

Diploma Thesis

Experimental investigation of the influence of pore distribution on the freeze-thaw resistance of ceramics

submitted in satisfaction of the requirements for the degree of
Diplom-Ingenieur
of the TU Wien, Faculty of Civil Engineering

DIPLOMARBEIT

Experimentelle Untersuchung des Einflusses der Porenverteilung auf die Frost/Tau-Beständigkeit von Keramiken

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines
Diplom-Ingenieurs
eingereicht an der Technischen Universität Wien, Fakultät für Bauingenieurwesen

von

Samuel Loidl, BSc

Matr.Nr.: 01616704

unter der Anleitung von

Univ.Prof. Agathe Robisson PhD

Dipl.-Ing. Dr.techn. Karl Deix

Institut für Werkstofftechnologie, Bauphysik und Bauökologie
Forschungsbereich Baustofflehre und Werkstofftechnologie
Technische Universität Wien,
Karlsplatz 13/207-01, A-1040 Wien

Wien, im September 2022



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Wien, September, 2022



Unterschrift

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei meinen Eltern Mag. Erika Loidl und Dr. Wilhelm Loidl bedanken, die mir dank ihrer finanziellen Unterstützung dieses Studium ermöglicht haben. Meine Mutter Erika Loidl übernahm bei vielen Arbeiten, so auch bei dieser, das Lektorat. Mit meinem Vater führte ich einige Fachgespräche, die nicht selten in hitzigen Diskussionen endeten. In dieser Diplomarbeit konnte ich mich in erster Linie mit Fragen der Programmierung an ihn wenden.

Ein großer Dank gilt meinen Studienkollegen, die mir im gesamten Studium mit Rat und Tat zur Seite gestanden haben.

Weiterer Dank gilt speziell für die Betreuung der vorangegangenen Projektarbeit und nun dieser Diplomarbeit, meinem Betreuer Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Karl Deix.

Vor allem möchte ich die großzügige Freiheit betonen, die er mir beim Bearbeiten der Aufgabenstellungen gewährt hat. Diese führte zu einem spannenden und motivierten Erarbeiten des Forschungsgebietes. Weiter erwähnenswert ist die problemlose Terminfindung für Besprechungen und das entgegengebrachte Vertrauen, was den selbstständigen Umgang mit empfindlichen Geräten im Labor angeht.

Abschließend noch ein großer Dank an alle Mitarbeiter/innen der TU Wien, die meine Interessen geweckt, meinen Wissenszuwachs gefördert und mir wissenschaftliches Arbeiten näher gebracht haben.

Kurzfassung

Diese Arbeit behandelt Keramiken und deren Eigenschaften gegenüber Frostbeanspruchung. Durch die Vielzahl der Ausgangsmaterialien und Herstellungsprozesse können die Werkstoffeigenschaften von Keramiken, wie eben die Frostbeständigkeit, sehr unterschiedlich ausfallen. Eine sichere Auskunft über die Widerstandsfähigkeit gegenüber Frost können direkte Untersuchungen an Proben geben. Hierbei werden die real wirkenden Beanspruchungen, abwechselnde Frost- und Tauperioden, an Probekörpern im Labor simuliert und deren Zustand bzw. dessen Veränderung beobachtet. Nachteil dieser Versuche ist der hohe zeitliche und personelle Aufwand. Außerdem sind aus der Literatur viele Schadensmechanismen bekannt, die bei der Wahl der Versuchsparameter berücksichtigt werden müssen.

Alternativ können indirekte Untersuchungen angewendet werden. Bei diesen schließt man aus gewissen Materialkennwerten auf die Frostsicherheit. Hier bieten sich primär die Wasseraufnahme und Porengrößenverteilung der Keramiken an.

Die vorliegende Arbeit unternimmt den Versuch, die Aussagekraft von diesen indirekten Untersuchungen mit den Ergebnissen aus Frost/Tau-Simulationen in Verbindung zu bringen. Dafür wird ein möglichst automatisierter Versuchsablauf für die Frost/Tau-Simulation entwickelt und an unterschiedlichsten Keramiken erprobt. Die Ergebnisse aus diesen Frost/Tau-Experimenten werden mit den Kennwerten aus den Porengrößenverteilungen, gewonnen aus einer Quecksilberporosimeteruntersuchung, und den Wasseraufnahmen, verglichen.

Dabei stellt sich schließlich heraus, dass für die Beurteilung mit Hilfe indirekter Methoden Hinweise gefunden werden können, die die Sicherheit gegenüber Frostbeanspruchung beschreiben. Zu diesen zählen das höhere totale Porenvolumen und eine höhere Fähigkeit zur Wasseraufnahme. Es wird jedoch durch die aussagekräftigeren Beurteilungen der direkten Untersuchungen festgestellt, dass die gefundenen Verbindungen lediglich Tendenzen und keine klaren Grenzen darstellen, was die Frostsicherheit der keramischen Proben angeht. Hierfür wird die große Bandbreite an unterschiedlichen Eigenschaften und Geometrien der untersuchten Keramiken verantwortlich gemacht. Aus den gesammelten Versuchserfahrungen wird am Ende ein Resümee gezogen, welches weiterführende Versuche beschreibt, die zu einem besseren Verständnis des Frostverhaltens von Keramiken führen könnten.

Abstract

The aim of this thesis was to investigate ceramics and their properties when exposed to freeze-thaw stress conditions. Due to the large variety in the starting materials and manufacturing processes of the ceramics, the material properties, like the frost resistance, may vary a lot in the final product.

Direct analyses of the ceramic samples provide more understanding about the resistance of the materials against the frost. In the typical laboratory experiments the stressing conditions, i.e. frost and thaw periods, are alternated and simulated on the material test samples and the changes in the material are being observed.

In addition, many damaging mechanisms are well known in the literature and are taken into account when the test parameters are selected. However, the drawback of these studies is that they are time consuming and laborious. The material properties may also be studied indirectly, which means that the frost resistance may be predicted from certain parameters, such as absorption of water and the pore size distribution of the ceramics.

In this thesis the aim is to connect the results of the indirect testing with results of the simulated freeze-thaw stress. For this purpose, an automatic test process for the freeze-thaw simulation was developed and tested on various ceramics. The results of the freeze-thaw tests were compared with the pore size distribution, which was measured by mercury intrusion porosimetry, and the water absorption.

The assessment of the indirect examinations revealed that there are correlations between the material resistance against freeze-thaw stress and higher total pore volume and the ability of the material to absorb water. However, through the analyses of the more detailed indirect examinations it may be presumed that the observed correlations are mostly trends and cannot provide exact evidence about the frost resistance of the ceramics. The reason for this is the large variety in properties and geometries of the examined ceramics.

In conclusion, experimental data was evaluated to understand which additional tests are needed to gain better understanding of the frost behaviour of ceramics.

Abkürzungsverzeichnis

Pa	Pascal	
kPa	Kilopascal	= 10^3 Pa
MPa	Megapascal	= 10^6 Pa
m	Meter	
cm	Zentimeter	= 10^{-2} m
mm	Millimeter	= 10^{-3} m
mm ³	Kubikmillimeter	= 10^{-9} m ³
μm	Mikrometer	= 10^{-6} m
nm	Nanometer	= 10^{-9} m
%	Prozent	
N	Newton	
kN	Kilonewton	= 10^3 N
M.-%	Masseprozent	

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung.....	III
Danksagung	IV
Kurzfassung.....	V
Abstract.....	VI
Abkürzungsverzeichnis.....	VII
Inhaltsverzeichnis	VIII
1 Einleitung.....	1
1.1 Motivation und Relevanz des Themas	1
1.1.1 Das Forschungsprojekt „Clay based greening bound“	1
1.1.2 Direkte und Indirekte Untersuchung der Frostbeständigkeit.....	2
1.2 Wissenschaftliche Fragestellung.....	3
1.3 Vorgegangene Projektarbeit.....	4
1.4 Herangehensweise an die Untersuchung	6
2 Grundlagen	8
2.1 Keramik Grundlagen	8
2.2 Arten von Keramiken	9
2.3 Frostschädigung an Keramiken	12
2.4 Literaturmodelle der Schadensmechanismen.....	13
2.5 Empirische Formel nach Maage.....	15
2.6 Frost/Tau-Versuche.....	16
2.7 Porosimeteruntersuchung	16
2.8 Ultraschallmessung	17
2.9 Wasseraufnahmeversuche.....	19
2.10 Arduino	22
2.11 Verwendete Geräte.....	23
3 Empirische Methoden	25
3.1 Proben.....	25
3.2 Weiterentwicklung der Pumpensteuerung	26
3.3 Frost/Tau-Versuche.....	32
3.3.1 Versuchsdurchführung	32
3.3.2 Ergebnisse	38
3.4 Porosimeteruntersuchung.....	44
3.5 Wasseraufnahmeversuche.....	48
3.6 Empirische Formel nach Maage.....	55
3.7 Vergleich Porenverteilungen/Frostsicherheit.....	59
4 Zusammenfassung.....	67
4.1 Zusammenfassung Frost/Tau-Versuche	67
4.1.1 Vorteile des Frost/Tau-Versuches.....	67
4.1.2 Nachteile des Frost/Tau-Versuches.....	68

4.2	Zusammenfassung Porosimeteruntersuchung.....	69
4.2.1	Vorteile der Quecksilberporosimeteruntersuchung.....	69
4.2.2	Nachteile der Quecksilberporosimeteruntersuchung	69
4.3	Zusammenfassung Wasseraufnahmeuntersuchungen	70
4.4	Beantwortung der wissenschaftlichen Fragestellung.....	71
5	Resümee und Ausblick	72
	Abbildungsverzeichnis.....	75
	Tabellenverzeichnis.....	77
	Diagrammverzeichnis.....	78
	Literaturverzeichnis.....	79
	Anhang	81
	Anhang /A01/ - Bilder der Probekörper.....	81
	Anhang /A02/ - Mikroskopaufnahmen der Proben	96
	Anhang /A03/ - Ergebnisse der Quecksilberporosimetrie.....	102
	Anhang /B/ - Versuchsaufbau	116
	Anhang /C/ - Betriebsanleitung	117
	Anhang /D01/ - Mikrozyklus 01	118
	Anhang /D02/ - Mikrozyklus 02	119
	Anhang /D03/ - Mikrozyklus 03	120
	Anhang /D04/ - Mikrozyklus 04	121
	Anhang /E/ - Bauplan	122
	Anhang /F/ - Protokoll.....	123
	Anhang /G01/ - Makrozyklus 01.....	124
	Anhang /G02/ - Makrozyklus 02.....	125
	Anhang /H/ - Aufgabenliste.....	126



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

1 Einleitung

1.1 Motivation und Relevanz des Themas

1.1.1 Das Forschungsprojekt „Clay based greening bound“

Als ursprüngliche Motivation für die Untersuchung von Frostbeständigkeit von Keramiken diente das Forschungsprojekt „Clay based greening bound“ der Firma „Epiclay Technologies GmbH“ [1]. Hierbei handelt es sich um ein modulares Fassadenbegrünungssystem, welches auf hohlen Ton-taschen, dargestellt in Abbildung 1, basiert. Diese sollen ein ideales Wachstum von epiphytischen, also auf anderen Objekten wachsenden Pflanzen, ermöglichen, und ökologische, ästhetische und bauphysikalische Vorteile für die Fassade bringen. Angestrebt wurde hierbei speziell eine erhöhte Wärmedämmung und eine bessere Fassadenkühlmöglichkeit. Die Funktionsweise der Module ist in Abbildung 2 skizziert. Die Taschen sind dabei mit Wasser gefüllt. Dieses läuft von oben nach unten durch die Fassadenelemente, welche die Feuchtigkeit auf die äußere Oberfläche abgeben. Durch die Glasierung der Rückseite der Taschen und die wasserdurchlässige Ausführung der Vorderseite, sollten so optimale Wachstumsbedingungen für die Pflanzen an der bewitterten Außenseite geschaffen werden.

Ziel war es nun, mittels Forschung die richtige Abstimmung zwischen Porosität, Stabilität und Wasserspeicherkapazität der Module zu finden, um einer Serienreife näherzukommen. An diesen Untersuchungen nahmen die Universität für Bodenkultur Wien („BOKU“), die Technische Universität Wien („TU Wien“) und die Firma „Gmundner Keramik Manufaktur GmbH & Co KG“ teil. Es wurden verschiedene Prototypen hergestellt. Diese sollten von der TU Wien auf Frostsicherheit untersucht werden. Das Forschungsprojekt wurde jedoch aus finanziellen Gründen eingestellt.



Abbildung 1: Gmundner Keramik – Vorderansicht der Tontasche

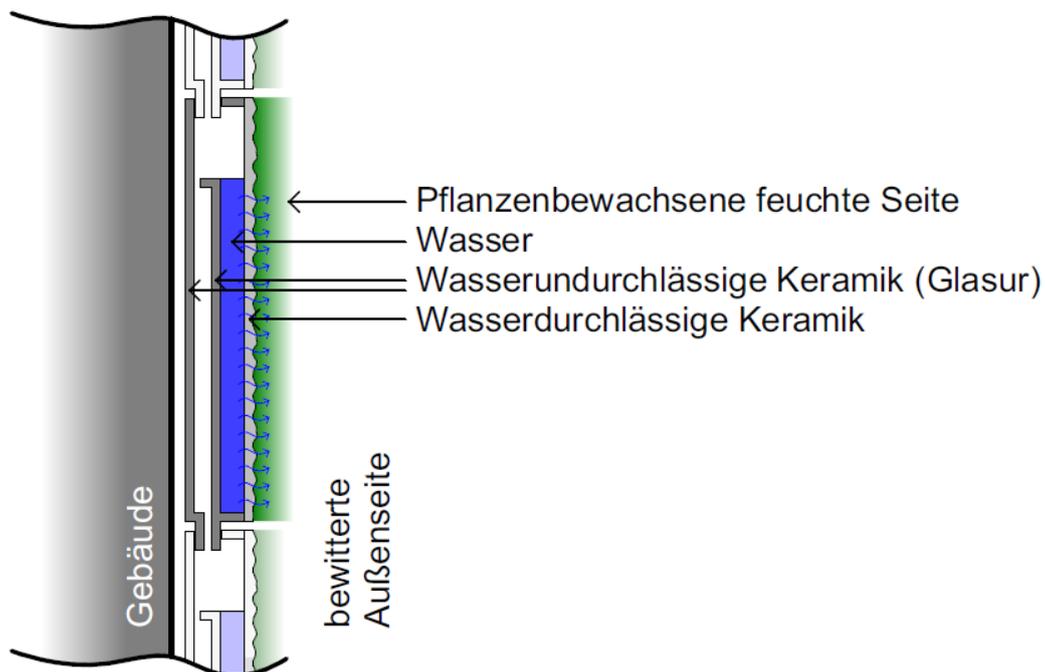


Abbildung 2: Funktionsweise der Fassadenelemente

1.1.2 Direkte und Indirekte Untersuchung der Frostbeständigkeit

Um die Frage nach der Frostsicherheit von Materialien beantworten zu können, liegt es nahe, die für die Zerstörung verantwortlichen Mechanismen unter Laborbedingungen zu simulieren, um qualitative und quantitative Aussagen treffen zu können. Zu diesen Mechanismen gehören das

zyklisch abwechselnde Frieren und Auftauen der durchfeuchteten Probe. Da sich diese über längere Zeiträume erstrecken können, liegt die Notwendigkeit einer möglichst automatisierten Versuchsdurchführung auf der Hand. Ziel hierbei ist es, die hohen Anforderungen in Bezug auf Ausfallsicherheit, Automatisierungsgrad, Nachvollziehbarkeit bzw. Protokollierung, Zuverlässigkeit, Bedienfreundlichkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu befriedigen. Können diese Punkte durch eine automatisierte Versuchsdurchführung erfüllt werden, führt dies zu der Möglichkeit, unter geringem personellen Aufwand große Mengen an Versuchsergebnissen zu generieren, welche sich ohne viel Mehraufwand auf Langzeitversuche erstrecken können. Diese längerfristigen Untersuchungen können, wie im vorliegenden Fall, bessere Aussagen zu akkumulierenden Schädigungsprozessen treffen, welche durch kurzzeitige Untersuchungen oft nicht oder falsch prognostiziert werden können. Die genannte Vorgehensweise entspricht der direkten Untersuchung der Schädigungsprozesse. Vorteil hierbei ist, dass sowohl mikroskopische Aspekte (z. B. Porengrößenverteilung) als auch makroskopische (z. B. Risse) abgedeckt werden, und sämtliche in der Natur auftretenden Mechanismen auf die Proben einwirken. Dann ist die Sicherheit der Ergebnisse als relativ hoch zu bewerten.

Im Gegensatz dazu wäre es in der Praxis hilfreich, zeitnahe Aussagen über die Frostsicherheit von Keramiken treffen zu können. Daher soll versucht werden, lang andauernde und aufwendige Simulationen zu umgehen, und aus anderen Parametern auf die Frostsicherheit zu schließen. Hierbei handelt es sich um indirekte Untersuchungen der Frostsicherheit. Es kommen hauptsächlich Versuche infrage, die sich auf die Ermittlung der Porengrößenverteilung und der Wasseraufnahme von Proben beziehen. Der Vorteil liegt hier bei schnell messbaren Ergebnissen, der Nachteil in der geringeren Sicherheit der Aussagekraft, da immer nur spezielle Schädigungstheorien überprüft werden.

Die Beantwortung der Frage, ob sich mit diesen indirekten Untersuchungen Frostbeständigkeit von Keramiken zuverlässig voraussagen lässt, ist Motivation dieser Arbeit.

1.2 Wissenschaftliche Fragestellung

Diese Diplomarbeit unternimmt den Versuch, folgende grundlegende Fragestellung zu beantworten:

- Welche Poren bzw. Porenverteilungen sind für die Frostempfindlichkeit von Keramiken verantwortlich und kann aus der Porenverteilung die Frostempfindlichkeit zuverlässig und eindeutig vorausgesagt werden?

Diese grundlegende Fragestellung zieht folgende Punkte nach sich, bzw. impliziert diese:

- Kann die Frostsicherheit von Keramiken allein durch eine Porosimeteruntersuchung, und damit der Ermittlung der Porenverteilung, vorhergesagt werden?
- Kann die Frostsicherheit von Keramiken nur durch eine Analyse der Wasseraufnahmefähigkeit vorhergesagt werden?
- Wie äußern sich Frostschäden bei Keramiken und wie können diese wissenschaftlich quantifiziert werden?

1.3 Vorangegangene Projektarbeit

Im Rahmen einer Projektarbeit, die während des Masterstudiums Bauingenieurwissenschaften an der TU Wien durchgeführt wurde, sollte für das unter Abschnitt 1.1.1 beschriebene Projekt der Prototyp einer automatisierten Pumpensteuerung für den Einsatz in Frost/Tau-Versuchen entwickelt und gebaut werden. Der Einsatz einer solchen minimiert den Personalaufwand und eignet sich besonders für Langzeitversuche. Diese Projektarbeit beinhaltete sowohl den Bau der Hardware als auch die Programmierung eines ersten vorläufigen Codes der Steuerung. Gegen Ende der Arbeit stellte sich jedoch heraus, dass die begonnene Forschung und Entwicklung den Rahmen der Projektarbeit sprengen würde. Aus diesem Grund wurde die Thematik durch die hier vorliegende Diplomarbeit erweitert. Ursprünglich sind dabei folgende Forderungen an die automatisierte Pumpensteuerung gestellt worden:

- **Frostbeständigkeit bestimmter Komponenten**
Der Probebehälter, der die Probekörper fasst, wird den Temperaturschwankungen im Klimaschrank ausgesetzt. Daher müssen alle Komponenten, welche sich innerhalb des Klimaschranks befinden, den dort auftretenden Temperaturschwankungen und dem Kontakt mit Wasser bzw. Eis dauerhaft standhalten. Besonders zu beachten ist die Notwendigkeit der Behälterflutung nach einer Frostphase. Hier darf es nicht zu Vereisungen am Wassereinlass oder in den Schläuchen des Probebehälters kommen. Der Versuchsaufbau ist im Anhang /B/ dargestellt.
- **Einfache Bedienbarkeit**
Ziel ist es, sämtliche Eingangsparameter, welche für die Versuchsdurchführung definiert werden müssen, ohne zusätzliche Hardware entweder direkt an der Steuerung oder auf einer SD-Karte im Vorfeld mittels eines .txt-Files zu definieren. Dies soll eine möglichst einfache Bedienbarkeit sicherstellen und Unabhängigkeit von bestimmter Hard- und Software ermöglichen.
- **Aufzeichnung des Temperaturverlaufes**
Da der simulierte Temperaturverlauf genormt ist, soll die Probe nur eine gewisse vorher definierte Schwankung vom angestrebten Temperaturverlauf durchlaufen. Um dies sicherstellen zu können, müssen sowohl die Probertemperaturen, als auch die Temperatur im Klimaschrank aufgezeichnet werden können. Letzteres dient zu Kontrollzwecken. Hierbei ist zu

beachten, dass die Temperatursensoren neben starken Temperaturschwankungen auch dem Kontakt mit Wasser ausgesetzt sind.

- Pumpleistung, Saughöhe und selbstansaugende Pumpen

Aufgrund geometrischer Randbedingungen ist eine Saughöhe von ca. einem Meter und die Fähigkeit zur Selbstansaugung erforderlich. Außerdem muss laut ONR 23303, deren Frost/Tau-Versuchsabstimmung in der Entwicklungsphase der Steuerung als Beispiel genommen wurden, der Prüfbehälter innerhalb von 15 Minuten geleert werden können. Dies bedingt eine gewisse Mindestfördermenge der Pumpe.

Gestartet wurde mit dem Bau der Hardware, welche in Abschnitt 2.10 näher beschrieben ist. Es wurden sukzessive Komponenten ergänzt, bis die Steuerung den Anforderungen an Funktionalität entsprach. Nach den ersten erfolgreichen Pumptests konnte mit der Entwicklung des Codes begonnen werden. Die Software der Steuerung wurde in Arduino-Umgebung, siehe dazu Abschnitt 2.10, entwickelt. Sie basiert auf einer Menüstruktur. Parallel zur Erarbeitung der Software wurde mittels CNC-Fräse ein Gehäuse für die Komponenten der Steuerung gebaut, deren Fräsdatei in Abbildung 3 dargestellt ist. Der fertige Schaltplan der Steuerung befindet sich im Anhang /E/. Eine besondere Herausforderung stellte die Herstellung der Wasserdichtheit der „KTY“ Temperatursensoren dar. Nach vielen negativ endenden Versuchen konnte schließlich eine Schutzschicht aus Ethylen-Vinylacetat-Copolymer um die Sensoren appliziert und positiv in feuchter und kalter Umgebung getestet werden (Abbildung 4). An diesem Punkt konnte die Steuerung (Abbildung 5) mit einer vorläufigen Software im Labor aufgebaut und getestet werden. Damit endete die Projektarbeit.

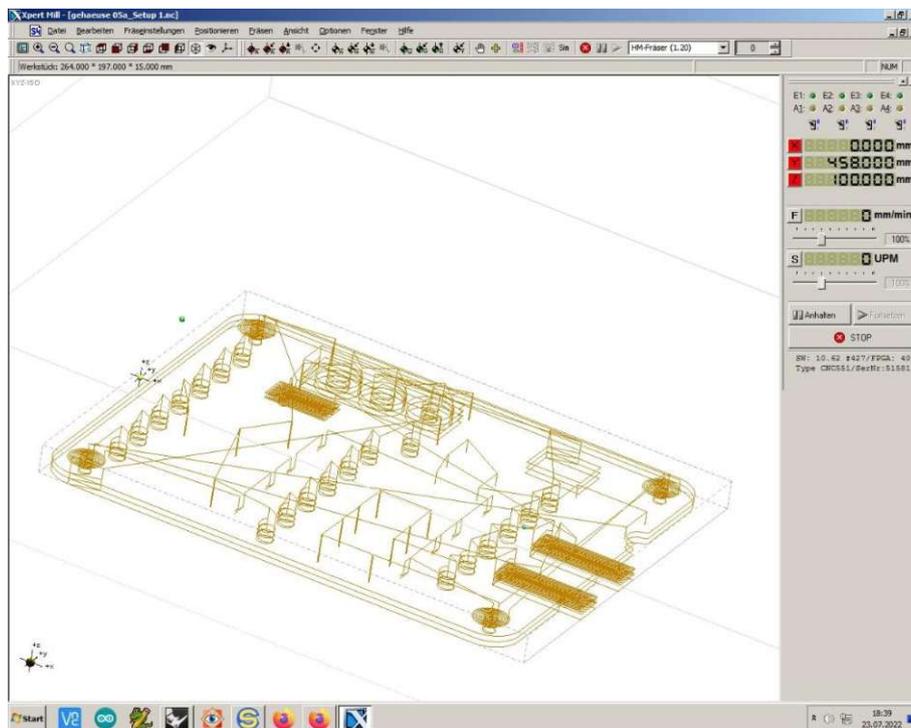


Abbildung 3: Fräsdatei des Gehäuses für die CNC-Fräse

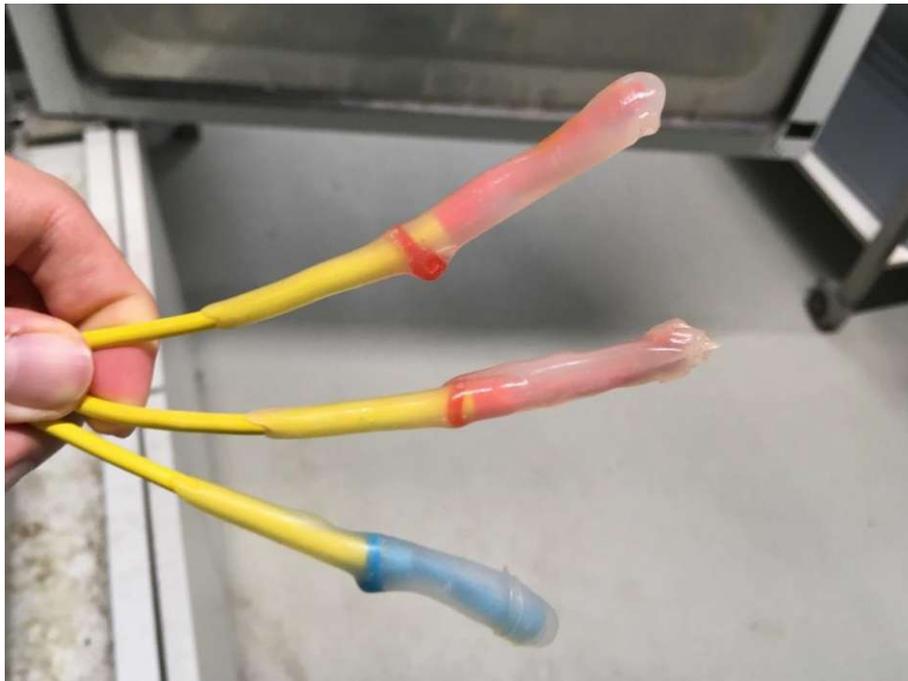


Abbildung 4: Wasserbeständige „KTY“ Temperatursensoren



Abbildung 5: Fertiggestellte Hardware der Pumpensteuerung

1.4 Herangehensweise an die Untersuchung

Grundsätzlich sollen im Rahmen diese Arbeit empirische Daten in Form von Frost/Tau-Versuchen gewonnen werden. Da für diese auf keine Erfahrungswerte zurückgegriffen werden kann, muss eine Variation von verschiedenen Versuchsparametern stattfinden, um vergleichbare und verwertbare Daten zu generieren und Aussagen treffen zu können. Dazu gehören beispielsweise Temperaturverläufe und zeitliche Abfolgen. Es werden daher nicht nur Proben untersucht, sondern es sollen auch Erfahrungen über die Versuchsdurchführung an sich gesammelt werden.

Anschließend werden die Ergebnisse dieser Frost/Tau-Versuche mit den Porengrößenverteilungen und Wasseraufnahmen der Probekörper in Verbindung gebracht. Ein primäres Ziel bei den genannten Punkten ist es, versuchstechnische Herangehensweisen aus wissenschaftlichen Überlegungen abzuleiten, um eine möglichst hohe Zuverlässigkeit der Ergebnisse zu erzielen. Außerdem lassen sich die gewonnenen Erkenntnisse aus der Durchführung der Frost/Tau-Versuche auf beliebige Materialien anwenden, für die die Schädigung durch Frost untersucht werden soll.

Als Beispiel hierfür wurde ein betonähnlicher Werkstoff aus Wüstensand untersucht (Probe 09, siehe Kapitel 3.1). Ohne genauere Daten über das Bindemittel kann durch den Versuch auf die Frostsicherheit des Materials geschlossen werden.

2 Grundlagen

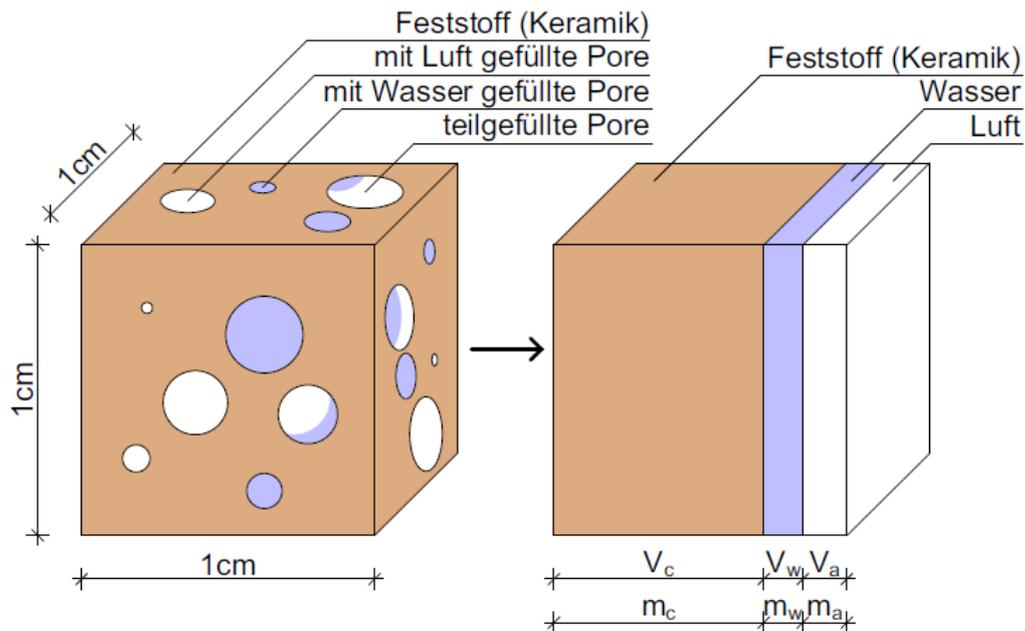
2.1 Keramik Grundlagen

Unter Keramiken versteht man im technischen Jargon Objekte, welche aus dem weichen Stoff Ton geformt, getrocknet und anschließend durch eine Temperaturbehandlung, dem sogenannten „Brennen“, gehärtet werden. Gebrannter Ton stellt den ältesten künstlich erzeugten Werkstoff dar und wurde bereits vor 10.000 Jahren zur Herstellung von Gefäßen verwendet. Gegenüber natürlichen weissen keramische Baustoffe bestimmte Vorteile auf. Sie besitzen ein gleichmäßiges Gefüge und können in verschiedensten Formen erzeugt werden. Durch die Rohstoffauswahl und Verarbeitung können gezielt gewünschte Eigenschaften gefördert werden, und sie sind oftmals günstiger, da sie in vielen Gegenden nahe dem Einsatzort hergestellt werden können.

Für die verschiedenen Erzeugnisse werden unterschiedliche Aufbereitungen der Rohstoffe, Brenntemperaturen und Brennzeiten verwendet. Die dadurch erhaltene breite Palette an Keramiken mit unterschiedlichen Eigenschaften führt dazu, schwer allgemein gültige Aussagen, z. B. zur Frostsicherheit, treffen zu können.

Überblicksmäßig besteht der Herstellungsprozess aus dem Rohstoffabbau, der Aufbereitung des Rohmaterials, dem Formen und anschließendem Trocknen. Danach kommt es zum Brennvor-gang. Hierbei erhalten die Keramiken maßgeblich ihre Eigenschaften. Es muss zwischen Erreichen und Nichterreichen der Sintergrenze unterschieden werden. Diese entspricht jener Temperatur, bei welcher Strukturveränderungen im Gefüge stattfinden, und es zu einer Aufschmelzung der einzelnen Phasen kommt. Nach dem Brennvorgang spricht man bei keramischen Produkten von „Scherben“. Erfolgt keine Behandlung der Oberfläche, beispielsweise die Aufbringung einer Glasur, spricht man auch von Terrakotta [15].

Das Feststoff/Porengefüge der Keramiken kann mit dem Modell "Einheitswürfel", welches im Fachgebiet „Grundbau und Bodenmechanik“ zur Beschreibung von Böden verwendet wird, dargestellt werden. Hierbei werden die Phasen Feststoff, Luft und Wasser räumlich voneinander getrennt. Dies dient der Definition von Kennwerten, die sich entweder auf die Masse oder das Volumen beziehen. Dieser Einheitswürfel, sowie die später verwendeten Kennwerte, sind in Abbildung 6 dargestellt.



V_c ...Volumen Feststoff m_c ...Masse Feststoff
 V_w ...Volumen Wasser m_w ...Masse Wasser
 V_a ...Volumen Luft m_a ...Masse Luft

Reindichte	$=m_c/V_c$	[g/cm ³]
Rohdichte	$=m_c/(V_c+V_w+V_a)$	[g/cm ³]
gesamtes Porenvolumen	$=(V_w+V_a)/m_c$	[mm ³ /g]
Füllgrad	$=V_w/(V_w+V_a)$	[]
Masse trocken	$=m_c$	[g]
Masse feucht	$=m_c+m_w$	[g]
Wassergehalt	$=m_w/m_c$	[]
Dichte Wasser	$\sim 1,00$	[g/cm ³]
Dichte Luft	~ 0	[g/cm ³]

Abbildung 6: Einheitswürfel

2.2 Arten von Keramiken

Im Nachfolgenden sollen verschiedene Einteilungen von Keramiken angeführt und beschrieben werden. Grundsätzlich wird hierbei in Grobkeramik und Feinkeramik unterschieden [15].

- Grobkeramiken werden aus Grundstoffen mit Korngrößen größer als 0,1 bis 0,2 mm gewonnen. Hierbei steht die Funktionalität im Vordergrund. Als Beispiele dienen Ziegel und Klinker.

Zu sehen ist die grobe Kornstruktur in der mikroskopischen Aufnahme eines Ziegels (Abbildung 7).

- Feinkeramiken werden aus feineren Korngrößen hergestellt. Hieraus lassen sich dünnwandige Erzeugnisse, beispielsweise Fliesen, keramische Platten und Geschirrkeramiken, herstellen. Eine solche feinere Kornmatrix ist in Abbildung 8 dargestellt.

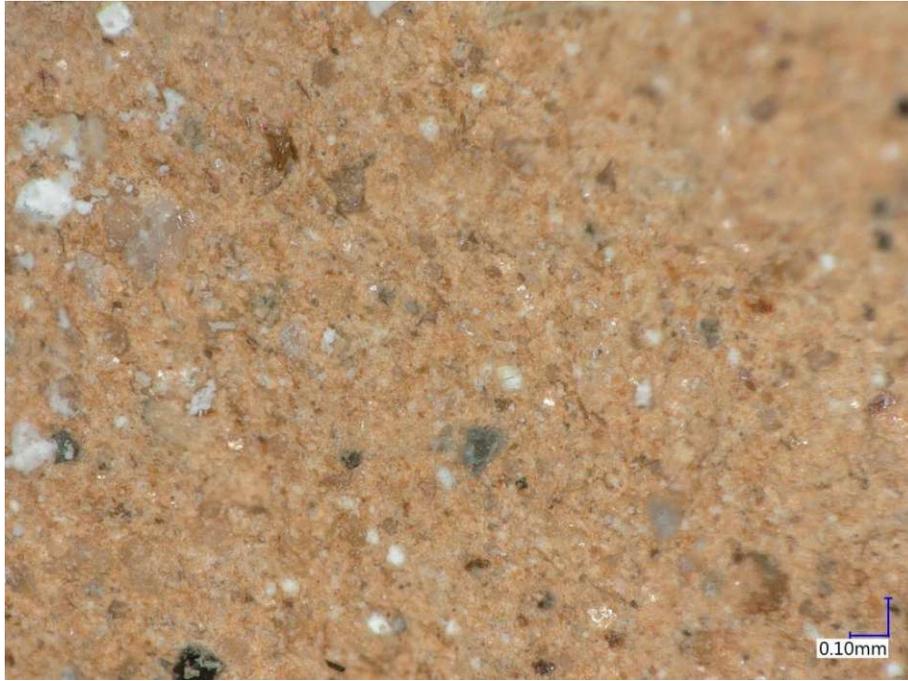


Abbildung 7: Grobkeramik, Probe 04, siehe Abschnitt 3.1



Abbildung 8: Feinkeramik, Probe 02, siehe Abschnitt 3.1

Abhängig von der Brenntemperatur und dem Erreichen der Sintergrenze kann in Irdengut und Sinterzeug unterschieden werden. Brennen unterhalb der Sintergrenze erzeugt Scherben, welche

durch das ausgetriebene Wasser Poren enthalten. Dadurch wird eine hohe Wasseraufnahme ermöglicht und man spricht von Irdengut bzw. Tongut. Brennt man hingegen über der Sintergrenze, sind die Ergebnisse glasartiger Struktur, welche Poren und nicht geschmolzene Kristalle einschließt, siehe hierfür Abbildung 9. Die Wasseraufnahme ist eher geringer. Diese Erzeugnisse nennt man Sinterzeug bzw. Tonzeug [15].

In Tabelle 1 sind übliche Brenntemperaturen für verschiedene keramische Erzeugnisse aufgelistet. In Tabelle 2 ist dargestellt, wie sich der Brenngrad (Grad der Sinterung) von Ziegeln auf die Wasseraufnahme auswirken kann. Es fällt auf, dass die Wasseraufnahme mit zunehmender Brenntemperatur sinkt. Gleichzeitig steigt die Dichte, die Festigkeit, die Widerstandsfähigkeit gegen atmosphärische Einflüsse und die Wärmeleitfähigkeit des Ziegels. Daraus kann schon an dieser Stelle gefolgert werden, dass bei hohen Temperaturen gebrannte Keramiken tendenziell höhere Frostsicherheiten aufweisen werden.



Abbildung 9: Glasartige Struktur durch Brenntemperaturen über der Sintergrenze, Probe 08

Tabelle 1: Brenntemperaturen von Keramiken [15]

Bezeichnung	Brenntemperatur
Ziegelwaren	900°C bis 1100°C
Klinker, Steingut, Steinzeug	1100°C bis 1300°C
Porzellan	1300°C bis 1450°C
feuerfeste Erzeugnisse	1300°C bis 1800°C
Sonderkeramik	bis 2500°C

Tabelle 2: Wasseraufnahmen von Ziegeln abhängig vom Brenngrad [15]

Brenngrad	Wasseraufnahme in [M.-%]
Weichbrand	10 bis 22
Mittelbrand	8 bis 14
Hartbrand	6 bis 8
angeklinkertes Material	ca. 8
Klinker	0 bis 6

Um Oberflächenabdichtungen und spezielle Farbgebungen zu erzielen, werden die Brennprodukte mit einem keramischen Überzug versehen. Dieser wird vor dem Brennvorgang appliziert, und besteht beispielsweise aus farbigen Tonschlämmen und Glaspulvern. Dadurch werden z. B. Dachziegel „engobiert“ (= mit einem keramischen Überzug versehen) bzw. eine Glasur aufgebracht. Gesamtheitliche Färbungen können durch den Zusatz von Metalloxiden im Rohmaterial erzielt werden.

Fliesen bezeichnet man entsprechend ihrer Fähigkeit zur Wasseraufnahme. Hierfür dient Tabelle 3 als Kategorisierung.

Tabelle 3: Fliesenbezeichnung nach deren Wasseraufnahme [15]

Bezeichnung	Wasseraufnahme E in [M.-%]
Feinsteinzeug	$E \leq 0,5\%$
Steinzeug	$0,5\% < E \leq 3\%$
Halbsteinzeug	$3\% < E \leq 10\%$
Steingut	$E > 10\%$

Unter die feuerfesten Keramiken fallen jene, die in thermischen Prozessen über 600°C verwendet werden. Anwendung finden diese z. B. in der Auskleidung von Öfen und in Kaminen. Im Allgemeinen Sprachgebrauch werden diese Materialien als „Schamotte“ bezeichnet. Die Brenntemperaturen liegen hier bei über 1300°C, wodurch ein wenig rissanfälliges und hitzebeständiges Gefüge entsteht [15].

2.3 Frostschädigung an Keramiken

Durch den Einsatz von Keramiken im Außenbereich, und der dadurch entstehenden möglichen Einwirkung von Wasser und Frost, muss die Frage der Frostsicherheit für Keramiken gestellt werden. Grundsätzlich erfolgt Schädigung durch Frost aufgrund der Volumsvergrößerung von in den Poren befindlichem Wasser beim Gefrieren. Diese beträgt rund 9% beim Phasenübergang von Wasser zu Eis. Der dadurch entstehende Druck auf die Porenwände kann zur Zerstörung dieser führen, beispielhaft in Abbildung 10 dargestellt. Richtet man sich nur nach diesem Modell, wären poröse Materialien, deren Poren über 91% mit Wasser gefüllt sind, durch den Frost bedroht, da sich hier das zusätzlich entstehende Eisvolumen nicht mehr in leere Poren ausbreiten kann. In der Realität treten jedoch schon Frostschäden mit 70% gefülltem Porenvolumen auf [18]. Somit kann nicht allein der Füllgrad der Poren für die Prüfung der Frostsicherheit herangezogen werden.

Tiefer führende Untersuchungen folgern, dass das Problem der Frostbeständigkeit sehr komplex ist. Eine Vielzahl von Parametern, unter anderem die Wassersättigung, der Grad der Unterkühlung des Porenwassers beim Gefrieren, die Porenstruktur und die Porengrößenverteilung, lassen sich für die Beschreibung des Problems hauptsächlich identifizieren. Mit Unterkühlung des Porenwassers ist gemeint, dass Temperaturen bis -25°C beobachtet werden können, in denen das Wasser immer noch in flüssigem Zustand vorliegt [18]. Weiterführende Erklärungen hierzu finden sich in Abschnitt 2.4.

In der Praxis stellt sich die Frage nach einem einfachen Beurteilungskriterium, welches schnelle Aussagen über Keramiken ermöglicht. Eine erste Abschätzung für die Frostgefährdung von Ziegeln soll die Faustformel (1) geben.

$$S = \frac{\text{freiwillige Wasseraufnahme}}{\text{größtmögliche Wasseraufnahme}} \quad \text{aus [18]} \quad (1)$$

Ergebnisse von $S < 0,8$ lassen dabei auf frostbeständig, solche von $0,8 < S < 0,9$ auf frostgefährdete und $S > 0,9$ auf nicht frostbeständige Ziegel schließen.

Aus den vorherigen Ausführungen kann geschlossen werden, dass diese Formel lediglich Tendenzen aufzeigt, und keinesfalls immer gültige Aussagen liefert. Außerdem ist ihre Anwendung auf Ziegel beschränkt.



Abbildung 10: Typisches Schadensbild von Keramiken durch Frost

2.4 Literaturmodelle der Schadensmechanismen

Nachfolgend sollen die in der Literatur prominentesten Mechanismen, die zur Belastung des keramischen Materials durch Frost führen, vorgestellt werden. Entnommen sind diese Theorien einem Beitrag von Lutz Franke und Hermann Bentrup [11].

- **Belastung infolge Volumszunahme von gefrierendem Wasser**
Das bereits in Abschnitt 2.3 angeführte und beschriebene Phänomen der Volumszunahme von Porenwasser stellt die wahrscheinlich wichtigste Modellbeschreibung dar. Der dadurch entstehende Druck auf die Porenwände hängt in erster Linie vom Grad der Wassersättigung der Poren, der Rauigkeit der Porenwandungen, der Gefriereschwindigkeit und den Porengrößen ab. Anzumerken ist, dass die Gefriertemperatur von Wasser wiederum von der Porengröße abhängig ist. Dies kann durch die Kelvin-Gleichung ausgedrückt werden, welche den Zusammenhang zwischen Porengröße und Gefrierpunkt des Wassers beschreibt. Beispielsweise führt ein Porendurchmesser von $0,02 \mu\text{m}$ bereits zu einer Absenkung des Gefrierpunkts um 20 K .
- **Belastung durch thermische Ausdehnungsunterschiede**
Das Verhältnis der Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen Eis und Ziegel beträgt ca. 6-10. Das heißt, entstandenes Eis zieht sich bei weiterer Abkühlung deutlich mehr zusammen als das umgebende Ziegelmaterial. Wird also das poröse Material nach erfolgtem Gefrieren des Porenwassers weiter abgekühlt, entstehen Zwischenräume zwischen Eis und Porenwand, in die weiteres Wasser durch Diffusion und Kapillarsog eindringen kann. Gefriert schließlich auch dieses Wasser, ist die Pore komplett mit Eis gefüllt. Bei anschließender Erwärmung entstehen durch die größere Ausdehnung des Eiskörpers gegenüber des ihn umschließenden Ziegels Druckspannungen, die zur Zerstörung der Porenwand führen können.
- **Theorie der Eisbildung und Frostbelastung von Ziegelmaterial nach Litvan**
Diese Theorie besagt, dass aufgrund von thermodynamischen Zusammenhängen nach anfänglicher Eisbildung in den großen Poren (diese gefrieren aufgrund des größeren Porenradius und somit des höheren Gefrierpunkts als erstes) das Wasser kontinuierlich aus dem Porensystem gedrängt wird. Dies geschieht aufgrund eines Dampfdruckgefälles zwischen gefrorenen und nicht gefrorenen Poren. Dieser Theorie zufolge gibt es einen Zusammenhang zwischen der Frostempfindlichkeit, der Wassersättigung, der Gefriereschwindigkeit, der Temperatur und der Porenstruktur.
- **Theorie der Eisbildung und Frostbelastung von Ziegelmaterial von Everett**
Dieses thermodynamische Modell geht von einem verbundenen Zweiporensystem aus. Eine Pore ist eine Kapillarpore, die andere weist einen wesentlich größeren Porenradius auf. Die wassergefüllte große Pore wird bei Temperaturabsenkung zuerst gefrieren, wobei das überschüssige Wasser durch die Kapillarpore in den restlichen Porenraum entweichen kann. Ist die große Pore schließlich komplett mit Eis gefüllt, entsteht ein thermodynamischer Potentialunterschied zwischen großer und kleiner Pore. Dieser steigt bei weiter sinkender Temperatur, bis das Eis schließlich auch in die Kapillarpore vordringen kann. Der maximal aufgebaute Druck ist hier für die Zerstörung der Porenwände verantwortlich. Dieses Modell

beschreibt Schäden, die als „Spaltenfrost“ bekannt sind. Die Spalten müssen dabei nicht vollständig mit Wasser gefüllt sein.

Der Entweichungsdruck, welcher in den Modellen beschrieben wird, kann mit Hilfe des Poiseuille'schen Gesetz abgeschätzt werden. In ungünstigen Fällen erreicht dieser bis zu ca. 10 N/mm² [11].

Die Anführung dieser Mechanismen soll zeigen, dass eine Vielzahl von Ursachen für die Zerstörung durch Frostbeanspruchung an Keramiken in Frage kommt. Dementsprechend schwierig zeigt sich der Versuch, mithilfe einzelner Experimente und Kenngrößen die Frostbeständigkeit von Keramiken sicher vorauszusagen. Eine kleine Abhilfe schafft hier die empirische Formel nach Prof. Magne Maage (2).

2.5 Empirische Formel nach Maage

Zur Bewertung von Frostsicherheit von Ziegeln wurden aus statistischen Analysen Kennwerte und deren Zusammenhänge gewonnen, die Aussagen über die Frostempfindlichkeit von Ziegeln ermöglichen [13][14]. Diese Zusammenhänge werden durch die empirische Formel nach Maage (2) beschrieben.

$$F = 3,2/PV + 2,4 * P3 \quad (2)$$

Hierbei steht F für die Frostbeständigkeit, PV für das gefüllte Porenvolumen in cm³/g und P3 als der Anteil am PV mit Poren (in Volumenprozent), welche einen Durchmesser größer als 3 µm aufweisen. Die statistische Auswertung ergab, dass Ziegel mit F > 70 frostbeständig, und jene mit F < 55 nicht frostbeständig sind. Jene mit dazwischenliegenden Werten weisen eine gewisse Unsicherheit auf. Es soll noch einmal hervorgehoben werden, dass sich die Formel nur auf Ziegel, nicht allgemein auf Keramiken, bezieht.

Wie bereits beschrieben, wirkt sich der Füllgrad der Poren mit Wasser negativ auf die Frostbeständigkeit aus. Daher geht das gefüllte Porenvolumen PV indirekt proportional in die Berechnung der Frostbeständigkeit ein. Der Anteil an Poren mit Durchmesser > 3 µm gehen dagegen direkt proportional ein, da allgemein bekannt ist, dass sich große Poren günstiger auf die Frostsicherheit auswirken als kleine [14]. Dies liegt daran, dass sich größere Poren schneller entwässern können, und dann als Hohlräume dienen, in die sich der Überdruck aus den kleinen Poren abbauen kann.

Die empirische Formel nach Maage impliziert also, dass für Frostbeständigkeit von Ziegeln nur der Sättigungsgrad des Materials mit Wasser und der Porenanteil mit einem Durchmesser > 3 µm ausschlaggebend ist. Es fließen keine weiteren Materialkennwerte in die Beurteilung ein [14].

2.6 Frost/Tau-Versuche

Frost/Tau-Versuche dienen dazu, die Frostbeständigkeit von Materialien bzw. Probekörpern zu untersuchen. Dabei wird auf direktem Weg die Beanspruchung simuliert. Die Probekörper werden wiederholt im mit Wasser gesättigtem Zustand gefroren und anschließend wieder aufgetaut. Der Temperaturverlauf bzw. zeitliche Verlauf ist hierfür genormt, um die Ergebnisse vergleichen zu können. Die zu diesem Versuch existierenden bautechnischen Normen werden in Tabelle 4 angeführt. Bewertungskriterien zur Frostsicherheit sind optische Untersuchungen, welche das Erkennen von Rissen und Abplatzungen beinhalten, und das Messen von Massenverlusten. Diese Massenverluste können entweder durch Wiegen des abgewitterten Materials oder durch Trocknung der Probe bis zur Massenkonstanz und anschließender Wiegen erfolgen.

Tabelle 4: Bautechnische Normen zu Frost/Tau-Versuchen

Bezeichnung	ONR 23303 [16]	DIN EN ISO 10545-12 [9]	DIN 52 252 [8]
Datum	2010	Dez.97	Dez.86
Titel	Prüfverfahren Beton (PVB) Nationale Anwendung der Prüfnormen für Beton und seine Ausgangsstoffe	Keramische Fliesen und Platten, Teil 12: Bestimmung der Frostbeständigkeit	Prüfung der Frostwiderstandsfähigkeit von Vormauerziegeln und Klinkern
Anwendungsbereich	Normalbeton und Schwebbeton gemäß ÖNORM B 4710-1	keramische Fliesen und Platten	Frostwiderstandsfähigkeit von Vormauerziegeln und Klinkern
Probekörper	Betonwürfel 10/10/10cm bzw. 15/15/15cm	mind 0.25m ²	Einzelziegel
Prüf-temperatur	20°C bis -15°C bzw. 20°C bis -20°C	5°C bis -5°C	20°C bis -15°C
Wasser-qualität	entionisiertes Wasser	Leitungswasser, Sättigung unter Vakuum	Leitungswasser
Dauer	56x24h	100x~1h	25x~8h bzw. bis deutlicher Schaden entstanden ist
Beurteilung	optische Beurteilung (Risse,...), Wiegen des abgewitterten Materials und der Würfel	optische Beurteilung, Wasseraufnahme vor und nach dem Versuch	optische Beurteilung (Risse,...)

Da in dieser Arbeit stark unterschiedliche Keramiken untersucht wurden, konnte keine der beschriebenen Normen direkt und unverändert angewendet werden. Die Versuchsparameter mussten empirisch ermittelt werden, um vergleichbare Ergebnisse der Materialien generieren zu können. Hierfür war vor allem eine Variation von Temperaturverläufen und zeitlichen Abfolgen notwendig.

2.7 Porosimeteruntersuchung

Als Quecksilberporosimetrie bezeichnet man ein Untersuchungsverfahren für poröse Stoffe, welches Informationen zur Rohdichte, Reindichte und der Porenverteilung des Materials liefert. Die grundsätzliche Funktionsweise des Verfahrens besteht darin, die nicht benetzende Flüssigkeit Quecksilber mit steigendem Druck in die zu untersuchende Probe zu pressen. Dabei wird die unter größer werdendem Druck eingepresste Menge an Quecksilber gemessen. Aus diesen beiden

Faktoren, also dem Druck und der eingepressten Quecksilbermenge, kann schließlich das Porenvolumen abhängig von der Porengröße berechnet werden. Der Zusammenhang zwischen Druck P , Porendurchmesser D_p , Oberflächenspannung σ und Kontaktwinkel der Flüssigkeit θ wird durch die sogenannte Washburn-Gleichung ausgedrückt (3).

$$P * D_p = -4 * \sigma * \cos \theta \quad \text{aus [13]} \quad (3)$$

Die Oberflächenspannung wird für Quecksilber mit 0.48 N/m, für den Kontaktwinkel zwischen Quecksilber und Probe mit 140° nach DIN angenommen [2]. Die Auswertung der Daten erfolgt über eine vom Hersteller des Porosimeters mitgelieferten Software, die die Rohdaten in eine weiterverwertbare Form bringt.

2.8 Ultraschallmessung

Durch Ultraschalluntersuchungen können Steifigkeitsinformationen von Probekörpern gewonnen werden. Der Zweck des Einsatzes in dieser Arbeit wäre es, eine zerstörungsfreie Untersuchung und Dokumentation der fortschreitenden inneren Schädigung an den Probekörpern während der voranschreitenden Frost/Tau-Beanspruchung durchführen zu können. Dabei werden aus Wellengeschwindigkeiten die linear elastischen Werkstoffeigenschaften, wie Elastizitätsmodul E und Querdehnungszahl ν , rückgerechnet. Für die Untersuchung benötigt man einen Pulsgeber, den Probekörper, den Pulsempfänger und ein Oszilloskop, skizzenhaft dargestellt in Abbildung 11. Maßgebend für die Richtigkeit bzw. Genauigkeit der so erhaltenen Ergebnisse sind der Kontakt zwischen Pulsgeber-Probekörper-Pulsempfänger und die Wahl der richtigen Wellenlänge. Um sowohl Elastizitätsmodul als auch Querdehnungszahl berechnen zu können, ist es mathematisch notwendig, eine Messung der transversalen als auch longitudinalen Wellengeschwindigkeit (v_t und v_l) durchzuführen, siehe dazu die Formeln (4) und (5). Für den praktischen Gebrauch werden oft Geräte verwendet, welche rasch zu abschätzenden Resultaten führen können (Abbildung 12). Diese sind auf bestimmte Werkstoffe voreingestellt (z. B. Beton), und gehen davon aus, dass die Querdehnungszahl konstant einem bestimmten materialabhängigen Wert entspricht. Somit genügt für die Berechnung des Elastizitätsmodules allein die Messung einer Wellengeschwindigkeit.

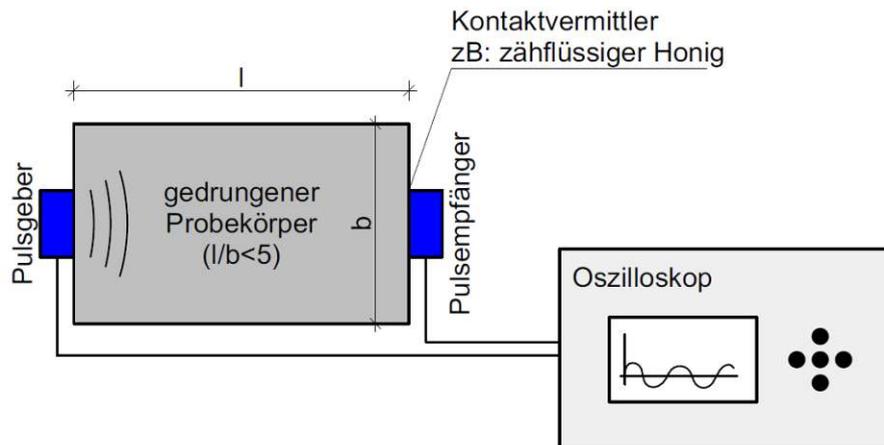


Abbildung 11: Prinzip der Ultraschallmessung

$$E = \frac{\rho \cdot v_l^2 \cdot (3 \cdot v_l^2 - 4 \cdot v_t^2)}{v_l^2 - v_t^2} \quad \text{aus [12]} \quad (4)$$

$$\nu = \frac{v_l^2 - 2 \cdot v_t^2}{2 \cdot (v_l^2 - v_t^2)} \quad \text{aus [12]} \quad (5)$$



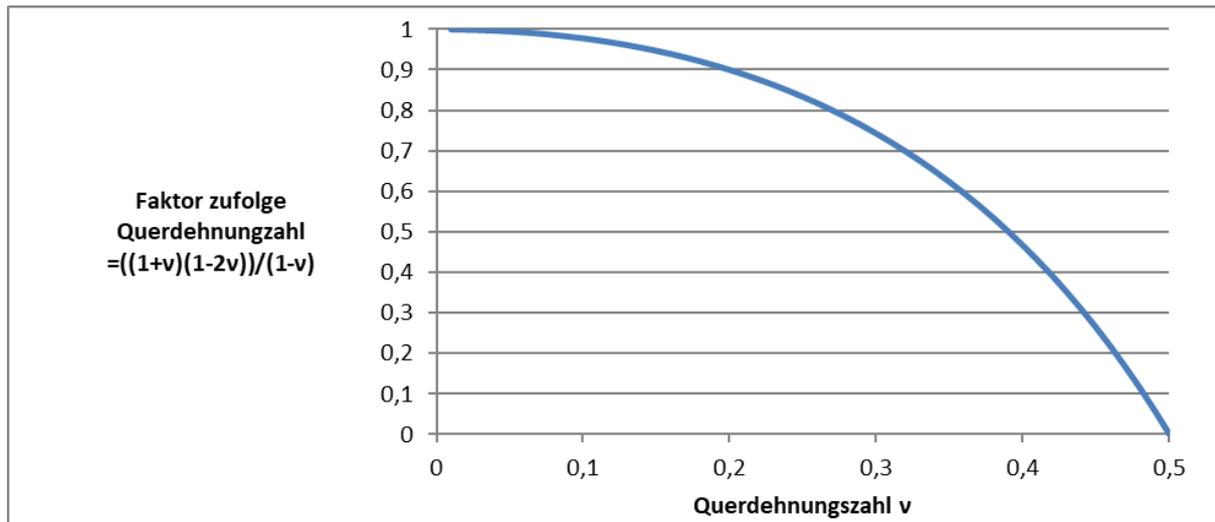
Abbildung 12: Ultraschall-Messeinheit

Kann die Querdehnungszahl als konstant angenommen werden, ergibt sich für den Elastizitätsmodul die Abhängigkeit von der Dichte ρ , dem Quadrat der Longitudinalwellengeschwindigkeit v und der Querdehnungszahl ν zu Formel (6).

$$E_d = \rho \cdot v^2 \cdot \frac{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)}{(1-\nu)} \quad \text{aus [3]} \quad (6)$$

Der Faktor zufolge Querdehnungszahl geht in die Berechnung quadratisch ein. In Diagramm 1 ist diese Abhängigkeit dargestellt.

Diagramm 1: Faktor zufolge Querdehnungszahl, quadratischer Verlauf



Es ist daraus leicht ersichtlich, dass geringe Änderungen der Querdehnungszahl zu gänzlich anderen Elastizitätsmodulen führen.

Zusammenfassend wird aus diesen Erläuterungen ersichtlich, dass das für abschätzende Messungen an Betonen gedachte Gerät nicht für die Messung an den keramischen Proben geeignet ist. Zum einen sind die Probekörper für die nicht einstellbare Wellenlänge deutlich zu dünn, zum anderen kann die Dicke, aus derer die Wellengeschwindigkeit berechnet wird, nicht eindeutig gemessen werden, wie an der gewellten Oberfläche der Gmundner Keramik leicht nachvollzogen werden kann. Außerdem führt die nicht plane Oberfläche der Keramiken zu Kontaktproblemen mit Pulsgeber und Pulsempfänger. Als letzter Punkt muss angeführt werden, dass nicht mit Sicherheit vorausgesagt werden kann, ob sich die Querdehnungszahl im Laufe einer eventuell eintretenden inneren Schädigung nicht ändern könnte. Daher würde für die zuverlässige Messung der elastischen Werkstoffkennwerte sowohl die Messung der transversalen, als auch jene der longitudinalen Wellengeschwindigkeit notwendig sein.

2.9 Wasseraufnahmeversuche

Versuche zur Wasseraufnahme dienen dazu, unter genormten Bedingungen festzustellen, wie viel Wasser ein Probekörper aufnimmt. Die Normung der Versuchsparameter dient dazu, verschiedene Proben miteinander sinnvoll vergleichen und die Versuche wiederholen zu können. Genormte Bedingungen sind unter anderem die Probenabmessungen, die Güte des Wassers, die Temperatur und zeitliche Abfolgen. In der Praxis werden für die verschiedenen Keramiken unterschiedliche bautechnische Normen verwendet, angeführt in Tabelle 5. Grundsätzlich ist die Vorgehensweise bei allen Normen ähnlich. Zuerst wird der zu untersuchende Probekörper, meist bei 105°C, bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Nach der anschließenden Messung des Gewichts wird der Probekörper mit Wasser in Kontakt gebracht. Dies kann durch teilweises oder komplettes Eintauchen in entmineralisiertes/destilliertes/entgastes/deionisiertes/kochendes Wasser oder Leitungswasser geschehen. Außerdem besteht die Möglichkeit, den Versuch unter Vakuum

in einem Exsikkator durchzuführen, um eine höhere Sättigung zu erreichen. Nach einem definierten Temperatur- und Zeitverlauf wird das an der Oberfläche anhaftende Wasser entfernt und die Masse der Probe erneut ermittelt. Durch das teilweise Eintauchen kann die kapillare Wasseraufnahme bzw. der Wasseraufnahmekoeffizient, durch komplettes Eintauchen die Wasseraufnahme generell bestimmt werden.

Tabelle 5: Bautechnische Normen zu Wasseraufnahmeversuchen

Bezeichnung	DIN EN ISO 15148 [10]	DIN EN 772-7 [5]	DIN EN 772-11 [6]	DIN EN 772-21 [7]	DIN EN ISO 10545-3 [8]	DIN EN 1217 [4]
Datum	Mär.13	Okt.98	Jun.04	Jul.11	Jun.18	Jän.98
Titel	Bestimmung des Wasseraufnahmekoeffizienten bei teilweisem Eintauchen	Prüfverfahren für Mauersteine Teil 7: Bestimmung der Wasseraufnahme von Mauerziegeln für Feuchtheislerschichten durch Lagerung in siedendem Wasser	Prüfverfahren für Mauersteine Teil 11: Bestimmung der kapillaren Wasseraufnahme von Mauersteinen aus Beton, Porenbetonsteinen, Betonwerksteinen und Natursteinen sowie der anfänglichen Wasseraufnahme von Mauerziegeln	Prüfverfahren für Mauersteine Teil 21: Bestimmung der Kaltwasseraufnahme von Mauerziegeln und Kalksandsteinen	Keramische Fliesen und Platten Teil 3: Bestimmung von Wasseraufnahme, offener Porosität, scheinbarer relativer Dichte und Rohdichte	Prüfverfahren für die Wasseraufnahme von keramischen Gegenständen
Anwendungsbereich	Beurteilung von Kapillarkräften, simuliert Beregnung	Wasseraufnahme von Mauerziegeln für Feuchtheislerschichten	Wasseraufnahmekoeffizienten zufolge Kapillarkräften	Bestimmung der Kaltwasseraufnahme von Mauerziegeln und Kalksandsteinen	Archimedisches Prinzip, Messung in eingetauchtem Zustand	Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln
Probekörper	Putze und Beschichtungen, eindimensionales Strömen, Aufsaugen von unten	Einzelziegel	repräsentative Fläche	Einzelziegel	genormte Größe	30 cm ²
teilweises - vollständiges Eintauchen	teilweises Eintauchen	vollständiges Eintauchen	teilweises Eintauchen	vollständiges Eintauchen	vollständiges Eintauchen	vollständiges Eintauchen
Temperatur	18°C bis 28°C	100°C, Raumtemperatur	Raumtemperatur	Raumtemperatur	Raumtemperatur	100°C
Temperaturgradient	+2°C	100°C, Raumtemperatur	Nein	Nein	Nein	Ja
Vakuum	Nein	Nein	Nein	Nein	Ja	Ja
Wasser Qualität	Leitungswasser	Leitungswasser	Leitungswasser	Leitungswasser	Entmineralisiertes oder destilliertes Wasser	destilliertes oder entgastes deionisiertes Wasser
Dauer	24h, Messung des Gewichts nach 1,2,4,8,24h	5h in siedendem Wasser + 16h Abkühlen	Variabel	24h	30min Vakuum + 25min unter Wasser	2h kochen + 24h Abkühlen

Wie bei den Frost/Tau-Versuchen wurde in dieser Arbeit auch bei den Wasseraufnahmeversuchen empirisch vorgegangen, und verschiedene Versuchsdurchführungen erprobt.

2.10 Arduino

Unter Arduino versteht man sowohl Software- als auch Hardwarekomponenten. Der Fokus liegt auf Quelloffenheit und der Möglichkeit, einfache Programme für Mikrocontroller mit seriellen und analogen Ein- und Ausgängen zu entwickeln. Über die Schnittstellen lassen sich externe Komponenten anschließen und steuern, welche komplexere Aufgaben übernehmen können. Ziel dabei ist es, Steuerungen zu konstruieren, zu bauen und zu programmieren, die sowohl digitale als auch physikalische Aufgaben übernehmen können. Somit ist das System ideal dafür geeignet, mit wenig Aufwand automatisierte Prozesse durch einen Mikrocontroller steuern und ausführen zu lassen. Das Anwendungsspektrum ist denkbar unbegrenzt. Die Programmiersprache ist eine Abwandlung von „C++“, und wurde auf Bedienfreundlichkeit optimiert. Für die bereits erwähnte Projektarbeit wurde solch eine automatisierte Steuerung gebaut. Der Bauplan bzw. Schaltplan dieser befindet sich im Anhang /E/. Die wichtigsten Komponenten sollen hier kurz beschrieben werden:

- **Arduino Mega 2560, ATmega 2560**
Dieses Board ist der wichtigste Teil der Steuerung. Auf ihm befindet sich der Mikrocontroller und sämtliche Ein- und Ausgänge
- **LCD-Anzeigemodul 16X2**
Diese LCD-Anzeige, mit der Anzeigefähigkeit von 16x2 Symbolen, dient der im Betrieb notwendigen Ausgabe von Informationen. Es werden sowohl Eingabedaten als auch versuchs-technische Kennwerte angezeigt.
- **Drehwinkelgeber**
Dieses Eingabeobjekt lässt sich drehen und drücken. Es dient der Definition von Versuchsparametern und der Bedienung der Steuerung während des laufenden Versuchs.
- **LED-Leuchte**
Die in verschiedenen Farben programmierbare LED-Leuchte wird benötigt, um etwaige Störungen bzw. den korrekten Betrieb der Steuerung anzuzeigen.
- **Wippschalter**
Um die Pumpen bei Bedarf manuell bedienen zu können, wird parallel zur automatisierten Steuerung ein Wippschalter eingebaut. Somit können die Pumpen unabhängig von der Steuerung verwendet werden.
- **Breakout-Board für MicroSD-Karten**
Diese externe Komponente kann die Verbindung des Arduino-Boards mit einer Micro-SD Karte herstellen. Sie wird benötigt, um die Daten, die während des Versuchs gemessen und aufgezeichnet werden, auslesen zu können.
- **Relais**
Mit den Relais können die Pumpen von der Steuerung ein- und ausgeschaltet werden.

- Real Time Clock

Das Arduinoboard verfügt grundsätzlich „onboard“ über eine Zeitmessung, jedoch bietet diese nicht die für den Versuch notwendige Genauigkeit. Deswegen wird die Zeitmessung auf dieses externe Modul ausgelagert.

2.11 Verwendete Geräte

Anschließend sollen die wichtigsten für diese Arbeit verwendeten Geräte aufgelistet werden.

- Arduino Steuerung

Die Beschreibung ist in Abschnitt 2.10 angeführt.

- Zahnradpumpen

Diese dienen zur Förderung von Wasser. Die Besonderheit an diesem Bautyp von Pumpe ist, dass er sowohl kompressible als auch inkompressible Medien fördern kann. Im Gegensatz zu einer herkömmlichen Kreisell- oder Zentrifugalpumpe sind solche Pumpen selbstansaugend. Sie können daher durch einen leeren Schlauch Wasser über eine gewisse Höhe (=Saughöhe) ansaugen. Dargestellt sind die Pumpen in Abbildung 18.

- Wechselklimaschrank der Firma BINDER vom Bautyp MK (Wechselklimaschrank mit Programmregelung)

Dieser programmierbare Wechselklimaschrank dient dazu, bestimmte Temperaturverläufe im Inneren zu erzeugen. Durch die Programmierbarkeit eignet er sich hervorragend, Frost/Tau-Wechsel zu simulieren. Es können sowohl stufige als auch kontinuierliche Temperaturverläufe eingegeben werden. Ein Nachteil an dem für diese Arbeit zur Verfügung stehenden Schrank ist das Fehlen einer Rückkopplung. Dies bedeutet, der Schrank misst nur die Lufttemperatur im Inneren, nicht jedoch die Temperatur der Probe. Durch die thermische Trägheit dieser kann sich der Temperaturverlauf in der Probe stark von jenem, der im Klimaschrank programmiert wurde, unterscheiden. Es müssen demnach Eichdurchgänge durchgeführt werden, um den Temperaturverlauf der Probe zu messen und gegebenenfalls nachjustieren zu können. Eine Rückkopplung des Systems würde bewirken, dass der Schrank unabhängig von der Lufttemperatur in seinem Inneren, sondern von der Temperatur der Probe, welche mit einem digitalen Thermometer versehen werden müsste, heizt oder kühlt.

- Quecksilberporosimeter P.A.S.C.A.L. 140/440 der Firma Thermo Fisher Scientific Inc.

Die Abkürzung „P.A.S.C.A.L.“ steht für „Pressurization with Automatic Speed-up Continuous Adjustment Logic“. Für die große durchlaufende Druckbandbreite müssen hier zwei Messeinheiten verwendet werden, deren Ergebnisse im Nachhinein mittels Software kombiniert werden. Zum einen kommt das Niederdruckporosimeter P.A.S.C.A.L. 140 zum Einsatz. Dieses kann Drücke von 0.1 kPa bis 400 kPa erzeugen, und somit die Porengrößenverteilung im Bereich von 116 μm bis 3.8 μm abdecken. Zum anderen kommt das Hochdruckporosimeter P.A.S.C.A.L. 440 zum Einsatz, welches den Bereich 100 kPa von bis 400 MPa und somit den

Porenbereich von 15 μm bis 3.6 nm abdeckt. Im überlappenden Druckbereich von 0.1 MPa bis 0.4 MPa (entspricht ca. dem Porenbereich von 15 μm bis 3.8 μm) wird wegen der höheren Genauigkeiten den Ergebnissen des Niederdruckporosimeters Vorrang gegeben [2].

- Trockenschrank UF260 der Firma MEMMERT

Dieser wird verwendet, um sowohl innerhalb des Frost/Tau-Versuches als auch der Wasseraufnahmeversuche die Proben auf Massenkonzanz zu trocknen. Es können unter anderem die Temperatur und die Belüftung eingestellt werden.

- Waage der Firma KERN, PCB

Die Messgenauigkeit dieser Waage von 0.01 g reicht bei weitem für die Durchführung der Versuche aus. Durch die Messung an einem Eichkörper konnte diese Genauigkeit laufend positiv kontrolliert werden.

- Digitalmikroskop VHX-6000 der Firma Keyence

Mit diesem digitalen Mikroskop wurden Aufnahmen der Proben gemacht, angefügt in Anhang /A02/.

3 Empirische Methoden

3.1 Proben

Für die Versuche wurden ausgewählte Probekörper aus Keramik verwendet. Diese sind in Tabelle 6 angeführt. Die Abbildungen der Proben sowie mikroskopische Aufnahmen der Strukturen finden sich im Anhang /A01/ und /A02/. Dabei kann die glasartige Struktur jener Proben beobachtet werden, die über der Sintergrenze gebrannt worden sind. Sie weisen geringere Wasseraufnahmen auf. Die Proben wurden je nach Anforderungen der Frost/Tau-Versuche, der Wasseraufnahmeversuche und der Porosimeteruntersuchung zerschnitten bzw. gebrochen.

Tabelle 6: Proben

Proben Nr.	Bezeichnung	Bezeichnung nach Korngröße	Bezeichnung nach Brenntemperatur	Aufbau	Dicke für Frost/Tau Versuch [cm]	Anmerkung
01a	Hochlochziegel	Grobkeramik	Irdengut	homogen	1,9	
01b	Hochlochziegel geschnitten	Grobkeramik	Irdengut	homogen	1,9	entspricht Material 01a
02	Fliese weiß	Feinkeramik	Sinterzeug	einseitig glasiert	0,6	
03	alter Ziegel "HZ"	Grobkeramik	Irdengut	homogen	3,5	
04	Vollziegel	Grobkeramik	Irdengut	porosiert	2,8	
05	Gmundner Keramik	Feinkeramik	Sinterzeug	homogen/glasiert	0,6	
06	Fliese braun	Feinkeramik	Sinterzeug	einseitig glasiert	0,65	
07	Klinker	Grobkeramik	Sinterzeug	homogen	3,2	
08	Schamottrohr	Grobkeramik	Sinterzeug	homogen	1,4	
09	Sandbeton				2,7	keine Keramik
10	Blumentopf	Grobkeramik	Irdengut	mehrschichtig	0,5	
11	Terrakotta	Feinkeramik	Sinterzeug	homogen	0,9	
12	Gmundner Keramik 02	Feinkeramik	Sinterzeug	homogen/glasiert	0,6	entspricht Material 05
13	Dachziegel	Grobkeramik	Sinterzeug	einseitig engobiert	1	
14	Vollziegel	Grobkeramik	Irdengut	porosiert	2,8	entspricht Material 04
15	Vollziegel	Grobkeramik	Irdengut	porosiert	2,8	entspricht Material 04
16	Hochlochziegel dünn	Grobkeramik	Irdengut	homogen	1	

Zu den Probekörpern sind noch folgende Punkte anzumerken.

- Probe 01, Hochlochziegel

Diese Probe stellt einen Hochlochziegel dar. Im Laufe der Frost/Tau-Versuche wurde er aufgrund der Größe zerschnitten. Bei solchen geteilten Probekörpern ist stets die Möglichkeit zu beachten, dass der Massenverlust nach den ersten Frost/Tau-Beanspruchungen auf lockere anhaftende Teilchen entlang der Schnittflächen zurückzuführen werden könnte, die sich erst verspätet lösen. Somit sollte die Beurteilung der Frost/Tau-Sicherheit erst auf Massenveränderungen von späteren Zyklusdurchläufen beruhen.

- Probe 03, alter Ziegel

Bei dieser Probe handelt es sich um einen historischen Ziegel mit der Aufschrift "HZ". Die Probe könnte aus der Gemeinde Zistersdorf nördlich von Wien stammen, wobei die Aufschrift "HZ" dem Produzenten "Herrschaft Zistersdorf" zuzuordnen wäre. Eine genau zeitliche Nennung des Brennjahres erweist sich leider als äußerst schwierig [17]. Die Probe stammt jedenfalls aus dem bewitterten Außenbereich. Sie ist, im Gegensatz zu den modernen

Ziegeln, durch viele makroskopische Gefügestörungen wie Risse und Einschlüsse charakterisiert.

- Probe 04, 14 und 15, Normalformat Ziegel

Hierbei handelt es sich um einen standardmäßigen Normalformatziegel. Die einzelnen Probekörper bestehen aus demselben Grundmaterial. Bei Probe 14 und 15 soll die Schädigung bei dauerhafter Lagerung bzw. Einfrierung im Wasser untersucht werden. Der Probekörper 14 befindet sich vollständig, Probekörper 15 teilweise unter Wasser (Abbildung 13). Nähere Beschreibungen finden sich in Abschnitt 3.3.1.

- Probe 05 und 12, Gmundner Keramik

Diese Keramikproben stellen jene dar, die bereits in Abschnitt 1.1.1 beschrieben wurden. Die große Tontasche wurde aus Platzgründen für die Frost/Tau-Versuche zerschnitten. Probe 12 wurde, analog zu Probe 15, während der Frost/Tau-Durchläufe dauerhaft im Wasser belassen, wobei der Probekörper teilweise untergetaucht war.

- Probe 09, Sandbeton

Diese Probe ist kein keramisches Gut, sollte jedoch trotzdem auf Frostbeständigkeit untersucht werden. Es handelt sich dabei um einen Werkstoff, der aus Wüstensand und Bindemittel besteht. Die Probe soll zeigen, dass die Untersuchung mittels Frost/Tau-Simulation universell auf verschiedene Materialien angewendet werden kann, ohne hierfür weitere Materialdaten zu besitzen. Das Versagen der Probe unterscheidet sich deutlich von jenen der Keramiken, siehe dazu Abschnitt 3.3.



Abbildung 13: Anordnung der Proben 12, 14 und 15

3.2 Weiterentwicklung der Pumpensteuerung

Im Rahmen der vorangegangenen Projektarbeit wurde bereits ein vorläufiger Programmcode erstellt. Zum einen war dieser jedoch entsprechend seines frühen Entwicklungsstadiums unzuverlässig, zum anderen kristallisierten sich während der laufenden Versuchszyklen weitere

Anforderungen an die Steuerung heraus. Eine grobe Übersicht über die Entwicklung und die Versionen des Codes ist in Tabelle 7 ersichtlich.

Tabelle 7: Versionen des Codes

V1.0		28.10.2021	Prototyp der Projektarbeit
	V1.01	30.10.2021	Erstellung der Basisroutinen
	V1.02	06.11.2021	Einbindung Drehencoder
	V1.03	06.11.2021	Einbindung Drehencodermenue
	V1.04	06.11.2021	Einbindung LED
	V1.05	06.11.2021	Einbindung Zeitmodul
	V1.06	06.11.2021	Einbindung SD-Modul
	V1.10	08.11.2021	Einbindung erster Funktionen
	V1.11	12.11.2021	Startroutine
	V1.20	13.11.2021	Ansprechung KTY-Sensoren
	V1.30	04.12.2021	Ansprechung der Pumpen
	V1.40	05.12.2021	SD-Bug Behebung
	V1.50	13.12.2021	Implementierung Eingabepfung
V2.0		27.12.2021	Beginn der Diplomarbeit
	V2.1	27.12.2021	Statusanzeige und Logik für Temperatursensorkontrolle
	V2.2A	28.12.2021	Dokumentation von Temperatursensorfehler auf das Ausgabefile
	V2.2B	28.12.2021	Erkennung der Simulationshardware
	V2.2C	28.12.2021	Übersicht der Hauptschleife und Funktionserstellung
	V2.3	29.12.2021	Auslagerung von Funktionen aus den Hauptschleifen
	V2.4	03.01.2022	Temperatursensorenüberprüfung
	V2.5	04.01.2022	Herstellung der Temperaturmessfunktion nach einer Fehlermeldung
	V2.6	06.01.2022	Herstellung der Temperaturmessfunktion nach einer Fehlermeldung im StandBy Modus
	V2.7	07.01.2022	Fehlerfindung der Temperaturmessung
	V2.8	10.01.2022	Fehlerfindung der Temperaturmessung
V3.0		24.01.2022	Fehlermanagement der Hardware (Blockade der Zahnrادpumpe nach längerer Stillstehzeit)
V4.0		21.02.2022	Anpassung des Pumpvorganges
V5.0		22.02.2022	Anpassung an den gewünschten Versuchsablauf
	V5.1A	22.02.2022	Entleerung vor dem Versuchsstart
	V5.1B	23.02.2022	Zeitanpassung der ersten Entleerung vor dem Versuchsstart
	V5.2	26.02.2022	Eingabemöglichkeit für maximal durchzuführende Zyklen
	V5.3	26.02.2022	LCD Anpassung (Anzeige beider gemessener Temperaturen)
	V5.4	28.02.2022	Fehleranpassung im Ausgabefile
	V5.5	03.03.2022	Aufwertung der Menues
V6.0		22.04.2022	Anpassung der Ausgabefiles
	V6.03	21.05.2022	Restlaufzeit in der Anzeige

Folgende Entwicklungsschritte sollen noch herausgegriffen und näher beschrieben werden:

- Erstellung einer zweiten Steuerung (ab hier „Prototyp“ genannt)

Während der Bearbeitung der Diplomarbeit war es aus zeitlichen Gründen von Interesse, bereits vor dem fertig entwickelten Code mit der Steuerung der Frost/Tau-Versuche beginnen zu können. Somit musste die originale Steuerung im Laborgebäude installiert und in Betrieb genommen werden, bevor die Code-Entwicklung abgeschlossen war. Daher wurde eine zweite, vereinfachte Steuerung (= "Prototyp") gebaut, um den Code außerhalb des Labors testen zu können. Dieser Prototyp ist in Abbildung 14 zu sehen. Sinn ist es, den Code möglichst ohne Einschränkungen durchlaufen lassen zu können. Aus diesem Grund besitzt der Prototyp die meisten Funktionen der sich in Betrieb befindlichen Steuerung. Unterschiede liegen im Fehlen der Pumpen, deren Schaltrelais und der Temperatursensoren. Die Pumpen bzw.

deren Relais werden beim Prototyp durch LED-Lichter simuliert. Der Code musste adaptiert werden, um die vollwertige Pumpensteuerung vom Prototyp unterscheiden zu können. Dadurch konnten auftretende Konflikte vermieden werden. Dies wurde bewerkstelligt, indem bei der realen Steuerung der PIN A3 mit GND, und beim Prototyp mit 3.3V verbunden wurde, dargestellt im Schaltplan (Anhang /E/). Somit kann der Code mit einer Messung der Spannung an A3 feststellen, um welche Variante der Hardware es sich handelt. Der Code konnte daher an beliebigen Orten weiterentwickelt und am Prototyp getestet werden, während die Frost/Tau-Versuche von der originalen Pumpensteuerung durchgeführt wurden. Die Updates wurden zwischen den Makrozyklen aktualisiert, in denen die Pumpensteuerung nicht benötigt wurde.

- Eingabedaten

Die für die Versuche notwendigen Parameter müssen am Anfang jedes Versuches über den Drehgeber eingegeben werden. Dazu gehören das aktuelle Datum und Uhrzeit, die zyklus-spezifischen Zeiten (siehe dazu Anhang /D01/), die Zeitabstände zwischen den Temperatur-aufzeichnungen, die verwendete Wassermenge in Liter und die abzuarbeitende Anzahl an Zyklen. Ursprünglich sollten diese Werte in einer Textdatei (.txt) im Vorhinein definiert und über die SD-Karte eingelesen werden, jedoch stellte sich die direkte Eingabe an der Steuerung als deutlich effizienter heraus.

- Ausgabedaten

Um die Versuche nachvollziehbar dokumentieren zu können, werden je Versuch zwei Text-dateien erstellt. Zum einen werden alle Eingabewerte und die fortlaufende Tätigkeit der Steuerung aufgezeichnet (beispielhaft in Abbildung 15 dargestellt), zum anderen werden die gemessenen Temperaturen dokumentiert (Abbildung 16). Die Informationen sind hierbei mit Leerzeichen getrennt und können mit einem Tabellenkalkulationsprogramm, beispielsweise Microsoft Excel, in eine weiter verwertbare Tabellenform gebracht werden (Abbildung 17). Wird der Versuch regulär beendet, also entweder manuell oder durch Erreichen des ein-gestellten Zyklusmaximums, werden die SD-Dateien mit dem Kürzel „EOF“ (= “End Of File“) abgeschlossen. Somit kann im Nachhinein überprüft werden, ob der Versuch ordnungs-gemäß beendet wurde, oder ob es zu einer Störung, z. B. durch einen Stromausfall, gekommen ist.

- Ausfallsicherheit und Zuverlässigkeit

Vor allem das SD-Kartenmodul führte in der Entwicklung zu Problemen. Als Grund hierfür werden Kontaktprobleme zwischen SD-Karte und Lesegerät vermutet. Es musste deshalb da-für gesorgt werden, dass der Ausfall dieser Einheit zu keinem Versagen des Codes führt. Da-für wird in regelmäßigen Abständen von der Steuerung überprüft, ob ein Kontakt zur SD-Einheit bzw. zu den Protokolldateien besteht. Wird dieser Kontakt unterbrochen, kommt es zum einen zu einer Speicherung einer Fehlermeldung, zum anderen werden sämtliche Lese-

und Schreibvorgänge mit der SD-Karte ausgesetzt und eine Alarmmeldung via LED-Leuchte abgesetzt. Fällt eine zukünftige Prüfung der SD-Karteneinheit positiv aus, wird die Fehlermeldung auf das Ausgabefile gespeichert. Die Aufzeichnungstätigkeit wird ab einem positiv bewerteten Test wieder normal weiterbetrieben. Sollte beim Aktivieren des Versuches die SD-Funktion beeinträchtigt sein, werden die SD-Files bei der nächsten positiven Überprüfung erstellt und gespeichert.

- Sicherheit gegenüber Eingabefehlern

Um Logikfehler in den Versuchsparametern, speziell jenen der spezifischen Zeiten (siehe Anhang /D01/), zu vermeiden, werden nach erfolgter Eingabe Logiküberprüfungen durchgeführt. Sollten diese negativ ausfallen, wird dies sofort angezeigt, und der Versuch muss neu gestartet werden.

- Temperaturfehler

Da die Temperatursensoren eigentlich nicht für den Betrieb im Wasser gedacht sind, muss jederzeit damit gerechnet werden, dass sie den Dienst versagen. Daher müssen die gemessenen Temperaturen überprüft werden. Wird hier ein unmöglicher Wert festgestellt, oder fallen Sensoren aus, wird dies zum einen protokolliert, und zum anderen eine Meldung mittels LED-Leuchte aufgezeigt. Da jedoch die Möglichkeit in Betracht gezogen werden muss, dass es sich nur um einen Kontaktfehler handelt, besteht auch hier die Möglichkeit, dass mit einer positiven Beurteilung der Temperaturmessfähigkeit die Durchführung und Aufzeichnung wieder von statten geht.

- Mehrfaches Starten der Pumpen

Nachdem es bei vollkommenem Austrocknen der Zahnräder in den Pumpen zu Ausfällen kam, wurden mehrere sich wiederholende Startvorgänge der Pumpen im Code programmiert. Das Problem konnte damit behoben werden. In Abbildung 18 sind die installierten Pumpen zu sehen.

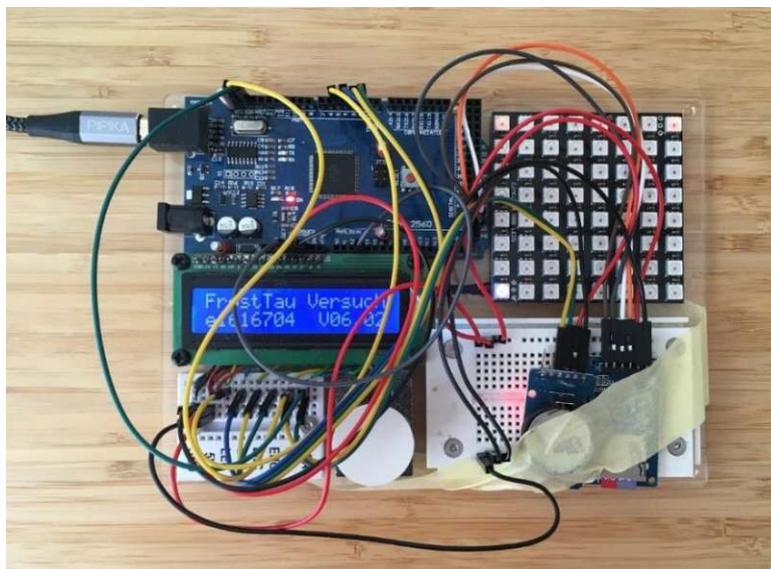


Abbildung 14: Prototyp

```

-----FROST/TAU VERSUCH-----
-----
Startzeit:          220223  14:53:00
t01:               220224  04:00:00
t1:                00  16:15:00
t2:                00  23:45:00
t3:                01  00:00:00
deltatSD:          10:00
max.Pumpzeit:      06
max.Zyklen:        05
-----
-----Aufzeichnung der Taetigkeit-----
-----
220223 14:53:39 StandBy
220224 03:45:01 t2n    (=Leeren-Start)
220224 03:51:01 t2npump (=Leeren-Ende)
-----
Zyklusstart                      Nr: 01
220224 04:00:00 t0n    (=Zyklus-Start)
220224 20:15:01 t1n    (=Fluten-Start)
220224 20:21:01 t1npump (=Fluten-Ende)
220225 03:45:01 t2n    (=Leeren-Start)
220225 03:51:01 t2npump (=Leeren-Ende)
-----
Zyklusstart                      Nr: 02
220225 04:00:00 t0n    (=Zyklus-Start)
220225 20:15:01 t1n    (=Fluten-Start)
220225 20:21:01 t1npump (=Fluten-Ende)
220226 03:45:01 t2n    (=Leeren-Start)
220226 03:51:01 t2npump (=Leeren-Ende)
-----
Zyklusstart                      Nr: 03
220226 04:00:00 t0n    (=Zyklus-Start)
220226 20:15:01 t1n    (=Fluten-Start)
220226 20:21:01 t1npump (=Fluten-Ende)
220227 03:45:01 t2n    (=Leeren-Start)
220227 03:51:01 t2npump (=Leeren-Ende)
-----
Zyklusstart                      Nr: 04
220227 04:00:00 t0n    (=Zyklus-Start)
220227 20:15:01 t1n    (=Fluten-Start)
220227 20:21:01 t1npump (=Fluten-Ende)
220228 03:45:01 t2n    (=Leeren-Start)
220228 03:51:01 t2npump (=Leeren-Ende)
-----
Zyklusstart                      Nr: 05
220228 04:00:00 t0n    (=Zyklus-Start)
220228 20:15:01 t1n    (=Fluten-Start)
220228 20:21:01 t1npump (=Fluten-Ende)
220301 03:45:01 t2n    (=Leeren-Start)
220301 03:51:01 t2npump (=Leeren-Ende)
-----
-----Zykluslimit erreicht-----
-----
-----Versuch Ende-----
-----
Gesamtlaufzeit Versuch in s:      479182
Anzahl abgeschlossene Zyklen:      05
Anzahl SD Karten Error:            0000
Anzahl Temperatur Error:           0262
-----
EOF

```

Abbildung 15: Ausgabedatei A, Dokumentation des Versuches

Aufzeichnungsnummer	Unix	Jahr	Monat	Tag	Stunde	Minute	Sekunde	Zyklusnummer	Zyklusstatus	TempProbe1	TempProbe2	TempProbegemittelt	TempKlimaschrank
1	1645675201	22	02	24	04	00	27	01	Frosten	19,7	19,6	19,6	20,0
2	1645675801	22	02	24	04	10	14	01	Frosten	19,6	19,5	19,6	20,1
3	1645676401	22	02	24	04	20	14	01	Frosten	19,6	19,2	19,3	17,8
4	1645677001	22	02	24	04	30	14	01	Frosten	19,3	18,8	19,0	14,9
5	1645677601	22	02	24	04	40	14	01	Frosten	18,8	17,9	18,3	11,9
6	1645678201	22	02	24	04	50	14	01	Frosten	17,9	17,0	17,5	9,0
7	1645678801	22	02	24	05	00	14	01	Frosten	16,8	15,6	16,3	6,0
8	1645679401	22	02	24	05	10	14	01	Frosten	15,6	13,9	14,8	3,0
9	1645680001	22	02	24	05	20	14	01	Frosten	14,1	12,2	13,1	0,1
10	1645680601	22	02	24	05	30	14	01	Frosten	12,4	10,2	11,4	-2,7
11	1645681201	22	02	24	05	40	14	01	Frosten	10,6	8,3	9,5	-4,3
12	1645681801	22	02	24	05	50	14	01	Frosten	8,9	6,7	7,8	-4,4
13	1645682401	22	02	24	06	00	14	01	Frosten	7,4	5,3	6,3	-4,3
14	1645683001	22	02	24	06	10	14	01	Frosten	6,0	4,2	5,0	-2,1
15	1645683601	22	02	24	06	20	14	01	Frosten	4,9	3,5	4,2	-1,5
16	1645684201	22	02	24	06	30	14	01	Frosten	4,0	2,7	3,4	-1,5
17	1645684801	22	02	24	06	40	14	01	Frosten	3,2	2,2	2,7	-1,5
18	1645685401	22	02	24	06	50	14	01	Frosten	2,7	1,9	2,2	-1,5
19	1645686001	22	02	24	07	00	14	01	Frosten	2,2	1,5	1,9	-1,5
20	1645686601	22	02	24	07	10	14	01	Frosten	1,8	1,2	1,5	-1,5
21	1645687201	22	02	24	07	20	14	01	Frosten	1,5	0,9	1,2	-1,5
22	1645687801	22	02	24	07	30	14	01	Frosten	1,2	0,7	0,9	-1,5
23	1645688401	22	02	24	07	40	14	01	Frosten	0,9	0,5	0,7	-1,5
24	1645689001	22	02	24	07	50	14	01	Frosten	0,7	0,3	0,5	-1,5

Abbildung 16: Ausgabedatei B, Temperaturaufzeichnungen im Rohformat

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
	Aufzeichnungsnummer	Unix	Jahr	Monat	Tag	Stunde	Minute	Sekunde	Zyklusnummer	Zyklusstatus	TempProbe1	TempProbe2	TempProbegemittelt	TempKlimaschrank
2	1	1645675201	22	2	24	4	0	27	1	Frosten	19,7	19,6	19,6	20
3	2	1645675801	22	2	24	4	10	14	1	Frosten	19,6	19,5	19,6	20,1
4	3	1645676401	22	2	24	4	20	14	1	Frosten	19,6	19,2	19,3	17,8
5	4	1645677001	22	2	24	4	30	14	1	Frosten	19,3	18,8	19	14,9
6	5	1645677601	22	2	24	4	40	14	1	Frosten	18,8	17,9	18,3	11,9
7	6	1645678201	22	2	24	4	50	14	1	Frosten	17,9	17	17,5	9
8	7	1645678801	22	2	24	5	0	14	1	Frosten	16,8	15,6	16,3	6
9	8	1645679401	22	2	24	5	10	14	1	Frosten	15,6	13,9	14,8	3
10	9	1645680001	22	2	24	5	20	14	1	Frosten	14,1	12,2	13,1	0,1
11	10	1645680601	22	2	24	5	30	14	1	Frosten	12,4	10,2	11,4	-2,7
12	11	1645681201	22	2	24	5	40	14	1	Frosten	10,6	8,3	9,5	-4,3
13	12	1645681801	22	2	24	5	50	14	1	Frosten	8,9	6,7	7,8	-4,4
14	13	1645682401	22	2	24	6	0	14	1	Frosten	7,4	5,3	6,3	-4,3
15	14	1645683001	22	2	24	6	10	14	1	Frosten	6	4,2	5	-2,1
16	15	1645683601	22	2	24	6	20	14	1	Frosten	4,9	3,5	4,2	-1,5
17	16	1645684201	22	2	24	6	30	14	1	Frosten	4	2,7	3,4	-1,5
18	17	1645684801	22	2	24	6	40	14	1	Frosten	3,2	2,2	2,7	-1,5
19	18	1645685401	22	2	24	6	50	14	1	Frosten	2,7	1,9	2,2	-1,5
20	19	1645686001	22	2	24	7	0	14	1	Frosten	2,2	1,5	1,9	-1,5
21	20	1645686601	22	2	24	7	10	14	1	Frosten	1,8	1,2	1,5	-1,5
22	21	1645687201	22	2	24	7	20	14	1	Frosten	1,5	0,9	1,2	-1,5
23	22	1645687801	22	2	24	7	30	14	1	Frosten	1,2	0,7	0,9	-1,5
24	23	1645688401	22	2	24	7	40	14	1	Frosten	0,9	0,5	0,7	-1,5
25	24	1645689001	22	2	24	7	50	14	1	Frosten	0,7	0,3	0,5	-1,5

Abbildung 17: Ausgabedatei B, Temperaturaufzeichnungen in Tabellenformat aufbereitet



Abbildung 18: Zahnradpumpen außerhalb des Klimaschranks

3.3 Frost/Tau-Versuche

Nachfolgend sollen die durchgeführten Frost/Tau-Versuche beschrieben werden. Sowohl die aus der Versuchsdurchführung erhaltenen Erkenntnisse über den Versuch selbst, als auch die Ergebnisse für die keramischen Probekörper, werden diskutiert.

3.3.1 Versuchsdurchführung

Für den Versuch wurden Mikrozyklen und Makrozyklen definiert. Ein Mikrozyklus legt dabei den zeitlichen Temperaturverlauf und die durch die Steuerung durchgeführten Tätigkeiten an den Probekörpern in einem Frost/Tau-Zyklus fest. Ein solcher Frost/Tau-Zyklus besteht aus der Befrostung, dem Fluten und dem damit verbundenen Auftauen und einer Sättigungsphase der Probe. Die erprobten Verläufe der Mikrozyklen sind im Anhang /D01/, /D02/, /D03/ und /D04/ angeführt.

Ein Makrozyklus beinhaltet eine gewisse Anzahl an Mikrozyklen und die anschließende dokumentarische Aufnahme der Schädigungsprozesse. Diese besteht aus dem Waschen und Abbürsten der Probe und dem anschließenden Trocknen bei 105°C bis zur Massenkonstanz. Danach werden die Probekörper optisch untersucht und gewogen. Die Dokumentation findet in den im Anhang /F/ beigelegten Protokollen statt. Abschließend werden die Proben wieder mit Abstandhalter in den Probekörperbehälter im Klimaschrank eingebaut, siehe Abbildung 19. Der nächste Makrozyklus kann daraufhin beginnen.



Abbildung 19: Probekörper mit Abstandhalter im eingebauten Zustand

Die Menge des verwendeten Wassers im Versuch muss so abgestimmt werden, dass die Probekörper samt Abstandhalter ausreichend überdeckt werden können. Ein geschlossener Probebehälter verhindert innerhalb der Zyklen Temperaturspitzen beim Abkühlen bzw. Auftauen und somit ungewollte mechanische Beanspruchungen. Neue Proben werden vor deren ersten Makrozyklen gemeinsam mit den anderen gebürstet, gewaschen, getrocknet und gewogen. Diese

Messung stellt die Ausgangslage für die Dokumentation der neu eingefügten Probe dar. Die Beschreibung der durchgeführten Makrozyklen befindet sich im Anhang /G01/ und /G02/, eine Skizze des Versuchsaufbaus im Anhang /B/. In Abbildung 20 kann der im Labor installierte Versuchsaufbau nachvollzogen werden. Außerhalb des Klimaschranks sieht man die Pumpensteuerung, die Pumpen samt Schläuchen und Kabeln und den Wasserbehälter. Im Inneren des Klimaschranks befindet sich der Probenkörperbehälter.

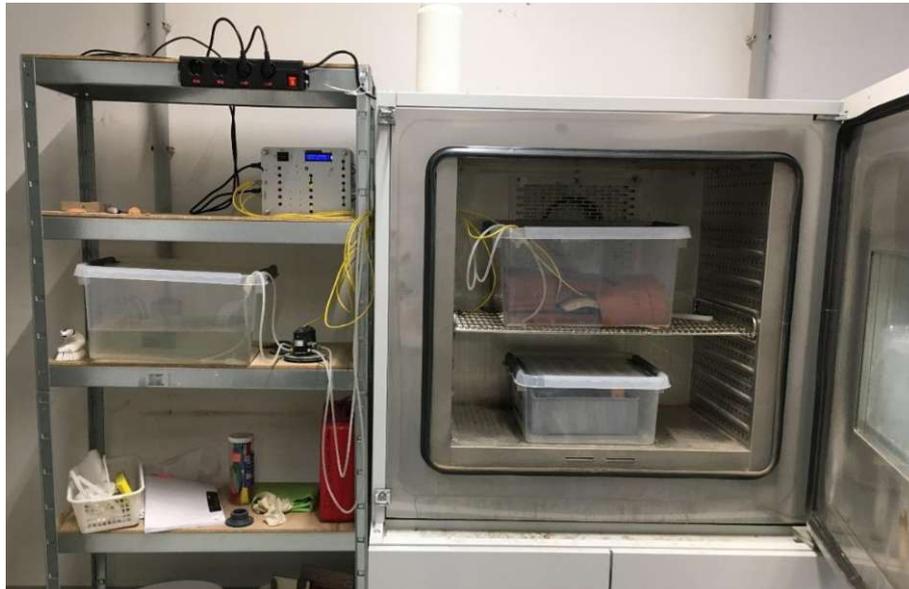


Abbildung 20: Versuchsaufbau im Labor

Die Mikrozyklen laufen vollautomatisch ab. Sie werden mit Hilfe der Pumpensteuerung und des Klimaschranks durchgeführt. Für die Makrozyklen wurde außerdem eine Aufgabenliste erstellt, welche die notwendigen Manipulationen an den Probekörpern am Ende jedes Makrozyklus anführt (Anhang /H/).

Im Laufe der Versuche wurden, wie bereits erwähnt, verschiedene Mikrozyklen erprobt. Kürzere Mikrozyklen haben den Vorteil, in gleicher Zeit mehr Frost/Tau-Abläufe simulieren zu können. Es wird jedoch aufgrund der wechselnden thermischen Trägheit (durch die variierende Anzahl der Probekörper im Versuch) sehr schwierig, den geplanten Temperaturverlauf einzuhalten. Länger dauernde Mikrozyklen haben zum einen den Vorteil, einen gewünschten Temperaturverlauf leichter einhalten zu können. Zum anderen führt eine längere Warmperiode (in denen sich die Proben aufgetaut unter Wasser befinden) zu höheren Sättigungen. Der Makrozyklus hatte zu Versuchsbeginn eine Dauer von 7 Tagen. Es besteht jedoch die Gefahr, dass durch oftmaliges Hantieren mit den Probekörpern, z. B. durch häufiges Abbürsten, mechanisch Material abgetragen wird. Daher erfolgte nach einiger Zeit der Umstieg auf einen 14 Tage andauernden Makrozyklus. In diesen 14 Tagen können 12 Tage für die Mikrozyklen verwendet werden, dargestellt im Anhang /G02/.

Erkenntnisse über die Versuchsdurchführung sind in folgender Aufzählung angeführt. Aufgrund fehlender Erfahrungen mussten diese erst durch empirische Versuche gewonnen werden.

- Latente Wärme

Durch die nicht rückgekoppelte Steuerung der Temperatur musste der zeitliche Verlauf geeicht werden. Es stellte sich dabei als sehr schwierig heraus, einen linearen Verlauf der Temperatur der Probe zu generieren. Erst nach mehrmaligem Nachjustieren und den trotzdem nicht zufriedenstellenden Temperaturverläufen konnte die Ursache der Abweichung als das Phänomen der sogenannten latenten Wärme identifiziert werden. Beim Wechsel des Aggregatzustandes wird vom Wasser Energie verbraucht bzw. freigesetzt. Dies bedeutet, dass die Temperatur im Phasenübergang so lange konstant bleibt, bis dieser vollständig erfolgt ist. Der mit Wasser gesättigte Probekörper kann also nicht unter 0°C abgekühlt werden, bevor nicht das gesamte Wasser in den Poren gefroren ist. Da das Gewicht der Proben relativ hoch ist, und sie damit viel Wasser halten können, benötigt der Wechsel vom flüssigen zum festen Aggregatzustand viel Zeit. Beim gegenläufigen Vorgang des Auftauens wurde eine solche Stagnation der Temperatur nicht beobachtet. Der Grund hierfür liegt darin, dass bei diesem Wechsel des Aggregatzustandes der Probekörperbehälter mit ca. 20°C warmen Wasser geflutet wird. Die Menge dieses flüssigen Wassers ist viel größer als jene des Eises in den Poren. Der Wärmeübergang vom warmen Wasser auf die gefrorenen Probekörper geht so schnell von statten, dass bei einem Intervall von 15 Minuten der Temperatureaufzeichnungen hier praktisch keine Auswirkungen vom Schmelzen des gefrorenen Wassers aufscheinen. Bildhaft dargestellt ist dieses Phänomen im Diagramm 2, welches von einem frühen Versuchsdurchgang stammt.

- Übersteuerung der Temperatur

Ein weiteres Werkzeug der Temperaturregelung stellt die Übersteuerung dar. Durch den höheren Temperaturgradient kommt es zu einer schneller voranschreitenden Erwärmung bzw. Abkühlung. Da die Temperatur in den Probekörpern jedoch möglichst gleichmäßig verteilt sein sollte, um temperaturinduzierte Spannungen bzw. Beanspruchungen zu vermeiden, muss die Übersteuerung begrenzt bleiben. Dies kann im Anhang /D04/ bzw. Diagramm 2 nachvollzogen werden. Hier stellen die rot gestrichelten Linien die Grenzen dar, welche die Lufttemperatur im Klimaschrank nicht überschreiten soll. Falls es dennoch zu übermäßig großen Temperaturunterschieden zwischen Probe und Luft im Klimaschrank kommt, wird dies von der Steuerung durch die Temperatursensoren gemessen und im Protokoll vermerkt. In Abbildung 15 sind diese Fehler als "Anzahl Temperatur ERROR" unten zu sehen. Außerdem wird ein Warnsignal mittels LED-Licht abgegeben. Diese großen Temperaturunterschiede können zum Beispiel durch eine falsche Einschätzung der thermischen Trägheit im Probebehälter entstehen.

- Zunehmende Masse

Im zeitlichen Verlauf der Versuche wird sichtbar, dass einige Proben scheinbar an Masse gewinnen. Dies könnte neben Messungenauigkeiten auch damit begründet werden, dass nicht

vorbehandeltes Leitungswasser für den Versuch verwendet wurde. Dabei besteht die Möglichkeit, dass sich Inhaltsstoffe an den Keramiken festsetzen und ansammeln.

- **Schädigung**

Im Laufe der Versuche stellte sich heraus, dass der Schädigungsvorgang der Keramiken im Zuge der Frost/Tau-Beanspruchung oftmals schleichender Natur ist. Die nicht frostsicheren Proben werden dabei nicht vollständig zerstört. Viel eher kommt es zu einem langsam stattfindenden Abplatzen bzw. Abwittern. Daher muss für die Beurteilung der Proben eine gewisse Mindestanzahl an Zyklen durchlaufen werden, um diese andauernde Schädigung feststellen zu können. Als Gegenbeispiel zu dieser Art von Schädigung dient Probe 09, der Sandbeton. Dieser konnte nach wenigen Frost/Tau-Zyklen zwischen den Händen zerrieben werden. Der vollständig zerstörte Probekörper ist in Abbildung 21 dargestellt.

- **Darstellung des Massenverlustes relativ zur Masse oder Oberfläche der Probe**

Grundsätzlich wäre ein Bezug des Massenverlustes auf die Oberfläche des jeweiligen Probekörpers aussagekräftiger, da es nur an den diesen zu Abplatzungen und Absandungen kommen kann. Die Oberfläche mancher Proben, als Beispiel Probe 05 (Gmundner Keramik), lässt sich jedoch sehr schwer quantitativ beschreiben. Da der Massenverlust pro Zyklus eher qualitative Aussagekraft hat, und die Masse wesentlich einfacher und genauer bestimmt werden kann, wird der Massenverlust auf die ursprüngliche Masse der Proben bezogen.

- **Einbau eines Siebes**

Um zu verhindern, dass abgewitterte Keramikpartikel eingesaugt werden und im Weiteren die Pumpen schädigen, musste ein Sieb am Schlaucheinlass appliziert werden. Es handelt sich hierbei um ein handelsübliches Teesieb mit kleinem Maschenabstand.

Diagramm 2: Aufzeichnungen des Temperaturverlaufs (Mikrozyklus 04)

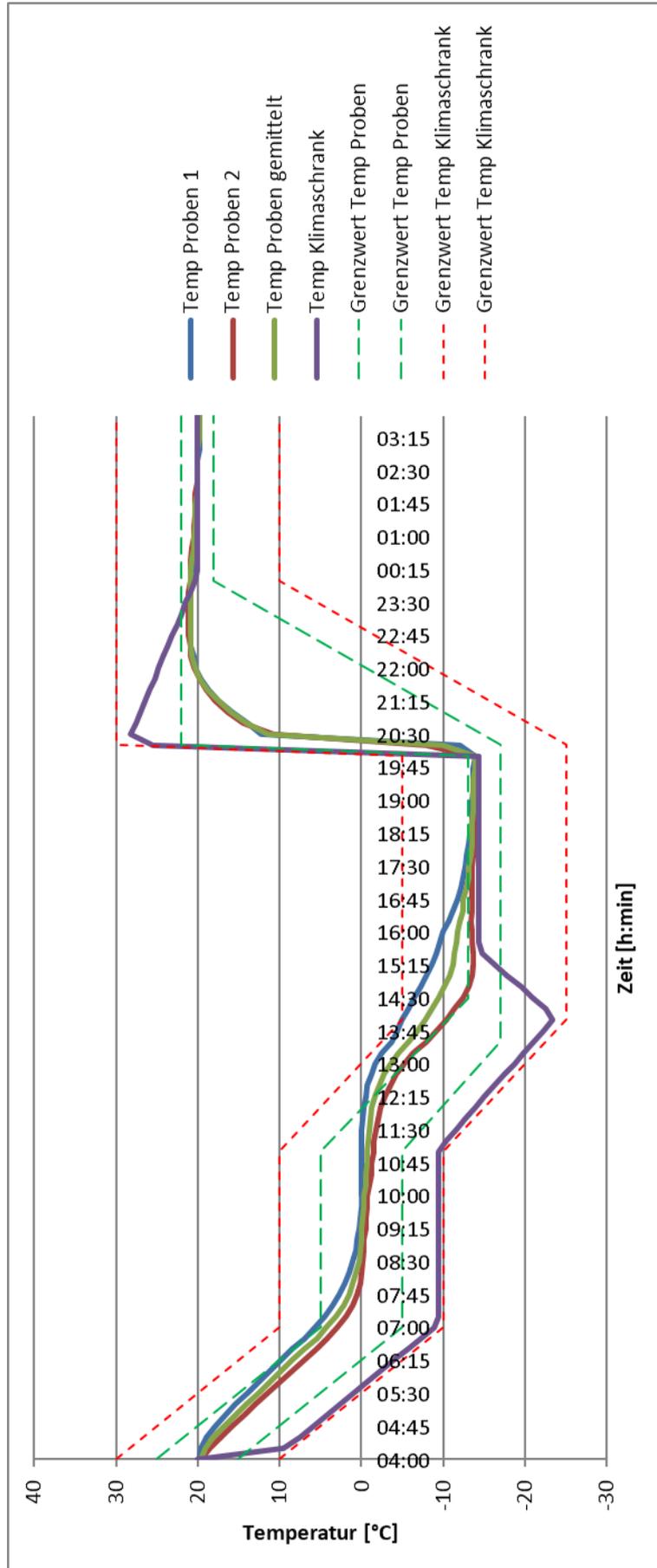
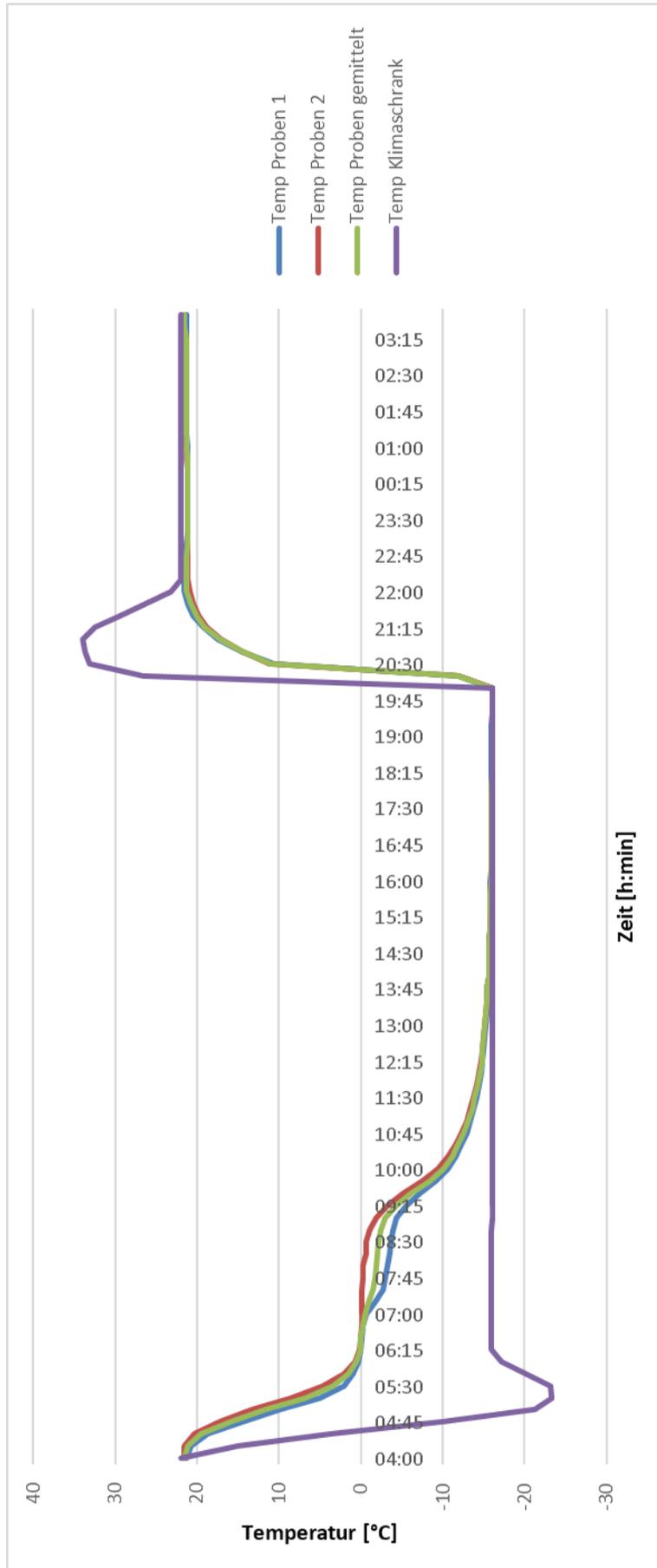


Diagramm 3: Latente Wärme



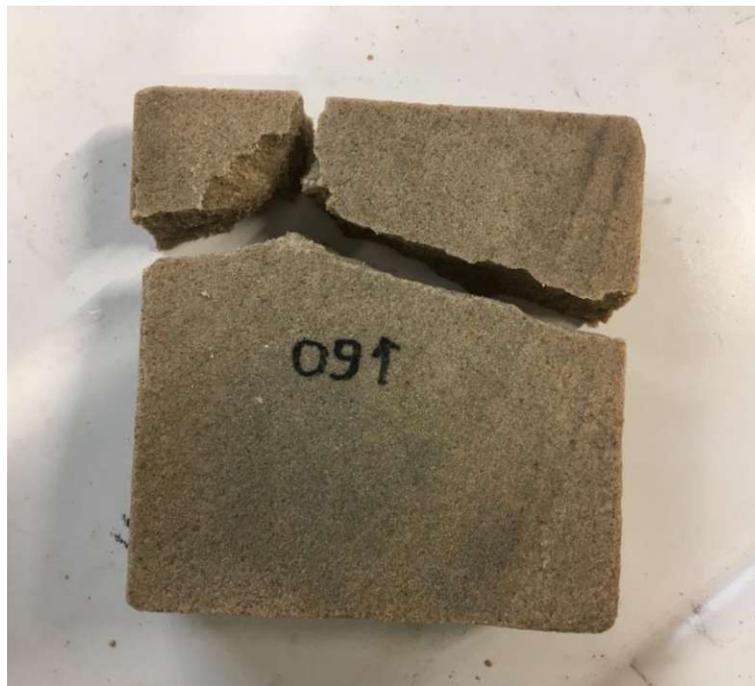


Abbildung 21: Probekörper 09 zerstört

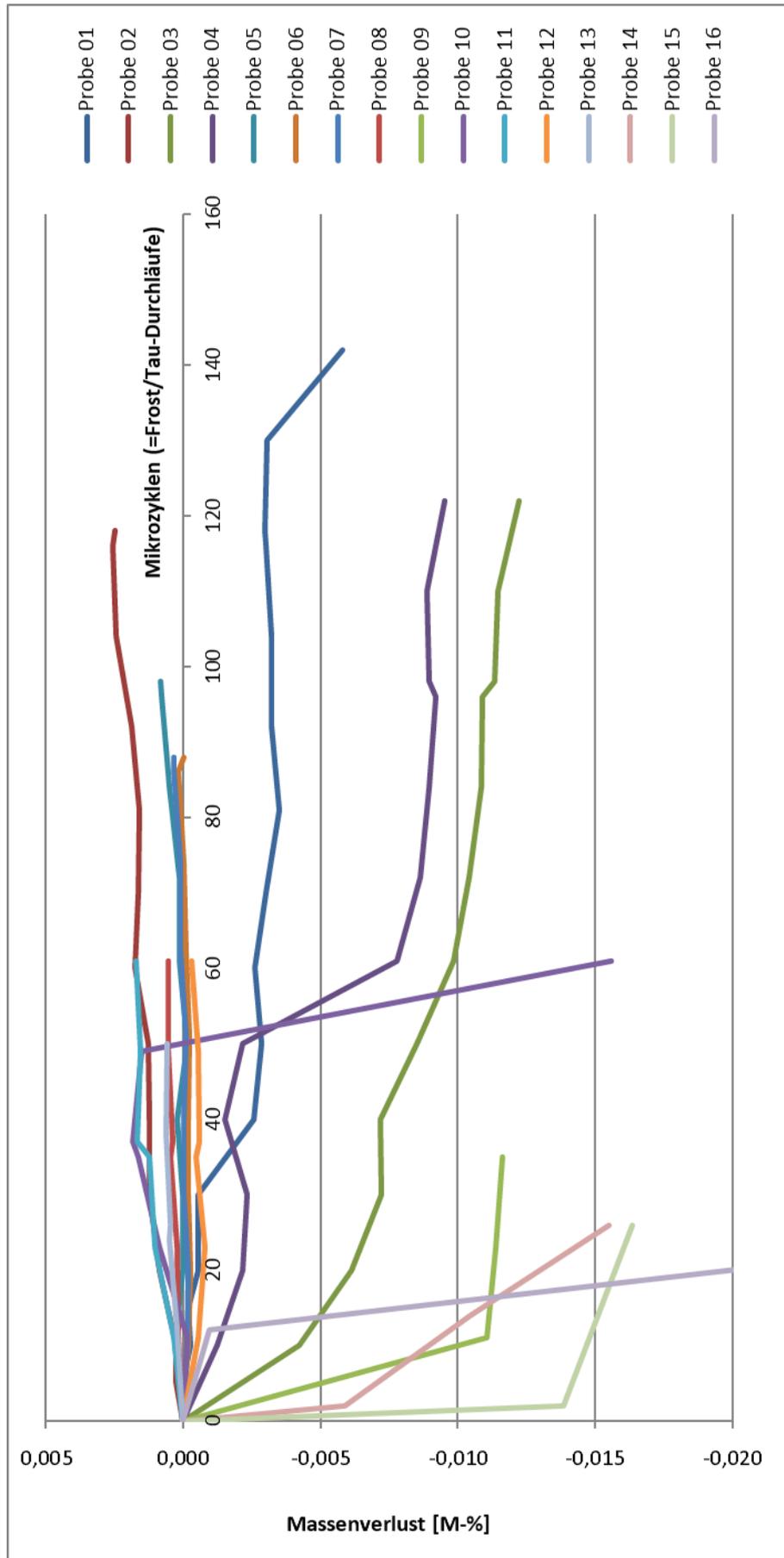
3.3.2 Ergebnisse

Nun sollen die Ergebnisse der Frost/Tau-Versuche diskutiert werden. Die Proben wurden dabei sukzessive in den Versuch aufgenommen und daher unterschiedlich lange untersucht. Konnte keine Veränderung der Massen festgestellt werden, wurden sie aus Platzgründen aus dem Versuchsaufbau herausgenommen. Die festgestellten Massen können der Tabelle 8 entnommen werden. Stellt man die Masse relativ zur anfänglichen über die Mikrozyklen grafisch dar, kommt man auf die Darstellung von Diagramm 4.

Tabelle 8: Gemessene Massen im Frost/Tau-Versuch in [g]

Datum	Makro- zyklus	Anzahl Mikrozuklen	Mikrozuklus Dauer [h]	Probe 01a	Probe 01b	Probe 02	Probe 03	Probe 04	Probe 05	Probe 06	Probe 07	Probe 08	Probe 09	Probe 10	Probe 11	Probe 12	Probe 13	Probe 14	Probe 15	Probe 16	
23.02.2022	0			4610,90																	
02.03.2022	1	5	24	4610,90																	
09.03.2022	2	5	24	4609,70		581,37															
16.03.2022	3	5	24	4610,10		581,53															
23.03.2022	4	5	24	4608,40		581,53															
30.03.2022	5	10	12	01a -> 01b		581,87	1944,40	1674,61	499,59												
06.04.2022	6	10	12		2051,45	582,09	1936,20	1672,54	499,74	1029,28	2015,92										
13.04.2022	7	10	12		2047,28	582,09	1932,46	1670,96	499,59	1029,07	2015,67										
20.04.2022	8	10	12		2046,75	582,12	1930,37	1670,72	499,60	1029,00	2015,58										
27.04.2022	9	10	12		2047,19	582,39	1930,44	1672,09	499,70	1029,08	2015,85										
04.05.2022	10	10	12		2046,37	582,33	1927,85	1671,00	499,52	1029,07	2015,86										
19.05.2022	11	11	24		2045,40	582,30	1925,24	1661,56	499,65	1029,06	2015,72	1151,95	415,29	239,37	310,52	373,18					
01.06.2022	12	11	24		2045,93	582,45	1924,14	1660,18	499,66	1029,17	2016,11	1152,16	410,70	239,34	310,62	372,97	767,96				
15.06.2022	13	12	24		2045,98	582,80	1923,30	1659,59	499,85	1029,26	2016,12	1152,18	410,56	239,58	310,84	372,88	768,13				
29.06.2022	14	12	24		2046,37	582,86	1923,24	1659,18	499,99	1029,48	2016,58	1152,48	410,46	239,76	310,90	373,00	768,34	1085,95	1029,63		
13.07.2022	15	2	24		2046,47	582,82	1922,33	1659,60	500,01	1029,24	2016,57	1152,41	-	239,81	311,04	372,96	768,30	1079,55	1015,38	1638,20	
27.07.2022	16	12	24		2046,32	-	1922,13	1659,78	-	-	-	1152,56	239,73	311,00	372,98	768,45	1074,62	1014,09	1636,63		
10.08.2022	17	12	24		2040,70		1920,59	1658,64				1152,56	235,64	311,05	373,06	768,40	1069,14	1012,78	1489,67		

Diagramm 4: Massenentwicklung im Laufe der Frost/Tau-Zyklen in [-]



Aufgrund der Ergebnisse muss von einer Messungenauigkeit von ca. 0,2 M.-% ausgegangen werden. Um Frostgefährdung eines Probekörpers festzustellen, muss dessen Massenverlust also mehr als 0,2 M.-% betragen. Grundsätzlich trifft das auf die Proben 01, 03, 04, 10, 14, 15 und 16 zu. Die Proben sind in Tabelle 9 in frostsicher und frostgefährdet eingeteilt. Die Farbkodierung „gelb“ (=frostgefährdet) und „grün“ (=frostsicher) wird in den nächsten Kapiteln beibehalten.

Tabelle 9: Beurteilung der Proben aufgrund der Ergebnisse des Frost/Tau-Versuches

ProbenNr.	Probenbezeichnung	Beurteilung
01a, 01b	Hochlochziegel	frostgefährdet
02	Fliese weiß	frostsicher
03	alter Ziegel "HZ"	frostgefährdet
04, 14, 15	Vollziegel	frostgefährdet
05, 12	Gmundner Keramik	frostsicher
06	Fliese braun	frostsicher
07	Klinker	frostsicher
08	Schamottrohr	frostsicher
09	Sandbeton	frostgefährdet
10	Blumentopf	frostgefährdet
11	Terrakotta	frostsicher
13	Dachziegel	frostsicher
16	Hochlochziegel dünn	frostgefährdet

Ein Teil des Massenverlustes von Probe 01 wurde dabei direkt nach dem Zerschneiden des Ziegels beobachtet. Es kann nicht ausgeschlossen werden, dass dieser auf Abbrechen von losen Teilchen entlang der Schnittflächen zurückzuführen ist. Da die Probe jedoch auch nach späteren Zyklen Masse zu verlieren scheint, wird sie an dieser Stelle zu den frostgefährdeten Keramiken gezählt.

Die Probekörper 01, 03, 04, 10 und 16 sind jene Keramiken, an denen eindeutig eine andauernde Zerstörung durch die Frostbeanspruchung festgestellt wurde. Die Proben 14 und 15 repräsentieren, wie in Kapitel 3.1 beschrieben, die gleiche Keramik wie Probe 04, wurden jedoch einer anderen Beanspruchung ausgesetzt. Die permanente Lagerung im Wasser dieser Proben führt hier im Falle von Frost zu einem Einfrieren der Probekörper in einem Eisblock. Die Beanspruchung ist daher deutlich höher, und somit auch der damit verbundene Massenverlust. Diese Vorgangsweise ist jedoch für die Vorhersage von Frostsicherheit ungeeignet, da hier deutlich unterschiedliche Ergebnisse für verschiedene Probekörpergeometrien erzielt wurden.

Der Massenverlust liegt bei Probe 01 im Bereich von 0,7%, bei Probe 03 bei 1,2%, bei Probe 04 von 1,0% und bei Probe 10 bei 1,6%. Probekörper 16 wurde praktisch vollständig zerstört, was eine Bewertung nach Massenverlust als wenig sinnvoll erscheinen lässt, siehe hierfür Abbildung 28. Bei Probe 01 und 03 stellt sich das Versagen eher in Form von Absanden (Materialverlust in Form von Partikeln, deren Größe kleiner als 1mm ist) dar. Proben 04, 14 und 15 verlieren dagegen Masse in Form von größeren Teilen, siehe dazu Abbildung 22. Im direkten Vergleich zur Ausgangslage ist bei Probe 04 ein deutlicher optischer Unterschied zu erkennen, siehe dazu

Abbildung 23 und Abbildung 24. Dabei ist auffällig, dass die abgelösten Teile der Oberfläche durch bereits vorher existierende Schwachstellen in Form von Rissen berandet sind. Die Zerstörung durch Frost scheint hier also durch makroskopische Vorschädigung begründet zu sein. Dasselbe gilt für die Probe 14, deren Ausgangszustand in Abbildung 26 und der Endzustand in Abbildung 27 dargestellt sind.

Anders verhält sich die Schädigung bei Probe 10. Der Blumentopf besteht aus einem mehrschichtigen Aufbau. Der Frostscha den trat hier erst nach 50 Frost/Tau-Wechseln auf. Dabei führte die Beanspruchung dazu, dass sich die verschiedenen Schichten voneinander lösten, siehe dazu Abbildung 25.

Besonderen Hinweis verdient die Tatsache, dass es bei Probe 01 (HLZ) und 10 (Blumentopf) erst nach sehr vielen Frost/Tau-Zyklen zu Schäden gekommen ist. Dies spricht für die Theorie von Schadensakkumulation im Materialgefüge. Daher müssen die zu untersuchenden Materialien über einen längeren Zeitraum der Beanspruchung ausgesetzt werden, um sichere Aussagen über deren Frostbeständigkeit treffen zu können.



Abbildung 22: Abgebrochene Teile von Probekörper 04, 14 und 15

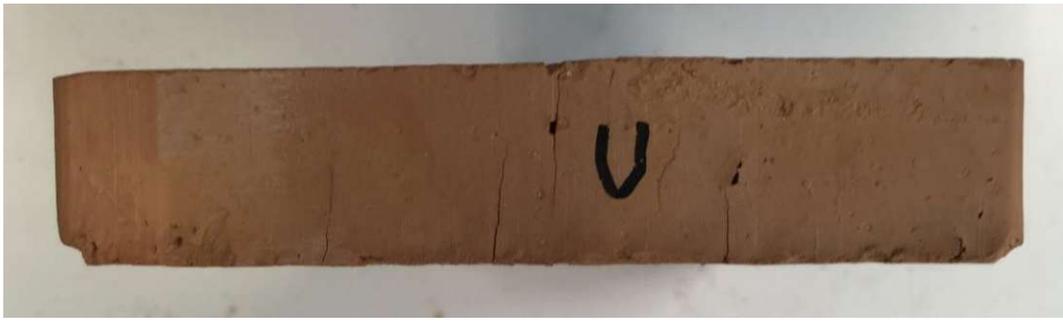


Abbildung 23: Probe 04, Ausgangszustand



Abbildung 24: Probe 04, nach 122 Frost/Tau-Zyklen



Abbildung 25: Probe 10, Frostschäden entlang der Schichtgrenzen

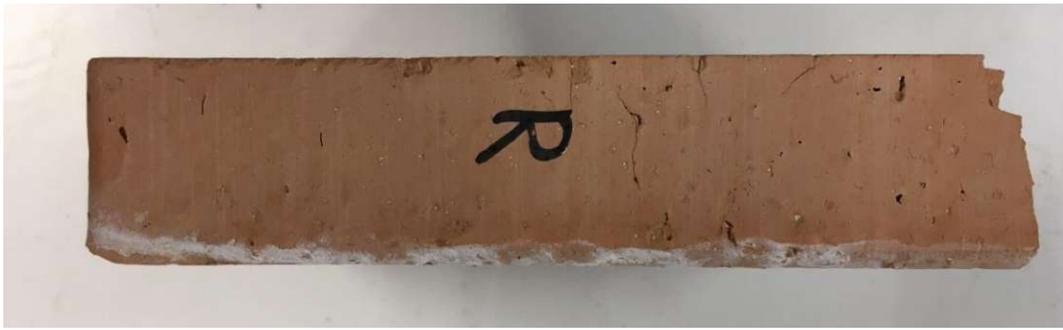


Abbildung 26: Probe 14, Ausgangszustand



Abbildung 27: Probe 14, nach 26 Frost/Tau-Zyklen



Abbildung 28: Zerstörter Probekörper 16, nach 24 Frost/Tau-Zyklen

3.4 Porosimeteruntersuchung

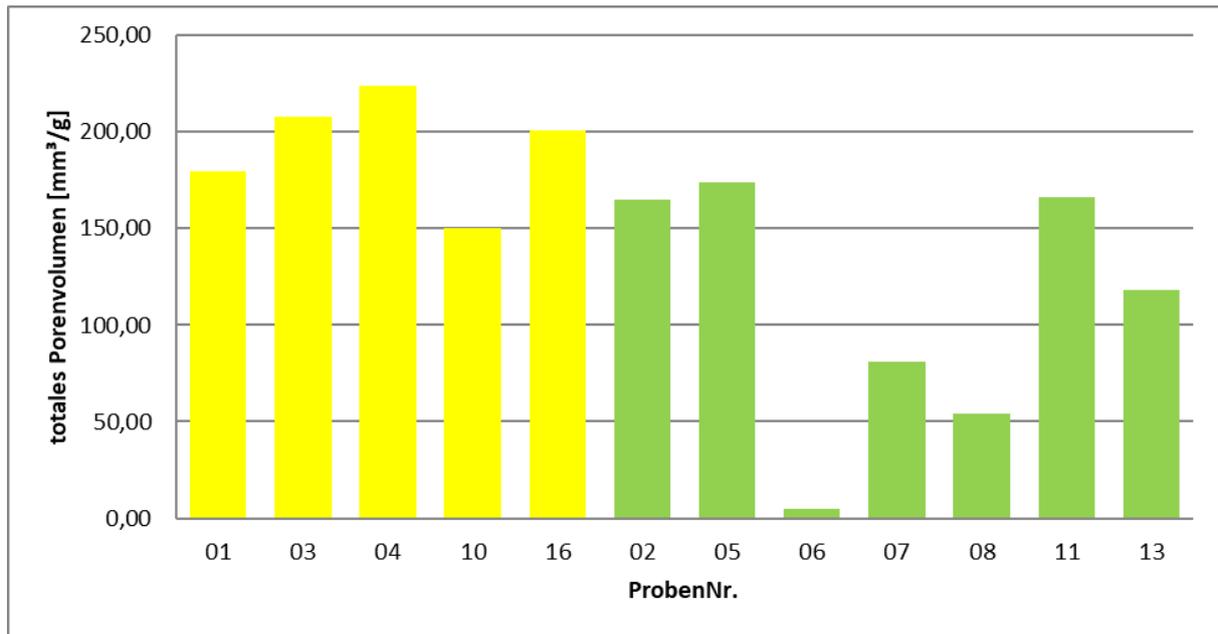
Aus den Porosimeteruntersuchungen können genaue Daten zur Porengrößenverteilung gewonnen werden. Außerdem liefern sie Informationen zur Reindichte und Rohdichte des Materials. Es

muss jedoch angemerkt werden, dass der Messbereich der erfassbaren Poren mit einer Bandbreite von 116 μm bis 3.6 nm durch das verwendete Quecksilberporosimeter begrenzt ist. Dies bedeutet, dass vor allem Makroporen und Risse, die größer als 116 μm sind, nicht erfasst werden. Da jedoch das Porenvolumen in den Porengrößenverteilungen (Diagramm 6) zu den größeren Poren hin stark abnimmt, werden die folgenden Berechnungen ohne große Genauigkeitsverluste mit dem aus der Porosimeteruntersuchung ermittelten Gesamtporenvolumen durchgeführt. Somit werden Risse und große Poren vernachlässigt.

In Tabelle 10 sind die grundlegenden Materialeigenschaften Rohdichte, Reindichte und Gesamtporenvolumen der untersuchten Proben angeführt. Grafisch aufbereitet findet sich das Gesamtporenvolumen in Diagramm 5. Der mathematische Zusammenhang zwischen diesen drei Größen kann durch die Gleichung (7) ausgedrückt werden (siehe auch das Modell „Einheitswürfel“ in Abschnitt 2.4). Die Proben werden im Folgenden neu sortiert dargestellt, wobei die frostgefährdeten gelb, und die frostbeständigen grün eingefärbt sind. Die ermittelten Porengrößenverteilungen der Proben finden sich im Diagramm 6 in absoluten Werten [mm^3/g] und im Diagramm 7 in Relation zum Gesamtporenvolumen. Die Summenlinien sind in analoger Weise im Diagramm 8 absolut [mm^3/g] und im Diagramm 9 relativ zum Gesamtporenvolumen dargestellt. Für diese Graphen wurde eine gewisse Glättung der Ergebnisse durchgeführt. Die genaueren Diagramme befinden sich im Anhang /A03/.

Tabelle 10: Totales Porenvolumen, Rohdichte und Reindichte

Probenbezeichnung	ProbenNr.	totales	Rohdichte	Reindichte
		Porenvolumen		
		[mm^3/g]	[g/cm^3]	[g/cm^3]
Hochlochziegel	01	179,50	1,8287	2,7222
alter Ziegel "HZ"	03	208,10	1,7001	2,6309
Vollziegel	04	223,51	1,6817	2,6946
Blumentopf	10	150,20	1,8482	2,5585
HLZ dünn	16	200,87	1,754	2,7081
Fliese weiß	02	164,80	1,7945	2,5481
Gmundner Keramik	05	173,89	1,744	2,5031
Fliese braun	06	4,73	2,5148	2,545
Klinker	07	81,15	2,1222	2,5637
Schamottrohr	08	54,20	2,1131	2,3865
Terrakotta	11	166,49	1,8345	2,6413
Dachziegel	13	118,43	2,0436	2,6962

Diagramm 5: Gesamtporenvolumen in [mm³/g]

$$\text{Reindichte} = \frac{\text{Rohdichte}}{1 - \text{Rohdichte} * \text{Porenvolumen}} \quad (7)$$

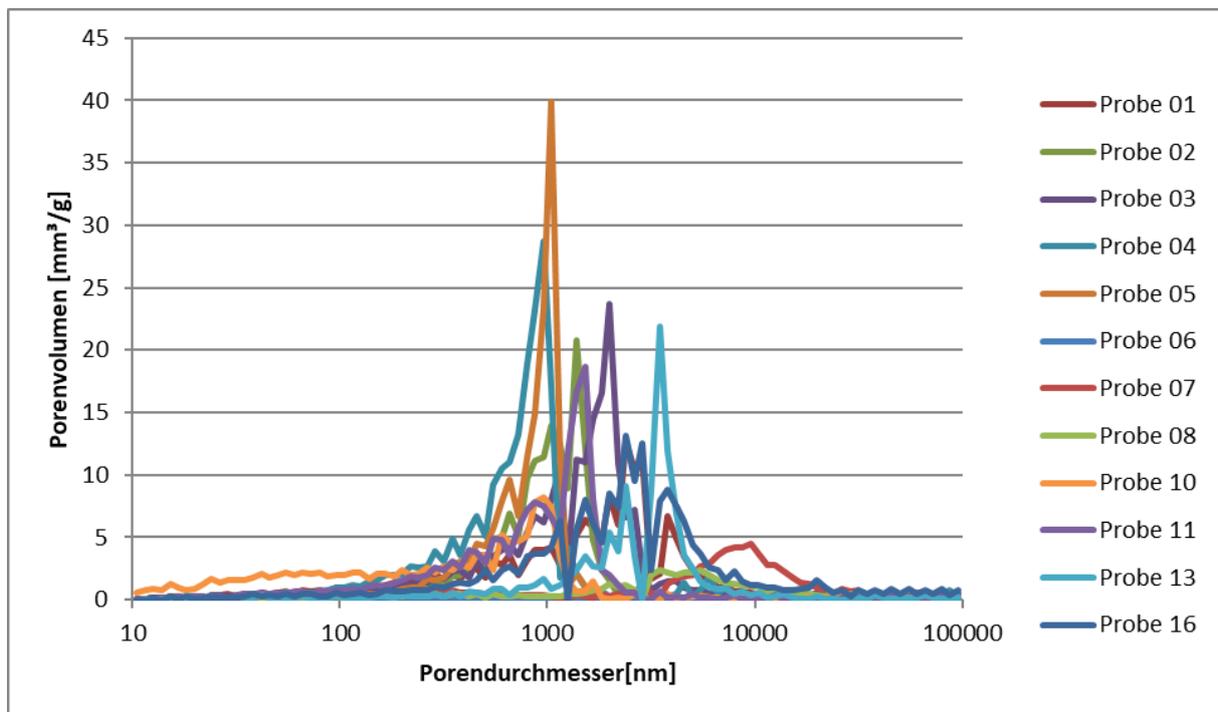
Diagramm 6: Porengrößenverteilung in [mm³/g]

Diagramm 7: Porengrößenverteilung relativ zum Gesamtporenvolumen in [%]

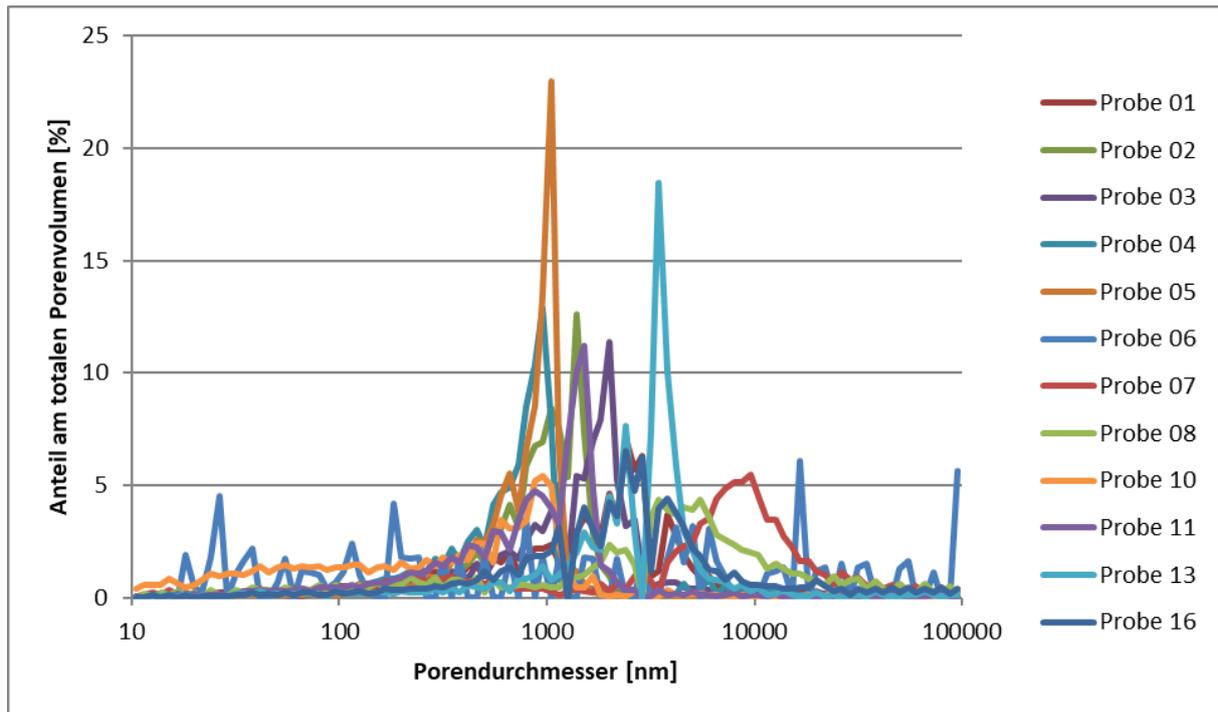
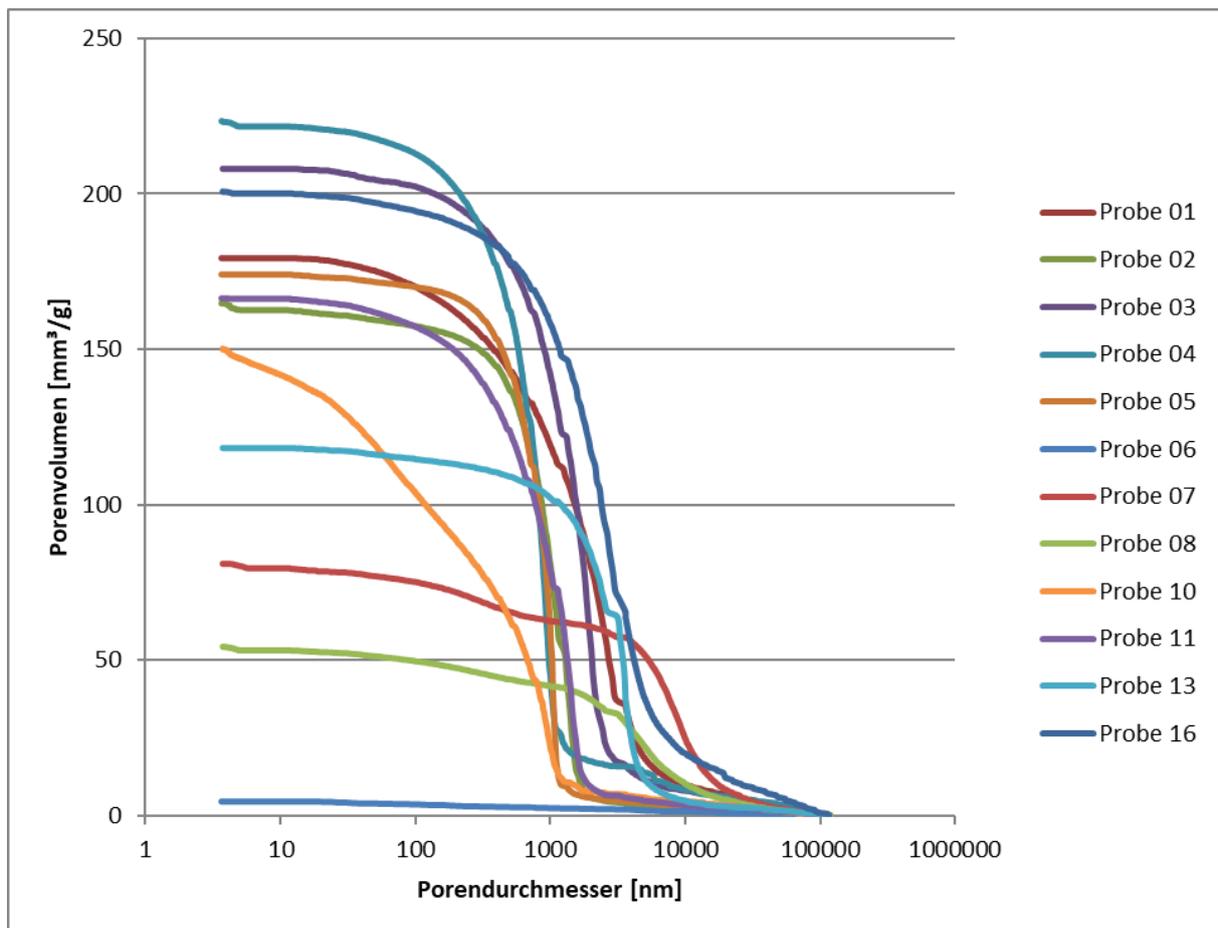
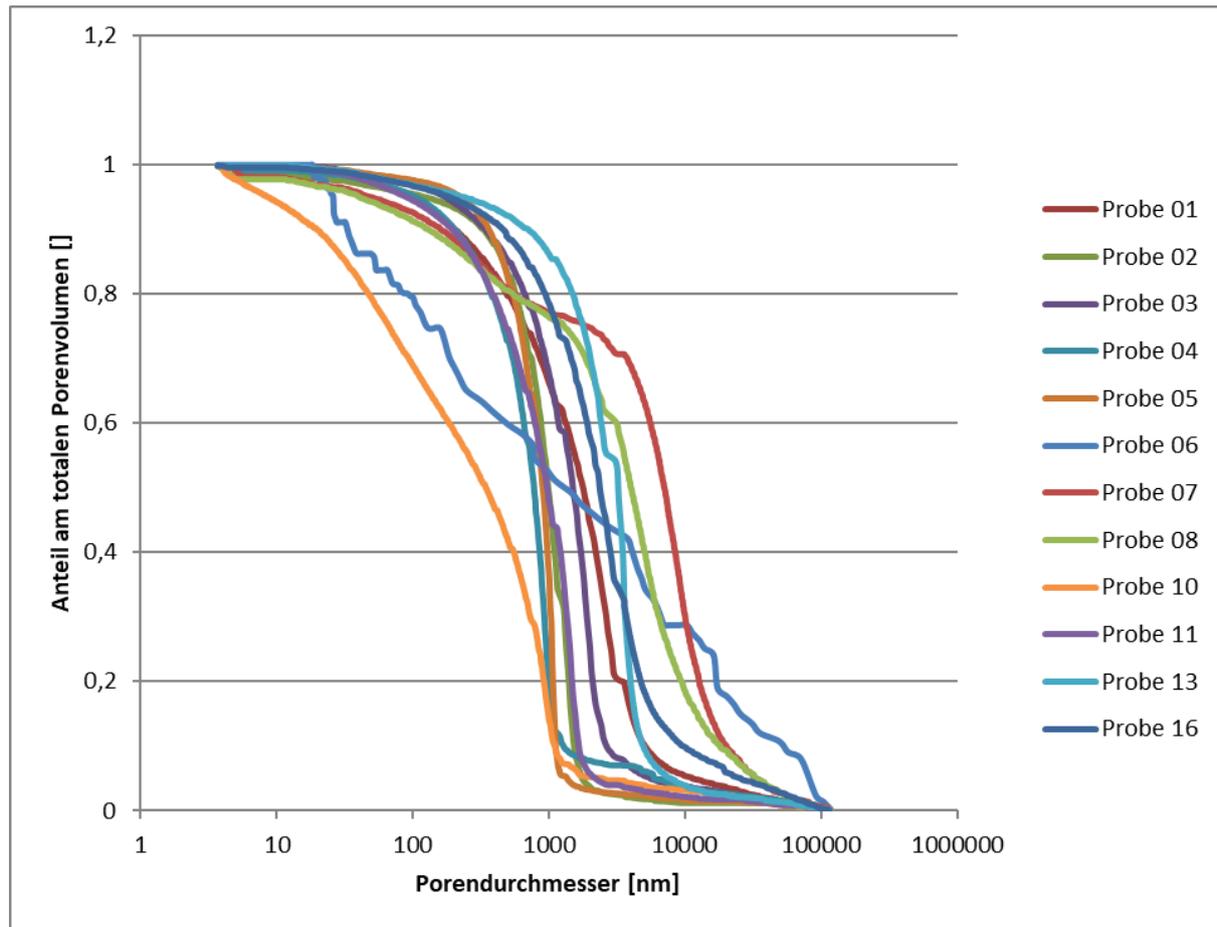
Diagramm 8: Summenlinie in [mm³/g]

Diagramm 9: Summenlinie relativ zum Gesamtporenvolumen in [-]



Bis auf geringe Ungenauigkeiten bzw. Messfehler können die ermittelten Porengrößenverteilungen als sehr zuverlässig betrachtet werden. Da nur kleine Bereiche betroffen sind, und die Messfehler durch eine gewisse Glättung der Kurven ausgeglichen wurden, kann man sie vernachlässigen. Die Herstellersoftware stellt die Daten zur Porengrößenverteilung zusammenfassend als PDF, oder auch in Form von Tabellen, zur Verfügung. Diese können dann beliebig weiterverwendet werden.

3.5 Wasseraufnahmeversuche

Für die Ermittlung der Wasseraufnahmen der Proben wurde eine Reihe von Versuchen unter verschiedenen Randbedingungen durchgeführt und für diesen Zweck ungefähr gleich große Probekörper hergestellt (Abbildung 29).

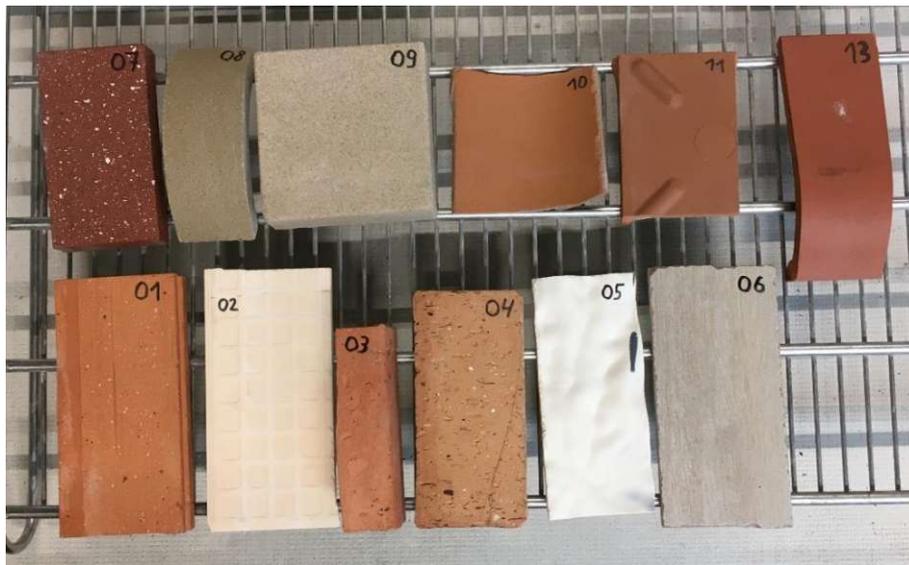


Abbildung 29: Probekörper für die Wasseraufnahmeversuche

Die grundlegende Fragestellung lautet, welche Wassersättigung bei den Frost/Tau-Versuchen erreicht wird. Diese Sättigung erfolgt durch eine achtstündige Lagerung in Leitungswasser bei normalem Luftdruck. Um das Verhalten der Proben besser verstehen zu können, wurden jedoch insgesamt 6 Tests durchgeführt. Zum einen wurde der Parameter des Umgebungsdrucks verändert bzw. gesenkt. Durch die Herstellung eines Vakuums wird den Poren die Luft entzogen. Dies führt nach der anschließenden Flutung zu höheren Wassersättigungsgraden. Zum anderen wurden die Wasserqualität (destilliertes oder Leitungswasser) und die Verbleibdauer in diesem variiert. Durch Versuch 06 soll die Vergleichbarkeit der aus den Wasseraufnahmeversuchen gewonnenen Wassersättigungsgrade mit den in den Frost/Tau-Versuchen erzielten sichergestellt werden. Hierfür wurden in der Frostphase die Proben aus dem Klimaschrank entfernt und in gesättigtem und gefrorenem Zustand gewogen. Ungenauigkeiten aufgrund von anhaftendem Oberflächenwasser sollen an dieser Stelle ignoriert werden, da es sich nur um eine abschätzende Überprüfung handelt. Die Versuchsparameter sind in Tabelle 11 dokumentiert.

Tabelle 11: Parameter der Wasseraufnahmeversuche

	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
Datum der Durchführung	23.05.2022	01.06.2022	30.05.2022	14.06.2022	15.06.2022	16.05.2022
Wasserqualität	destilliertes Wasser	destilliertes Wasser	destilliertes Wasser	Leitungswasser	Leitungswasser	Leitungswasser
Vakuum	Ja	Ja	Ja	Nein	Nein	Nein
Lagerung 1 (nur Vakuum)	15min	2h	2h	-	-	-
Lagerung 2 (Vakuum + Wasser)	15min	2h	2h	-	-	-
Lagerung 3 (nur Wasser)	15min	2h	24h	8h	4h	8h

Die grundsätzliche Vorgangsweise ist bei den Versuchen ident, der Aufbau ist in Abbildung 30 zu sehen. Die Proben wurden im ersten Schritt (Abbildung 31) bis zur Massenkonstanz bei 105°C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen (Schritt 2). Zur Erzielung höherer Genauigkeiten wurden je 3 Wiegedurchgänge unternommen, und anschließend mit dem arithmetischen Mittel weitergerechnet. Bei den Versuchen im Vakuum wurden danach die Proben mit Zwischenräumen in den Exsikkator eingebaut (Abbildung 32). Danach wurde mittels elektrischer Pumpe ein Vakuum angelegt (Schritt 3). Mittels Barometer kann man sich hier vom erzielten Unterdruck überzeugen. Nach einer gewissen Verweildauer kam es anschließend zu einer Flutung mit Wasser (Schritt 4). Durch die Vorgangsweise, die in Abbildung 31 dargestellt ist, kann diese Flutung unter Vakuum geschehen. Dabei wird direkt der Unterdruck im Exsikkator ausgenutzt, um das Wasser anzusaugen. Nach einer bestimmten Verweildauer unter Wasser und Vakuum wurde das Ventil des Exsikkators geöffnet und mit Luft geflutet, es kam anschließend zu einer Lagerung in Wasser ohne Vakuum (Schritt 5). Abschließend wurden die Proben aus dem Wasser genommen, mit einem feuchten Tuch vom anhaftenden Oberflächenwasser befreit und mehrfach gewogen (Schritt 6). Hier sollte möglichst zügig vorgegangen werden, da es sofort zu messbaren Verdunstungserscheinungen kommt. Schließlich konnte die Masse des in den Proben befindlichen Wassers ermittelt werden. Diese Berechnung ist in Formel (8) dargestellt. Die Ergebnisse der verschiedenen Versuche sind in Tabelle 12 angeführt. Außerdem werden die Ergebnisse für Versuch 04 in Diagramm 10 dargestellt. Hierfür wird die übliche Farbkodierung angewandt. Außerdem werden, um spätere Vergleiche zu vereinfachen, der Minimalwert, der Durchschnitt aller Proben, der Maximalwert, der Durchschnitt der frostgefährdeten in gelber und der Durchschnitt der frostsicheren Proben in grüner Farbe angeführt.

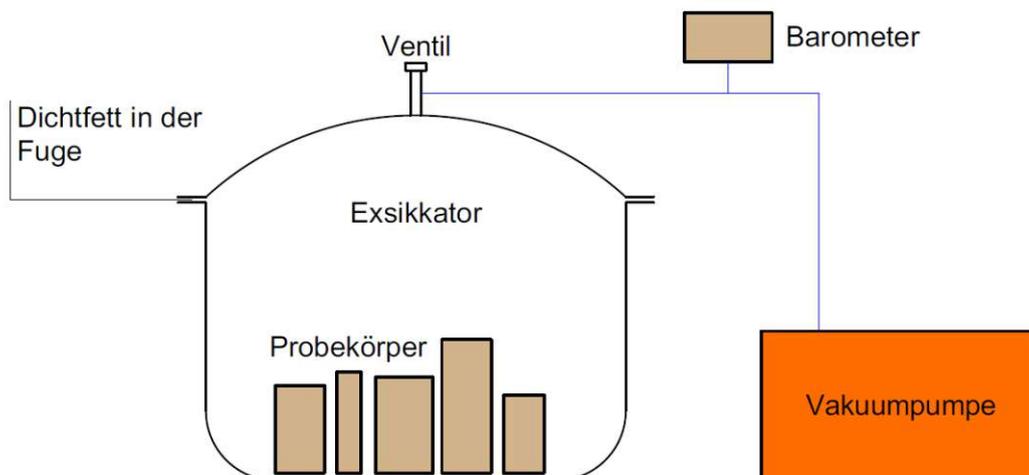
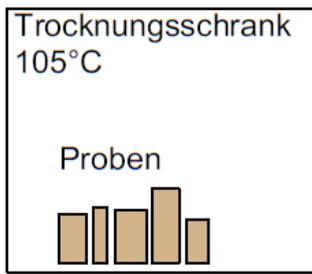


Abbildung 30: Aufbau der Wasseraufnahmeversuche

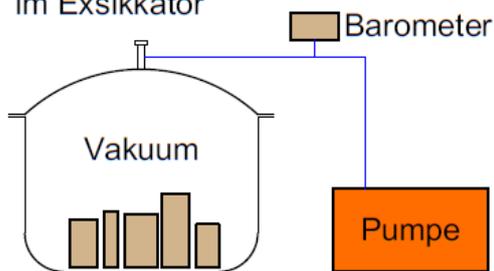
Schritt 1
Trocknung im
Trocknungsschrank



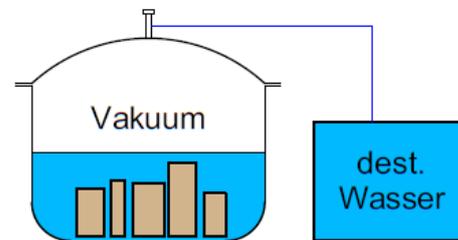
Schritt 2
mehrfache Massenermittlung
und arithmetische Mittelung



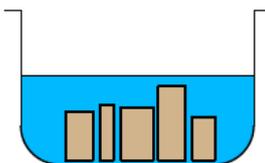
Schritt 3
Herstellung eines Vakuums
im Exsikkator



Schritt 4
Flutung unter Vakuum



Schritt 5
Wasserbad unter
normalem Luftdruck



Schritt 6
oberflächliche Abtrocknung,
mehrfache Massenermittlung
und Mittelung



Abbildung 31: Schritte der Wasseraufnahmeversuche



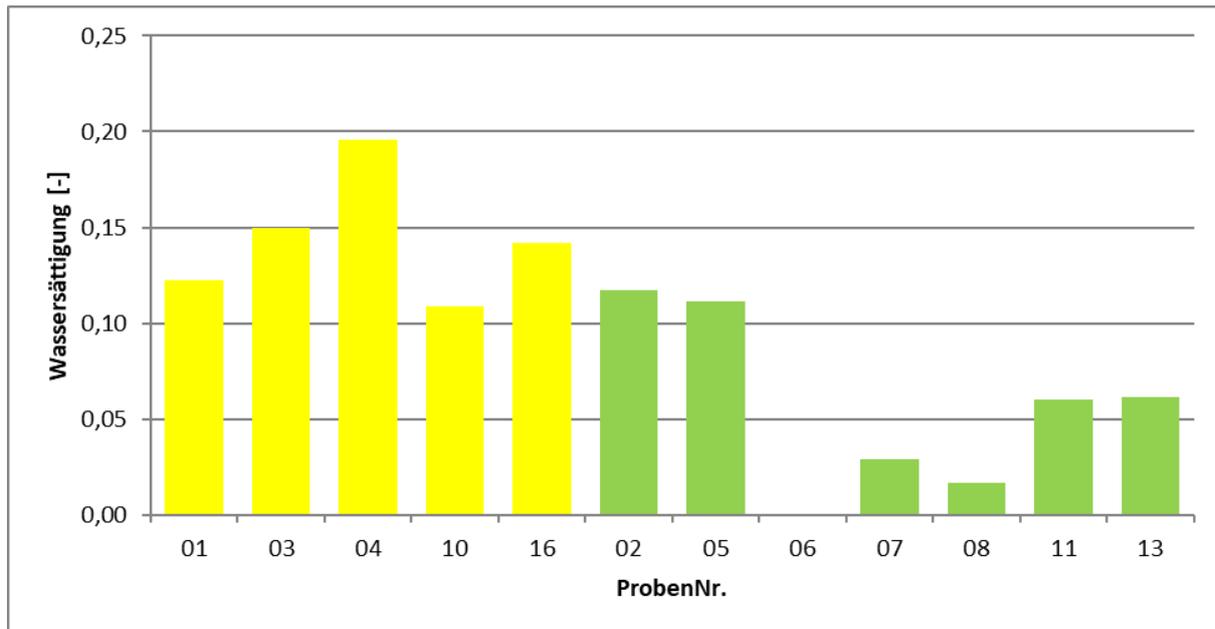
Abbildung 32: Probekörper im Exsikkator

$$w = \frac{m_f - m_d}{m_d} \quad (8)$$

Tabelle 12: Ergebnisse der Wasseraufnahmeversuche in [g Wasser pro g trockener Probe]

ProbenNr.	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
01	0,15	0,14	0,15	0,12	0,12	0,14
03	0,20	0,19	0,20	0,15	0,15	0,16
04	0,26	0,23	0,25	0,20	0,19	0,21
10	0,12	0,12	0,13	0,11	0,10	-
16	-	-	-	0,14	-	-
02	0,16	0,15	0,16	0,12	0,12	0,14
05	0,17	0,16	0,18	0,11	0,11	-
06	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
07	0,07	0,06	0,06	0,03	0,03	0,05
08	0,06	0,05	0,06	0,02	0,01	-
11	0,15	0,10	0,14	0,06	0,06	-
13	-	0,09	0,11	0,06	0,06	-
max	0,26	0,23	0,25	0,20	0,19	0,21
avg	0,14	0,13	0,14	0,10	0,10	0,12
min	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
avg	0,18	0,17	0,18	0,14	0,14	0,17
avg	0,10	0,09	0,10	0,06	0,05	0,06

Diagramm 10: Wassersättigung aus Versuch 04 in [g Wasser pro g trockener Probe]



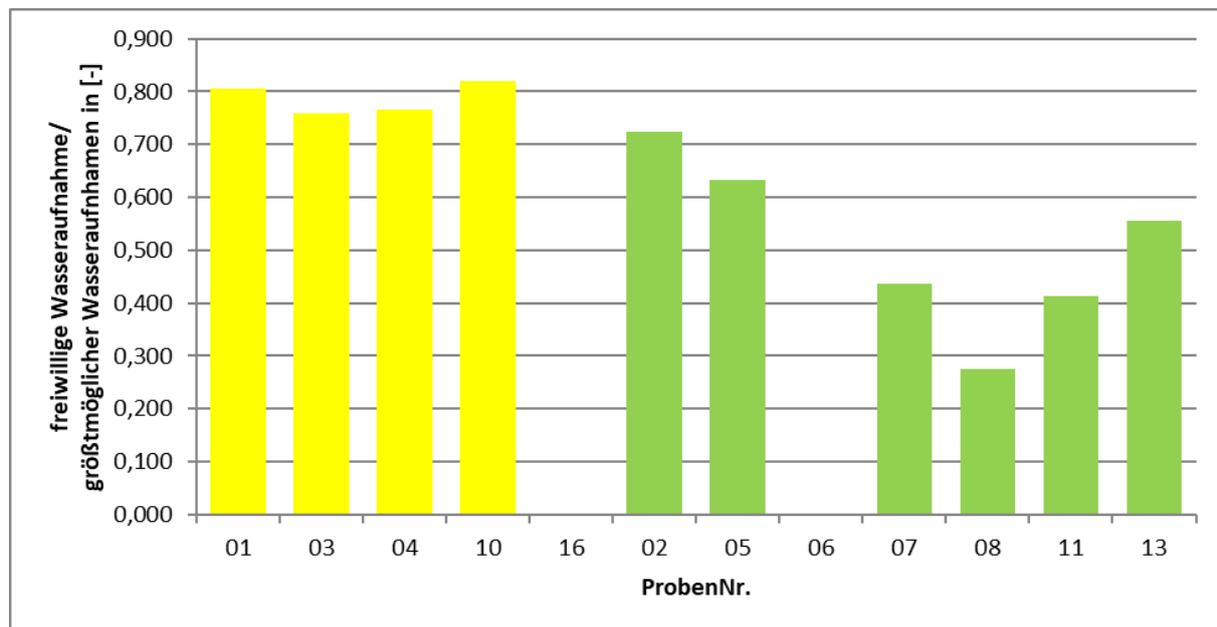
Es ist hierbei ein deutlicher Unterschied zwischen den Wasseraufnahmen mit und ohne Vakuum erkennbar, welcher auch zu erwarten war. Im Mittel ergeben die Versuche im Vakuum eine um 40% höhere Wassersättigung (entspricht g Wasser pro g trockener Probe) als jene, die keinem Vakuum ausgesetzt waren. Die Versuche sind jedoch dahingehend inkonsistent, dass längere Aufenthalte im Wasser nicht zu höheren oder zumindest gleichbleibenden Wassersättigungen führen. Die Konstanz des Wassergehalts könnte hier durch die vollständige Sättigung des porösen Materials erklärt werden. Trotz großer Sorgfalt stellt es sich als äußerst schwierig dar, immer die gleiche Menge an Oberflächenwasser zu entfernen. Abhilfe könnten dabei Probekörper mit einem kleineren Oberflächen/Masse Verhältnis bringen, da sich hier dieses Oberflächenwasser weniger gravierend auswirkt.

Als grobe Abschätzung der Frostbeständigkeit von Ziegeln kann allein aus den Wasseraufnahmeversuchen die in Abschnitt 2.3 beschriebene Relation zwischen freiwilliger Wasseraufnahme zur maximal erzielbaren Wasseraufnahme dienen. Die Abschätzung ist grundsätzlich nur auf Ziegel anwendbar, jedoch sollen hier auch die Ergebnisse der anderen Keramiken betrachtet werden. Als freiwillige Wasseraufnahme wurde das Ergebnis aus Versuch 04 (8h Wasserlagerung bei atmosphärischem Druck), als maximale der höchste Wert der unter Vakuum stattfindenden Versuche herangezogen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 13 und Diagramm 11 dargestellt.

Tabelle 13: Freiwillige/maximale Wasseraufnahme in [-]

Probenbezeichnung	ProbenNr.	S [-]
Hochlochziegel	01	0,806
alter Ziegel "HZ"	03	0,759
Vollziegel	04	0,766
Blumentopf	10	0,819
HLZ dünn	16	-
Fliese weiß	02	0,724
Gmundner Keramik	05	0,633
Fliese braun	06	0,000
Klinker	07	0,437
Schamottrohr	08	0,275
Terrakotta	11	0,414
Dachziegel	13	0,555
	max	0,902
	avg	0,591
	min	0,000
	avg	0,788
	avg	0,434

Diagramm 11: Freiwillige/maximale Wasseraufnahme in [-]



Laut Literatur [18] werden alle Proben mit Werten unter 0,8 als nicht frostgefährdet, und jene über 0,8 als frostgefährdet bzw. nicht frostbeständig eingeschätzt. In letztere Kategorie fallen demnach die Proben 01 und 10. Im Vergleich zu den Ergebnissen aus den Frost/Tau-Versuchen muss die Aussagekraft dieser Faustformel mit den angegebenen Grenzen augenscheinlich als sehr gering eingeschätzt werden. Der Vergleich der Werte zeigt jedoch, dass die frostgefährdeten Proben höhere Relationen zwischen der freiwilligen zur maximalen Wasseraufnahme aufweisen, als die frostsicheren Keramiken. Für die innerhalb dieser Arbeit untersuchten Proben stellt sich hierbei ein Grenzwert von ca. 0,73 ein, der die frostsicheren von den frostgefährdeten Keramiken

eindeutig trennt. Da mit diesem neuen Grenzwert jede Probe richtig beurteilt werden kann, liefert die Relation freiwillige zur maximalen Wasseraufnahme eine äußerst treffende Beurteilung der keramischen Proben.

3.6 Empirische Formel nach Maage

Im Folgenden wird die unter Abschnitt 2.4 beschriebene empirische Formel nach Maage [14] zur Vorhersage von Frostbeständigkeit auf die Probekörper angewendet. Die Formel besitzt grundsätzlich nur Gültigkeit für Ziegel, es soll hier jedoch der Versuch unternommen werden, sie auch auf die restlichen Keramiken anzuwenden. Dabei werden die Frostbeständigkeitszahlen für alle ermittelten Wasseraufnahmen (Abschnitt 3.5) berechnet. Im Weiteren werden jene diskutiert, die aus dem Wasseraufnahmeversuch 04 (8h Wasserlagerung bei atmosphärischem Druck) gewonnen wurden, da diese die Situation in den Frost/Tau-Versuchen am besten widerspiegeln. Der erste Berechnungsschritt ist die Umrechnung des Wassergehalts der Proben. Die in Tabelle 12 angeführten Werte entsprechen g Wasser pro 1 g trockener Probe. Im Folgenden wird dieser Wassergehalt in mm³ Wasser pro 1 g trockener Keramik umgerechnet. Einem Gramm Wasser wird hierfür ein Volumen von 1000 mm³ in Rechnung gestellt. Das Ergebnis ist in Tabelle 14 angeführt.

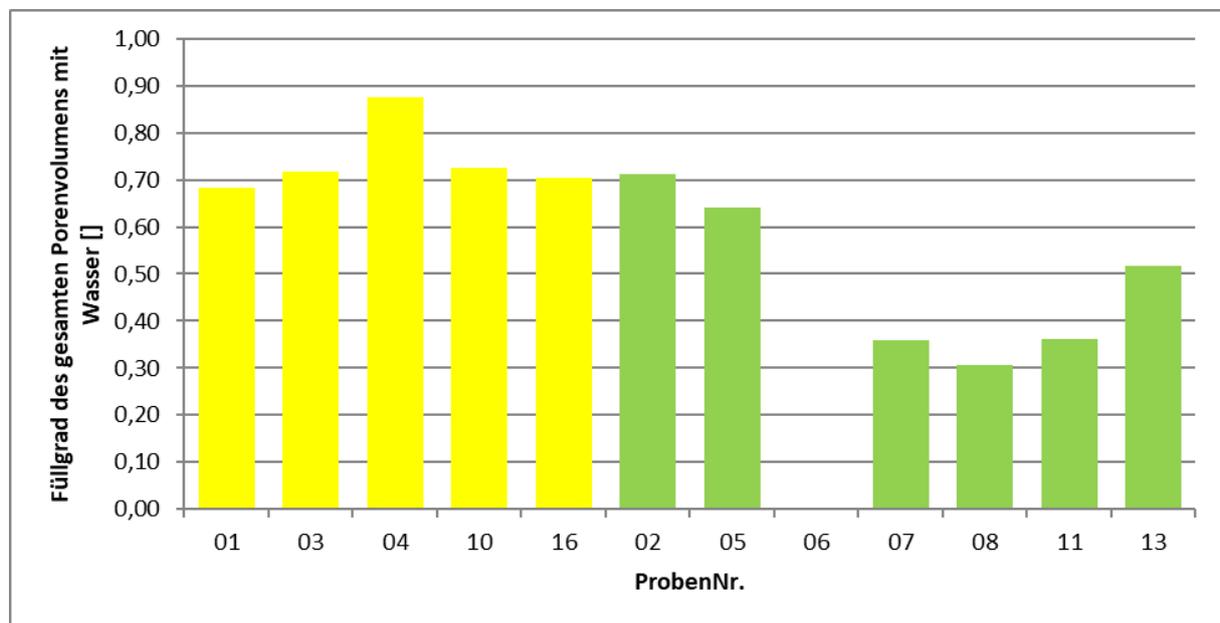
Tabelle 14: Wassersättigungen in [mm³/g]

ProbenNr.	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
01	151,84	141,46	150,77	122,39	121,24	139,14
03	196,76	185,39	195,87	149,42	147,44	161,73
04	255,56	232,38	253,28	195,76	194,01	211,23
10	123,87	123,40	132,84	108,79	104,02	-
16	-	-	-	141,62	-	-
02	162,18	145,49	160,77	117,36	115,01	139,58
05	174,43	159,95	176,14	111,51	111,26	-
06	0,41	0,19	1,01	0,00	0,16	4,99
07	66,53	55,04	64,88	29,04	27,66	47,69
08	60,45	48,73	59,40	16,63	12,35	-
11	145,56	103,70	139,20	60,27	57,36	-
13	-	94,99	110,44	61,31	59,96	-
max	255,56	232,38	253,28	198,69	194,01	211,23
avg	141,51	125,92	138,36	100,98	95,37	117,39
min	0,41	0,19	1,01	0,00	0,16	4,99
avg	182,01	170,66	183,19	143,59	141,68	170,70
avg	101,59	86,87	101,69	56,59	54,82	64,08

Als nächstes wird der Füllgrad der Poren in Volumenanteilen berechnet. Dieser gibt an, zu welchem Anteil das gesamte durch die Porosimeteruntersuchung gemessene Porenvolumen mit Wasser gefüllt ist. Hierfür werden die Werte aus Tabelle 14 mit dem totalen Porenvolumen aus Tabelle 10 in Beziehung gesetzt.

Tabelle 15: Füllgrade der Porenvolumen in [mm^3 Wasser/ mm^3 Pore]

ProbenNr.	totales Porenvolumen	Füllgrad des gesamten Porenvolumens mit Wasser []					
	[mm^3/g]	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
01	179,5	0,85	0,79	0,84	0,68	0,68	0,78
03	208,1	0,95	0,89	0,94	0,72	0,71	0,78
04	223,51	1,14	1,04	1,13	0,88	0,87	0,95
10	150,2	0,82	0,82	0,88	0,72	0,69	-
16	200,87	-	-	-	0,71	-	-
02	164,8	0,98	0,88	0,98	0,71	0,70	0,85
05	173,89	1,00	0,92	1,01	0,64	0,64	-
06	4,73	0,09	0,04	0,21	0,00	0,03	1,05
07	81,15	0,82	0,68	0,80	0,36	0,34	0,59
08	54,2	1,12	0,90	1,10	0,31	0,23	-
11	166,49	0,87	0,62	0,84	0,36	0,34	-
13	118,43	-	0,80	0,93	0,52	0,51	-
max	223,51	1,14	1,04	1,13	0,88	0,87	1,05
avg	143,82	0,86	0,76	0,88	0,55	0,52	0,83
min	4,73	0,09	0,04	0,21	0,00	0,03	0,59
avg	192,44	0,94	0,89	0,95	0,74	0,74	0,83
avg	109,10	0,81	0,69	0,84	0,41	0,40	0,83

Diagramm 12: Füllgrade der Porenvolumen aus Versuch 04 in [mm^3 Wasser/ mm^3 Pore]

In Tabelle 15 sind Füllgrade mit Werten über 1 und unter 0 auffällig. Ein Füllgrad über 1 kann dadurch erklärt werden, dass das Quecksilberporosimeter größere Poren als $116 \mu\text{m}$ nicht berücksichtigen kann, und somit ein zu geringes totales Porenvolumen angibt. Dies ist vor allem für Probe 04 wahrscheinlich, die durch zahlreiche makroskopische Inhomogenitäten, wie Risse und Einschlüsse, gekennzeichnet ist. Eine weitere mögliche Erklärung stellen Ungenauigkeiten zufolge Oberflächenfeuchtigkeit bei den Wasseraufnahmeversuchen und damit einem zu hoch abgeschätzten Wassergehalt dar. Der Wert unter 0 ergibt sich bei Probe 06 aus der fast nicht

messbaren aufgenommenen Wassermenge. Durch Messungenauigkeiten wurde hier bei der feuchten Probe ein geringfügig niedrigeres Gewicht (0,01 g) gemessen, als bei der trockenen.

Im nächsten Schritt wird das Porenvolumen von Poren über 3 μm relativ zum gefüllten Porenvolumen in Beziehung gesetzt. Auch hier muss beachtet werden, dass beim Porenvolumen über 3 μm keine Poren aufscheinen, die größer als 116 μm sind. In Tabelle 16 sind Porenvolumen über gewisse Grenzporendurchmesser in absoluten Werten angeführt. In Tabelle 17 werden die Porenvolumen über 3 μm zum gefüllten Porenvolumen aus Tabelle 14 in Beziehung gesetzt.

Tabelle 16: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser in [mm^3/g]

ProbenNr.	>0.5 μm	>0.75 μm	>1 μm	>2 μm	>3 μm	>4 μm	>5 μm	>6 μm	>7 μm	>8 μm	>9 μm	>10 μm
01	142,920	131,680	119,020	79,970	38,210	27,590	18,440	14,630	12,670	11,200	10,460	9,750
03	177,570	161,530	141,559	53,996	17,808	14,165	11,438	10,029	9,101	8,534	8,204	7,924
04	162,130	118,090	44,828	17,395	15,845	15,622	13,735	11,148	10,493	9,151	8,708	8,328
10	62,880	44,400	21,130	7,860	7,040	6,440	5,970	5,280	5,090	5,090	4,860	4,800
16	178,420	169,110	157,610	114,950	72,410	52,750	36,990	30,100	26,190	23,430	21,130	19,860
02	136,910	114,520	80,807	6,180	4,255	3,443	3,021	2,571	2,444	2,263	2,109	1,926
05	142,830	111,760	61,994	5,617	4,768	4,356	4,122	3,676	3,459	3,371	3,207	2,946
06	2,830	2,670	2,475	2,194	2,060	1,927	1,647	1,523	1,361	1,360	1,360	1,360
07	65,620	63,700	62,684	60,773	57,858	55,978	51,571	46,684	41,002	35,007	29,643	24,600
08	43,690	42,410	41,467	37,216	32,821	27,125	21,799	17,509	14,789	12,864	11,399	10,061
11	123,740	102,860	79,087	9,410	6,538	5,665	4,843	4,541	4,260	3,868	3,670	3,505
13	109,180	106,000	102,186	83,379	64,238	22,912	11,339	8,220	6,814	5,836	5,103	4,683
max	178,420	169,110	157,610	114,950	72,410	55,978	51,571	46,684	41,002	35,007	29,643	24,600
avg	112,393	97,394	76,237	39,912	26,988	19,831	15,410	12,993	11,473	10,164	9,154	8,312
min	2,830	2,670	2,475	2,194	2,060	1,927	1,647	1,523	1,361	1,360	1,360	1,360
avg	144,784	124,962	96,829	54,834	30,262	23,313	17,315	14,237	12,709	11,481	10,673	10,132
avg	89,257	77,703	61,529	29,253	24,648	17,344	14,049	12,104	10,590	9,224	8,070	7,012

Tabelle 17: Porenvolumen über 3 μm in Relation zum gefüllten Porenvolumen in [mm^3/mm^3]

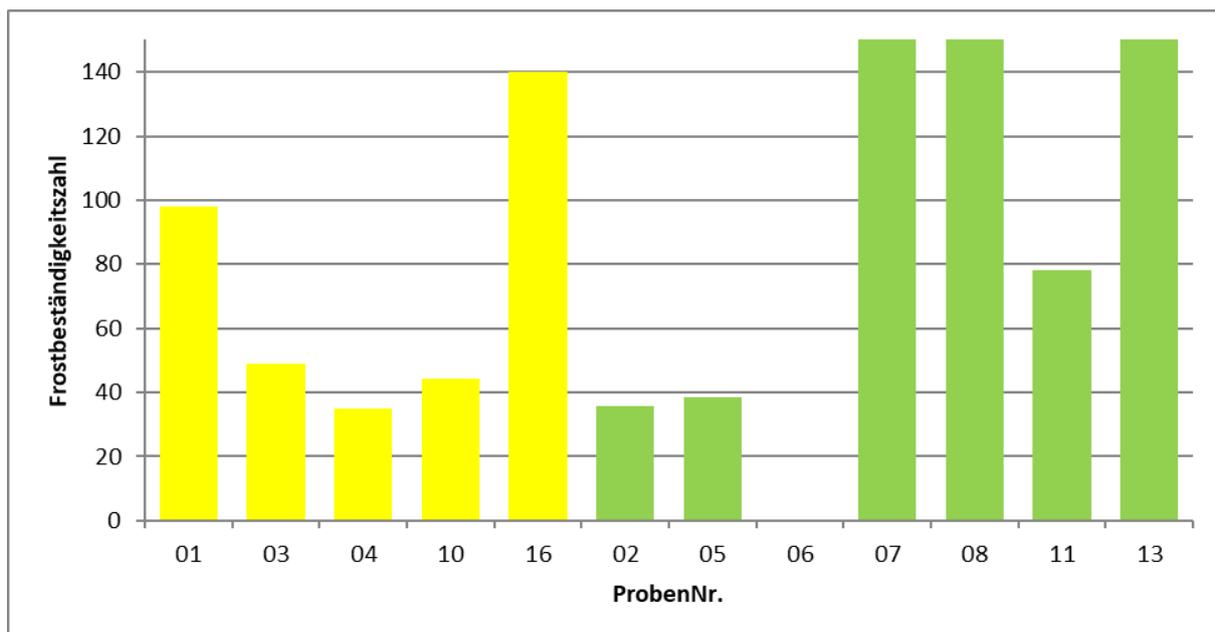
ProbenNr.	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
01	0,252	0,270	0,253	0,312	0,315	0,275
03	0,091	0,096	0,091	0,119	0,121	0,110
04	0,062	0,068	0,063	0,081	0,082	0,075
10	0,057	0,057	0,053	0,065	0,068	-
16	-	-	-	0,511	-	-
02	0,026	0,029	0,026	0,036	0,037	0,030
05	0,027	0,030	0,027	0,043	0,043	-
06	5,071	10,567	2,045	-	12,679	0,413
07	0,870	1,051	0,892	1,992	2,092	1,213
08	0,543	0,673	0,553	1,974	2,658	-
11	0,045	0,063	0,047	0,108	0,114	-
13	-	0,676	0,582	1,048	1,071	-
max	5,071	10,567	2,045	1,992	12,679	1,213
avg	0,704	1,235	0,421	0,572	1,753	0,353
min	0,026	0,029	0,026	0,036	0,037	0,030
avg	0,115	0,123	0,115	0,218	0,146	0,153
avg	1,097	1,870	0,596	0,867	2,671	0,552

Anschließend kann man die Frostbeständigkeitszahl nach Maage berechnen. Diese wird aus konstanten Faktoren und den zuvor ermittelten Werten in Tabelle 18 berechnet. Die Ermittlung erfolgt wie in Abschnitt 2.5 beschrieben. Es soll hier in Erinnerung gerufen werden, dass für Ziegel Werte über 70 als frostsicher, Werte unter 55 als frostunsicher, und jene dazwischen als frostgefährdet gelten.

Tabelle 18: Empirische Frostbeständigkeitszahlen

ProbenNr.	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
01	79	85	80	98	99	86
03	37	39	37	49	49	45
04	27	29	27	35	35	32
10	39	39	36	44	46	-
16	-	-	-	140	-	-
02	26	29	26	36	36	30
05	25	27	24	39	39	-
06	9042	18843	3646	-	22608	737
07	248	300	254	568	597	346
08	178	221	181	646	871	-
11	32	45	34	78	82	-
13	-	189	163	293	300	-
max	9042	18843	3646	646	22608	737
avg	973	1804	410	184	2251	213
min	25	27	24	35	35	30
avg	45	48	45	73	57	55
avg	1592	2808	618	277	3505	371

Diagramm 13: Empirische Frostbeständigkeitszahl aus Versuch 04



Betrachtet man nur die Ergebnisse der Ziegelproben aus dem Wasseraufnahmeversuch 04, gelten die Proben 01, 07 und 16 als frostbeständig und die Proben 03 und 04 als unbeständig. Somit wird

klar ersichtlich, dass die Formel nach Maage, angewendet auf die untersuchten Ziegel, nicht oder nur teilweise mit den Erkenntnissen aus Kapitel 3.3.2 übereinstimmt. Als falsch eingeschätzt gelten hier die Proben 01 (HLZ) und 16 (HLZ dünn).

Für Probe 01 könnte, wie im Abschnitt über die Frost/Tau-Versuche beschrieben, eine Möglichkeit der Erklärung darin gefunden werden, dass ein Großteil des Massenverlustes nach dem Zerschneiden der Probe beobachtet wurde. Da es jedoch zu andauerndem Massenverlust im Lauf der Frost/Tau-Zyklen gekommen ist, müssten hier länger andauernde Untersuchungen stattfinden, um die Sicherheit der Beurteilung mit „frostgefährdet“ zu erhöhen.

Bei Probe 16 (HLZ dünn) konnten schon im Ausgangszustand viele makroskopische Fehler im Gefüge, in Form von Rissen, dokumentiert werden. Da diese keinen Eingang in die Berechnung der empirischen Frostbeständigkeitszahl finden, könnte hier eine mögliche Begründung der falschen Einschätzung liegen.

Bei den restlichen keramischen Proben würden die Proben 02, 05 und 10 als frostunbeständig, und die Proben 06, 08, 11 und 13 als frostbeständig gelten. Für die Aussage von Probe 06 wurde aufgrund der „negativen Sättigung“ hierfür das Ergebnis von Versuch 05 verwendet. Da alle diese Keramiken vom Frost/Tau-Versuch als frostsicher beurteilt wurden, muss gefolgert werden, dass die empirische Formel nach Maage, angewendet auf Keramiken, die nicht unter die Kategorie Ziegel fallen, keine wahrheitsgetreuen Aussagen über deren Frostwiderstand liefert. Hierbei kommt es zu falschen Einschätzungen, die sich sowohl auf der sicheren als auch auf der unsicheren Seite befinden.

Selbst für die Proben, die unter die Kategorie Ziegel fallen, weist die Einschätzung nach Maage eine gewisse Unsicherheit auf. Konkret wurden die Proben 01 und 16 fälschlicherweise als frostsicher beurteilt.

3.7 Vergleich Porenverteilungen/Frostsicherheit

In diesem Abschnitt wird der Versuch unternommen, einen Zusammenhang zwischen der Porengrößenverteilung, der Wasseraufnahme und der Frostsicherheit von allen untersuchten Keramiken herzustellen. Hierfür werden weitere gemessene Materialparameter herangezogen, und die Tendenzen bezüglich frostsicherer und frostgefährdeter Keramikgruppen verglichen.

Die bereits in Diagramm 6 und Diagramm 7 dargestellten Porengrößenverteilungen werden an dieser Stelle noch einmal betrachtet, wobei die nicht frostbeständigen Proben 01, 03, 04, 10 und 16 hervorgehoben sind. Anzumerken ist, dass die Schädigung bei Probe 10 (Blumentopf) im Zwischenraum der Materialgrenzen des mehrschichtigen Aufbaus (Abbildung 25) aufgetreten ist. Dies legt die Vermutung nahe, dass der Verbund der Schichten, und nicht die Porengrößenverteilung (die als Mittelwert der Schichten ermittelt wurde) für den Schaden verantwortlich gemacht werden muss.

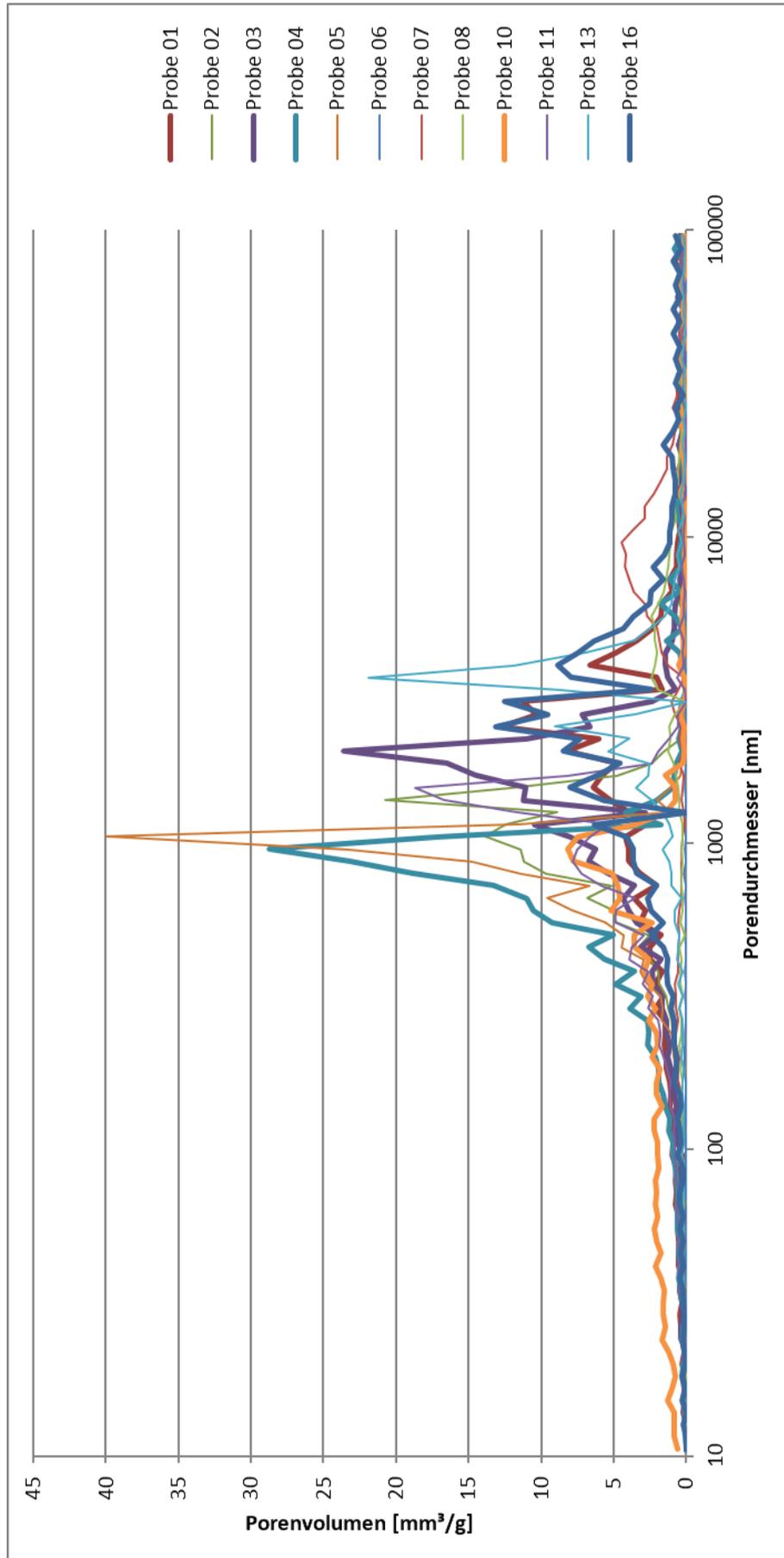
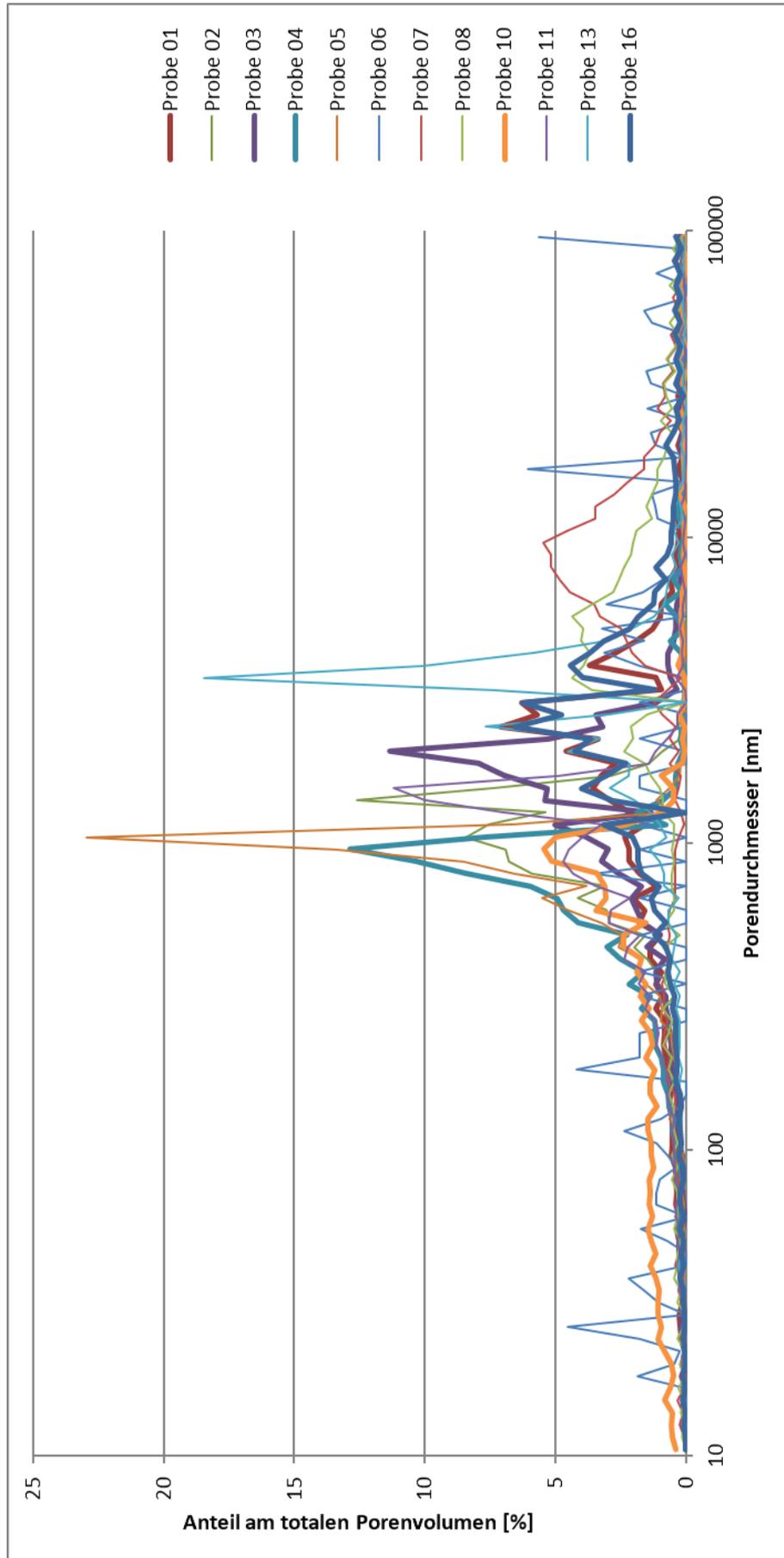
Diagramm 14: Porengrößenverteilung in [mm^3/g]

Diagramm 15: Porengrößenverteilung relativ zum Gesamtporenvolumen in [%]



In Diagramm 14 ist sichtbar, dass die frostgefährdeten Proben ausgeprägtes Porenvolumen im Bereich von $1\mu\text{m}$ bis $3\mu\text{m}$ Porendurchmesser aufweisen. Diese Aussage stellt jedoch nur einen leichten Trend dar, da auch die als frostsicher bewerteten Proben 05 (Gmundner Keramik) und 11 (Terrakotta) diese Tendenz aufweisen. Um die Darstellung nicht durch die verschiedenen hohen Gesamtporenvolumen verzerren zu lassen, wurde in Diagramm 15 die Porengrößenverteilung relativ zum Gesamtporenvolumen dargestellt. Hier kann kein wesentlicher Unterschied zwischen den frostsicheren und frostgefährdeten Proben beobachtet werden. Lediglich Probe 05 (Gmundner Keramik) und Probe 13 (Dachziegel) scheinen sich von den anderen mit deutlich ausgeprägten Spitzenwerten bei $1\mu\text{m}$ und $3\mu\text{m}$ abzuheben.

Die nachfolgenden Vergleiche werden tabellarisch geführt. Hierfür sind die Ergebnisse für die jeweiligen Proben aufgelistet, wobei diese mit dem Minimum, Maximum und dem Durchschnitt aller Proben verglichen werden. Ein Zusammenhang zwischen dem jeweils untersuchten Parameter und der Frostsicherheit wäre gefunden, wenn sich die Werte der frostgefährdeten von den frostsicheren Proben eindeutig unterscheiden. Begonnen wird mit den grundlegenden Daten aus dem Porosimeterversuch (Tabelle 19).

Tabelle 19: Grundlegende Daten aus den Porosimeteruntersuchungen

	totales Porenvolumen	Rohdichte	Reindichte	Innere Oberfläche	mittlerer Porendurchmesser	4xPorenvolumen/ Innere Oberfläche
ProbenNr.	[mm^3/g]	[g/cm^3]	[g/cm^3]	[m^2/g]	[nm]	[nm]
01	179,50	1,8287	2,7222	1,702	1781,74	421,81
03	208,10	1,7001	2,6309	1,534	1507,70	542,70
04	223,51	1,6817	2,6946	3,993	773,73	223,91
10	150,20	1,8482	2,5585	11,918	346,40	50,40
16	200,87	1,754	2,7081	1,867	2357,54	430,30
02	164,80	1,7945	2,5481	3,513	985,89	187,65
05	173,89	1,744	2,5031	1,498	892,80	464,22
06	4,73	2,5148	2,545	0,143	1313,91	132,22
07	81,15	2,1222	2,5637	1,972	7063,38	164,61
08	54,20	2,1131	2,3865	1,631	4008,64	132,91
11	166,49	1,8345	2,6413	2,065	963,03	322,53
13	118,43	2,0436	2,6962	0,699	3209,10	677,30
max	223,51	2,5148	2,7222	11,918	7063,38	677,30
avg	143,82	1,9150	2,5999	2,711	2100,32	312,55
min	4,73	1,6817	2,3865	0,143	346,40	50,40
avg	192,44	1,7625	2,6629	4,203	1353,42	333,82
avg	109,10	2,0238	2,5548	1,646	2633,82	297,35

Das totale Porenvolumen, die Rohdichte, die Reindichte und deren Zusammenhang wurden bereits in Abschnitt 3.4 erläutert. Hier scheint auf, dass die frostbeständigen Keramiken tendenziell geringere totale Porenvolumen aufweisen. Dementsprechend ist deren Rohdichte höher, da die Reindichte für alle Keramiken ähnliche Werte annimmt.

Die innere Oberfläche des Materials gibt Auskunft, ob das Porenvolumen durch eher kleinere oder größere Poren gebildet wird. Bei großem Porenvolumen und kleinen Porendurchmessern ergibt sich eine große innere Oberfläche. Hier kann der Unterschied der Werte für frostsichere und frostgefährdete Keramiken auf den Ausreißer von Probe 10 (Blumentopf) zurückgeführt werden. Somit ist kein eindeutiger Unterschied feststellbar.

Der mittlere Porendurchmesser ist jener, bei dem 50% des gesamten Porenvolumens von größeren Poren gebildet wird. Der durchschnittliche Porendurchmesser ergibt sich, wenn man bei vorgegebener innerer Oberfläche und gesamtem Porenvolumen nur eine Porengröße vorfinden würde. Er kann daher aus diesen beiden Werten berechnet werden, wobei auch hier kein wesentlicher Unterschied in den Gruppen gefunden wurde.

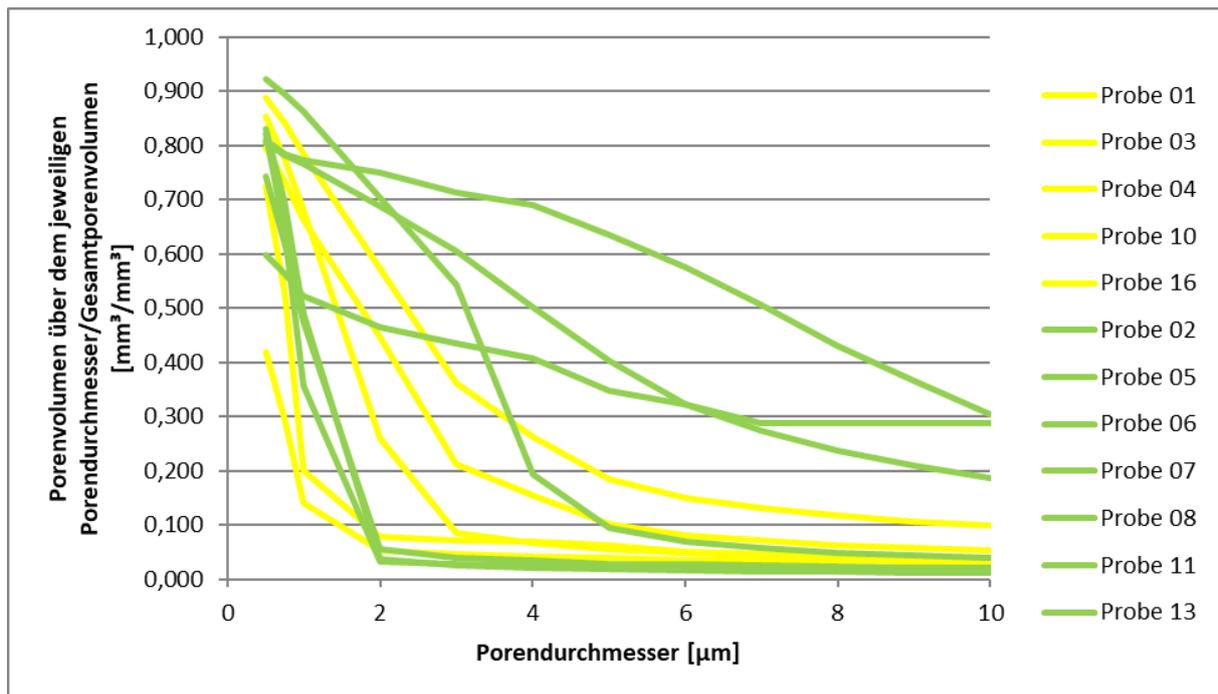
Die frostgefährdeten Proben weisen tendenziell größere Wasseraufnahmen auf, als die frostbeständigen, siehe hierfür Abschnitt 3.5. Dies gilt in konsistenter Weise sowohl für die Versuche im, als auch ohne Vakuum.

Tabelle 16 in Abschnitt 3.6 zeigt das Porenvolumen über einem gewissen Grenzporendurchmesser in absoluten Werten [mm^3/g]. Dies kann als eine tabellarische Darstellung der Summenlinie aus Diagramm 8 angesehen werden. Die generell höheren Werte der frostgefährdeten Proben korrelieren mit dem insgesamt höheren Porenvolumen dieser Keramiken. Stellt man Tabelle 16 in Relation zum Gesamtporenvolumen dar, erhält man Tabelle 20. Diese wird außerdem in Diagramm 16 grafisch dargestellt.

Tabelle 20: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum Gesamtporenvolumen in [mm^3/mm^3]

ProbenNr.	>0.5 μm	>0.75 μm	>1 μm	>2 μm	>3 μm	>4 μm	>5 μm	>6 μm	>7 μm	>8 μm	>9 μm	>10 μm
01	0,796	0,734	0,663	0,446	0,213	0,154	0,103	0,082	0,071	0,062	0,058	0,054
03	0,853	0,776	0,680	0,259	0,086	0,068	0,055	0,048	0,044	0,041	0,039	0,038
04	0,725	0,528	0,201	0,078	0,071	0,070	0,061	0,050	0,047	0,041	0,039	0,037
10	0,419	0,296	0,141	0,052	0,047	0,043	0,040	0,035	0,034	0,034	0,032	0,032
16	0,888	0,842	0,785	0,572	0,360	0,263	0,184	0,150	0,130	0,117	0,105	0,099
02	0,831	0,695	0,490	0,037	0,026	0,021	0,018	0,016	0,015	0,014	0,013	0,012
05	0,821	0,643	0,357	0,032	0,027	0,025	0,024	0,021	0,020	0,019	0,018	0,017
06	0,598	0,564	0,523	0,464	0,436	0,407	0,348	0,322	0,288	0,288	0,288	0,288
07	0,809	0,785	0,772	0,749	0,713	0,690	0,635	0,575	0,505	0,431	0,365	0,303
08	0,806	0,782	0,765	0,687	0,606	0,500	0,402	0,323	0,273	0,237	0,210	0,186
11	0,743	0,618	0,475	0,057	0,039	0,034	0,029	0,027	0,026	0,023	0,022	0,021
13	0,922	0,895	0,863	0,704	0,542	0,193	0,096	0,069	0,058	0,049	0,043	0,040
max	0,922	0,895	0,863	0,749	0,713	0,690	0,635	0,575	0,505	0,431	0,365	0,303
avg	0,768	0,680	0,560	0,345	0,264	0,206	0,166	0,143	0,126	0,113	0,103	0,094
min	0,419	0,296	0,141	0,032	0,026	0,021	0,018	0,016	0,015	0,014	0,013	0,012
avg	0,736	0,635	0,494	0,281	0,155	0,119	0,089	0,073	0,065	0,059	0,055	0,052
avg	0,790	0,712	0,607	0,390	0,341	0,267	0,222	0,193	0,169	0,152	0,137	0,124

Diagramm 16: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum Gesamtporenvolumen in $[\text{mm}^3/\text{mm}^3]$

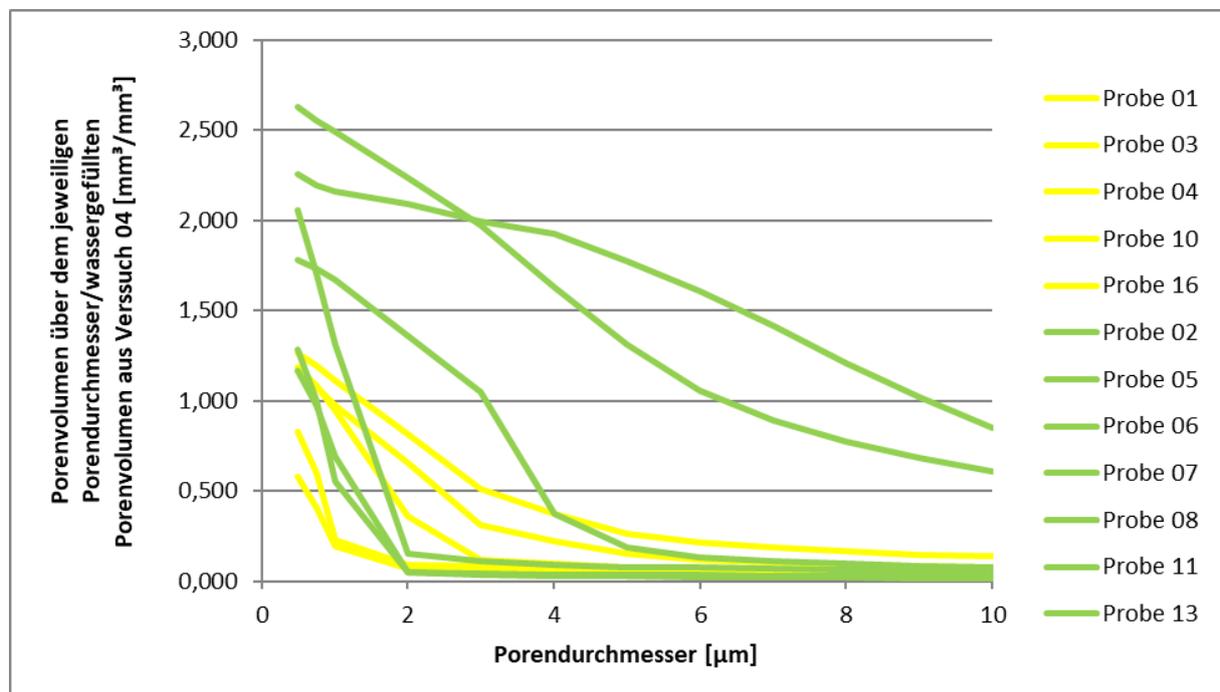


Hier kann kein Unterschied zwischen den frostsicheren und frostgefährdeten Keramiken festgestellt werden.

Motiviert durch die empirische Frostbeständigkeitsbewertung nach Maage stellt das Porenvolumen über gewissen Grenzporendurchmessern aus Tabelle 16 relativ zu den gefüllten Porenvolumen aus dem Wasseraufnahmeversuch 04 eine eventuell interessante Kenngröße dar. Dabei wurden die Wasseraufnahmen aus Versuch 04 gewählt, da dieser die Situation bei den Frost/Tau-Versuchen am besten widerspiegelt. Die erhaltene Tabelle 21 wird grafisch in Diagramm 17 dargestellt.

Tabelle 21: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum gefüllten Porenvolumen aus Versuch 04 in [mm^3/mm^3]

ProbenNr.	>0.5 μm	>0.75 μm	>1 μm	>2 μm	>3 μm	>4 μm	>5 μm	>6 μm	>7 μm	>8 μm	>9 μm	>10 μm
01	1,168	1,076	0,972	0,653	0,312	0,225	0,151	0,120	0,104	0,092	0,085	0,080
03	1,188	1,081	0,947	0,361	0,119	0,095	0,077	0,067	0,061	0,057	0,055	0,053
04	0,828	0,603	0,229	0,089	0,081	0,080	0,070	0,057	0,054	0,047	0,044	0,043
10	0,578	0,408	0,194	0,072	0,065	0,059	0,055	0,049	0,047	0,047	0,045	0,044
16	1,260	1,194	1,113	0,812	0,511	0,372	0,261	0,213	0,185	0,165	0,149	0,140
02	1,167	0,976	0,689	0,053	0,036	0,029	0,026	0,022	0,021	0,019	0,018	0,016
05	1,281	1,002	0,556	0,050	0,043	0,039	0,037	0,033	0,031	0,030	0,029	0,026
06												
07	2,259	2,193	2,158	2,092	1,992	1,927	1,776	1,607	1,412	1,205	1,021	0,847
08	2,627	2,550	2,494	2,238	1,974	1,631	1,311	1,053	0,889	0,774	0,685	0,605
11	2,053	1,707	1,312	0,156	0,108	0,094	0,080	0,075	0,071	0,064	0,061	0,058
13	1,781	1,729	1,667	1,360	1,048	0,374	0,185	0,134	0,111	0,095	0,083	0,076
max	2,627	2,550	2,494	2,238	1,992	1,927	1,776	1,607	1,412	1,205	1,021	0,847
avg	1,472	1,320	1,121	0,722	0,572	0,448	0,366	0,312	0,271	0,236	0,207	0,181
min	0,578	0,408	0,194	0,050	0,036	0,029	0,026	0,022	0,021	0,019	0,018	0,016
avg	1,004	0,872	0,691	0,398	0,218	0,166	0,123	0,101	0,090	0,082	0,076	0,072
avg	1,861	1,693	1,479	0,992	0,867	0,682	0,569	0,487	0,422	0,365	0,316	0,272

Diagramm 17: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum gefüllten Porenvolumen aus Versuch 04 in [mm^3/mm^3]

Aufgrund der hohen Wasseraufnahmen der frostgefährdeten Proben ergeben sich hier tendenziell niedrigere Werte. Für eine eindeutige Aussage ist diese Abweichung jedoch zu gering.

Abschließend kann noch die Frage gestellt werden, bis zu welchem Grenzporendurchmesser das Porenvolumen gefüllt ist. Geht man davon aus, dass größere Poren vor den kleineren Poren mit Wasser gefüllt werden, ergibt sich mit dem Füllgrad (Tabelle 15) und dem Gesamtporenvolumen (Tabelle 10) ein bestimmter Grenzporendurchmesser, welcher in Tabelle 22 für die

verschiedenen Wasseraufnahmeversuche dargestellt ist. Für einen berechneten Füllgrad über 1 kann dieser Grenzporendurchmesser logischerweise nicht angegeben werden. Für größere Werte des Füllgrads, zum Beispiel bei den Wasseraufnahmeversuchen im Vakuum, ergibt sich hier ein kleinerer Grenzporendurchmesser.

Tabelle 22: Grenzporendurchmesser in [nm]

ProbenNr.	Versuch_01	Versuch_02	Versuch_03	Versuch_04	Versuch_05	Versuch_06
01	354	541	370	931	961	579
03	192	373	206	903	931	759
04	-	-	-	249	261	117
10	40	31	24	80	99	-
16	-	-	-	1455	-	-
02	15	379	32	700	743	467
05	-	312	-	758	758	-
06	-	-	-	-	-	-
07	436	4223	570	9108	9337	5796
08	-	133	-	6262	8309	-
11	244	743	320	1266	1288	-
13	-	1499	405	3117	3254	-
max	436	4223	570	9108	9337	5796
avg	213	915	275	2257	2594	1544
min	15	31	24	80	99	117
avg	195	315	200	723	563	485
avg	232	1215	332	3535	3948	3131

Die Aussagekraft aus Tabelle 22 muss jedoch kritisch betrachtet werden. Die relativ großen Ungenauigkeiten aus den Wasseraufnahmeversuchen in Kombination mit den Grenzporendurchmessern, die durch das Quecksilberporosimeter abgedeckt werden können (3.6 nm bis 116 μm), führen hier zu Ergebnissen, deren Qualität zu bezweifeln ist.

Im Rahmen dieses Kapitels konnte also kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Porengrößenverteilung und der Frostsicherheit der Keramiken gefunden werden. Dafür könnten die geringe Anzahl an Probekörper, die zu hohen Ungenauigkeiten der Wasseraufnahmeuntersuchungen und die zahlreichen Schädigungsmechanismen bei Frostbeanspruchung verantwortlich sein, die eine zuverlässige Beurteilung der Proben beim Frost/Tau-Versuch erschweren. Es konnte lediglich nachgewiesen werden, dass sich höhere Gesamtporenvolumen und größere Wasseraufnahmefähigkeiten tendenziell schlecht auf die Sicherheit von Keramiken gegenüber Frost auswirken.

4 Zusammenfassung

4.1 Zusammenfassung Frost/Tau-Versuche

Nachdem die Frost/Tau-Versuche bei richtiger Wahl der Versuchsparameter relativ exakt die tatsächlichen Schädigungsprozesse simulieren können, sind diese am besten geeignet, Aussagen über die Frost/Tau-Beständigkeit zu geben. Im Folgenden sollen die beobachteten Vor- und Nachteile des Versuches zusammengefasst werden.

4.1.1 Vorteile des Frost/Tau-Versuches

- Exakte Simulation der für Schäden verantwortlichen Prozesse

Da der Versuch flexibel mit unterschiedlichen Probekörpergrößen, Flüssigkeiten, Temperaturzyklen, zeitlichen Verläufen und Zyklenanzahl durchgeführt werden kann, besteht die Möglichkeit, ein breites Spektrum an Fragestellungen zu beantworten. Nachdem nicht indirekt, wie z. B. bei der empirischen Formel nach Maage [14], von bestimmten Materialkennwerten, beispielsweise der Wasseraufnahme und Porengrößenverteilung, auf die Frostbeständigkeit gefolgert wird, kann eine hohe Aussagekraft der Versuchsergebnisse erzielt werden. Grund hierfür ist, dass nicht einzelne Schädigungsmechanismen analysiert werden, sondern dass durch die tatsächliche Aufbringung der Beanspruchung an den Proben die realen Schadensmechanismen auftreten.

- Langzeitversuche

Der hohe Automatisierungsgrad führt zu der Möglichkeit, mit geringem Personalaufwand Langzeitversuche durchzuführen. Dies ist, wie in Kapitel 3.3.2 bei Probe 01 (Hochlochziegel) gezeigt, wichtig, um akkumulierende Schädigungsprozesse abzudecken. Hierfür können die Makrozyklen beliebig angepasst werden, um größere zeitliche Abstände der Probenanalysen zu erzeugen. Einzig der Wasserstand im Probenbehälter ist aufgrund von Verdunstungerscheinungen regelmäßig zu kontrollieren.

- Erfassung von makroskopischen Schädigungsprozessen

Im Gegensatz zu den Untersuchungen mittels Quecksilberporosimeter können im Frost/Tau-Versuch auch makroskopische Fehler im Gefüge, z. B. Risse und Einschlüsse, beurteilt werden. Diese makroskopischen Schädigungsprozesse, beispielsweise die Ausbreitung eines Risses, können erfasst und beobachtet werden. Außerdem besteht die Möglichkeit, dem Probekörper gezielt Störungen zuzufügen, um deren Auswirkungen im Lauf der Frostbeanspruchung verfolgen zu können. Als Beispiel der Auswirkung von solchen Rissen dient die Zerstörung der Probe 16 (Hochlochziegel dünn) durch die Frost/Tau-Versuche (siehe Abschnitt 3.3.2).

4.1.2 Nachteile des Frost/Tau-Versuches

- **Versuchsdauer**

Um zuverlässige Aussagen aus den Ergebnissen ableiten zu können, ist eine gewisse Anzahl von durchlaufenen Zyklen notwendig. Diese Mindestdauer hängt von der jeweiligen Probe ab. In der vorliegenden Arbeit waren meist ca. 70 Frost/Tau-Zyklen notwendig, um die Proben mit ausreichender Sicherheit bewerten zu können. Diese Anzahl stellt aber bestenfalls einen Richtwert in dieser Arbeit dar, es können auch wesentlich mehr Zyklen für die sichere Beurteilung notwendig sein, wie an Probe 01 (Hochlochziegel) demonstriert wurde.
- **Notwendigkeit der Eichung des Temperaturverlaufs**

Wird ein nicht rückgekoppeltes Temperaturregelungssystem verwendet, wie in dieser Arbeit, muss die Versuchseinrichtung kalibriert werden, um den gewünschten Temperaturverlauf herstellen zu können. Hierfür empfiehlt sich die Verwendung eines zusätzlichen Probekörpers mit gleicher thermischer Trägheit, damit die eigentliche Probe nur die nach der Eichung generierten richtigen Temperaturänderungen erfährt.
- **Qualitative statt quantitative Aussagekraft**

Aufgrund unbeeinflussbarer Faktoren, wie mikroskopische Vorschädigungen, kommt es bei gleichen Probekörpern und gleicher Wahl der Versuchsparameter zu unterschiedlichen Massenverlusten in den Versuchen. Somit können die Ergebnisse nur qualitativ betrachtet werden.
- **Geometrie des Probekörpers**

Aus den in Abschnitt 2.4 behandelten Versagensmechanismen kann die Vermutung abgeleitet werden, dass eine zu dünne Probe während des Frostvorganges, und der damit verbundenen Volumszunahme des Porenwassers, dazu neigt, dass ein gewisser Anteil des noch nicht gefrorenen Wassers durch die geringe Materialstärke und den dadurch geringeren Widerstand ausgepresst werden kann. Dadurch könnten dünne Proben, zu welchen keramische oft zählen, fälschlicherweise als frostsicher eingestuft werden. Diese Vermutung wird durch die Beobachtung einer großen Menge an Eis an der Oberfläche der Proben im Wassersättigungsversuch 06 (die gefrorenen Proben aus dem Frost/Tau-Versuch) bekräftigt, siehe hierfür Abschnitt 3.5. Um diesen Verdacht ausschließen zu können, wären weiterführende Untersuchungen mit Probekörpern desselben Materials, jedoch mit unterschiedlichen Geometrien, notwendig.

Unter der Berücksichtigung der oben genannten Punkte müssen die im Zuge dieser Arbeit durchgeführten Frost/Tau-Versuche auch unter kritischem Licht betrachtet werden. So lieferten die Versuche Ergebnisse, die sich sowohl mit Abschätzungen als auch mit den Beurteilungen der Literatur (Maage [14]) größtenteils decken, jedoch wären weitere Variationen der Versuchsparameter notwendig, um die Zuverlässigkeit der Ergebnisse zu erhöhen. Diese Parameter werden im abschließenden Kapitel 5 angeführt.

4.2 Zusammenfassung Porosimeteruntersuchung

Hier sollen die Vor- und Nachteile der Quecksilberporosimeteruntersuchung rekapituliert werden.

4.2.1 Vorteile der Quecksilberporosimeteruntersuchung

- **Quantitative Aussagen**
Die durchgeführten Quecksilberporosimeteruntersuchungen führen im Gegensatz zu den Frost/Tau-Versuchen zu quantitativen Ergebnissen. Im Bereich der von den Geräten abgedeckten Porengrößen können äußerst genaue und sichere Aussagen über die Porengrößenverteilung getroffen werden.
- **Rasche Versuchsdurchführung**
Im Gegensatz zu den Frost/Tau-Versuchen kann man hier innerhalb von wenigen Stunden zu einem qualitativ sehr hochwertigem Ergebnis kommen.

4.2.2 Nachteile der Quecksilberporosimeteruntersuchung

- **Keine Berücksichtigung großer Poren und makroskopischer Vorschädigungen**
Das verwendete Quecksilberporosimeter kann nur einen gewissen Porenbereich abdecken, im vorliegenden Fall die Porengrößen von 3.6 nm bis 116 μm . Für die Untersuchung von Frostsicherheit stellt die Untergrenze einen befriedigenden Wert da, jedoch kann nicht ausgeschlossen werden, dass nicht auch Poren größer als 116 μm zu Frostschäden führen können (siehe hierfür das Modell „Spaltenfrost“ in Abschnitt 2.4). Außerdem stimmt durch die Nichtberücksichtigung größerer Poren und Mikrorissen das Gesamtporenvolumen durch die Porosimeteruntersuchung nicht exakt mit den Ergebnissen der Wasseraufnahmeversuche überein. Es liegt hier die Vermutung nahe, dass es dabei zu nicht vernachlässigbaren Messungenauigkeiten kommt, da große Poren und vor allem Risse maßgeblich zur Menge des gehaltenen Wassers beitragen. Resultat sind physikalisch unmögliche Wasserfüllgrade des Porenvolumens, mit Werten über 100%.
- **Teure Versuchsgeräte, hoher Schulungsgrad des Personals, Geräteeichung**
Das für die Messung verwendete Quecksilberporosimeter ist eines von nur zwei betriebenen in Österreich. Die Geräte sind sehr teuer, müssen regelmäßig gewartet werden, und es ist ein hohes Maß an Wissen für die Bedienung notwendig, um richtige Ergebnisse zu erhalten.

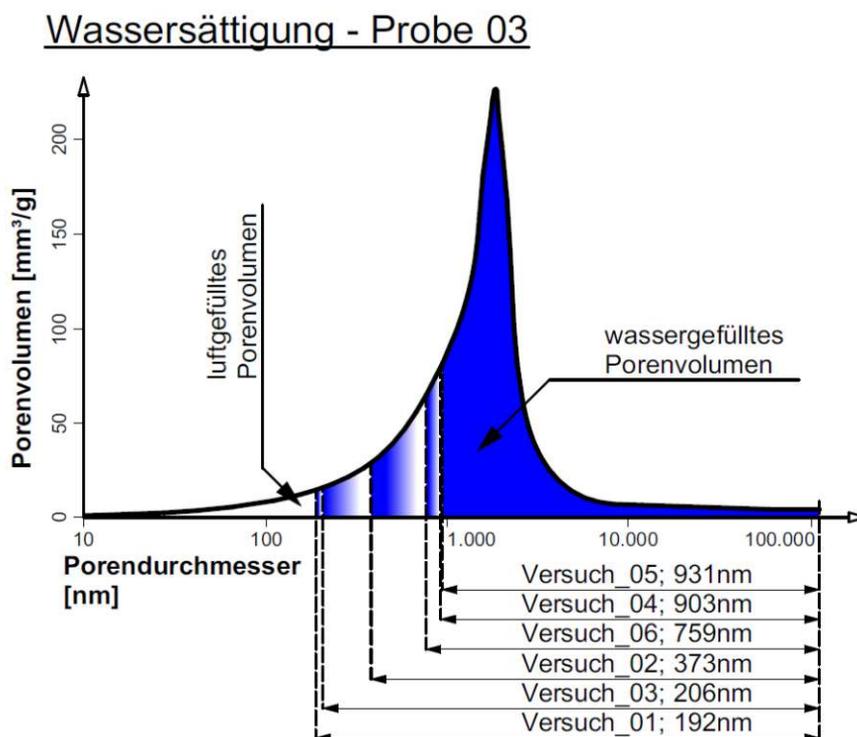
Die in dieser Arbeit verwendeten Ergebnisse der Quecksilberporosimeteruntersuchung weisen eine sehr hohe Qualität und Sicherheit in ihrem Anwendungsbereich (abgedeckte Porendurchmesser) auf. Sämtliche Aussagen, die auf diesen Ergebnissen basieren, sind konsistent und reproduzierbar. Der einzige Schwachpunkt in diesen Berechnungen ist die bereits erklärte Nichterfassung der großen Poren und Risse. Dies führt zu gewissen Unzuverlässigkeiten der empirischen Frostsicherheitszahlen und den gefüllten Grenzporen in Abschnitt 3.7.

In anderen Worten ausgedrückt beziehen sich Porosimeteruntersuchungen rein auf das keramische Material, wohingegen sich die anderen Versuche (Frost/Tau-Versuche und Wasseraufnahmeversuche) auf die speziellen Probekörper beziehen. Die Unterschiede (Risse, Einschlüsse und große Poren) dieser Untersuchungen führen auf die Unsicherheiten der Berechnungen.

4.3 Zusammenfassung Wasseraufnahmeuntersuchungen

Die Wasseraufnahmeuntersuchungen dienen dazu, die Wassermenge in einer porösen Probe zu bestimmen. Es wird ein normierter Versuchsablauf zur Erzielung einer möglichst hohen Genauigkeit der Ergebnisse angestrebt. Leider können, wie in dieser Arbeit erkennbar, trotz großer Sorgfalt teilweise maßgebliche Ungenauigkeiten auftreten. Hierfür soll als Beispiel angeführt werden, dass die hier durchgeführten Wasseraufnahmeversuche inkonsistent dahingegen sind, dass längere Wasserbadaufenthalte nicht immer zu höheren Sättigungen und den damit verbundenen kleineren Grenzporendurchmessern geführt haben. Theoretisch sollte sich der Sachverhalt jedenfalls so verhalten, oder sich im Falle einer vollständigen Sättigung der Poren zumindest gleiche Sättigungen ergeben. Als Beispiel sind in Diagramm 18 die Wassersättigungen für Probe 03 dargestellt. Die aus den Versuchen ermittelten und berechneten Grenzporendurchmesser sollten sich theoretisch wie folgt verhalten: Versuch 03 \leq 02 \leq 01 \leq 04 = 06 \leq 05. Die Abweichung kann unter anderem an der sehr rasch voranschreitenden Verdunstung der Feuchtigkeit an den Probenoberflächen, aber auch an der unterschiedlich starken Entfernung von Oberflächenwasser mittels eines feuchten Tuches liegen.

Diagramm 18: Wassersättigungen bei Probe 03



Trotzdem können mit den Versuchen, bei gleicher Wahl der Randbedingungen, in ausreichend genauem Maße abgeschätzt werden, welche Wassersättigung die Proben im Frost/Tau-Versuch durchlaufen. Abhilfe bei den Ungenauigkeiten könnten, wie in Abschnitt 3.5 angeführt, Probekörper mit optimierter gedrungener Geometrie schaffen, um die Auswirkungen des Oberflächenwassers zu verringern. Außerdem kann mit der Relation zwischen freiwilliger zu maximal erzielbarer Wasseraufnahme, und einem zur Literatur veränderten Grenzwert (siehe Kapitel 3.5), ein Kriterium gefunden werden, das die untersuchten Proben relativ zuverlässig in frostsichere und frostgefährdete Keramiken einteilt.

4.4 Beantwortung der wissenschaftlichen Fragestellung

In dieser Arbeit scheiterte der Versuch, von der Porengrößenverteilung immer direkt auf die Frostsicherheit der Keramiken zu schließen. Einige der untersuchten Parameter lieferten zwar Hinweise auf die Frostbeständigkeit, jedoch konnten keine eindeutigen Grenzen bei diesen gefunden werden, die die frostgefährdeten Keramiken von den frostsicheren trennen würden. Als Hinweise werden hier vor allem ein tendenziell höheres Gesamtporenvolumen und eine höhere Wasseraufnahme identifiziert. Daraus wird geschlossen, dass für die Frostempfindlichkeit von Keramiken nicht nur die Porengrößenverteilung, sondern beispielsweise auch die Zugfestigkeiten, Geometrien der Probekörper, Porengeometrien oder durchlaufene Temperaturschwankungen, verantwortlich gemacht werden müssen.

Es konnten jedoch im Rahmen der Wasseraufnahmeversuche Erfahrungen gesammelt werden, die darauf hindeuten, dass das Verhältnis von freiwilliger zu maximal erzielbarer Wasseraufnahme eine Kenngröße darstellt, die mit den Ergebnissen aus den Frost/Tau-Versuchen in relativ hohem Maße übereinstimmt. Die im Rahmen der vorliegenden Versuchsaufbauten weiter untersuchbaren Fragestellungen werden im abschließenden Kapitel angeführt.

5 Resümee und Ausblick

Die Gültigkeit der empirischen Formel nach Maage [14] konnte nur zum Teil erfolgreich auf die in dieser Arbeit verwendeten Ziegelproben angewendet werden. Die Einschätzungen werden durch die Ergebnisse der Frost/Tau-Versuche bestätigt, aber teilweise auch widerlegt. Leider scheiterte der Versuch, die Formel generell auf keramische Proben anzuwenden. Hier werden falsche Beurteilungen, sowohl für frostsichere als auch frostgefährdete Keramiken, ermittelt. Aus den Porengrößenverteilungen allein kann kein eindeutiges Kriterium für die Frostsicherheit abgeleitet werden, da sich die Porenverteilungen und Porenvolumen der frostsicheren Proben nicht eindeutig und maßgeblich von jenen unterscheiden, die sich als frostgefährdet herausstellten. Lediglich die Tendenz, dass größere Gesamtporenvolumen und höhere Wasseraufnahmen mit Frostgefährdung korrelieren, kann nachgewiesen werden. Es liegt die Vermutung nahe, dass für die Eigenschaft „frostsicher“ zusätzliche Parameter neben der Porengrößenverteilung des keramischen Materials verantwortlich sind. Hierzu zählen Faktoren wie Elastizitätsmodul, Zugfestigkeit, die Porosität bei Durchmessern über 136 μm und weitere makroskopische Gefügestörungen wie Risse. Somit ist aufgrund der Ergebnisse dieser Arbeit das sicherste Kriterium, eindeutige Frostsicherheit festzustellen, die Versuchsdurchführung der Frost/Tau-Simulation. Diese ist langwieriger und aufwendiger, jedoch können reale Einwirkungen auf die Proben sehr gut simuliert, und daher Aussagen mit hoher Sicherheit abgeleitet werden.

Außerdem muss hier noch angeführt werden, dass das relativ einfach und rasch ermittelbare Verhältnis zwischen freiwilliger/maximal erzielbarer Wasseraufnahme (Abschnitt 3.5) für die in dieser Arbeit verwendeten Proben einen Kennwert darstellt, der die frostsicheren von den frostgefährdeten Keramiken eindeutig trennt. Es würde sich daher anbieten, weiter zu untersuchen, ob sich mit Wasseraufnahmeversuchen unter verschiedenen Randbedingungen auch weitere Keramiken in Bezug auf Frostsicherheit richtig beurteilen lassen.

Weiterführende Untersuchungen könnten außerdem darauf abzielen, folgende Fragen in Bezug auf Frost/Tau-Versuche zu beantworten:

- Führen unterschiedliche Geometrien der Probekörper zu unterschiedlichen Bewertungen in Hinsicht auf Frostsicherheit? Werden also mit unterschiedlichen Probenstärken die gleichen qualitativen Ergebnisse (Massenverluste, Zerstörungen bzw. Abplatzungen) erzielt? Für die Beantwortung dieser Frage könnten Probekörper aus dem gleichen Material mit unterschiedlichen Abmessungen den Versuch durchlaufen. Es sollte jedoch bedacht werden, dass Produkte, wie z. B. Fliesen, auch in der Realität nur in dünnen plattenförmigen Geometrien zum Einsatz kommen, und dadurch ein Versuch mit einem dickeren Probekörper als wenig

sinnvoll erscheint. Hier muss also zwischen der Frost/Tau-Sicherheit eines Materials und einem bestimmten Produkt unterschieden werden.

- Hat die Wahl der Wasserqualität maßgeblichen Einfluss auf die Ergebnisse? Werden mit destilliertem oder salzhaltigem Wasser die gleichen Ergebnisse wie mit Leitungswasser erzielt?
- Inwiefern wirkt sich die Dauer der Lagerung in Wasser innerhalb der Mikrozyklen auf die Abwitterung der Proben aus? Kann durch eine längere Wasserlagerung eine höhere Sättigung erzielt werden und führt diese dann zu einer schneller voranschreitenden Zerstörung der Probekörper?
- Kommt es zu einer Akkumulation des Schadens an den Proben? Stellen sich scheinbar frostsichere Proben im Zuge vieler durchlaufener Zyklen später als doch nicht frostsicher heraus? Hierzu wäre ein Langzeitversuch mit einer Mikrozyklenanzahl von bis zu 1.000 anzustreben. Mit kleineren Probekörpern könnte die Dauer eines Mikrozyklus durch die niedrigere thermische Trägheit und somit auch die Gesamtversuchslaufzeit verringert werden.
- Werden durch tiefere Temperaturen andere Ergebnisse erzielt? Gefriert dadurch das Wasser in kleineren Poren, und kommt es zu vermehrt auftretender Schädigung?
Welchen Einfluss hat die Geschwindigkeit des Gefrierens? Es besteht zum einen die Möglichkeit, dass es bei höheren Abkühlraten zu geringeren Belastungen des Materials kommt, da weniger flüssiges Wasser in die Zwickel zwischen Eis und Porenwand der großen Poren nachfließen kann (siehe Modell „Belastung infolge thermischer Ausdehnungsunterschiede“ in Abschnitt 2.4). Zum anderen ist es möglich, dass die Wahrscheinlichkeit für Schäden mit steigender Abkühlrate zunimmt, da so mehr Wasser in situ in den Kapillarporen gefriert, und es zu keinem Auspressen des Wassers kommen kann.
- Kann aus der Zugfestigkeit von Keramiken auf die Frostbeständigkeit geschlossen werden? In der Literatur finden sich Hinweise [13], dass die Zugfestigkeit hier eine wichtige Rolle spielt.
- Können mit begleitender Ultraschalluntersuchung akkumulierende Schadensprozesse an den keramischen Proben in Frost/Tau-Versuchen frühzeitig erkannt werden, wie dies beispielsweise bei Betonprobekörper möglich ist? Für die Messung dieser inneren Schädigung müssten spezielle Geometrien an Probekörpern (siehe Abschnitt 2.8) verwendet werden.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Gmundner Keramik – Vorderansicht der Tontasche	2
Abbildung 2: Funktionsweise der Fassadenelemente.....	2
Abbildung 3: Fräsdatei des Gehäuses für die CNC-Fräse	5
Abbildung 4: Wasserbeständige „KTY“ Temperatursensoren.....	6
Abbildung 5: Fertiggestellte Hardware der Pumpensteuerung.....	6
Abbildung 6: Einheitswürfel	9
Abbildung 7: Grobkeramik, Probe 04, siehe Abschnitt 3.1.....	10
Abbildung 8: Feinkeramik, Probe 02, siehe Abschnitt 3.1	10
Abbildung 9: Glasartige Struktur durch Brenntemperaturen über der Sintergrenze, Probe 08.....	11
Abbildung 10: Typisches Schadensbild von Keramiken durch Frost	13
Abbildung 11: Prinzip der Ultraschallmessung.....	18
Abbildung 12: Ultraschall-Messeinheit.....	18
Abbildung 13: Anordnung der Proben 12, 14 und 15	26
Abbildung 14: Prototyp.....	29
Abbildung 15: Ausgabedatei A, Dokumentation des Versuches.....	30
Abbildung 16: Ausgabedatei B, Temperaturlaufzeichnungen im Rohformat.....	31
Abbildung 17: Ausgabedatei B, Temperaturlaufzeichnungen in Tabellenformat aufbereitet	31
Abbildung 18: Zahnradpumpen außerhalb des Klimaschranks	31
Abbildung 19: Probekörper mit Abstandhalter im eingebauten Zustand.....	32
Abbildung 20: Versuchsaufbau im Labor	33
Abbildung 21: Probekörper 09 zerstört.....	38
Abbildung 22: Abgebrochene Teile von Probekörper 04, 14 und 15.....	42
Abbildung 23: Probe 04, Ausgangszustand.....	43
Abbildung 24: Probe 04, nach 122 Frost/Tau-Zyklen.....	43
Abbildung 25: Probe 10, Frostschäden entlang der Schichtgrenzen	43
Abbildung 26: Probe 14, Ausgangszustand.....	44
Abbildung 27: Probe 14, nach 26 Frost/Tau-Zyklen.....	44

Abbildung 28: Zerstörter Probekörper 16, nach 24 Frost/Tau-Zyklen	44
Abbildung 29: Probekörper für die Wasseraufnahmeversuche.....	49
Abbildung 30: Aufbau der Wasseraufnahmeversuche.....	50
Abbildung 31: Schritte der Wasseraufnahmeversuche	51
Abbildung 32: Probekörper im Exsikkator.....	52

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Brenntemperaturen von Keramiken [15].....	11
Tabelle 2: Wasseraufnahmen von Ziegeln abhängig vom Brenngrad [15].....	12
Tabelle 3: Fliesenbezeichnung nach deren Wasseraufnahme [15].....	12
Tabelle 4: Bautechnische Normen zu Frost/Tau-Versuchen.....	16
Tabelle 5: Bautechnische Normen zu Wasseraufnahmeversuchen.....	21
Tabelle 6: Proben.....	25
Tabelle 7: Versionen des Codes.....	27
Tabelle 8: Gemessene Massen im Frost/Tau-Versuch in [g].....	39
Tabelle 9: Beurteilung der Proben aufgrund der Ergebnisse des Frost/Tau-Versuches.....	41
Tabelle 10: Totales Porenvolumen, Rohdichte und Reindichte.....	45
Tabelle 11: Parameter der Wasseraufnahmeversuche.....	49
Tabelle 12: Ergebnisse der Wasseraufnahmeversuche in [g Wasser pro g trockener Probe].....	52
Tabelle 13: Freiwillige/maximale Wasseraufnahme in [-].....	54
Tabelle 14: Wassersättigungen in [mm ³ /g].....	55
Tabelle 15: Füllgrade der Porenvolumen in [mm ³ Wasser/mm ³ Pore].....	56
Tabelle 16: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser in [mm ³ /g].....	57
Tabelle 17: Porenvolumen über 3 µm in Relation zum gefüllten Porenvolumen in [mm ³ /mm ³].....	57
Tabelle 18: Empirische Frostbeständigkeitszahlen.....	58
Tabelle 19: Grundlegende Daten aus den Porosimeteruntersuchungen.....	62
Tabelle 20: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum Gesamtporenvolumen in [mm ³ /mm ³].....	63
Tabelle 21: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum gefüllten Porenvolumen aus Versuch 04 in [mm ³ /mm ³].....	65
Tabelle 22: Grenzporendurchmesser in [nm].....	66

Diagrammverzeichnis

Diagramm 1: Faktor zufolge Querdehnungszahl, quadratischer Verlauf.....	19
Diagramm 2: Aufzeichnungen des Temperaturverlaufs (Mikrozyklus 04).....	36
Diagramm 3: Latente Wärme.....	37
Diagramm 4: Massenentwicklung im Laufe der Frost/Tau-Zyklen in [-].....	40
Diagramm 5: Gesamtporenvolumen in [mm ³ /g].....	46
Diagramm 6: Porengrößenverteilung in [mm ³ /g].....	46
Diagramm 7: Porengrößenverteilung relativ zum Gesamtporenvolumen in [%].....	47
Diagramm 8: Summenlinie in [mm ³ /g].....	47
Diagramm 9: Summenlinie relativ zum Gesamtporenvolumen in [-].....	48
Diagramm 10: Wassersättigung aus Versuch 04 in [g Wasser pro g trockener Probe].....	53
Diagramm 11: Freiwillige/maximale Wasseraufnahme in [-].....	54
Diagramm 12: Füllgrade der Porenvolumen aus Versuch 04 in [mm ³ Wasser/mm ³ Pore].....	56
Diagramm 13: Empirische Frostbeständigkeitszahl aus Versuch 04.....	58
Diagramm 14: Porengrößenverteilung in [mm ³ /g].....	60
Diagramm 15: Porengrößenverteilung relativ zum Gesamtporenvolumen in [%].....	61
Diagramm 16: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum Gesamtporenvolumen in [mm ³ /mm ³].....	64
Diagramm 17: Porenvolumen über dem jeweiligen Porendurchmesser, relativ zum gefüllten Porenvolumen aus Versuch 04 in [mm ³ /mm ³].....	65
Diagramm 18: Wassersättigungen bei Probe 03.....	70

Literaturverzeichnis

- [1] CBGB – Clay based greening bound - Die Entwicklung von Ton-Modulen zur effektiven und wartungsarmen Gebäudebegrünung. (Factsheet); 01.10.2021 [Online], Verfügbar unter: <https://projekte.ffg.at/projekt/4121987/pdf> [zuletzt abgerufen am 19.08.2022].
- [2] Bedienungsanleitung SOLID Software Quecksilberporosimeter PASCAL 140/240/440; Vers. 1.0.3; Porotec 2015; <http://www.porotec.de>
- [3] BS 1881-203: Recommendations for measurement of velocity of ultrasonic pulses in concrete; British Standard BSI; 1986; ISBN 0 580 15216 2
- [8] DIN 52 252: Prüfung der Frostwiderstandsfähigkeit von Vormauerziegeln und Klinkern; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 1986
- [4] DIN EN 1217: Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln Prüfverfahren für die Wasseraufnahme von keramischen Gegenständen; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 1998
- [5] DIN EN 772-7: Prüfverfahren für Mauersteine, Teil 7: Bestimmung der Wasseraufnahme von Mauerziegeln für Feuchteisolierschichten durch Lagerung in siedendem Wasser; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 1998
- [6] DIN EN 772-11: Prüfverfahren für Mauersteine, Teil 11: Bestimmung der kapillaren Wasseraufnahme von Mauersteinen aus Beton, Porenbetonsteinen, Betonwerksteinen und Natursteinen sowie der anfänglichen Wasseraufnahme von Mauerziegeln; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 2004
- [7] DIN EN 772-21: Prüfverfahren für Mauersteine; Teil 21: Bestimmung der Kaltwasseraufnahme von Mauerziegeln und Kalksandsteinen; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 2011
- [8] DIN EN ISO 10545-3: Keramische Fliesen und Platten, Teil 3: Bestimmung von Wasseraufnahme, offener Porosität, scheinbarer relativer Dichte und Rohdichte; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 2018
- [9] DIN EN ISO 10545-12: Keramische Fliesen und Platten, Teil 12: Bestimmung der Frostbeständigkeit; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 1997
- [10] DIN EN ISO 15148: Wärme- und feuchtetechnisches Verhalten von Baustoffen und Bauprodukten, Bestimmung des Wasseraufnahmekoeffizienten bei teilweisem Eintauchen; DIN Deutsches Institut für Normung; Berlin 2003
- [11] L. Franke, H. Bentrup; Beurteilung der Frostwiderstandsfähigkeit von Ziegeln im Hinblick auf lange Lebensdauer, Teil 1; ZI Ziegelindustrie International; Nr 46; 1993; Seite 483-492

- [12] C. Hellmich; Skriptum zur Vorlesung mit Übung aus Ingenieurmechanik, Teil A – Vorlesungsskript; Institut für Mechanik der Werkstoffe und Strukturen der Technischen Universität Wien im Sommersemester 2021
- [13] M. Maage; Frostbeständigkeit und Porengrößenverteilung in Ziegeln; ZI Ziegelindustrie International; Nr 43; 1990; Seite 472-481
- [14] M. Maage; Frostbeständigkeit und Porengrößenverteilung in Ziegeln, Teil 2; ZI Ziegelindustrie International; Nr 43; 1990; Seite 482-488
- [15] G. Neroth, D. Vollenschaar. [Hrsg]; Wendehorst Baustoffkunde; 27. vollständig überarbeitete Auflage; Vieweg + Teubner Verlag 2011; ISBN 978-3-8351-0225-5
- [16] ONR 23303: Prüfverfahren Beton (PVB) Nationale Anwendung der Prüfnormen für Beton und seine Ausgangsstoffe; Austrian Standards Institute; Wien 2010
- [17] C.F. Ramml; Ziegelöfen und Lehmabbaue der politischen Bezirke Mistelbach und Gänserndorf (Niederösterreich): Geschichte und Geologie – Archiv für Lagerstättenforschung, Band 27; Wien 2014; ISBN: 978-3-85316-072-5
- [18] H. Salmang, H. Scholze; Keramik; 7. vollständig neubearbeitete und erweiterte Auflage; Springer – Verlag Berlin Heidelberg 2007; ISBN-10 3-540-63273-5

Anhang

Anhang /A01/ - Bilder der Probekörper

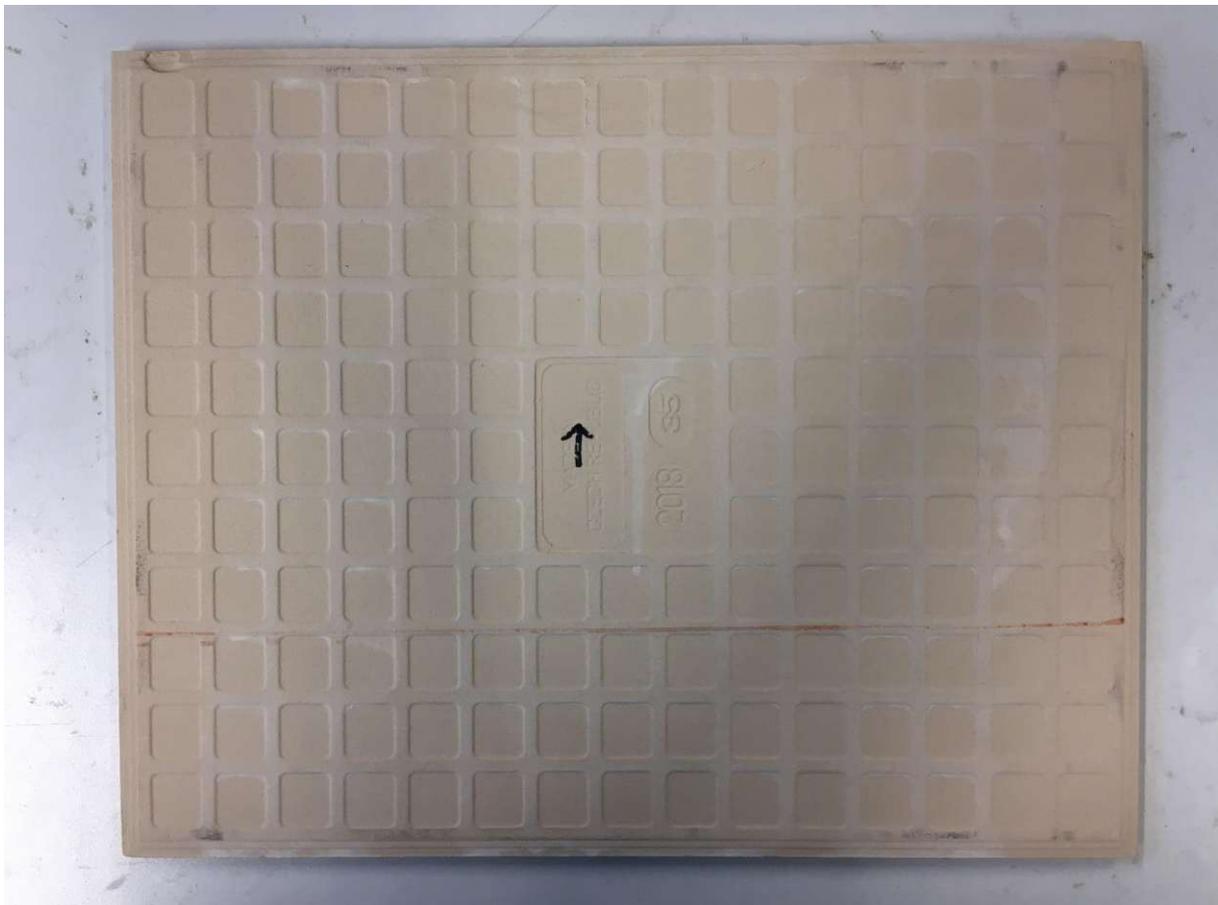
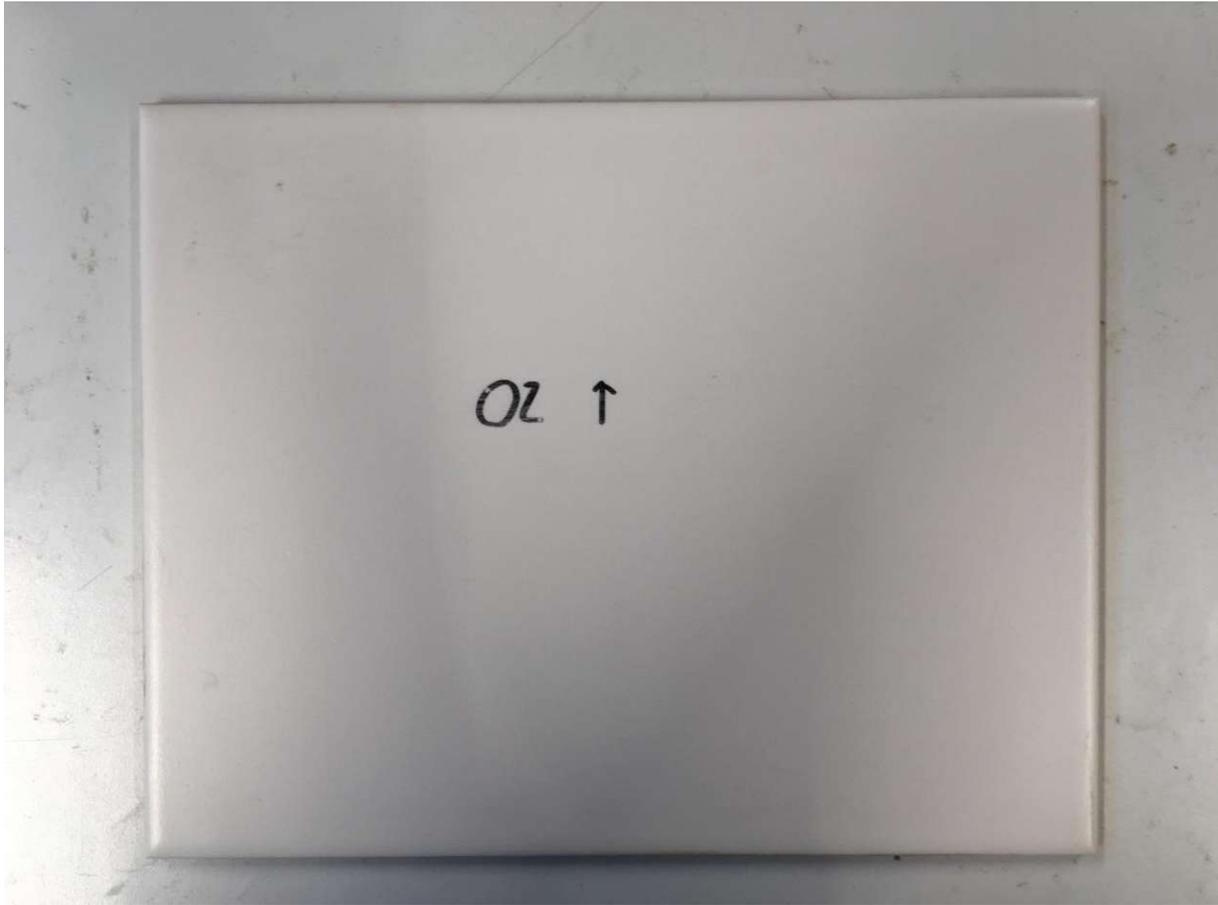
Probekörper 01a:



Probekörper 01b:



Probekörper 02:



Probekörper 03:





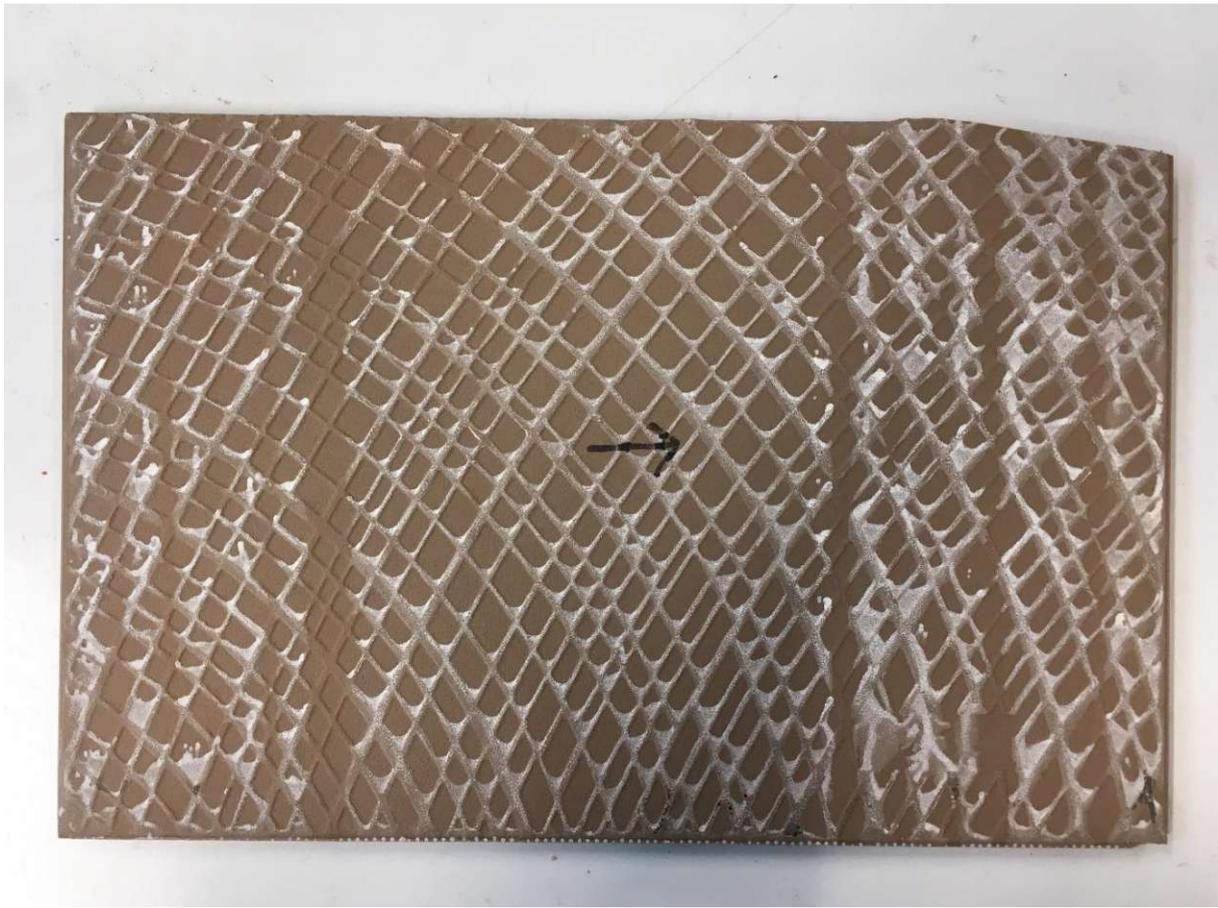
Probekörper 05:





Probekörper 06:



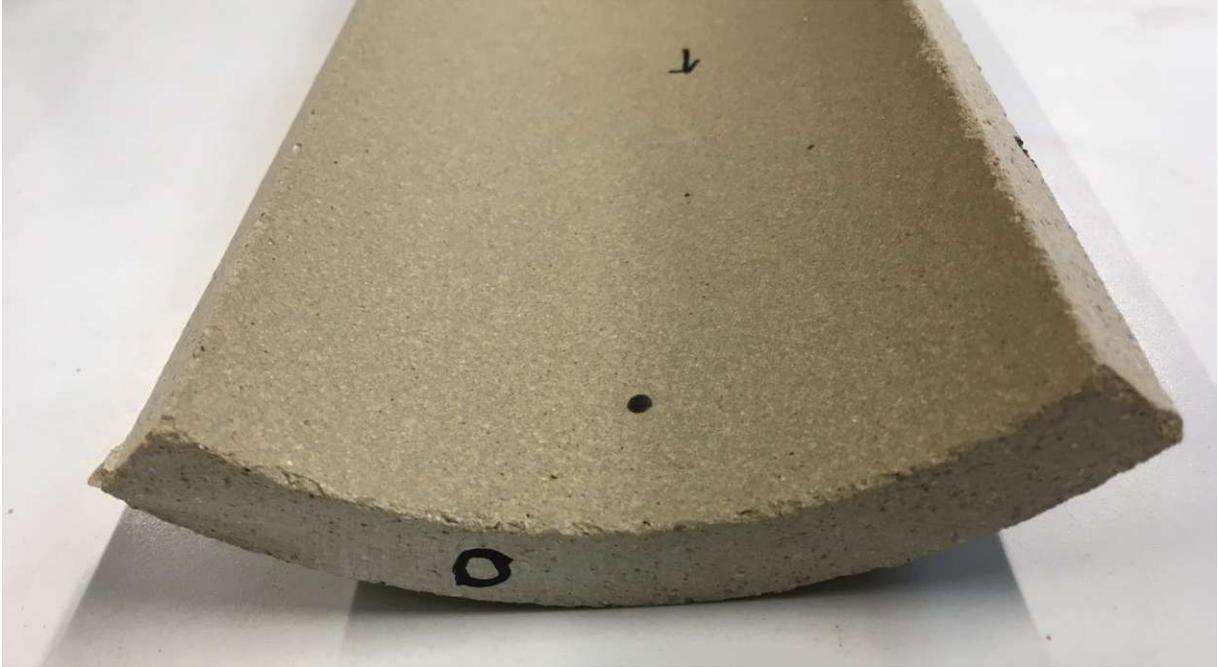


Probekörper 07:





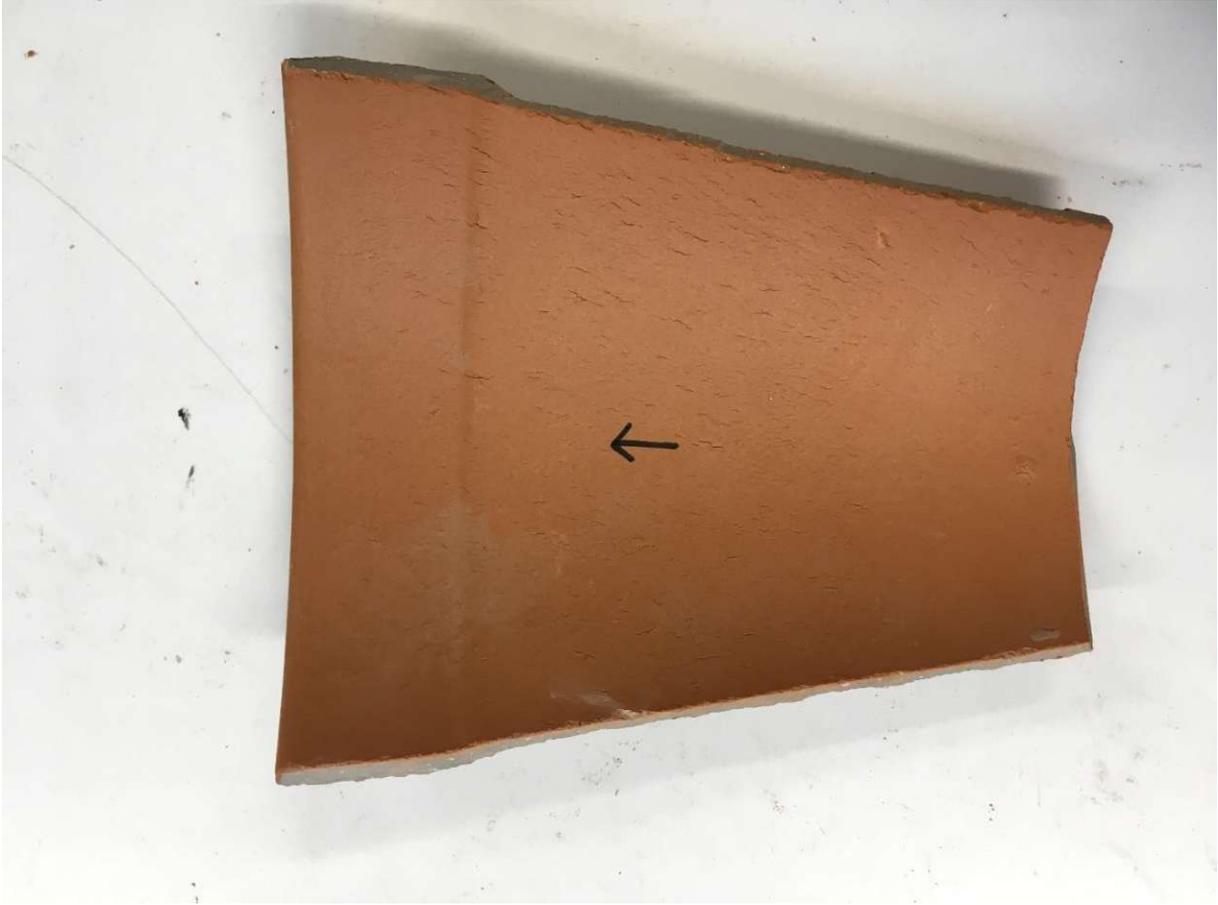
Probekörper 08:



Probekörper 09:



Probekörper 10:



Probekörper 11:



Probekörper 12:



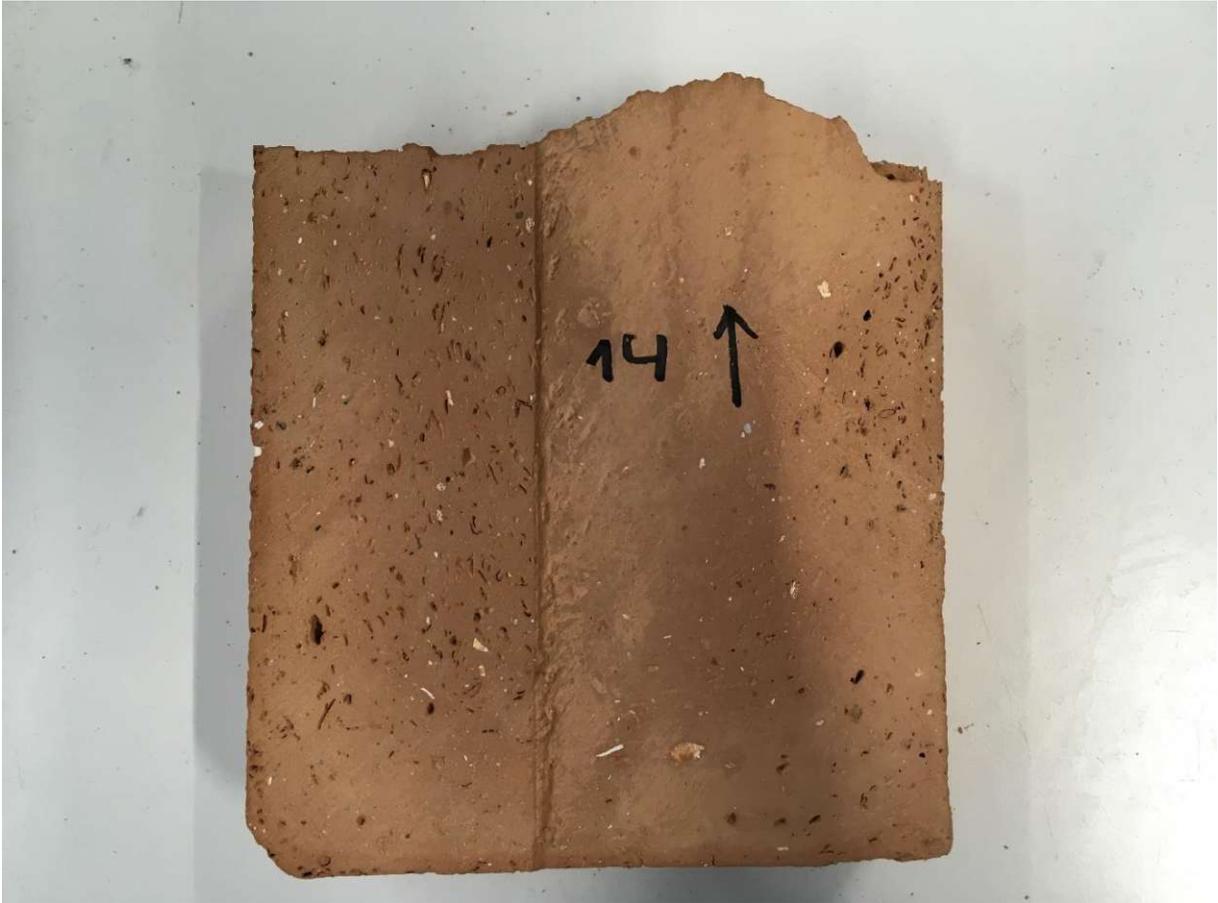


Probekörper 13:



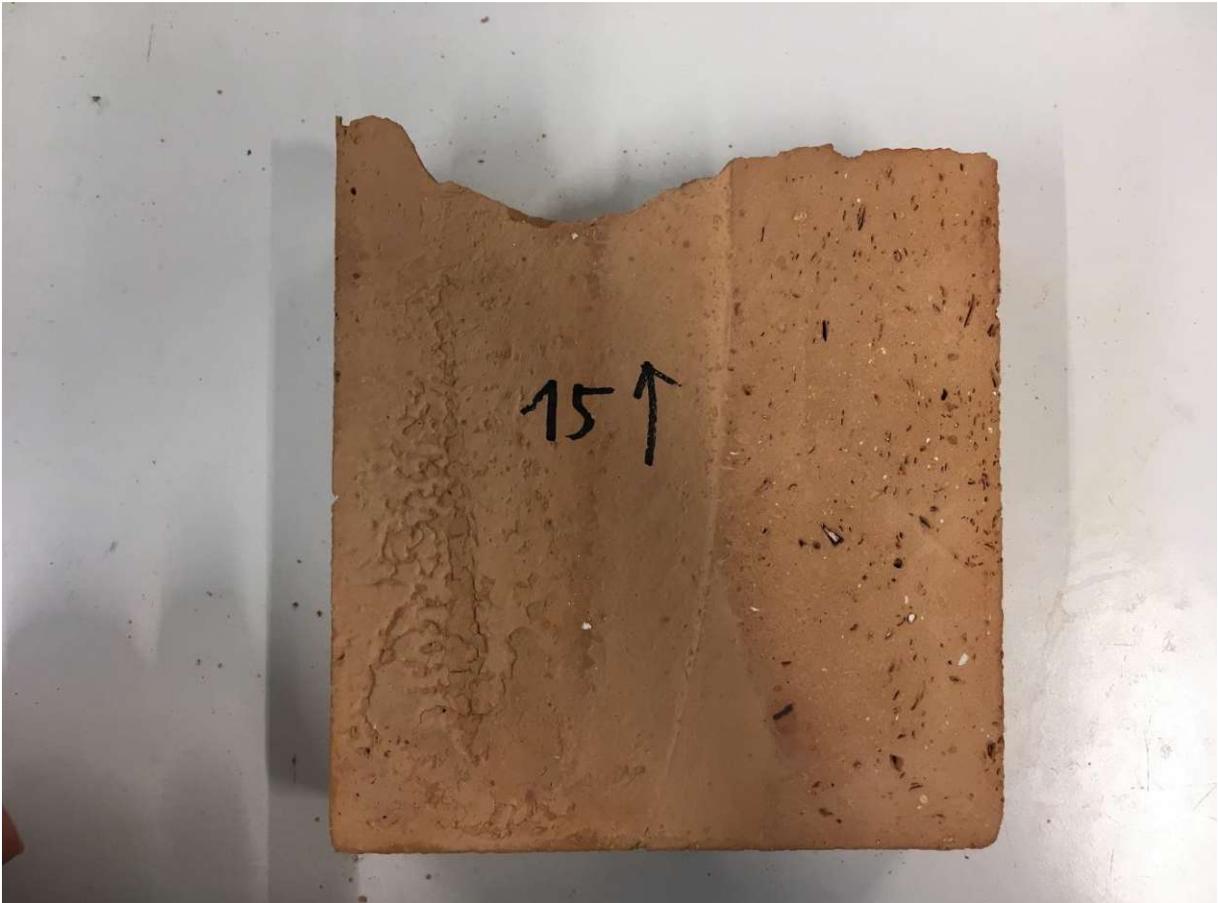


Probekörper 14:





Probekörper 15:



Probekörper 16:



Anhang /A02/ - Mikroskopaufnahmen der Proben

Probe 01:



Probe 02:



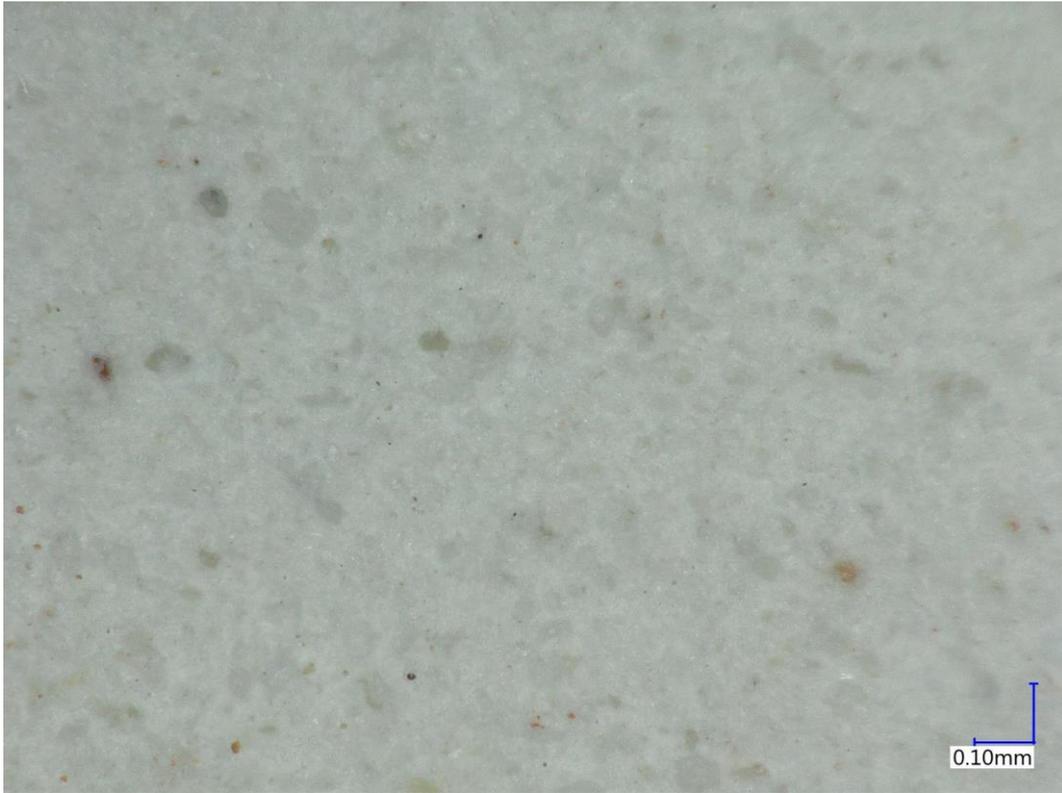
Probe 03:



Probe 04:



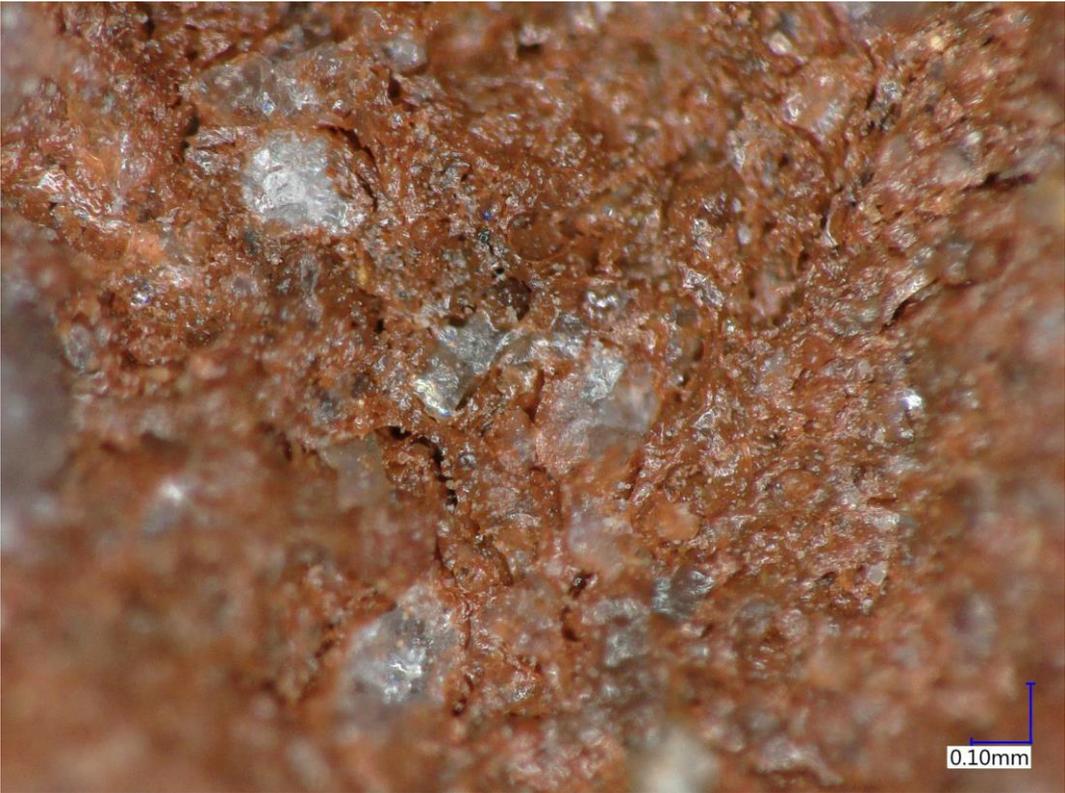
Probe 05:



Probe 06:



Probe 07:



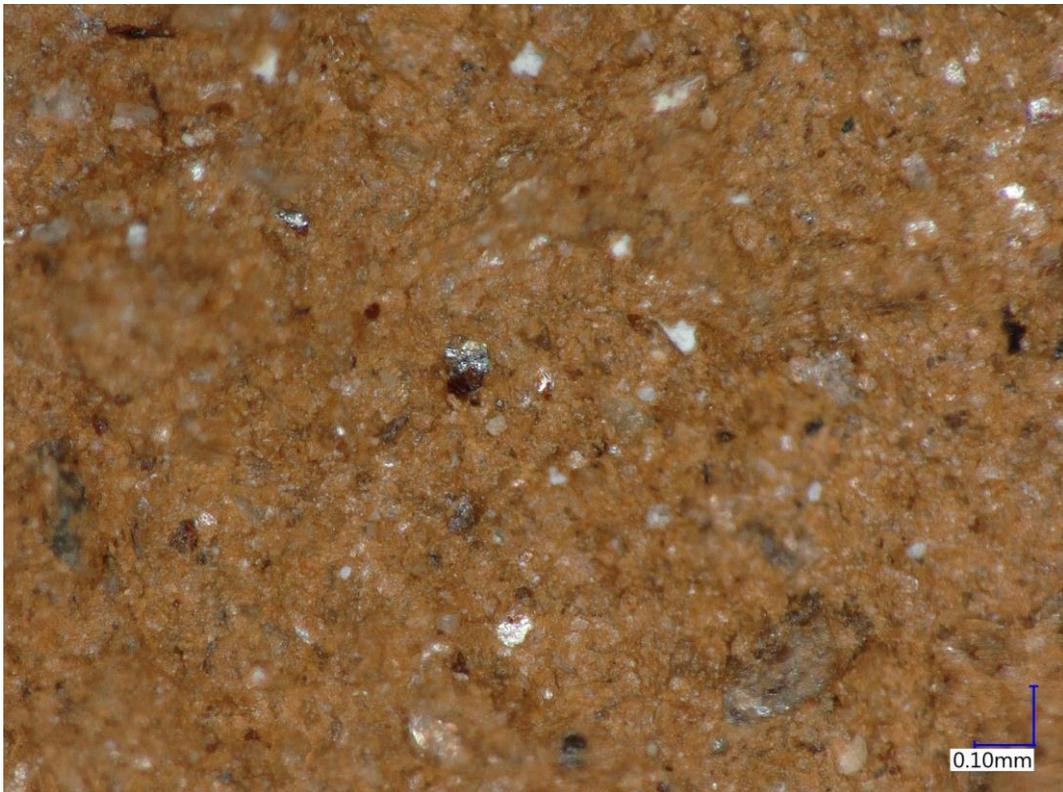
Probe 08:



Probe 10:



Probe 11:



Probe 13:



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Anhang /A03/ - Ergebnisse der Quecksilberporosimetrie

Probe 01:

TEST INFORMATION

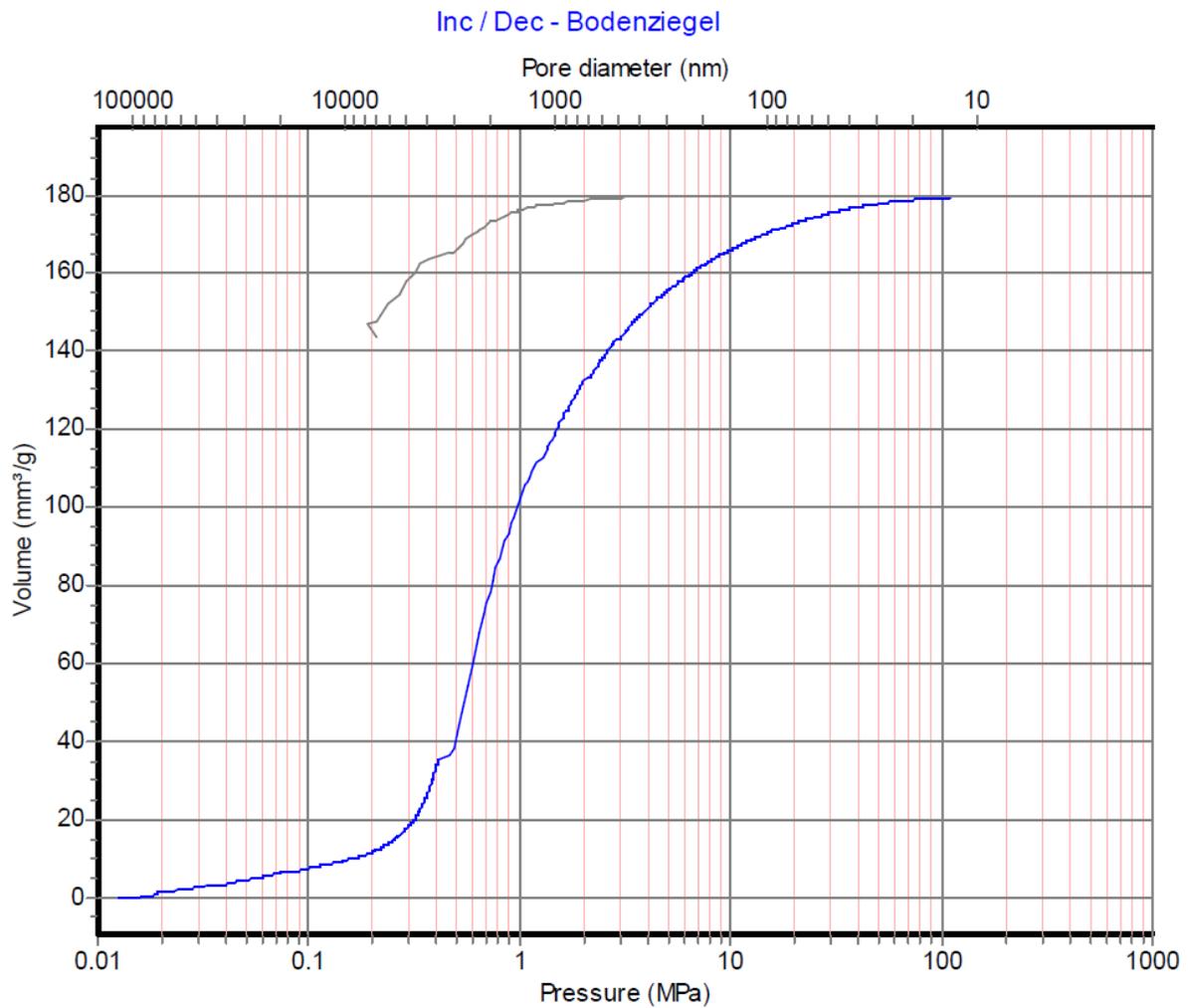
Test date:	25-04-22
Sample name:	Bodenziegel
Comment:	
Sample mass (g):	1.2456
Sample skeleton density (g/cm ³):	1.0
Test file name:	C:\...\Instr2\Data\Bodenziegel_D163_CD3_I6_D8_2022-04-25_1413.P44
Combined with file (140):	C:\...\Instr1\Data\Bodenziegel_D163_CD3_I6_D8_2022-04-25_1220.P14
Mercury surface tension (N/m):	0.48
Mercury contact angle (°):	140.0
Test filling volume (mm ³):	443.0 at P < 1 Pa
Starting hydr. press. of test (MPa):	0.0124
(Dil+Hg+Sample) weight (g):	167.583
Corrected weight (Dil.+Hg+Sample) (g):	167.772

ANALYTICAL CONDITIONS

Maximum test pressure (MPa):	400
Increase speed:	6 - 19 MPa/min
Increase method:	Pascal Stepwise
Decrease speed:	8 - 35 MPa/min
Decrease method:	Pascal Stepwise
Temperature of test (°C):	24.0
Mercury density @ test (g/cm ³):	13.5365

BLANK & DILATOMETER INFORMATION (Data from Pascal 440 file)

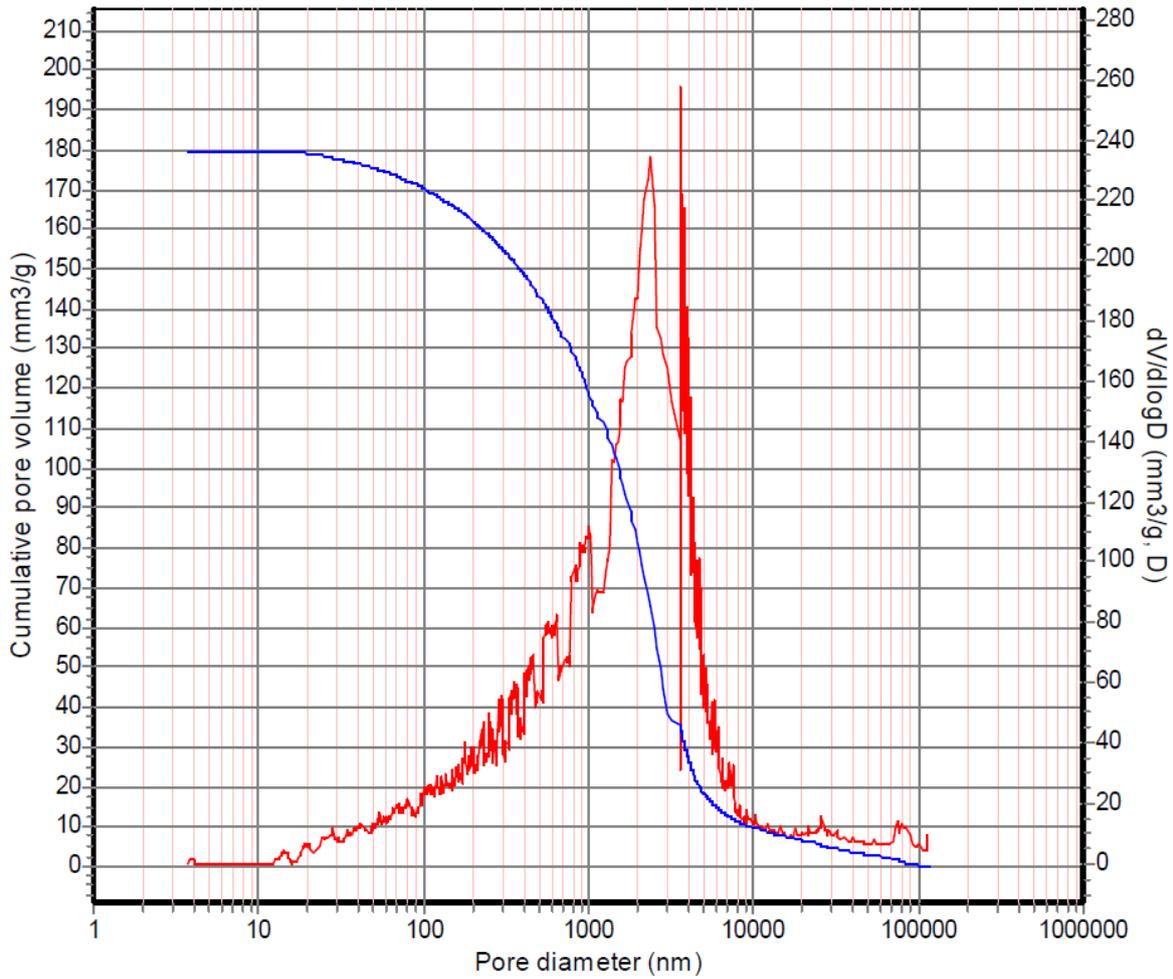
Blank date:	28-03-22
Blank filename:	C:\Solid\Instr2\Blank\BK_D163_CD3_I6_D8_2022-03-28_1038.P44
Comment:	Blankmessung
Blank Max pressure (MPa):	400
Blank Increase speed:	6 - 19 MPa/min
Blank Increase method:	Pascal
Blank Decrease speed:	8 - 35 MPa/min
Blank Decrease method:	Pascal
Dil. number:	163
Dil. type:	CD3
Dil. Cone length (mm):	25
Dil. Electrode gap (mm):	5
Dil. stem radius (mm):	1.5
Dil. weight (g):	59.0186
Temperature of blank (°C):	23
Mercury density @ blank (g/cm ³):	13.5389
Blank filling volume (mm ³):	457 at P < 1 Pa
Starting hydr. blank press. (MPa):	0.012619
(Dil+Hg) weight (g):	175.7678



RESULTS WITHOUT COMPRESSIBILITY CORRECTION

Total intruded volume (mm ³)	223.59		
Total intruded volume (mm ³ /g):	179.50	at pressure of MPa:	400.5084
Spec. Vol. by skeleton dens. (mm ³ /g) Vd:	-453.16		
Bulk density (g/cm ³):	1.8287	at pressure of MPa	0.0124
Envelope density (g/cm ³):	1.8287	at pressure of MPa:	0.012 Diam.(nm) 118137.0
Apparent density (g/cm ³):	2.7222	at pressure of MPa:	400.5084 Diam.(nm) 3.7
Porosity by skeleton density (%):	-82.87	Calculated by skeleton density of	1.0 g/cm ³
Porosity by Hg intrusion (%):	32.82		
Inaccessible porosity (%):	-115.69		

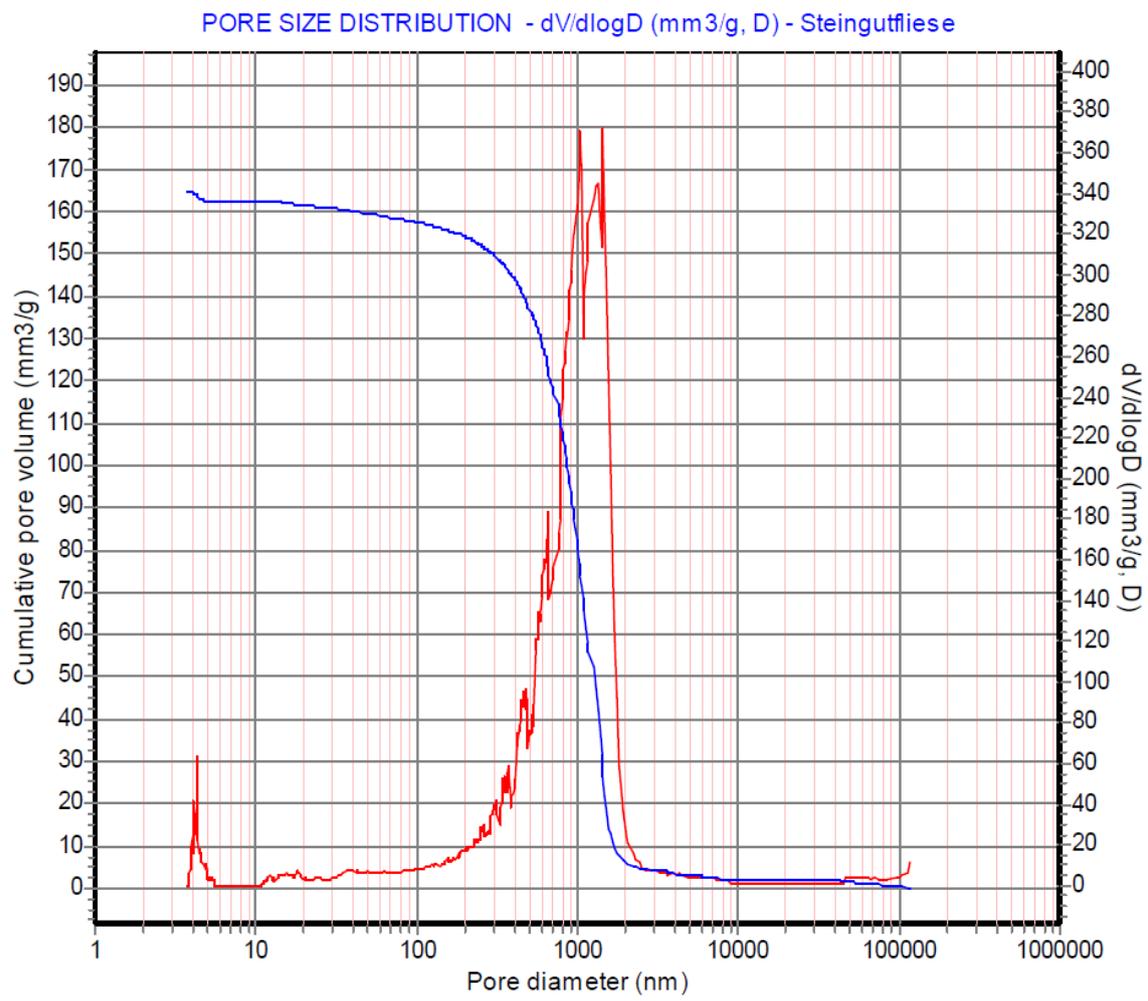
PORE SIZE DISTRIBUTION - dV/dlogD (mm³/g, D) - Bodenziegel



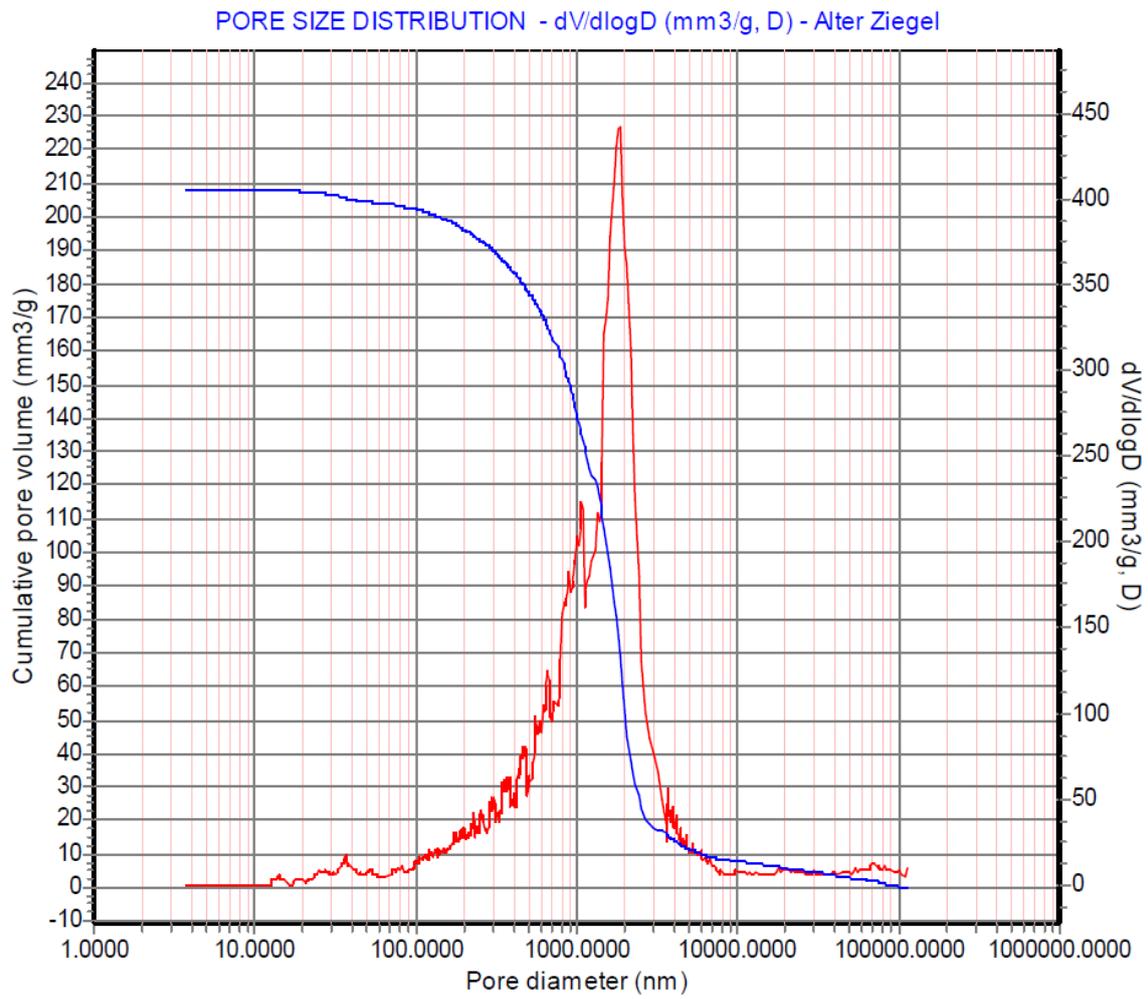
Derivative calculated with
 Moving average points: 11
 Smoothing factor: 0.00

Calc. press. range (MPa):	0.0 to 400.508		
Total pore volume (mm ³ /g):	179.50		
Total pore surface area (m ² /g):	1.702	with model :	Cylindrical and Plate
Average pore diameter (nm):	421.81	Hydraulic (4V/A)	
Median pore diameter (nm):	1781.74	at (mm ³ /g) :	89.75
Modal pore diameter (nm):	3620.80	at dV/dlogD (mm ³ /g, D) :	257.82
Span:	2.742	at Min. Vol. (%) 10.0	at Max. Vol. (%) 90.0

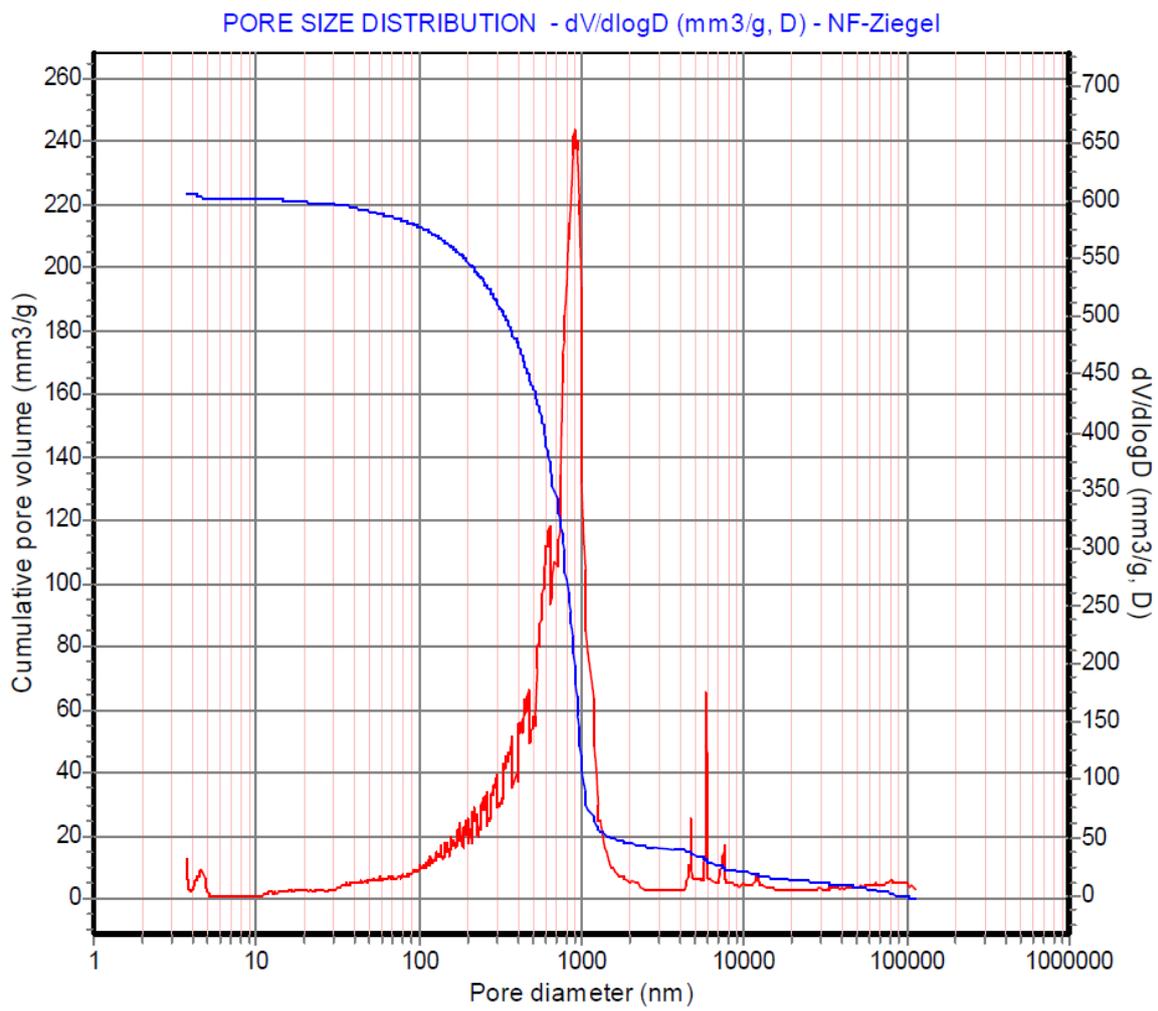
Probe 02:



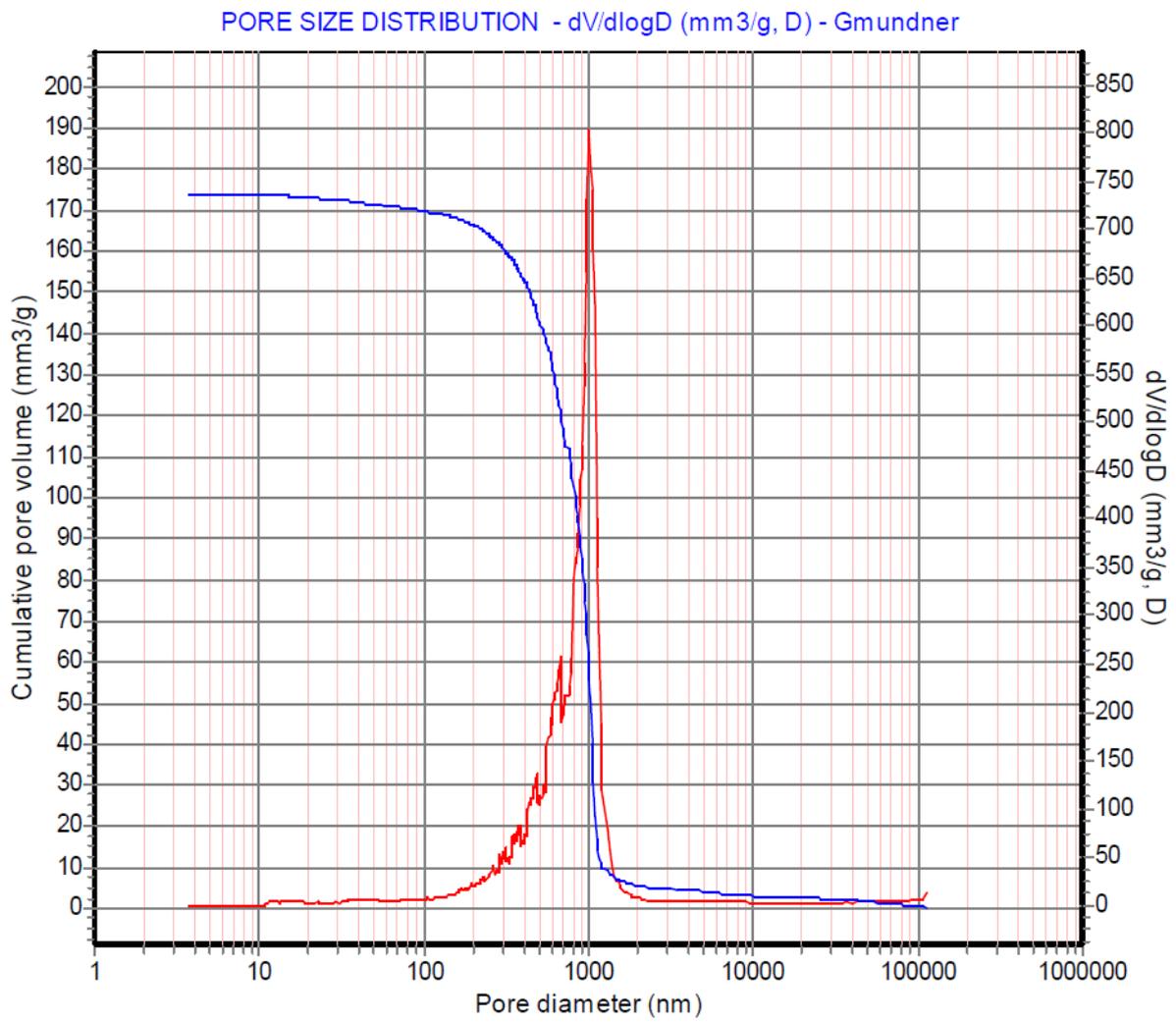
Probe 03:



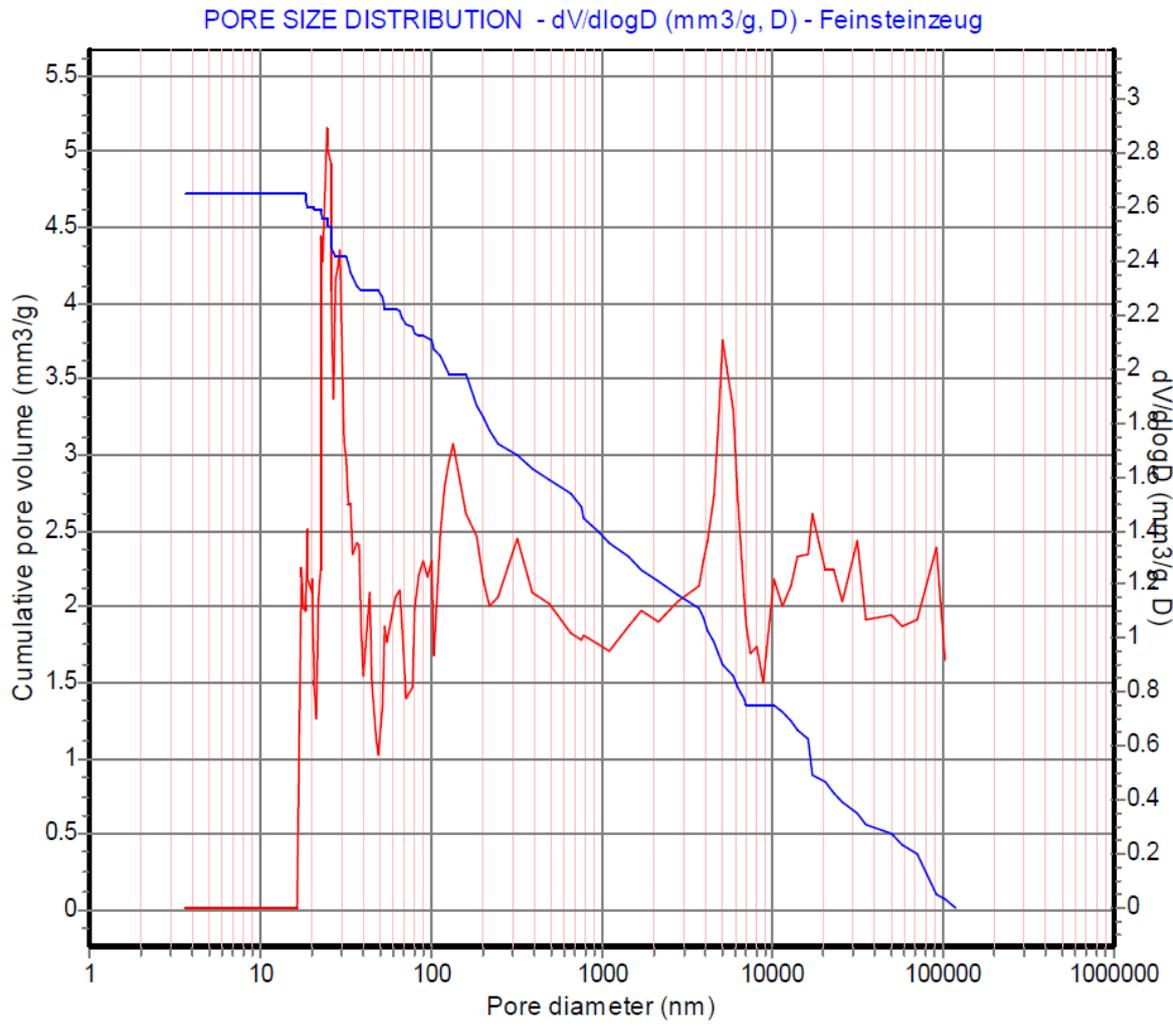
Probe 04:



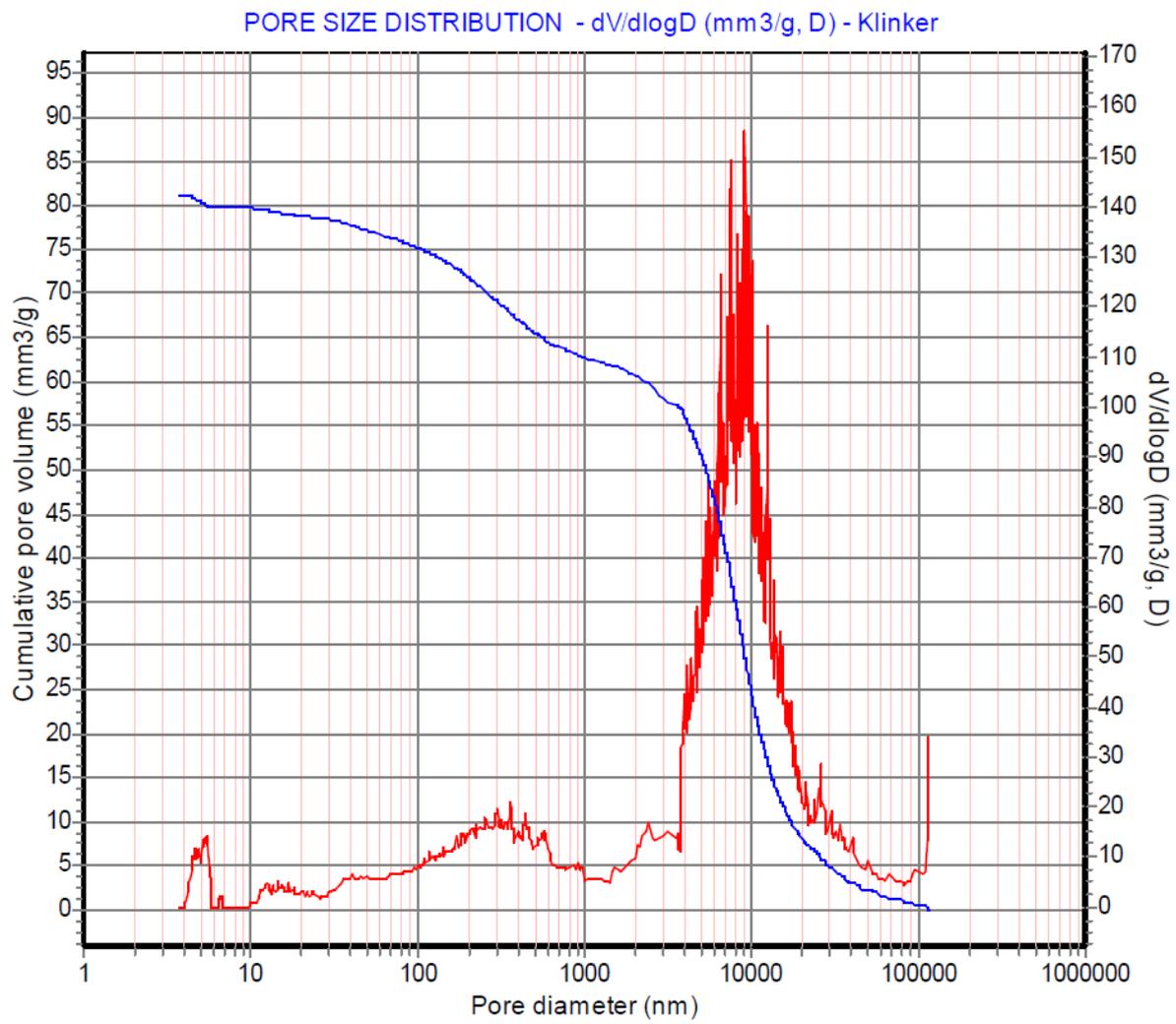
Probe 05:



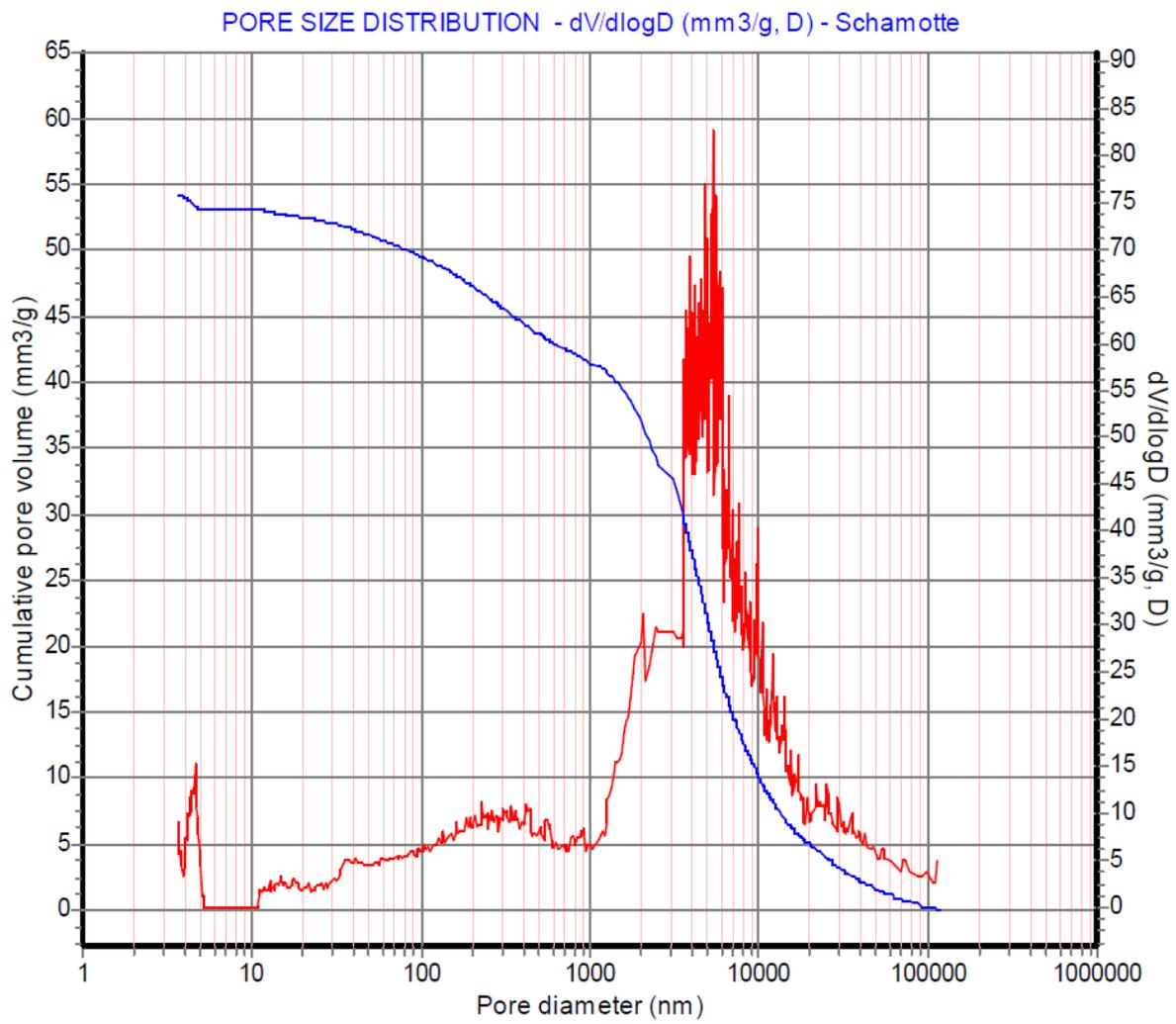
Probe 06:



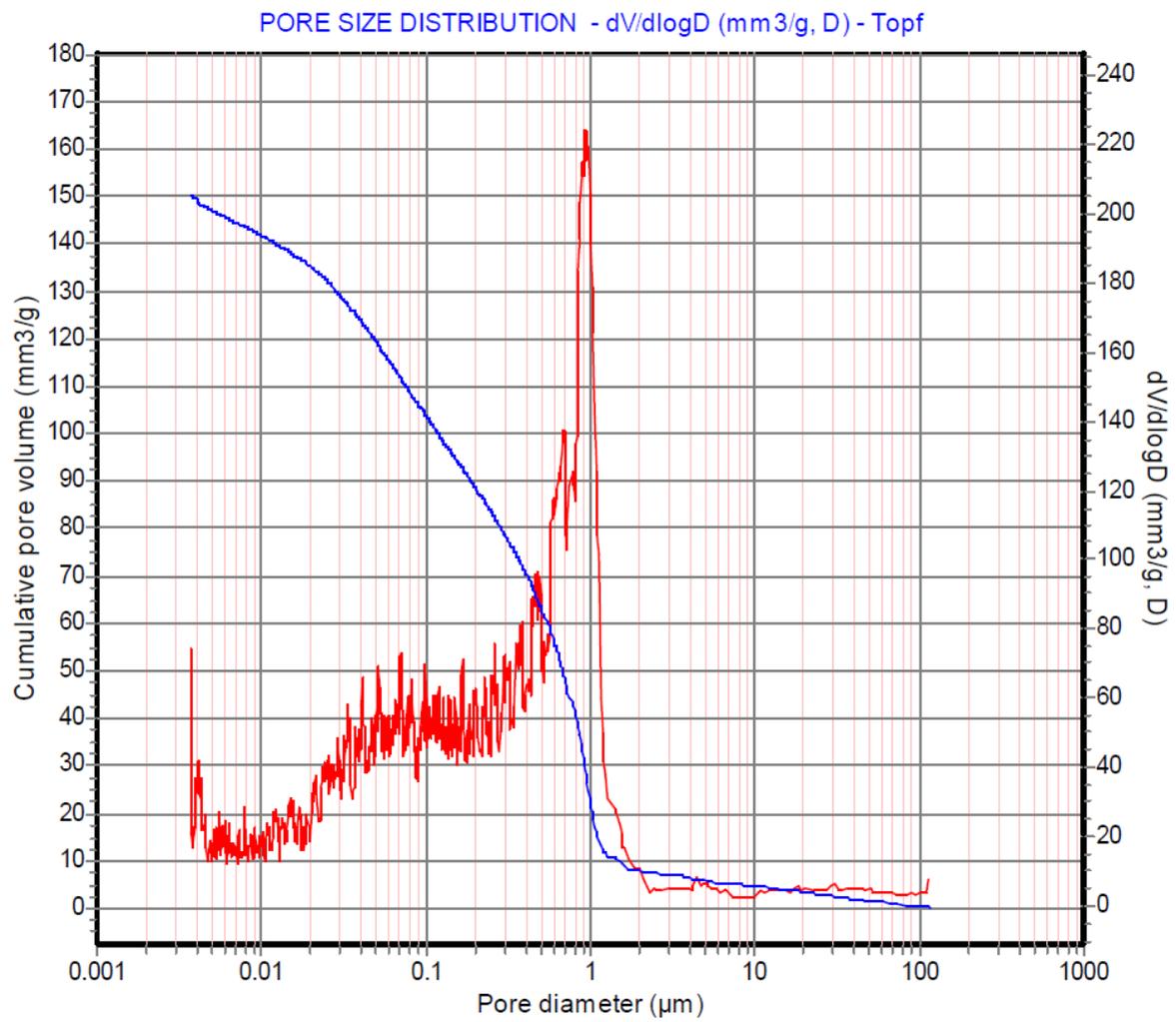
Probe 07:



Probe 08:

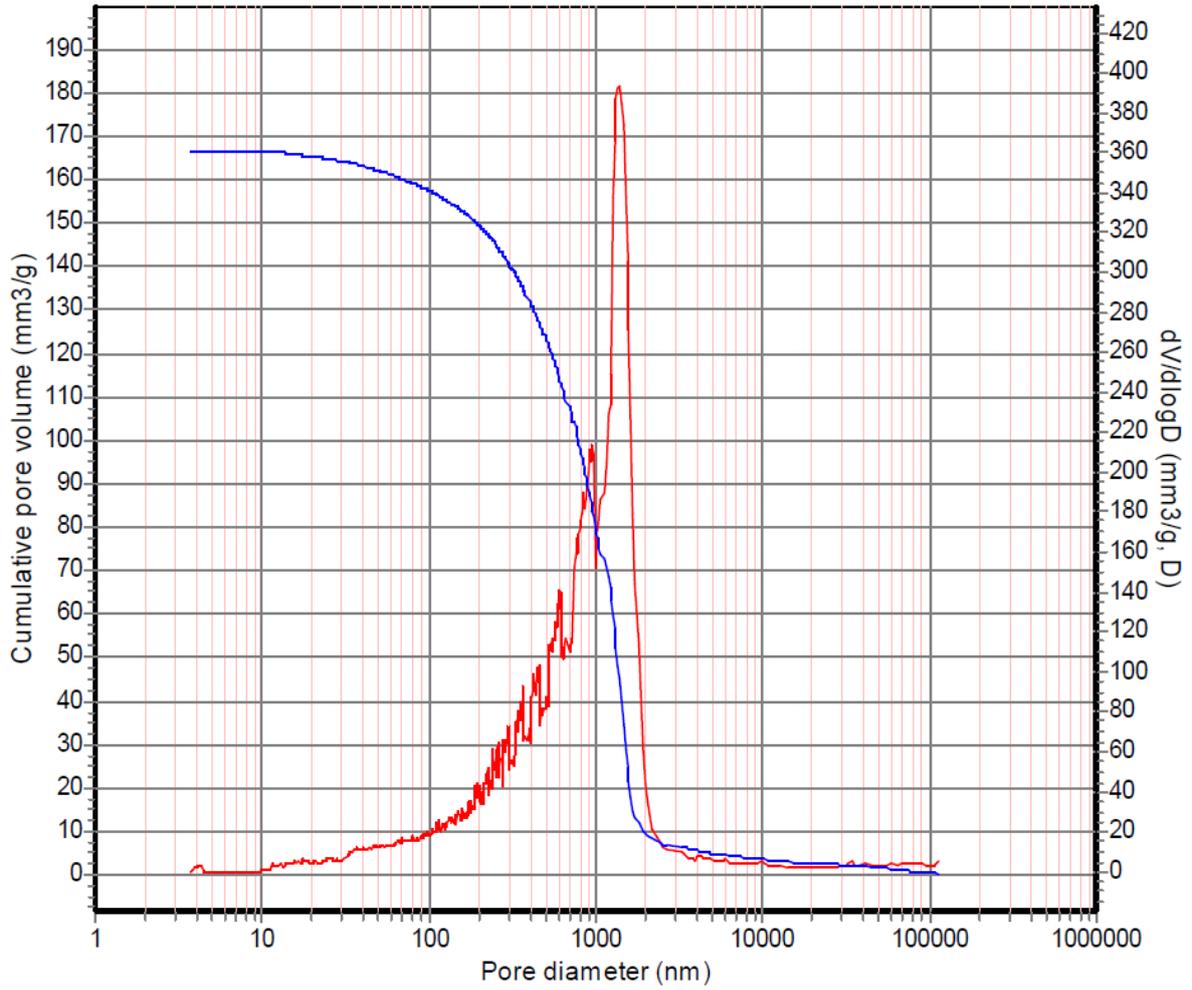


Probe 10:

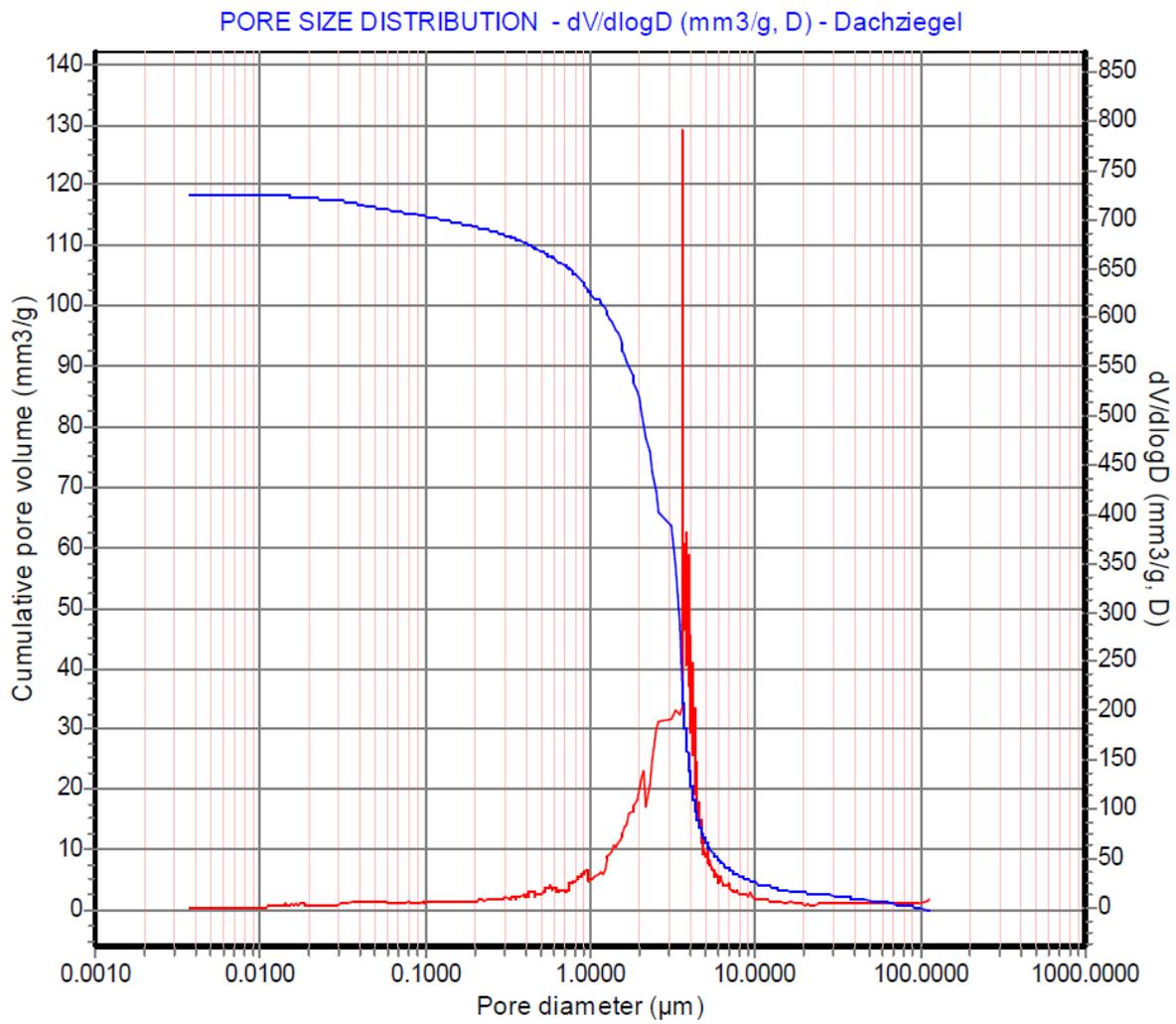


Probe 11:

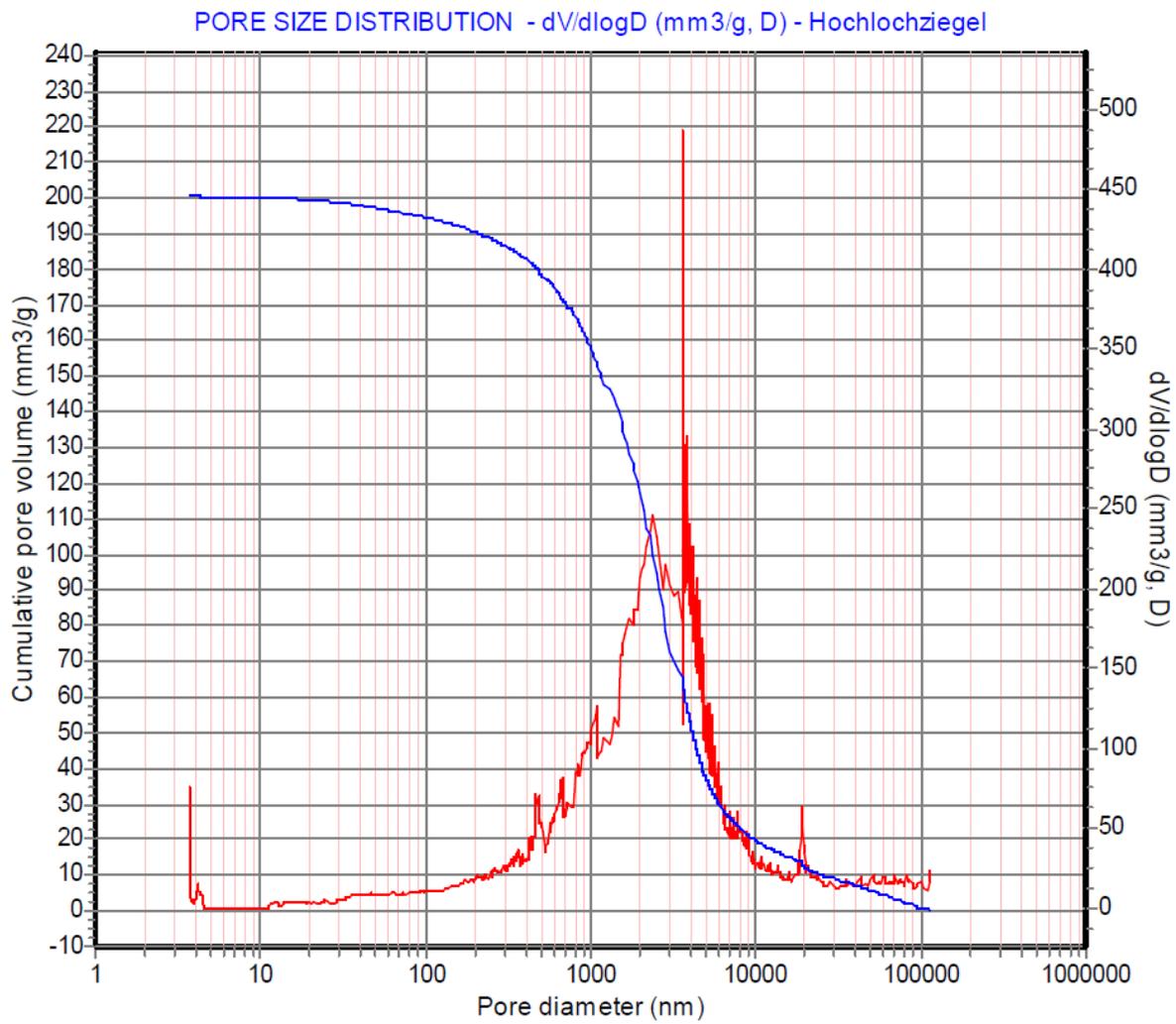
PORE SIZE DISTRIBUTION - $dV/d\log D$ (mm³/g, D) - Terracotto



Probe 13:



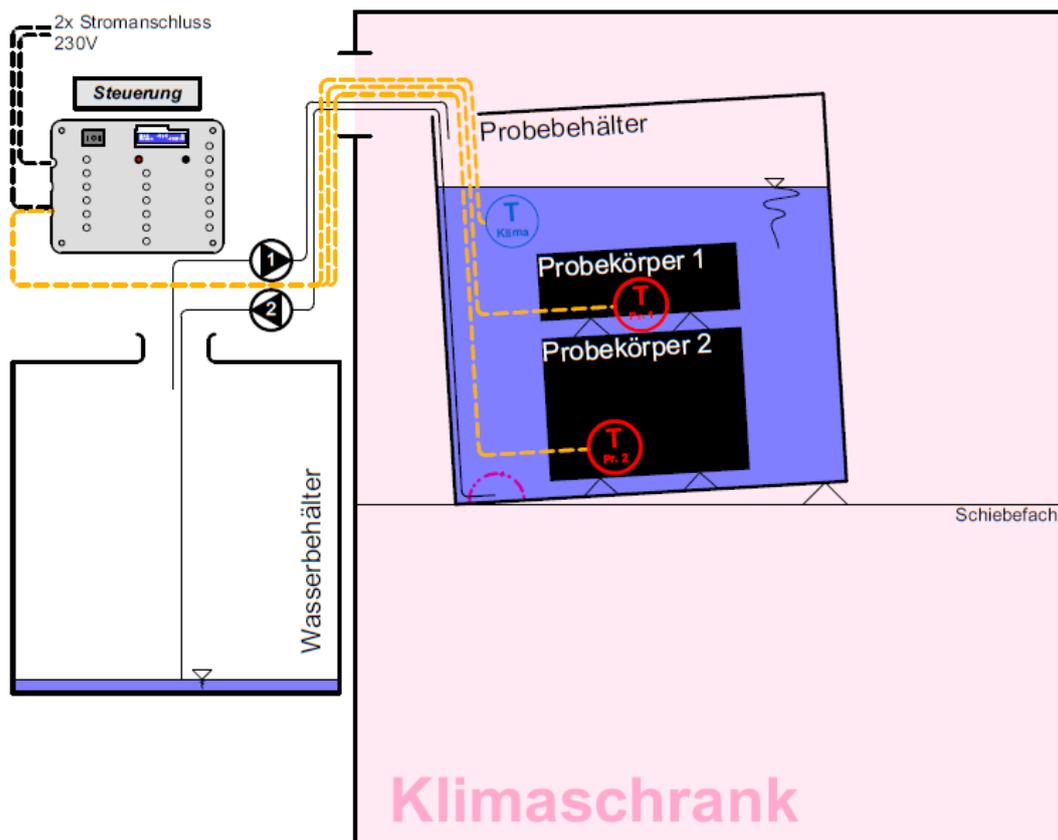
Probe 16:



Anhang /B/ - Versuchsaufbau

Aufbau Frost/Tau-Versuch

28.09.2022

**Hinweise:**

- Den Probekörperbehälter schräg aufstellen, um Grundentleerung zu ermöglichen.
- Das Schiebefach im Klimaschrank höchstmöglich montieren, um die Saughöhe zu minimieren.
- Die Silikonschläuche dürfen nicht abgeknickt montiert werden.
- Die Silikonschläuche müssen gegen Verrutschen in der angegebenen Konstellation gesichert werden. Im Probebehälter muss dafür gesorgt werden, dass keine abgewitterten Teile angesaugt werden (Sieb).
- Die Anschlüsse der Steuerung laut Beschriftung herstellen.
- Vor jedem Versuch ist die Pumpzeit für das verwendete Wasservolumen zu messen.
- Das Wasservolumen muss kleiner als der Probekörperbehälter bzw. Wasserbehälter sein!
- Die Pumpenfunktion vor Veruchsbeginn mit dem manuellen Schalter testen!
- Für die Inbetriebnahme die Betriebsanleitung (Anhang /C/) beachten.

Samuel Loidl e1616704

Anhang /B/

Anhang /C/ - Betriebsanleitung

Betriebsanleitung Frost/Tau-Versuch

28.09.2022

Diese Betriebsanleitung ist in Zusammenhang mit der zugehörigen Diplomarbeit und deren Anhängen zu sehen, und beschreibt die Durchführung eines Frost/Tau Versuches mit Klimaschrank und automatisierter Pumpensteuerung.

Klimaschrank:

Der Temperaturverlauf wird nur über den Klimaschrank gesteuert und ist unabhängig von der Pumpensteuerung zu programmieren. Für etwaige Anpassungen des Temperaturverlaufs der Proben empfiehlt sich ein Eichvorgang, an dem nach wenigen Probezyklen der Temperaturverlauf ausgelesen wird und eine etwaige Nachjustierung stattfinden kann.

Inbetriebnahme der Steuerung:

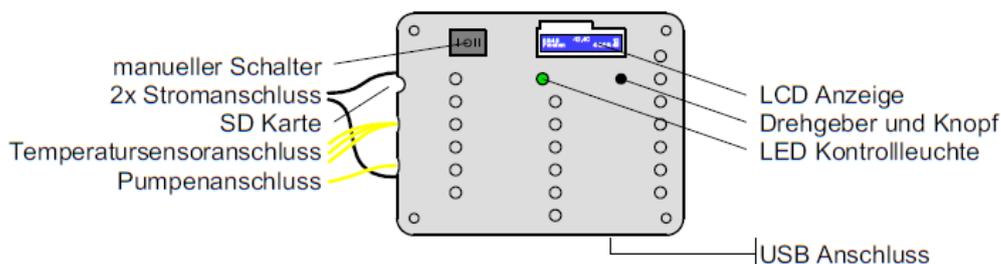
- (1) Aufbau des im Anhang /B/ skizzierten Versuches.
- (2) Befüllung des Probebehälters inkl. Probe mit Wasser und Messung der benötigten Pumpzeit.
- (3) Programmieren des Klimaschranks (unabhängig der Pumpensteuerung) und Aktivierung.
- (4) Sicherstellung, dass die SD Karte in der Pumpensteuerung eingesteckt ist.
Versuche können auch ohne Temperaturaufzeichnung/Messung stattfinden, dafür die SD Karte nicht einstecken.
- (5) Herstellung beider Stromversorgungen der Steuerung.
(Bei Bedarf kann der manuelle Modus unabhängig der Steuerung verwendet werden.)
- (6) Probenbehälter muss vor dem Versuchsstart mit Wasser gefüllt sein.
- (7) Setup Anweisungen am LCD Bildschirm der Pumpensteuerung befolgen. Bei Fehleingabe Strom aus- und einschalten, um Setup neu zu starten. Die einzugebende aktuelle Zeit muss der vom Klimaschrank entsprechen, um synchron zu laufen.
Eingabe mittels Drehgeber, Bestätigung mittels Drücken.
- (8) Die Schaltung befindet sich nun im automatisierten Regelbetrieb. Die getätigten Einstellungen können mittels Drehgeber überprüft werden.

Außerbetriebnahme der Steuerung und Auslesen des Temperaturverlaufes:

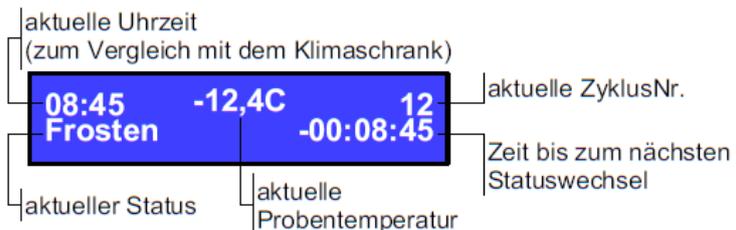
- (10) Für Versuchsende im Regelbetrieb den Drehgeber drücken, durch erneutes Drücken bestätigen.
- (11) Anweisungen der Schaltung befolgen und Stromversorgung unterbrechen.
- (12) SD Karte entfernen und die aufgezeichneten Daten mit dem PC auslesen.
(Diese darf nur im ausgewiesenen Zustand entfernt werden!)

Umprogrammierung der Steuerung:

- (20) **Die Steuerung nur unter Stromversorgung (2x) per USB Kabel mit dem Computer verbinden!**
(Sonst versorgt das Arduino-Board die Komponenten mit Strom und wird überlastet)
- (21) Umprogrammierung mit der Arduino-Entwicklungsumgebung  (Open Source) durchführen.

**LED Kontrollleuchte:**

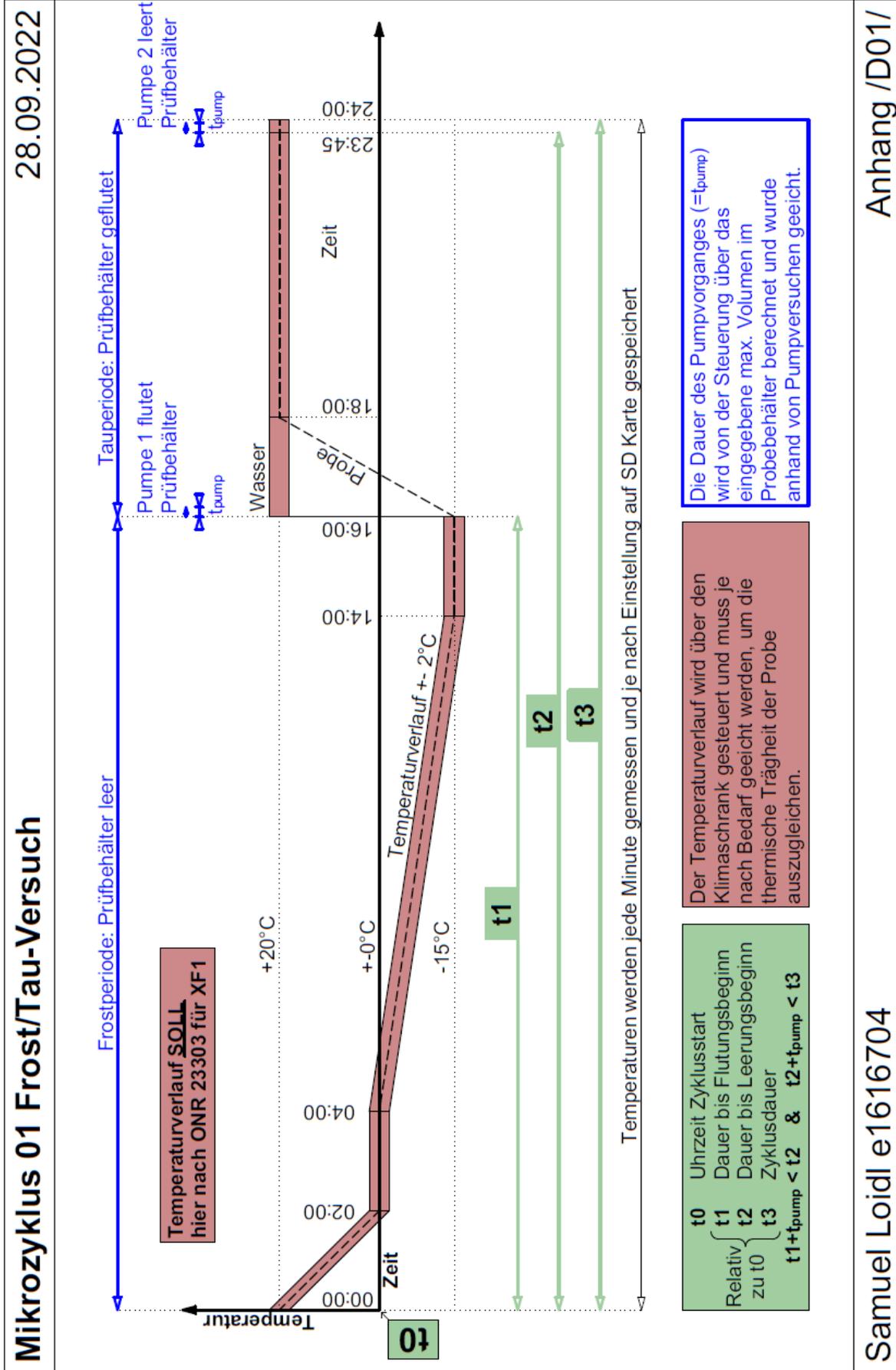
-  StandBy
 -  Regelbetrieb
 -  ERROR Temp.
 -  ERROR SD
 -  ERROR SD&Temp.
- eingeschaltet, SD Karte NICHT entfernen

LCD Anzeige im Regelbetrieb:

Samuel Loidl e1616704

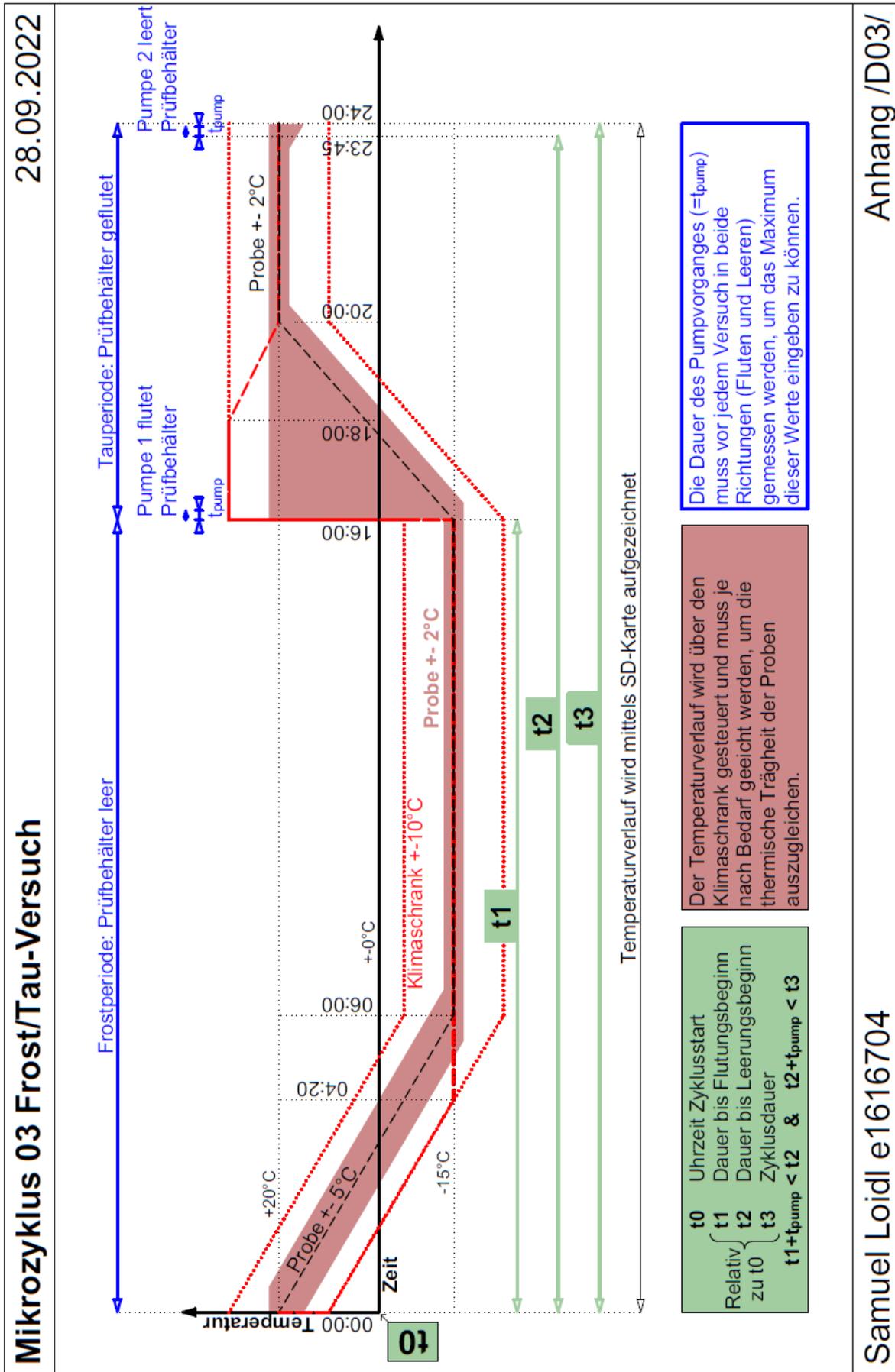
Anhang /C/

Anhang /D01/ - Mikrozyklus 01

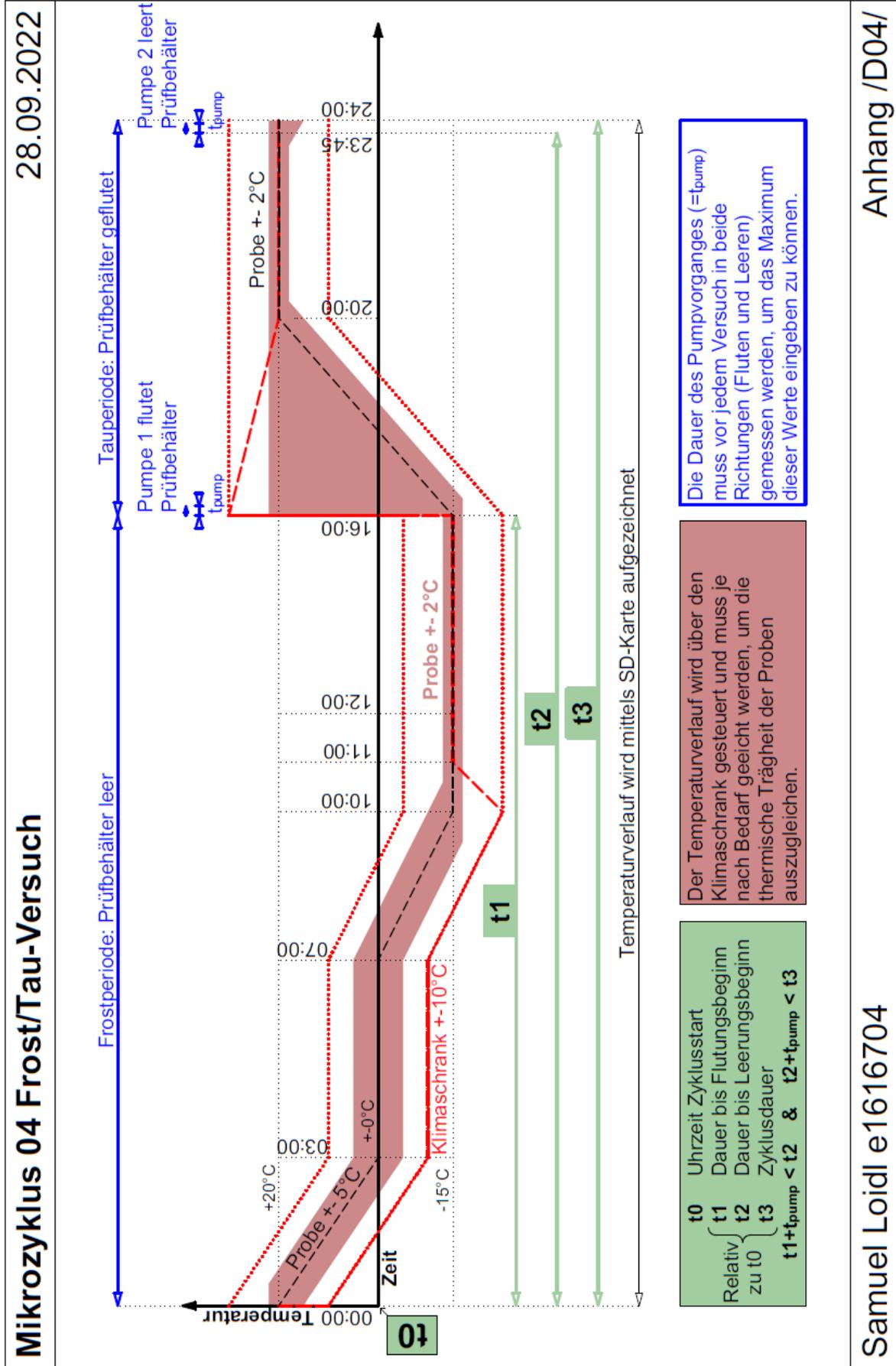


Samuel Loidl e1616704

Anhang /D03/ - Mikrozyklus 03



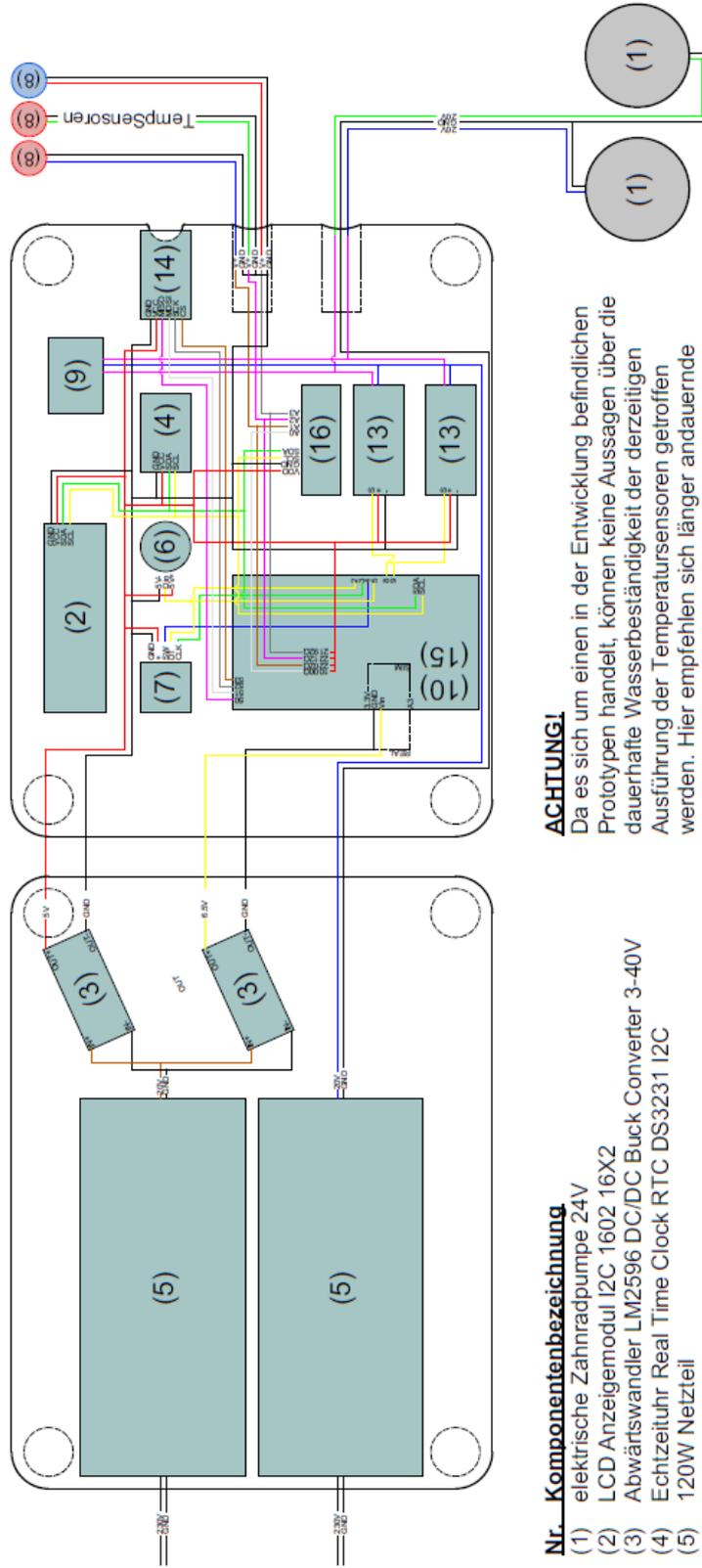
Anhang /D04/ - Mikrozyklus 04



Anhang /E/ - Bauplan

Bauplan und Komponenten der automatisierten Pumpensteuerung

28.09.2022



Nr. Komponentenbezeichnung

- (1) elektrische Zahnrادpumpe 24V
- (2) LCD Anzeigemodul I2C 1602 16X2
- (3) Abwärtswandler LM2596 DC/DC Buck Converter 3-40V
- (4) Echtzeituhr Real Time Clock RTC DS3231 I2C
- (5) 120W Netzteil
- (6) LED RGB WS2812B adressierbar 5050
- (7) Drehwinkelgeber KY-040
- (8) Temperatursensor KY-010
- (9) Wippschalter EIN-AUS-EIN 2-polig
- (10) Arduino MEGA 2560
- (11) Metallschichtwiderstand 1000Ω
- (12) Metallschichtwiderstand 2200Ω
- (13) Relais Modul 5V SRD-05VDC-SL-C
- (14) Breakout Board für MicroSD-Karten
- (15) Arduino Shield - Proto Shield R3
- (16) A/D-Versärker-Platine 16 Bit ADS1115

ACHTUNG!

Da es sich um einen in der Entwicklung befindlichen Prototypen handelt, können keine Aussagen über die dauerhafte Wasserbeständigkeit der derzeitigen Ausführung der Temperatursensoren getroffen werden. Hier empfehlen sich länger andauernde Tests und evtl. weitere Ausführungsvarianten, um diese beurteilen bzw. verbessern zu können.

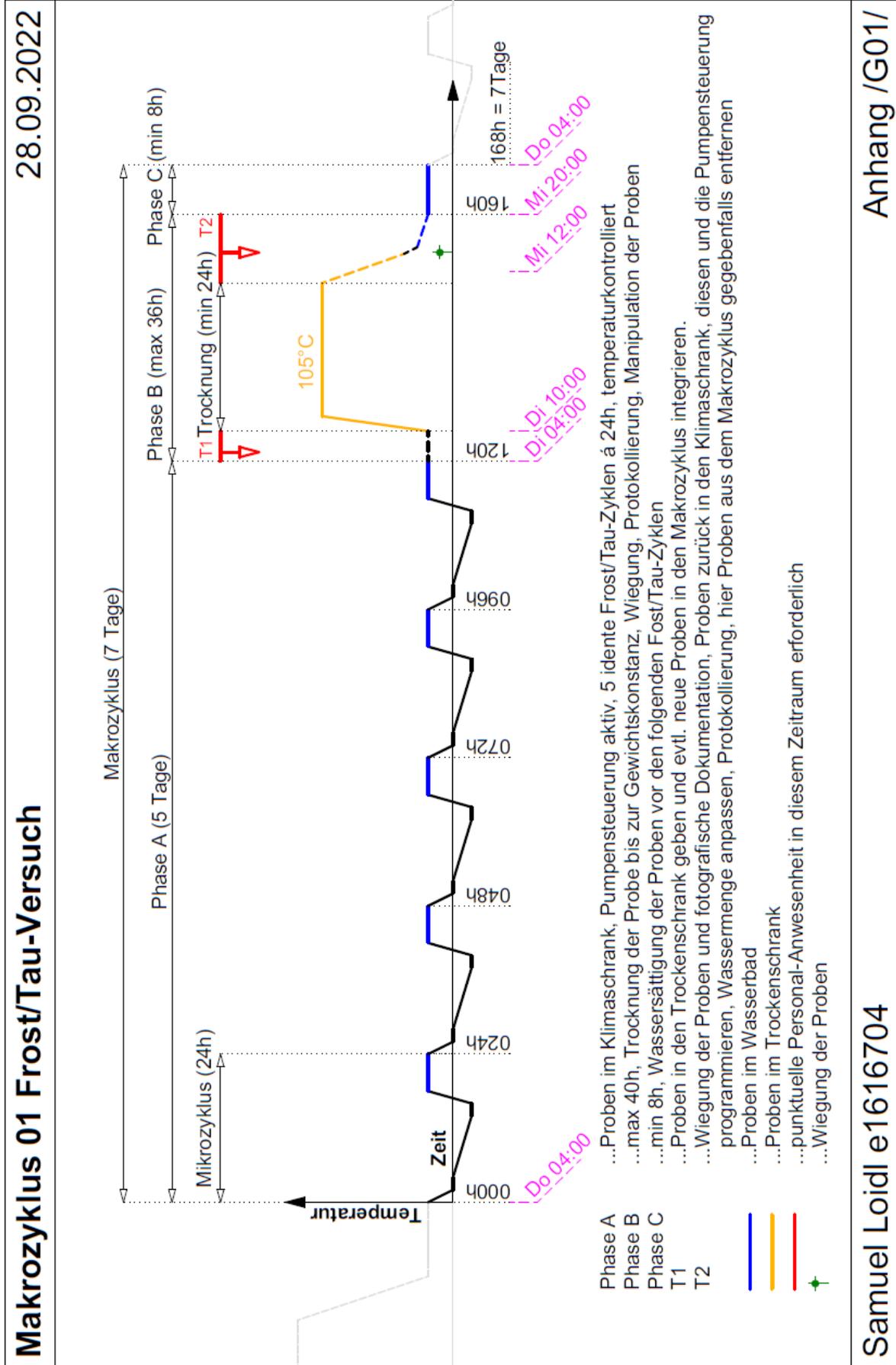


TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna | Austria

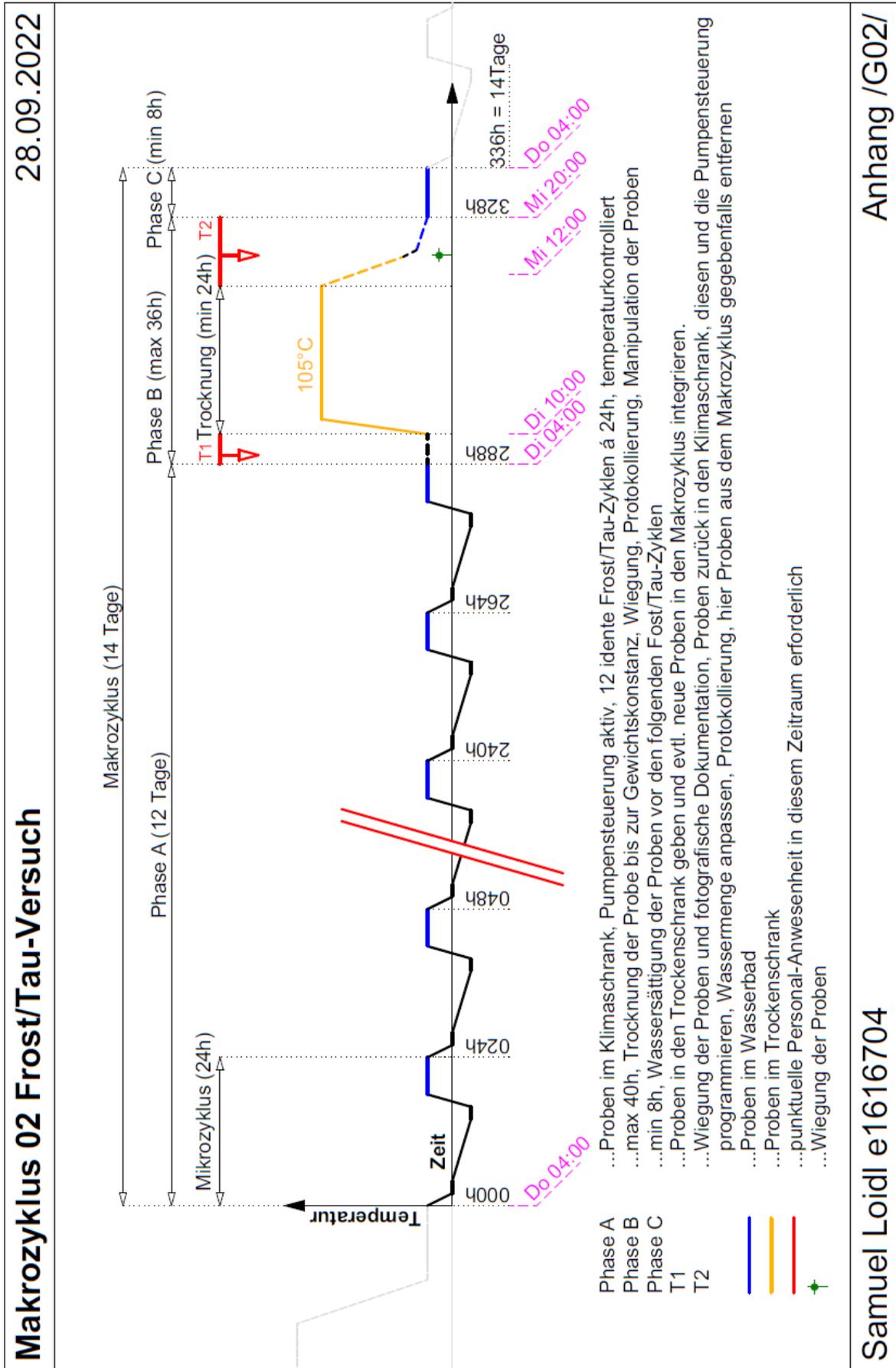
Samuel Loidl e 1616704

Anhang /E/

Anhang /G01/ - Makrozyklus 01



Anhang /G02/ - Makrozyklus 02



Samuel Loidl e1616704

Anhang /H/ - Aufgabenliste

Aufgabenliste Frost/Tau-Versuch

28.09.2022

Dienstag Vormittag (=T1):

- Die Pumpensteuerung vom Netz nehmen.
- Die SD Karte aus der Pumpensteuerung entfernen.
- Die Probekörper aus dem Klimaschrank nehmen und unter Wasserfluss abbürsten.
- Die Proben in den Trockenschrank geben.
- Den Trockenschrank einschalten und auf 105°C und 80% Lüfter einstellen.
- Die neuen Proben in den Versuch einführen.
 - Diese bei Bedarf abspülen und abbürsten.
 - Die Proben in den Trockenschrank geben.

evtl: Mittwoch Vormittag:

- Neue Proben aus dem Trockenschrank nehmen und wiegen.

Mittwoch Nachmittag (=T2):

- Den Trockenschrank ausschalten.
- Die Proben aus dem Trockenschrank zum Auskühlen geben.
- Den Klimaschrank neu einstellen.
 - Evtl. das Zeitprogramm adaptieren.
 - Den Beginn des Zeitprogramms auf Do. 04:00 einstellen (Dauer 120h).
- Die neuen Proben mit wasserfestem Stift beschriften.
- Die neuen Proben wiegen und deren Gewicht mit der Vormittagsmessung vergleichen, um die Dauer der zur Gewichtskontanz notwendigen Trocknungsdauer zu bestätigen.
- Die alten Proben wiegen und der Zustand dokumentieren (Fotografieren, evtl. Risse anzeichnen).
- Alle Proben in den Klimaschrank mit Abstandhalter einbauen.
- Die SD Karte in die ausgeschaltete Schaltung einführen.
- Die Zeitmessung der Flutungszeit durchführen (evtl Wasserzugabe, Messlatte neu anbringen).
- Die Zeitmessung des Leervorganges vornehmen.
- Den Probebehälter fluten und in diesem Zustand hinterlassen.
- Die Programmierung des neuen Makrozyklus an der Pumpensteuerung durchführen.

Samuel Loidl e1616704

Anhang /H/