

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

Rech-Kies GmbH
Orsfelder Weg 1
54533 Oberkail

**Amtliche Materialprüfstelle
Glas und Keramik**

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

Telefon (02624) 91090 (910915)

Telefax (02624) 910940

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

E- Mail: fbkeram@fh-koblenz.de

Betreff: Prüfbericht KP 42/08 vom 03.03.2008

An der von der Firma Rech-Kies, Oberkail, übergebenen Probe

- Tonprobe Rech-Kies

wurden zur Charakterisierung des Materials folgende Untersuchungen durchgeführt:

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

1. Chemische Analyse

Die chemische Analyse wurde nach folgendem Regime durchgeführt:

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

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

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzungen der Probe inkl. Glühverlust

Oxid	Angaben in Masse-%
SiO ₂	70,78
Al ₂ O ₃	20,30
Fe ₂ O ₃	3,76
TiO ₂	1,47
MgO	0,32
CaO	0,15
MnO	0,01
Na ₂ O	0,07
K ₂ O	2,96
Cr ₂ O ₃	0,02
P ₂ O ₅	0,06
V ₂ O ₅	0,05
ZnO	-
ZrO ₂	0,04
SO ₃	0,01
Summe	100,00
Glühverlust	5,27

2. Mineralphasenanalyse

Die Mineralbestandteile der Probe wurden mittels der Röntgenbeugungsanalyse ermittelt. Die Vorbehandlung der Probe erfolgte durch Trocknung bei 110 °C bis zur Massekonstanz und eine anschließende Zerkleinerung < 63 µm in der Scheibenschwingmühle (10 s Zerkleinerungszeit). Diese Analyse ist mit dem PHILIPS-X'Pert Röntgendiffraktometer im Winkelbereich von 3 bis 70° (2θ) durchgeführt worden. Die Beschleunigungsspannung des Röntgenerators betrug U = 40 kV und die Stromstärke I = 45 mA. Das Messprotokoll ist dem Bericht als Anlage 1 beigelegt.

Folgende Mineralphasen konnten qualitativ identifiziert werden:

- **Quarz,**
- **Muskovit,**
- **Kaolinit,**
- **Eisenoxid,**
- **Rutil.**

Die wesentlichen Mineralphasen sind Quarz und Muskovit (Glimmermineral).

3. Korngrößenanalyse

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

Die Messbedingungen für die Sedigraph-Analyse sind:

Feststoffdichte 2,600 g/cm³
 Dichte Wasser 0,9941 g/cm³ (35 °C)
 Peptisator 0,002 mol NaP₂O₇

Tabelle 2 Darstellung des Siebdurchganges (D)

Korngröße in µm	D (Siebdurchgang) Angaben in Masse-%
> 2000	100,0
2000	99,7
1000	99,2
500	98,7
250	98,5
125	97,9
63	97,3
20	95,0
6,3	83,0
2,0	63,1
0,63	49,3
0,20	28,4

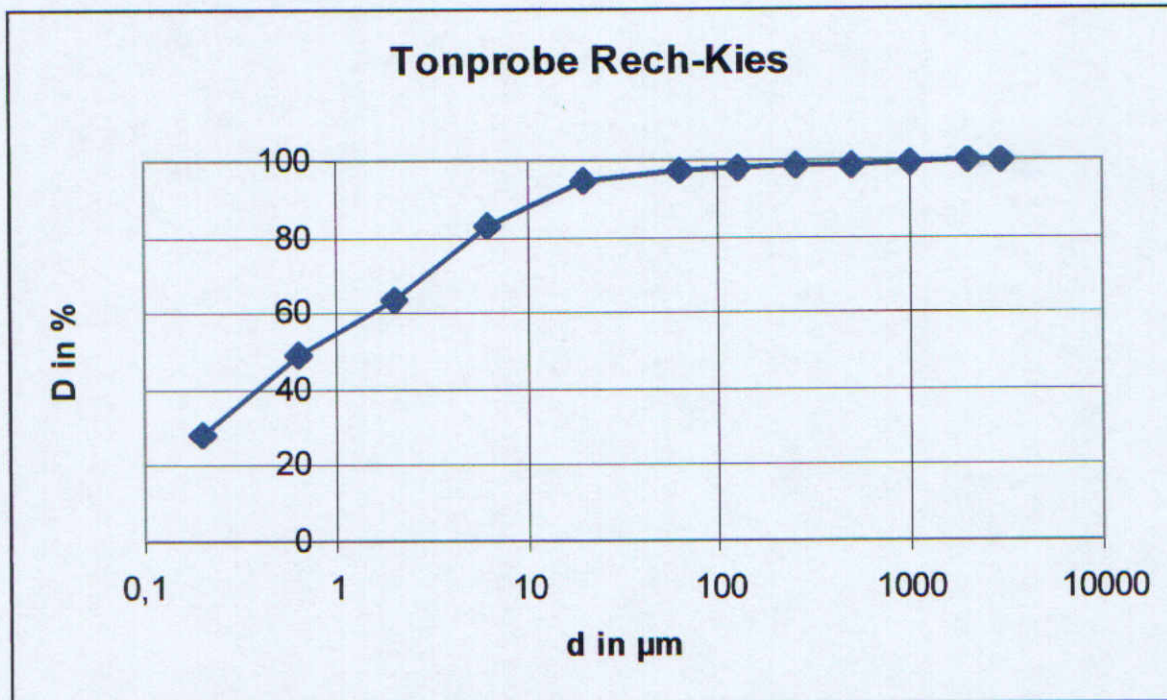


Bild 1 Korngrößenverteilung Tonprobe Rech-Kies

d₅₀ 0,66 µm
Siebrückstand > 63 µm 2,7 %
Kornklasse < 2 µm 63,1 %

4. Thermisches Verhalten

Zunächst wurde die Feuchte der Probe mit 20,7 % (Mittelwert aus fünf Einzelmessungen) eingestellt. Mit dieser Feuchte sind mittels Vakuumstrangpresse entsprechende Probekörper mit 20 mm Durchmesser und einer Länge von 150 mm gezogen worden. Anschließend wurden die Probekörper 24 h an Luft und danach 24 h bei 110 °C getrocknet. Die Formgebung ist weitgehend als problemlos einzustufen. Aufgrund der relativ geringen Anteile bildsamer Minerale, wie beispielsweise Kaolinit, ist das Material als "mager" einzustufen.

An den Probekörpern wurden

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

bestimmt. Die Ergebnisse sind der nachfolgenden Tabelle 3 zu entnehmen.

Tabelle 3 Kenngrößen nach der Formgebung und dem Brennprozess

Kenngröße	Rohzustand	Brenntemperatur 1000 °C	Brenntemperatur 1100 °C	Brenntemperatur 1200 °C
Trockenschwindung in %	5,6	-	-	-
Brennschwindung in %	-	0,7	4,0	7,2
Gesamtschwindung in %	-	6,3	9,6	12,8
Wasseraufnahme in %	-	16,8	10,5	0,2
Rohdichte in g/cm ³	-	1,76	2,00	2,30
Offene Porosität in %	-	29,6	20,84	0,5
Brennfarbe		hellrosa	hellrot	hellbraun

Die Dehnungs-Schwindungs-Kurve und die Wärmeausdehnungskurven (WAK-Kurven nach den Bränden bei 1000 °C, 1100 °C und 1200 °C) sind den Anlagen 3 bis 7 zu entnehmen. Die Dehnungs-Schwindungs-Kurve (Anlage 3) zeigt ein deutliches Sintern des Rohstoffes ab etwa 900 °C. Die WAK-Werte nach den Bränden bei 1000 - 1200 °C sind der nachfolgenden Tabelle 4 zu entnehmen.

Bei den Brenntemperaturen von 1000 bis 1200 °C ist anhand der Dilatometerkurven keine Cristobalitbildung (irreversible SiO₂-Modifikation) zu erkennen. Der Modifikationswechsel des Quarzes bei 573 °C ist in allen drei Brennstufen zu erkennen.

Tabelle 4 WAK-Kenngrößen nach dem Brennprozess

WAK in $10^{-6} \cdot K^{-1}$	Brenntemperatur 1000 °C	Brenntemperatur 1100 °C	Brenntemperatur 1200 °C
20 - 400 °C	6,48	8,46	7,73
20 - 600 °C	8,11	10,70	9,52
20 - 800 °C	7,08	9,01	8,09

5. Mechanische Festigkeit

Die Trockenbruchfestigkeit (TBF) nach der Formgebung und Trocknung bei 110 °C sowie die Biegebruchfestigkeit (BBF) nach 1000 °C, 1100 °C und 1200 °C ist an jeweils 10 Probekörpern ermittelt worden. Die Ergebnisse stellen die entsprechenden Mittelwerte dar.

Tabelle 5 Biegebruchfestigkeiten nach der Formgebung und dem Brennprozess

Kenngröße	Trockenbruch- festigkeit (TBF)	BBF nach 1000 °C	BBF nach 1100 °C	BBF nach 1200 °C
TBF/BBF in MPa	1,9	16,6	31,1	48,3

6. Vergleich zu handelsüblichen Tonen aus dem Westerwald

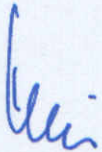
In der folgenden Tabelle wird der Rohstoff "Tonprobe Rech-Kies" mit zwei handelsüblichen Tonen verglichen. Die Probenvorbereitung dieser Tone ist vergleichbar. Die Proben der handelsüblichen Tone sind ebenfalls mittels Vakuumstrangpresse hergestellt worden. Die jeweiligen Brenntemperaturen sind in Klammern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

Tabelle 6 Vergleichende Betrachtung der Probe "Rech-Kies" mit WW-Tonen

Kenngrößen	Tonprobe Rech-Kies Angaben in Masse-%	Westerwälder Ton I	Westerwälder Ton II
Chemische Analyse			
SiO ₂	70,78	66,2	64,8
Al ₂ O ₃	20,30	23,7	24,2
Fe ₂ O ₃	3,76	5,1	5,3
TiO ₂	1,47	2,4	2,7
MgO	0,32	0,5	0,5
CaO	0,15	0,2	0,5
MnO	0,01	-	-
Na ₂ O	0,07	0,2	0,2
K ₂ O	2,96	1,7	1,8
Cr ₂ O ₃	0,02	-	-
P ₂ O ₅	0,06	-	-
V ₂ O ₅	0,05	-	-
ZnO	-	-	-
ZrO ₂	0,04	-	-
SO ₃	0,01	-	-
Summe	100,00	100,0	100,0
Glühverlust	5,27	7,8	8,0
Siebrückstand > 63 µm (%)	2,7	< 5,0	4,0
Korngröße < 2 µm (%)	63,1	73,5	73,7
Trockenschwindung (%)	5,6	6,0	-
TBF (MPa)	1,9	3,5	2,8
Brennschwindung (%)	4,0 (1100 °C) 7,2 (1200 °C)	7,9 (1150 °C)	5,9 (1100 °C) 7,2 (1170 °C)
Wasseraufnahme (%)	10,5 (1100 °C) 0,2 (1200 °C)	1,8 (1150 °C)	4,0 (1100 °C) 5,3 (1170 °C)
WAK (20 - 400 °C) (10 ⁻⁶ * K ⁻¹)	8,46 (1100 °C) 7,73 (1200 °C)	6,7 (k. A.)	-
WAK (20 - 600 °C) (10 ⁻⁶ * K ⁻¹)	10,70 (1100 °C) 9,52 (1200 °C)	8,1 (k. A.)	7,1 (1230 °C)
Farbe	hellbraun (1200 °C)	gelb (1150 °C)	gelb (1200 °C)

Der Rohstoff "Tonprobe Rech-Kies" ist als "magerer" Tonrohstoff mit einem hohen Muskovit- und einem hohen Quarz-Anteil einzustufen. Sein Einsatz kann als Zusatzrohstoff in einem Masseversatz zur Herstellung keramischer Erzeugnisse/Werkstoffe erfolgen.

Proben, die bei 1000 °C, 1100 °C und 1200 °C gebrannt wurden, sind dem Prüfbericht als Muster beigelegt.

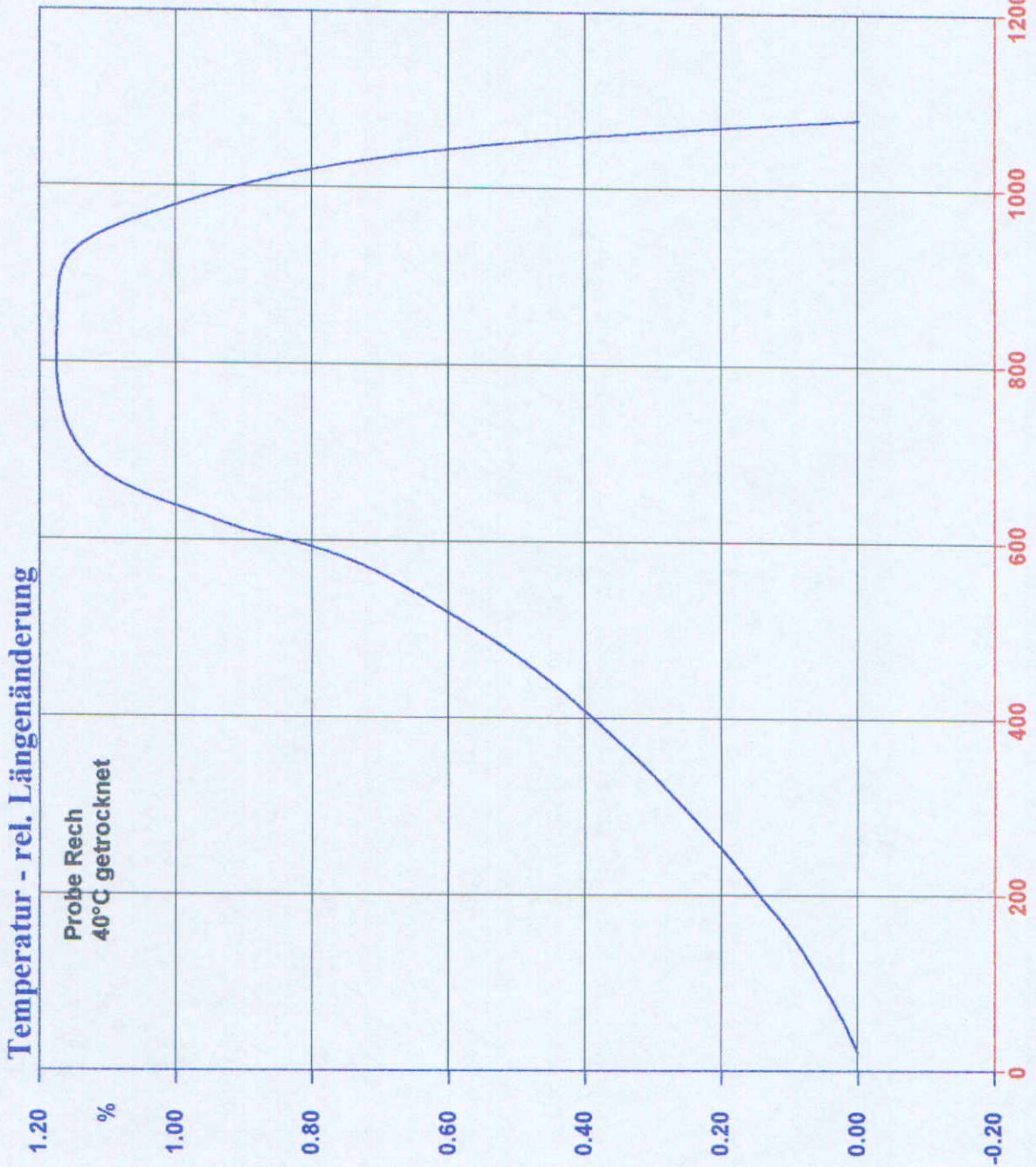


Prof. Dr. Klein
Leiter
Amtliche Materialprüfstelle
Glas und Keramik



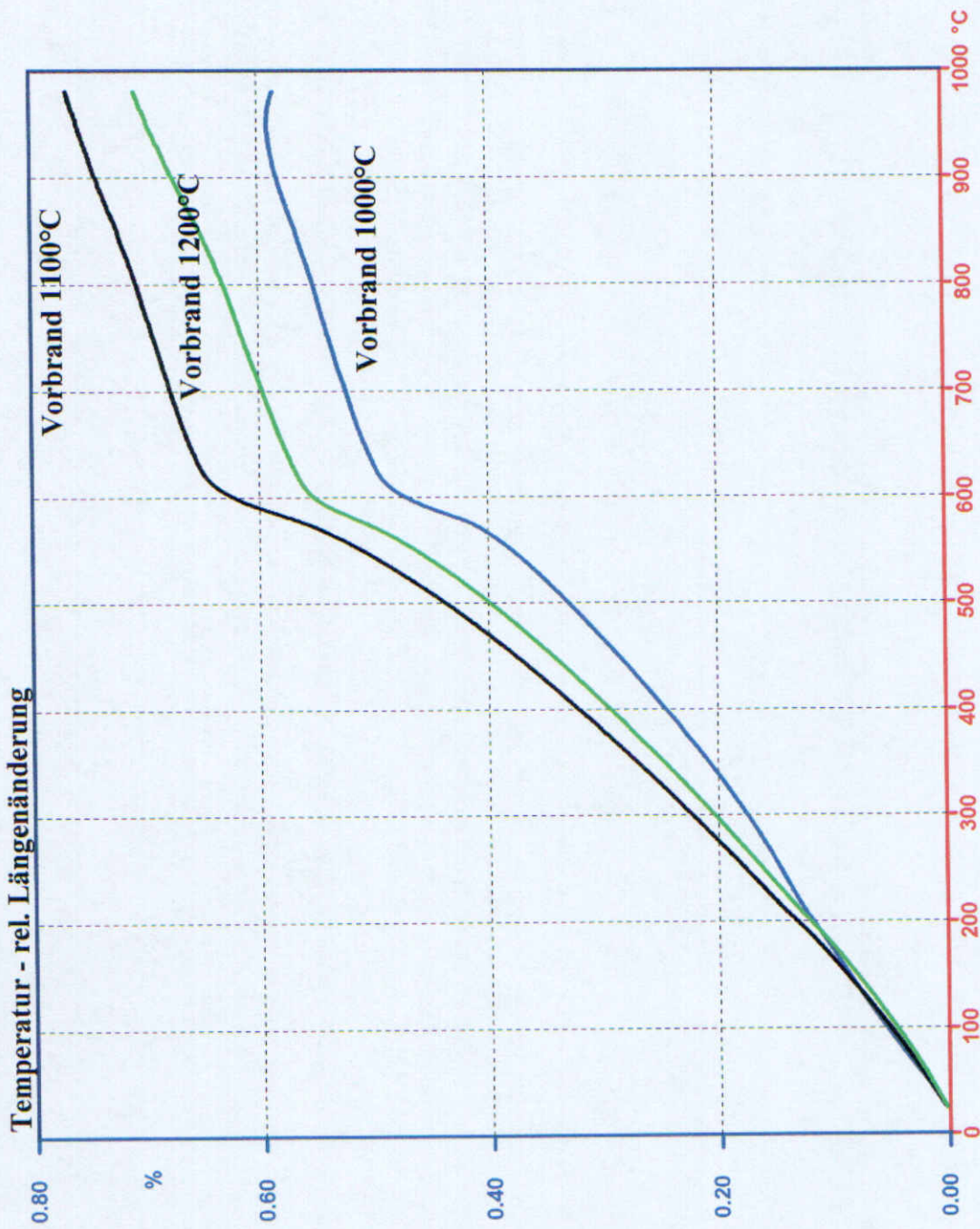
Anlagen

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



Gerät: DIL804
Versuchsname: g444
Datum: 26.02.08
Material: Glasur Beifeld
Anfangslänge: 41.00 mm
Durchmesser: 7 mm
Meßsystem: AL203
Atmosphäre: Luft
Max. Temperatur: 1080.4 °C
Temperaturprogramm: 1100-10
Korrektur: Saphir
Bezugstemperatur: 20 °C
Benutzer: mü

Fachhochschule Koblenz
Fachbereich Werkstofftechnik Glas und Keramik
Höhr-Grenzhausen

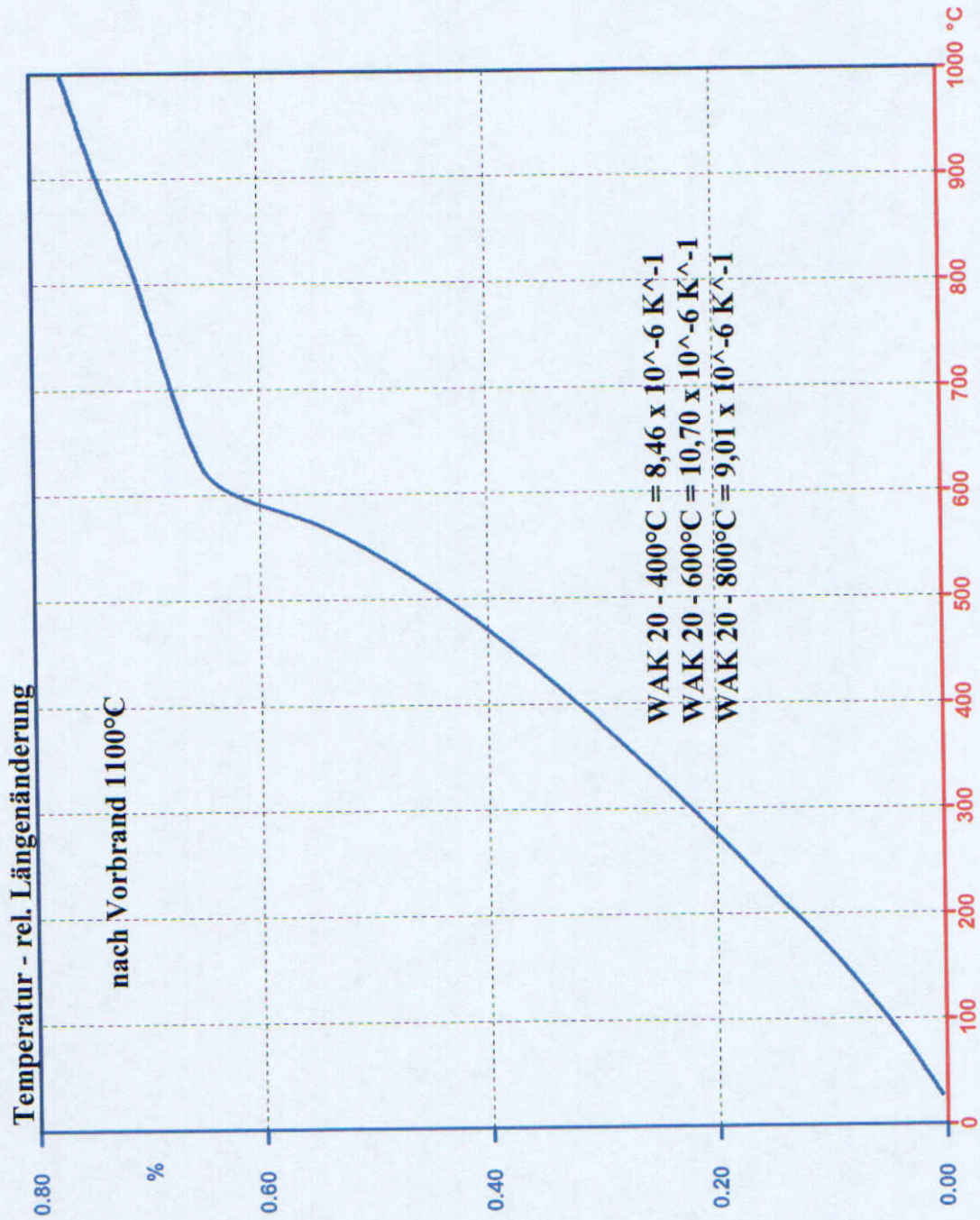


Gerät :	Name	Material
	gk11	v1000
	gk12	v1100
	gk1	v1200

DIL801L



Fachhochschule Koblenz
 Fachbereich Werkstofftechnik Glas und Keramik
 Höhr-Grenzhausen

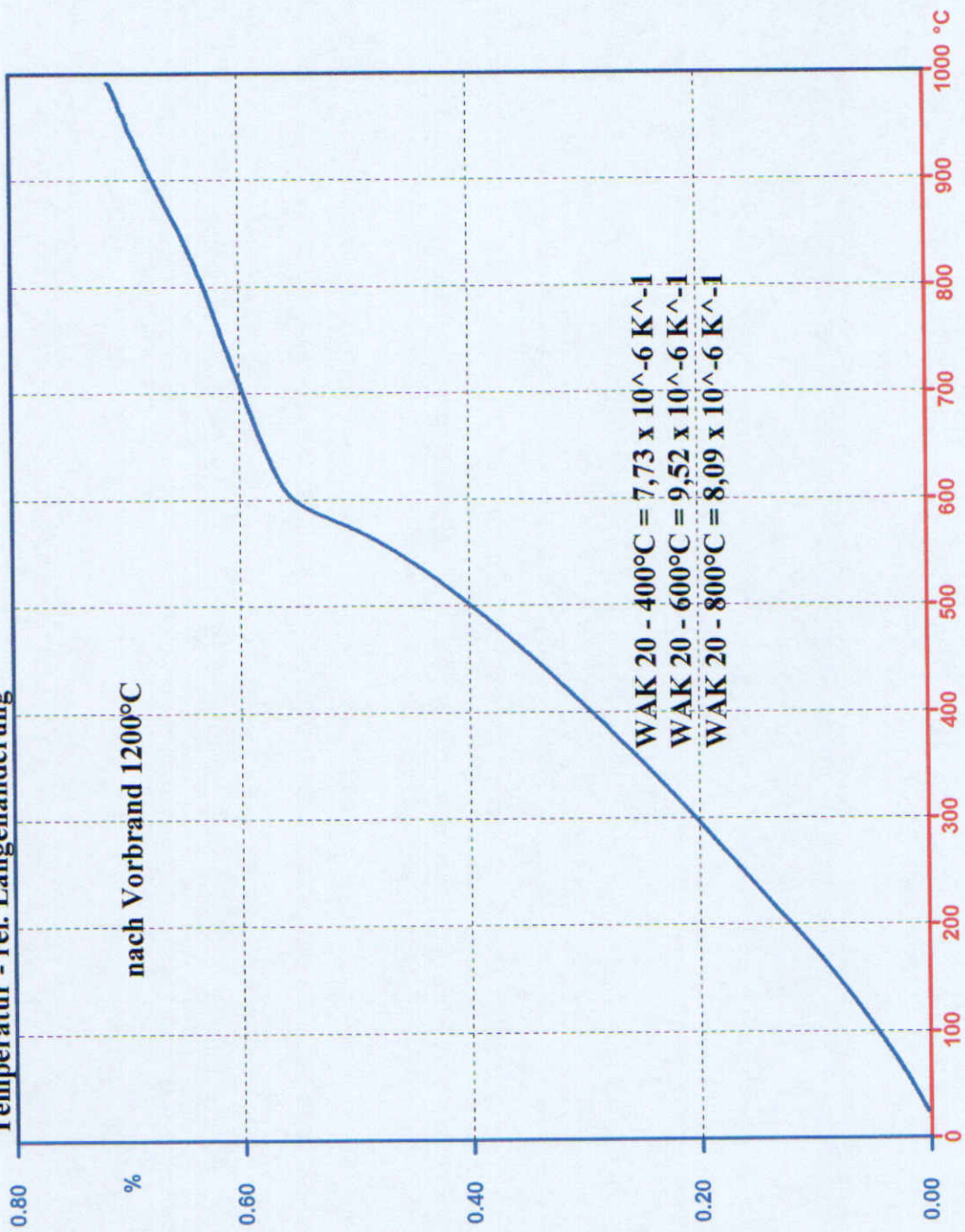


Gerät : DIL801L
 Versuchsname : gkl2
 Datum : 26.02.08
 Material : v1100
 Anfangslänge : 48,30 mm
 Durchmesser : 8 mm
 Meßsystem : AL203
 Atmosphäre : Luft
 Max. Temperatur : 1010,4 °C
 Temperaturprogramm : 1000-10
 Korrektur : 00Eichtest
 Bezugstemperatur : 20 °C
 Benutzer : mü

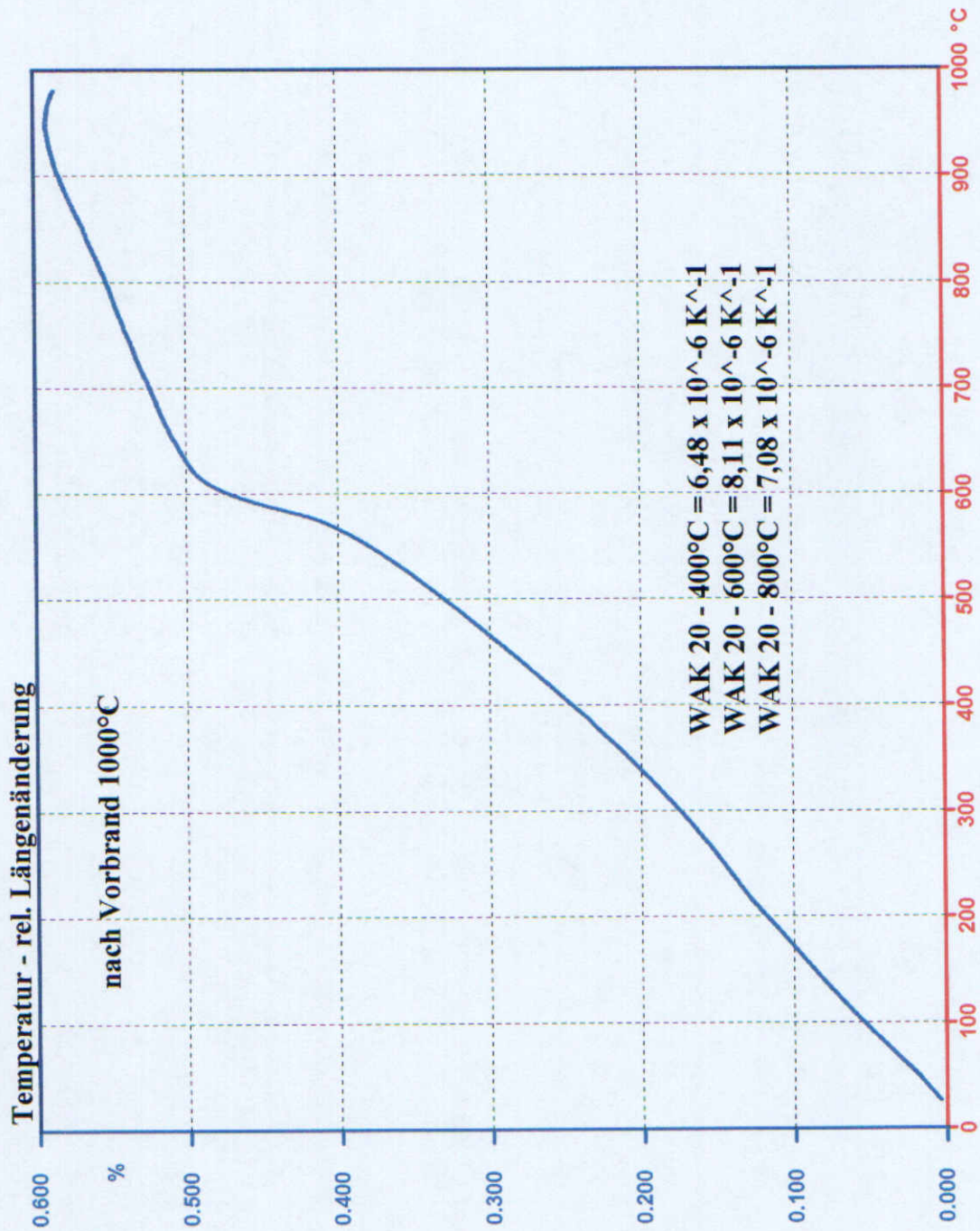


Fachhochschule Koblenz
 Fachbereich Werkstofftechnik Glas und Keramik
 Höhr-Grenzhausen

Temperatur - rel. Längenänderung



Gevät : DIL801L
 Versuchsname : gkl
 Datum : 27.02.08
 Material : v1200
 Anfangslänge : 42.90 mm
 Durchmesser : 8 mm
 Meßsystem : AL203
 Atmosphäre : Luft
 Max. Temperatur : 1012.2 °C
 Temperaturprogramm : 1000-10
 Korrektur : 00Eichstest
 Bezugstemperatur : 20 °C
 Benutzer : mü



Gerät : DIL801L
 Versuchsname : gklI
 Datum : 26.02.08
 Material : v1000
 Anfangslänge : 48,00 mm
 Durchmesser : 8 mm
 Meßsystem : AL203
 Atmosphäre : Luft
 Max. Temperatur : 1009,7 °C
 Temperaturprogramm : 1000-10
 Korrektur : 00Eichtest
 Bezugstemperatur : 20 °C
 Benutzer : mü

Sample: Rech-Kies
 Operator: Ro
 Submitter: MP
 File Name: C:\PROGRA~1\WIN5100\DATA\000-267.SMP
 Material/Liquid: Ton/0.002 M NaP2O7

Test Number: 1	Analysis Type: Standard
Analyzed: 01.01.97 00:54:52	Run Time: 1:29 hrs:min
Reported: 01.01.97 02:31:27	Sample Density: 2.600 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7228 cp	Liquid Density: 0.9941 g/cm ³
Analysis Temp: 35.0 °C	Base/Full Scale: 140 / 80 KCnts/s
Full Scale Mass: 97.3%	Reynolds Number: 0.42

Summary Report

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

Parameter 1 0.000 Parameter 2 0.000 Parameter 3 0.000

Mass Distribution Arithmetic Statistics

	σ (of 1)		σ (of 1)
Mean	4.376	Mode	0.188
	0.000	Median	0.666
			0.000

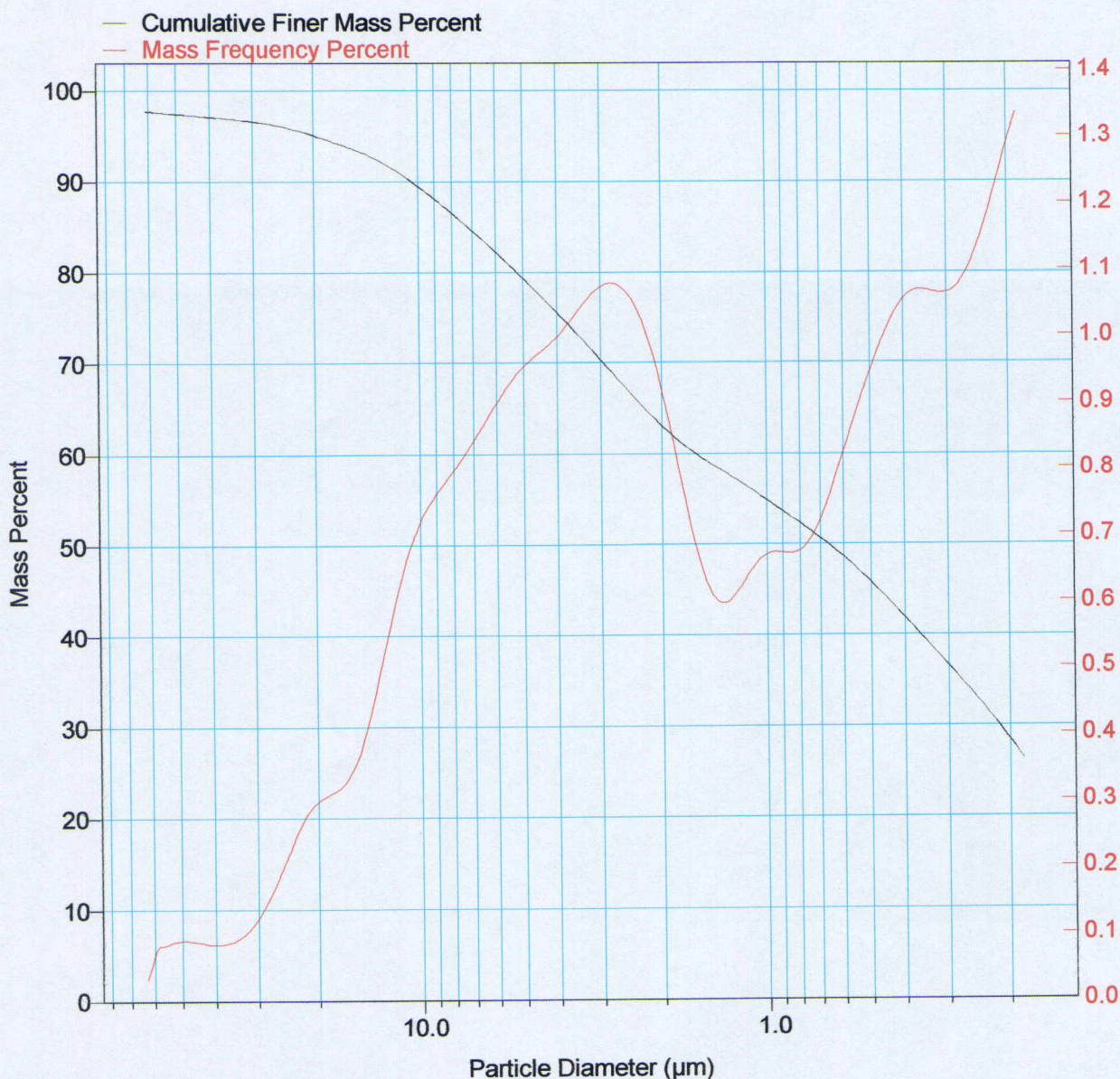
Selected Percentiles

Percent Finer	Diameter (µm)
100.0	64.94
75.0	3.874
50.0	0.666
25.0	0.183

Sample: Rech-Kies
Operator: Ro
Submitter: MP
File Name: C:\PROGRA~1\WIN5100\DATA\000-267.SMP
Material/Liquid: Ton/0.002 M NaP2O7

Test Number: 1	Analysis Type: Standard
Analyzed: 01.01.97 00:54:52	Run Time: 1:29 hrs:min
Reported: 01.01.97 02:31:27	Sample Density: 2.600 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7228 cp	Liquid Density: 0.9941 g/cm ³
Analysis Temp: 35.0 °C	Base/Full Scale: 140 / 80 KCnts/s
Full Scale Mass: 97.3%	Reynolds Number: 0.42

Cumulative Finer Mass Percent vs. Diameter



Sample: Rech-Kies
Operator: Ro
Submitter: MP
File Name: C:\PROGRA~1\WIN5100\DATA\000-267.SMP
Material/Liquid: Ton/0.002 M NaP2O7

Test Number: 1	Analysis Type: Standard
Analyzed: 01.01.97 00:54:52	Run Time: 1:29 hrs:min
Reported: 01.01.97 02:31:27	Sample Density: 2.600 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7228 cp	Liquid Density: 0.9941 g/cm ³
Analysis Temp: 35.0 °C	Base/Full Scale: 140 / 80 KCnts/s
Full Scale Mass: 97.3%	Reynolds Number: 0.42

Report by Size Table

Low Diameter (µm)	Cumulative Mass Finer (Percent)	Low Diameter (µm)	Cumulative Mass Finer (Percent)
63.00	97.7	2.000	63.1
20.00	95.0	0.630	49.3
6.300	83.0	0.200	28.4

Anlage 1 : Korngrößenanalyse mittels Nasssiebung

Standardmethode :

Die vollständige Körnungsanalyse des vorgelegten tonigen Rohstoffes erfolgte durch Nasssiebanalyse (Tabelle siehe unten) und durch Sedimentationsanalyse im Gerät Sedigraph 5100 der Fa.Micromeritics. Die Dispergierung des Materials für die Sedimentationsanalyse geschah durch einstündige Ultraschallbehandlung in 0,002 m Natriumpyrophosphatlösung.

Die Ergebnisse und Messkurven sind in Anlage 2 ,3 u.4 dokumentiert.

Tabelle : Nasssiebanalyse: Rech – Kies GmbH

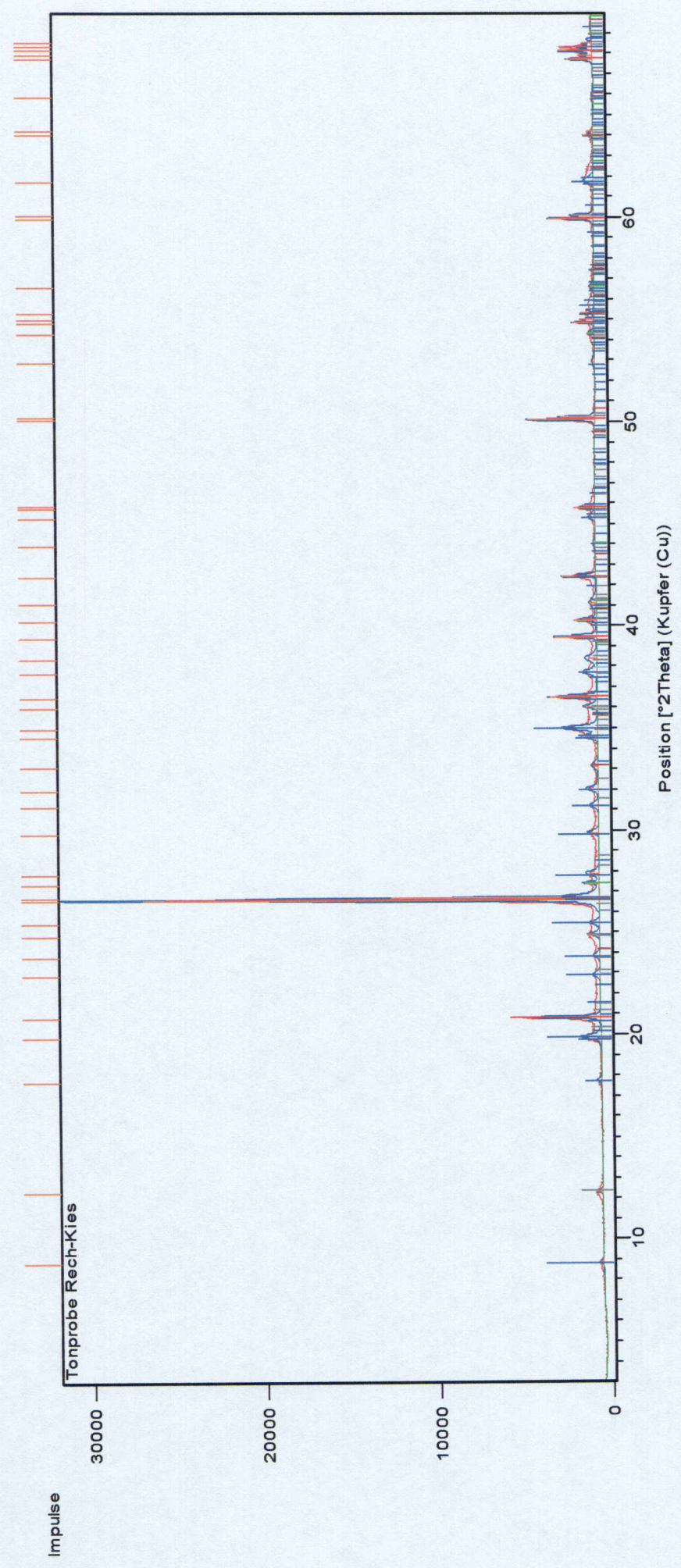
Material		

Teil 1: Nasssiebanalyse Einwaage g	SR in g	SR in %	SR in g	SR in %
> 2 mm		0,3		
2 mm – 1 mm		0,5		
1 mm – 500 µm		0,5		
500 – 250 µm		0,2		
250 – 125 µm		0,6		
125 – 63 µm		0,6		
Summe > 63 µm		2,7		

Nr.	Pos. [°2Th.]	d-Wert [Å]	Rel. Int....	FWHM [°2...	Erklärt durch	Fläche [cts*°2T...	Untergr.[cts]	Höhe [cts]
46	67,7153	1,38262	5,67	0,1020		203,85	587,88	1498,92
47	67,8992	1,38275	3,09	0,0816		88,80	593,00	816,18
48	68,1173	1,37543	7,29	0,0816		209,60	600,00	1926,51
49	68,2960	1,37568	7,15	0,0816		205,72	605,04	1890,80
50	68,4885	1,36888	2,15	0,0816		61,93	611,00	569,20

Nr.	Pos. [°2Th.]	d-Wert [Å]	Rel. Int. ...	FWHM [°2...	Erklärt durch	Fläche [cts*°2T...	Untergr.[cts]	Höhe [cts]
1	8,8483	9,99404	0,85	0,1673		36,95	509,00	223,90
2	12,3100	7,19033	1,43	0,1338		49,98	530,74	378,62
3	17,7184	5,00586	0,99	0,1338		34,72	556,00	262,99
4	19,8727	4,46781	4,07	0,2342		248,58	561,00	1076,03
5	20,8350	4,26358	17,33	0,0836		378,12	563,00	4582,92
6	22,8871	3,88573	1,47	0,2676		102,71	569,00	389,03
7	23,8313	3,73387	1,45	0,2676		101,01	571,00	382,57
8	24,8615	3,58143	2,66	0,1673		115,98	574,00	702,82
9	25,4280	3,50291	2,13	0,2007		111,36	575,00	562,37
10	26,6137	3,34671	100,00	0,1020		3595,81	579,00	26439,74
11	26,6949	3,34501	45,68	0,0408		657,03	579,00	12077,84
12	27,4080	3,25150	3,29	0,0816		94,60	580,00	869,46
13	27,8636	3,19936	2,16	0,2448		186,24	581,00	570,59
14	29,8802	2,98787	1,89	0,1632		108,48	586,29	498,52
15	31,1775	2,86644	1,47	0,2448		127,16	590,00	389,59
16	31,9940	2,79512	1,99	0,2040		143,28	592,00	526,75
17	33,1278	2,70201	1,04	0,3264		119,43	595,00	274,43
18	34,5539	2,59368	2,78	0,1632		159,99	599,00	735,25
19	34,9888	2,56243	6,26	0,1836		405,44	600,00	1656,19
20	36,0338	2,49048	2,44	0,1632		140,29	602,00	644,72
21	36,5162	2,45868	10,35	0,0816		297,67	604,00	2735,97
22	37,6918	2,38465	2,31	0,2448		199,57	606,00	611,43
23	38,3619	2,34452	1,86	0,3264		213,88	608,00	491,46
24	39,4349	2,28317	9,17	0,0816		263,75	611,00	2424,20
25	40,2564	2,23845	4,90	0,0816		141,07	613,00	1296,60
26	41,0835	2,19527	1,09	0,4896		188,60	615,00	288,91
27	42,4166	2,12931	7,61	0,0612		164,11	619,00	2011,15
28	43,9596	2,05808	0,37	0,4896		64,56	622,00	98,90
29	45,2803	2,00108	1,22	0,2448		105,19	626,00	322,26
30	45,7633	1,98108	4,65	0,0816		133,74	627,00	1229,24
31	45,8929	1,98069	2,78	0,0612		59,98	628,00	735,10
32	50,1093	1,81896	14,80	0,0816		425,70	614,00	3912,67
33	50,2467	1,81882	7,61	0,0612		164,12	612,00	2011,28
34	52,8955	1,72952	0,42	0,4896		72,16	589,00	110,54
35	54,2874	1,68842	1,70	0,0816		48,78	594,00	448,31
36	54,8469	1,67252	4,88	0,1020		175,60	596,00	1291,20
37	54,9921	1,67259	3,17	0,0612		68,37	597,00	837,92
38	55,2924	1,66009	2,92	0,0612		63,06	598,00	772,77
39	56,5767	1,62542	0,85	0,2448		73,52	602,00	225,24
40	59,9312	1,54220	9,89	0,1020		355,79	598,00	2616,08
41	60,0972	1,54216	4,93	0,1020		177,33	597,00	1303,89
42	61,7471	1,50113	2,03	0,2040		145,92	586,00	536,48
43	64,0096	1,45342	2,32	0,0816		66,80	571,00	613,95
44	64,1870	1,45343	1,41	0,0612		30,45	570,00	373,20
45	65,8148	1,41786	0,27	0,4896		46,29	559,00	70,92

Nr.	Sichtbar	PDF-Nr.	Verbindungsna...	Chemische Formel	Score	Skalcnf...	Halbqu...
1	<input checked="" type="checkbox"/>	01-078-2315	Quartz	Si O2	71	0,786	42
2	<input checked="" type="checkbox"/>	01-072-1503	Muscovite	K Al2 (Si3 Al) O1...	45	0,114	51
3	<input checked="" type="checkbox"/>	01-077-0440	Rutile, syn	Ti O2	41	0,024	1
4	<input checked="" type="checkbox"/>	01-080-0885	Kaolinite - fro...	Al2 (Si2 O5) (O ...	26	0,039	6
5	<input checked="" type="checkbox"/>	01-073-2234	Iron Oxide	Fe2 O3	15	0,012	1



Reflexliste
01-078-2315
01-072-1503
01-077-0440
01-080-0885
01-073-2234