen. Die Dehnungs-Schwindungs-Kurve (Anlage 3) zeigt ein deutliches Sintern des Rohstoffes ab 890 °C. Die WAK-Werte nach den Bränden bei 1000 - 1200 °C sind der nachfolgenden Tabelle 5 zu entnehmen.

Bei den Brenntemperaturen von 1000 bis 1100 °C ist anhand der Dilatometerkurven noch keine Cristobalitbildung (irreversible SiO₂-Modifikation) zu erkennen. Bei 1200 °C ist Cristobalit als Mineralphase anhand der WAK-Kurve ersichtlich.

Tabelle 5 WAK-Kenngrößen nach dem Brennprozess

WAK in 10 ⁻⁶ /K	1000 °C	1100 °C	1200 °C
20 - 200 °C	5,21	4,60	7,26
20 - 400 °C	5,31	5,18	7,18
20 - 600 °C	6,60	6,39	7,62
20 - 800 °C	5,91	5,93	7,22
20 - 1000 °C	5,07	5,52	6,41

5. Mechanische Festigkeit

Die Biegebruchfestigkeit (BBF) ist an jeweils 10 Probekörpern ermittelt worden. Die Ergebnisse stellen die entsprechenden Mittelwerte dar.

Tabelle 6 Biegebruchfestigkeit nach der Formgebung und dem Brennprozess

Kenngröße	Trockenbruchfestigkeit (TBF)	BBF nach 1000 °C	BBF nach 1100 °C	BBF nach 1200 °C
TBF/BBF in MPa	2,3	11,7	25,8	32,2

6. Vergleich zu handelsüblichen Tonen aus dem Westerwald

In der folgenden Tabelle wird der Rohstoff "Filterkuchen H.W. Schmitz" mit zwei handelsüblichen Tonen verglichen. Die Probenvorbereitung dieser Tone ist vergleichbar. Die Proben der handelsüblichen Tone sind ebenfalls mittels Vakuumstrangpresse hergestellt worden. Die jeweiligen Brenntemperaturen sind in Klammern angegeben. Dabei handelt es sich nicht immer um exakt die gleichen Temperaturen.

Tabelle 7 Chemische Zusammensetzungen der Probe inkl. Glühverlust

Kenngrößen	Filterkuchen H.W. Schmitz Angaben in Masse-%	Westerwälder Ton I	Westerwälder Ton II
Chemische Analyse			
SiO ₂	68,69	66,2	64,8
Al ₂ O ₃	23,86	23,7	24,2
Fe ₂ O ₃	3,66	5,1	5,3
TiO ₂	2,03	2,4	2,7
MgO	0,27	0,5	0,5
CaO	0,24	0,2	0,5
MnO	0,02	-	-
Na ₂ O	-	0,2	0,2
K ₂ O	0,97	1,7	1,8
Cr ₂ O ₃	0,03	-	-
P ₂ O ₅	0,14	-	-
V ₂ O ₅	0,05	-	-
ZnO	0,01	-	-
ZrO ₂	0,07	-	-
SO ₃	0,02	-	-
Summe	100,00	100,0	100,0
Glühverlust	8,40	7,8	8,0
Siebrückstand < 63 µm (%)	8,5	< 5,0	4,0
Korngröße > 2 µm (%)	60,8	73,5	73,7
Trockenschwindung (%)	5,5	6,0	-
TBF (MPa)	2,3	3,5	2,8
Brennschwindung (%)	4,3 (1100 °C) 5,7 (1200 °C)	7,9 (1150 °C)	5,9 (1100 °C) 7,2 (1170 °C)
Wasseraufnahme (%)	13,4 (1100 °C) 10,2 (1200 °C)	1,8 (1150 °C)	4,0 (1100 °C) 5,3 (1170 °C)
WAK (20 - 400 °C) (10 ⁻⁶ /K)	5,18 (1100 °C) 7,18 (1200 °C)	6,7 (k. A.)	-
WAK (20 - 600 °C) (10 ⁻⁶ /K)	6,39 (1100 °C) 7,62 (1200 °C)	8,1 (k. A.)	7,1 (1230 °C)
Lab-Farbwert	71,8/7,8/37,9 (1200 °C)	75,2/-0,8/23,3 (1150 °C)	gelb (1200 °C)

Der Rohstoff " Filterkuchen H.W. Schmitz" ist als Tonrohstoff einzustufen. Sein Einsatz kann in erster Linie im Bereich der Herstellung poröser keramischer Erzeugnisse/Werkstoffe erfolgen.

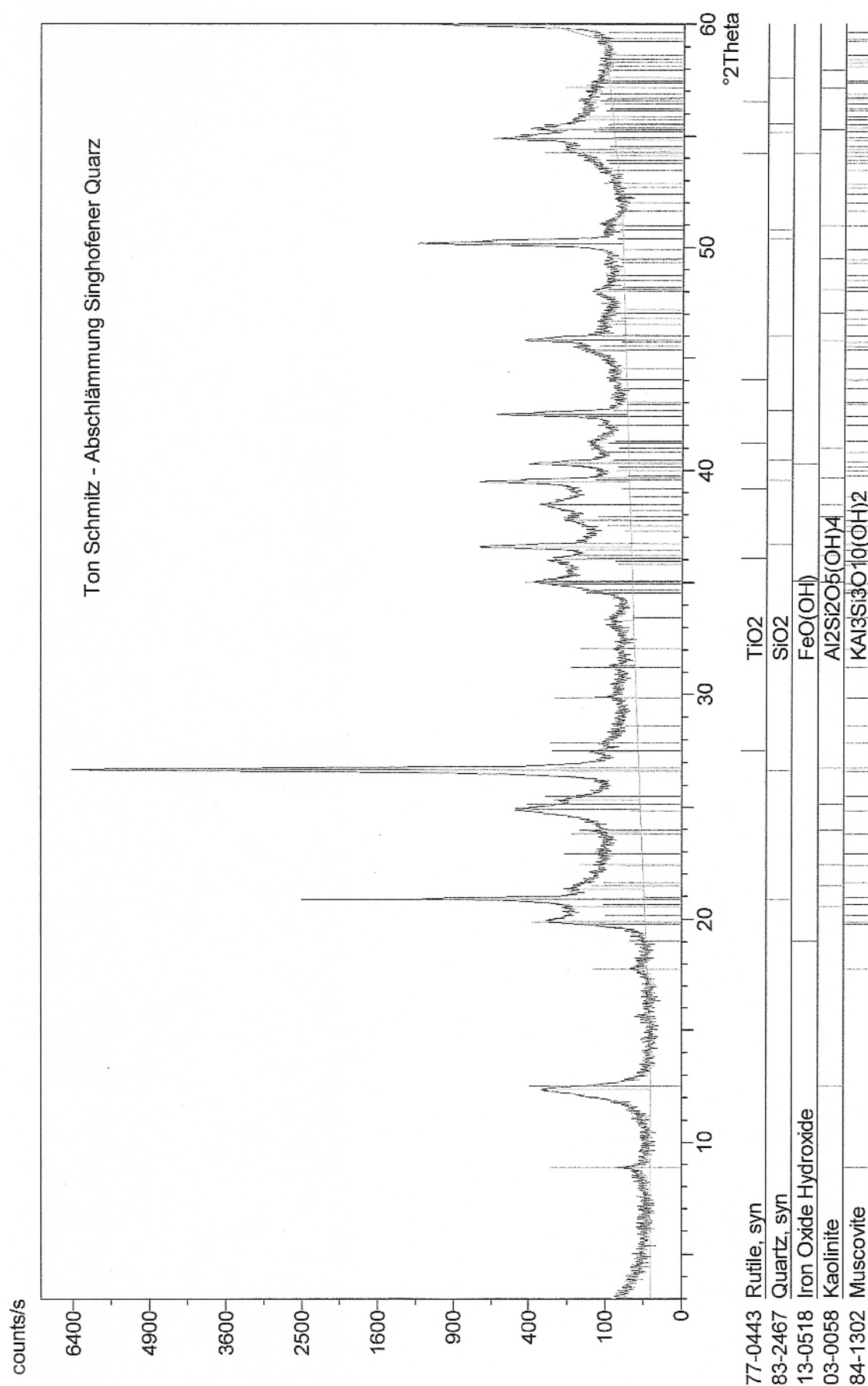
Klein

Prof. Dr. Klein
Leiter
Amtliche Materialprüfstelle
Glas und Keramik



Anlagen

1. Mineralphasenanalyse
2. Sedigraph-Analyse
3. Dehnungs-Schwindungs-Kurve Rohmaterial
4. WAK-Kurvenvergleich 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C Brenntemperatur
5. WAK-Kurve 1000 °C
6. WAK-Kurve 1100 °C
7. WAK-Kurve 1200 °C



Original scan: Meas5
Description of scan:

Date: 19.01.06 18:28

Used wavelength: K-Alpha1

K-Alpha1 wavelength (Å): 1,54056
K-Alpha2 wavelength (Å): 1,54439
K-Alpha2/K-Alpha1 intensity ratio : 0,50000
K-Alpha wavelength (Å): 1,54056
K-Beta wavelength (Å): 1,39222

Peak search parameter set: **Standard Bragg**
Set created: 29.01.01 17:01
Peak positions defined by: Top of smoothed peak
Minimum peak tip width (°2Theta): 0,10
Minimum peak tip width (°2Theta): 2,00
Peak base width (°2Theta): 3,00
Minimum significance: 0,50

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts/s)	Background (counts/s)	Tip Width (°2Theta)	Significance
19,80401	0,32	4,45818	20,70	16,96	0,12000	0,51
9,97810	0,53	8,85494	34,17	16,96	0,14000	2,36
7,14933	4,83	12,37028	310,33	16,96	0,26000	15,74
5,65216	0,13	15,66537	8,19	17,82	0,12000	0,92
4,97170	0,28	17,82581	17,73	20,63	0,32000	1,32
4,45523	4,42	19,91221	283,69	23,35	0,14000	2,83
4,24782	17,91	20,89512	1150,07	24,63	0,10000	11,27
4,16191	2,77	21,33143	178,00	25,20	0,12000	0,56
3,87566	1,32	22,92755	84,99	27,28	0,40000	0,77
3,71959	1,38	23,90344	88,90	28,56	0,16000	0,55
3,57342	6,66	24,89657	427,46	29,85	0,16000	4,62
3,51166	3,33	25,34160	213,68	30,43	0,12000	0,73
3,33895	100,00	26,67603	6420,24	32,17	0,14000	59,87
3,24464	1,64	27,46636	105,17	33,20	0,10000	1,00
3,20181	1,03	27,84110	66,05	33,69	0,20000	0,73
2,98631	0,88	29,89541	56,69	36,37	0,16000	1,30
2,85679	0,66	31,28466	42,15	38,18	0,20000	1,35
2,79001	0,52	32,05339	33,34	39,18	0,32000	2,25
2,68605	0,61	33,32947	39,46	40,84	0,56000	2,70
2,56003	4,88	35,02177	313,01	43,05	0,22000	6,13
2,49284	3,63	35,99762	233,08	44,32	0,24000	3,40
2,45518	10,52	36,56915	675,23	45,07	0,12000	8,31
2,37852	2,82	37,79170	180,91	46,66	0,20000	1,86
2,33974	4,45	38,44236	285,58	47,51	0,28000	4,77
2,27946	9,93	39,50061	637,29	48,89	0,20000	17,33
2,23498	5,41	40,32052	347,45	49,96	0,16000	6,42
2,18789	1,46	41,22747	93,67	51,14	0,20000	1,35