

Zum Beton in realer und simulierter Mikrogravitation

Der Fakultät für Ingenieurwissenschaften,
Abteilung Bauwissenschaften
der Universität Duisburg-Essen
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
vorgelegte und genehmigte

DISSERTATION

von

Julian Thomas Ingo Müller, M. Sc.
aus Solingen

Essen 2023

DuEPublico

Duisburg-Essen Publications online

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN

Offen im Denken

ub

universitäts
bibliothek

Diese Dissertation wird via DuEPublico, dem Dokumenten- und Publikationsserver der Universität Duisburg-Essen, zur Verfügung gestellt und liegt auch als Print-Version vor.

DOI: 10.17185/duepublico/81437

URN: urn:nbn:de:hbz:465-20240125-141326-9

Alle Rechte vorbehalten.

Lebenslauf

Julian T. I. Müller, M. Sc.

Der Lebenslauf ist in der Online-Version aus Gründen des Datenschutzes nicht enthalten.

Hauptreferentin:	Univ.-Prof. Dr.-Ing. Martina Schnellenbach-Held
Korreferent:	Prof. Dr. Matthias Sperl
Tag der Einreichung:	24.10.2023
Tag der mündlichen Prüfung:	10.01.2024

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am *Institut für Massivbau* der *Universität Duisburg-Essen*. Die Aufgabenstellung ergab sich aus der Bearbeitung des von dem *Bundesministerium für Wirtschaft und Energie* unter dem Förderkennzeichen 50WM2072 geförderten Forschungsvorhabens „*Material Science on Solidification of Concrete*“. Dem *Bundesministerium für Wirtschaft und Energie* möchte ich daher für die Förderung danken.

Frau Univ.-Prof. Dr.-Ing. Martina Schnellenbach-Held danke ich herzlich für die Betreuung und Förderung dieser Arbeit sowie die in jeder Hinsicht gewährte Unterstützung während meiner gesamten Tätigkeit.

Herrn Prof. Matthias Sperl danke ich sehr für die freundliche Übernahme des Korreferats sowie für sein großes Interesse an dieser Arbeit.

Den Mitarbeitern und Mitarbeiterinnen der Projektpartner von der *Universität zu Köln*, dem *Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt* und dem *Biotechnology Space Support Center* danke ich für die gute Zusammenarbeit und den fachlichen Austausch, um die anspruchsvollen Herausforderungen des Projekts zu bewältigen.

Ein weiterer Dank richtet sich an alle Firmen, die mit ihren Produkten, Engagement und Fachwissen zum Projekterfolg beitrugen.

Mein herzlicher Dank gilt den Kolleginnen und Kollegen am *Institut für Massivbau*. Für die vielen fachlichen Diskussionen und entstandenen Freundschaften möchte ich insbesondere *Lisa Romanski*, *Christina Klonek*, *Marcel Rhau* und *Till Heidrich* danken. Stellvertretend für das gesamte Institut sei *Angelika Eßer* und *Torsten Welsch* für die kollegiale Zusammenarbeit und die tolle Arbeitsatmosphäre gedankt.

Ganz besonders danke ich meiner Familie, insbesondere meiner Frau und meinen Kindern, die mich jederzeit unterstützten, mir beistanden und mich motivierten, diese Arbeit fertigzustellen.

Inhaltsverzeichnis

Lebenslauf.....	III
Danksagung	V
Inhaltsverzeichnis.....	VII
Abkürzungen / Formelzeichen	XI
1 Einleitung.....	1
1.1 Das Projekt <i>MASON</i>	1
1.2 Gliederung und Zielsetzung der Arbeit	3
2 Stand der Forschung	5
2.1 Extraterrestrische Konstruktionen aus Beton	5
2.2 Beton in Mikrogravitation	6
2.2.1 Shuttle Mission: Concrete Curing in Microgravity (ConCIM) (1994).....	6
2.2.2 Parabelflüge: Plank (2014-2016).....	7
2.2.3 ISS: Microgravity Investigation of Cement Solidification (MICS) (2018)	8
2.2.4 Materials International Space Station Experiment (MISSE) (2021-2022) ...	10
2.2.5 Biopolymer Research for In-Situ Capabilities (BRIC) (2021-2022).....	10
2.3 Einfluss der Schwerkraft auf die Betoneigenschaften	11
3 Simulation von Mikrogravitation im Frischbeton	13
3.1 Funktionsprinzip des Klinostaten	13
3.2 Rheologische Zusammenhänge und Problemstellung	14
3.3 Versuchsaufbau und optimierte Klinostatkonstruktion	15
3.4 Konzept zur Ermittlung der Rotationsgeschwindigkeit des Klinostaten	17
3.5 Simulation der Schwerelosigkeit mit der Random Positioning Machine	20
4 Entwicklung eines Betonmischers für die Betonherstellung in Schwerelosigkeit ...	23
4.1 Vorversuche mit unterschiedlichen Hardwareentwürfen	23
4.2 Entwicklung der Mischeinheit „ <i>MASON Concrete Mixer</i> “	24
4.2.1 Hardware Anforderungen	24

4.2.2	Entwicklungsschritte.....	26
4.2.3	Beschreibung des finalen Hardwaredesigns.....	29
4.2.4	Anforderungen an die Hardware infolge des <i>Flight Safety Reviews</i>	31
4.2.5	Beschreibung des Sicherheitskonzepts	32
4.2.6	Qualifikations- und Verifikationstests	34
4.2.7	Zusammenbau und Abfertigung.....	41
4.2.8	Beschreibung des Mischvorgangs mit dem <i>MCM</i>	42
4.3	Durchführung des ISS Experiments.....	43
5	Untersuchungsprogramm und Methodik	45
5.1	Übersicht.....	45
5.2	Herstellung der Probekörper.....	46
5.3	Nachbehandlung, Lagerung und Inspektion	47
5.4	Präparation der Prüfkörper.....	47
5.4.1	Schneiden der Scheiben und Zylinder.....	47
5.4.2	Schneiden der 10 mm Würfel	49
5.4.3	Schleifen	51
5.4.4	Präparation der Dünnschliffe	52
5.5	Defekt- und Luftporenanalyse	52
5.5.1	Bestimmung der Gesamtporosität.....	53
5.5.2	Ultraschallmessung.....	55
5.5.3	Computertomographische Scans.....	56
5.5.4	Quecksilberdruckporosimetrie.....	57
5.5.5	Luftporenauszählung.....	58
5.6	Druckfestigkeitsprüfungen.....	59
5.6.1	Allgemeines	59
5.6.2	Uniaxiale Kompressionstests	60
5.6.3	Versuche zur Kleinlasthärte und Rückprallzahl.....	61
5.7	Durchlichtmikroskopie an Dünnschliffen.....	61
6	Voruntersuchungen und Festlegung der Rotationsgeschwindigkeiten des Klinostaten	63
6.1	Allgemeines	63
6.2	Probengeometrie	63
6.3	Mischungszusammensetzungen.....	64
6.4	Packungsdichte	67
6.5	Vorhersage der Viskosität von Zementleim.....	68
6.6	Frischbetonuntersuchungen	69
6.7	Berechnung und Festlegung der Rotationsgeschwindigkeiten des Klinostaten..	72

7	Untersuchungen zu Proben aus dem Labormischer.....	77
7.1	Probenumfang.....	77
7.2	Inspektion und äußeres Erscheinungsbild	79
7.3	Rohdichte, Skelettdichte und Gesamtporosität.....	80
7.4	Ultraschallmessungen.....	81
7.5	CT-Scans	83
7.6	Luftporenauszählung	85
7.7	Druckfestigkeitsprüfungen	87
7.8	Zusammenfassung	89
8	Untersuchungen zu Proben aus dem <i>MCM</i>.....	91
8.1	Übersicht <i>MCMs</i> und Betonproben	91
8.2	Inspektion und Auseinanderbau der <i>MCMs</i>	93
8.3	Inspektion und äußeres Erscheinungsbild der Proben	97
8.4	Rohdichte, Skelettdichte und Gesamtporosität.....	100
8.5	Ultraschallmessungen.....	105
8.6	CT-Scans	110
8.7	Auflichtmikroskopie und Luftporenauszählung.....	115
8.8	Quecksilberdruckporosimetrie.....	119
8.9	Durchlichtmikroskopie an Dünnschliffen	122
8.10	Druckfestigkeitsprüfungen	130
8.10.1	Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder.....	130
8.10.2	Druckfestigkeiten der 10 mm Würfel.....	135
8.11	Zusammenfassung der Versuchsergebnisse	137
9	Erkenntnisgewinn	141
10	Zusammenfassung und Ausblick.....	147
11	Literaturverzeichnis	151
	Anhang.....	169
	Anhang A: Mischungsbestandteile	169
	A1 Zement	169
	A2 Zuschläge	170
	A3 Zusatzmittel.....	171
	Anhang B: Ergänzende Fotos von Betonproben.....	172
	Anhang C: Ergänzende Ergebnisse / Diagramme.....	176
	Anhang D: Veröffentlichungen.....	177
	Anhang E: Thesen.....	177

Abkürzungen / Formelzeichen

<i>I_g</i>	Erdgravitation
<i>AEA</i>	Air-entraining Agent
<i>ALTEC</i>	Aerospace Logistics Technology Engineering Company
<i>ASTM</i>	American Society for Testing and Materials
<i>BIOTESC</i>	Biotechnology Space Support Center
<i>BRIC</i>	Biopolymer Research for In-Situ Capabilities
<i>C</i>	Klinostat
<i>C₃A</i>	Tricalciumaluminat
<i>C₃S</i>	Tricalciumsilikat
<i>Ca(NO₃)₂</i>	Calciumnitrat
<i>CAD</i>	Computer Aided Design
<i>CEM I</i>	Portlandzement
<i>CH</i>	Calciumhydroxid
<i>COC</i>	Cycloolefin-Copolymere
<i>ConCIM</i>	Concrete Curing in Microgravity
<i>CPL</i>	Circularly polarised light
<i>CRS</i>	SpaceX Commercial Resupply Service
<i>C-S-H</i>	Calciumsilikathydrat
<i>CT</i>	Computertomographie
<i>DAfStb</i>	Deutscher Ausschuss für Stahlbeton
<i>DDT</i>	Dettmar Dissection GmbH
<i>DFMR</i>	Design for Minimal Risk
<i>DIANA</i>	DISplacement ANALyzer
<i>DLR</i>	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e. V.
<i>EAC</i>	European Astronaut Center
<i>ECSS</i>	European Cooperation for Space Standardization
<i>EPDM</i>	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
<i>ESA</i>	Europäische Weltraumorganisation
<i>ESRF</i>	European Synchrotron Radiation Facility
<i>ESRP</i>	ESA Safety Review Panel
<i>EST</i>	Experiment Sequence Test
<i>FEPA</i>	Fédération Européenne des Fabricants de Produits Abrasifs

<i>FSDP</i>	Flight Safety Data Package
<i>FSR</i>	Flight Safety Review
<i>H</i>	Horizontal
<i>HDPE</i>	High Density Polyethylen
<i>HR</i>	Hazard Report
<i>IfM</i>	Institut für Massivbau
<i>ISRP</i>	ISS Safety Review Panel
<i>ISS</i>	International Space Station / Internationale Raumstation
<i>ITZ</i>	Interfacial Transition Zone
<i>JSC</i>	Johnson Space Center
<i>LM</i>	Labormischer
<i>LOC</i>	Level of Containment
<i>LP</i>	Luftporen
<i>MABS</i>	Methylmethacrylat-Acrylnitril-Butadien-Styrol
<i>MASON</i>	Material Science on Solidification of Concrete
<i>MCM</i>	MASON Concrete Mixer
<i>MICS</i>	Microgravity Investigation of Cement Solidification
<i>MIP</i>	Mercury intrusion porosimetry
<i>MISSE</i>	Materials International Space Station Experiment
<i>MMPACT</i>	Moon-to-Mars Planetary Autonomous Construction Technology
<i>MVP</i>	Techshot Multi-use Variable-gravity platform
<i>MW</i>	Mittelwert
<i>Na₂SiO₃</i>	Natriumsilicat
<i>NASA</i>	National Aeronautics and Space Administration
<i>OPC</i>	Ordinary portland cement
<i>OPNOM</i>	ESA Operational Nomenclature
<i>PA</i>	Product Assurance
<i>PC</i>	Polycarbonat
<i>PCE</i>	Polycarboxylatether
<i>PD</i>	Packungsdichte
<i>PE</i>	Polyethylen
<i>PET</i>	Polyethylenterephthalat
<i>PI</i>	Principal Investigator
<i>PLA</i>	Poly lactide
<i>PP</i>	Polypropylen
<i>PSU</i>	Pennsylvania State University
<i>PUR</i>	Polyurethan
<i>PVC</i>	Polyvinylchlorid
<i>REM</i>	Rasterelektronenmikroskop
<i>Rili SVB</i>	Richtlinie Selbstverdichtender Beton
<i>RPM</i>	Random Positioning Machine
<i>rpm</i>	Rotations per minute

<i>SP</i>	Superplastiziser
<i>SPOCS</i>	Student Payload Opportunity with Citizen Science
<i>SSP</i>	International Space Station Program
<i>STL</i>	Standard Austauschformat / Stereolithographie
<i>STS</i>	Space Transportation System
<i>TGA</i>	Thermogravimetrische Analyse
<i>THL</i>	Toxicity Hazard Level
<i>TIM</i>	Technical Interchange Meeting
<i>TL</i>	Transmitted light
<i>TU</i>	Technische Universität
<i>TW</i>	Tauchwägung
<i>UDE</i>	Universität Duisburg-Essen
<i>UHR</i>	Unique Hazard Report
<i>UNF</i>	Unified Fine Thread
<i>UV</i>	Ultraviolett
<i>UVL</i>	Ultraviolet light
<i>UZK</i>	Universität zu Köln
<i>V</i>	Vertikal
<i>vdz</i>	Verein Deutscher Zementwerke
<i>XPL</i>	Crossed polarised light
<i>XRD</i>	Röntgenbeugung
μg	Mikrogravitation
σ	Standardabweichung

1 Einleitung

1.1 Das Projekt MASON

Die sechs astronautischen Mondlandungen der *National Aeronautics and Space Administration* (NASA) im Rahmen der *Apollo* Missionen sind bereits über 50 Jahre her. Die insgesamt zwölf Astronauten, die bisher den Mond betreten haben, führten Experimente durch und brachten Proben auf die Erde zurück, die auch heute noch entscheidend für das Wissen über die Bedingungen auf dem Mond und die dort vorhandenen Ressourcen sind [1]. In den 1990er Jahren wurde durch die *Space Exploration Initiative* der NASA der Planungsprozess für eine Basis auf dem Mond begonnen und die Forschung über die Verwendung von Beton auf der Mondoberfläche angestoßen [2–4]. Im Rahmen des von der NASA geleiteten *Artemis*-Programms soll in Zusammenarbeit mit den Partnern, darunter die Europäische Weltraumorganisation (ESA) und das Deutsche Zentrum für Luft- und Raumfahrt e. V. (DLR), die nächste Mondlandung 2025 erfolgen [5]. Ziel der *Artemis* Missionen ist der Aufbau einer ständigen Präsenz in der Mondumgebung, zunächst mit einer neuen Raumstation, dem *Lunar Gateway*, die in die Umlaufbahn des Mondes gebracht werden soll. Von dort sollen Missionen zur Mondoberfläche gestartet werden, für die eine Infrastruktur auf der Mondoberfläche notwendig wird: u. a. Landeplattformen, Habitate, Straßen und Lagerbereiche [6]. Für diese Konstruktionen müssen geeignete Baumaterialien identifiziert werden, mit denen zum einen aufgrund der hohen Transportkosten zum Mond ein hoher Grad der in-situ-Nutzung von Ressourcen der Mondoberfläche möglich ist und zum anderen die Dauerhaftigkeit für die besonderen Bedingungen auf der Mondoberfläche (siehe Abs. 2.1) gewährleistet wird [7]. Der weltweit am häufigsten verbaute Baustoff Beton wird in diese Überlegungen miteinbezogen, so auch im Rahmen des laufenden NASA Projektes *Moon-to-Mars Planetary Autonomous Construction Technology* (MMPACT), in welchem unter anderem die Eignung zementhaltiger Baustoffe untersucht wird [8]. Bislang wurde nicht experimentell erforscht, inwiefern die Erhärtung und die Festbetoneigenschaften durch die Erdgravitation ($1g$) beeinflusst werden und welche Eigenschaften der Beton bei der Herstellung in Mikrogravitation (μg) aufweist. Dieser Fragestellung wird vom *Institut für Massivbau* (IfM) der *Universität Duisburg-Essen* (UDE) in Kooperation mit dem *Institut für Theoretische Physik* der *Universität zu Köln* (UZK) unter Leitung des DLR im Forschungsprojekt *MASON* (**M**aterial Science on **S**olidification of **C**oncrete) nachgegangen. Dazu wurden Betonproben in Mikrogravitation auf der Internationalen Raumstation (ISS) hergestellt und mit Proben, die auf der Erde in den Laboren des IfM zum einen unter $1g$ -Bedingungen und zum anderen bei simulierter

Schwerelosigkeit produziert wurden, verglichen. Für die Simulation der Schwerelosigkeit wurde ein innovativer Einsatz eines Klinostaten und einer *Random Positioning Machine (RPM)* gewählt. Der Einfluss der Gravitation auf die Festbetoneigenschaften wurde insbesondere hinsichtlich der Porosität und der mechanischen Materialparameter untersucht.



Abb. 1: Der deutsche *ESA*-Astronaut Matthias Maurer führte die *MASON* Experimente auf der *ISS* durch (Foto: *NASA/ESA*).

Zunächst musste ein für die *ISS* geeigneter Betonmischer entwickelt und gefertigt werden: der *MASON Concrete Mixer (MCM)* (siehe Kap. 4). Für die Qualifizierung dieser Hardware war eine enge Kooperation mit dem *Biotechnology Space Support Center (BIOTESC)* der Hochschule Luzern erforderlich, um die sehr hohen Sicherheitsanforderungen auf der *ISS* zu erfüllen. Die mit dem *MCM* hergestellten Betonprobekörper verfügen über eine definierte, zylindrische Geometrie, so dass nicht nur verschiedene zerstörungsfreie Untersuchungen sondern auch die zerstörende Prüfung zur Ermittlung der Druckfestigkeit an den Proben durchgeführt werden können. Insgesamt 64 *MCMs* mit 20 verschiedenen Mischungen aus Zement und Gesteinskörnung wurden im August 2021 gefertigt, befüllt und für den Transport auf die *ISS* vorbereitet. Diese wurden am 21. Dezember 2021 mit einem Raumschiff vom Typ *SpaceX Dragon 2* im Rahmen der Mission *SpaceX Commercial Resupply Service (CRS)-24* zur *ISS* transportiert. Die *MASON* Experimente wurden unter der *ESA Operational Nomenclature (OPNOM) Concrete Hardening* geführt und während der *ESA* Mission *Cosmic Kiss* vom deutschen *ESA*-Astronauten Matthias Maurer im Februar 2022 durchgeführt (siehe Abb. 1).

Mit *SpaceX CRS-25* wurden die *MCMs* mit den Betonproben am 19. August 2022 zur Erde zurückgebracht. Die Proben konnten über sechs Monate in Schwerelosigkeit auf der *ISS* aushärten und trafen am 14. November 2022 beim *MASON* Projektteam ein. Die Erkenntnisse der anschließenden beton-technologischen Untersuchungen werden in dieser Arbeit ausführlich dargestellt.

1.2 Gliederung und Zielsetzung der Arbeit

Diese Arbeit ist in 10 Kapitel gegliedert. Nach der Einführung (Kap. 1) wird im Kapitel 2 eine Zusammenfassung über den aktuellen Stand der Forschung von Beton in Mikrogravitation und den Einfluss der Gravitation auf die Betoneigenschaften gegeben.

Die Simulation von Schwerelosigkeit und der Einsatz eines Klinostaten in der Betontechnologie werden im Kapitel 3 vorgestellt.

Die Entwicklung und Anwendung des *MCMs*, um zum einen die Sicherheitsanforderung für Experimente auf der *ISS* zu erfüllen und zum anderen vergleichbare Probekörper mit definierter Geometrie in Mikrogravitationsumgebung herstellen zu können, werden im Kapitel 4 erläutert.

Im Kapitel 5 werden die verwendeten Untersuchungsmethoden dargestellt. Der Schwerpunkt liegt dabei auf der Ermittlung der Porenkennwerte vom Nanometer- bis zum Zentimeter-Bereich und der Bestimmung der Druckfestigkeiten.

Die Voruntersuchungen, die für die Ermittlung der Probenzusammensetzungen und -geometrie, dem Optimieren der Untersuchungsmethoden und der Festlegung der Rotationsgeschwindigkeiten des Klinostaten erforderlich waren, werden im Kapitel 6 ausführlich beschrieben.

Im Kapitel 7 werden die Ergebnisse der Proben, die im Labormischer auf der Erde hergestellt wurden, erläutert. Es werden Proben, die bei Erdgravitation in vertikaler und horizontaler Orientierung und bei simulierter Mikrogravitation mit unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten erstarrten, verglichen.

Die Ergebnisse der in Mikrogravitation auf der *ISS* und aller auf der Erde hergestellten Proben aus dem *MCM* werden im Kapitel 8 beschrieben. Die Proben werden hinsichtlich der Erscheinungsform, der Roh- und Skelettdichte, der Porosität, der Homogenität, dem dynamischen E-Modul sowie der Druckfestigkeit verglichen.

Die gewonnenen Erkenntnisse über die Materialeigenschaften von Beton, der in Mikrogravitation hergestellt wurde, werden im Kapitel 9 zusammengefasst. Über die festgestellten Unterschiede und Gemeinsamkeiten zu Proben, die unter Erdgravitation oder unter simulierter Mikrogravitation erhärteten, soll ein grundlegendes Verständnis über den Einfluss der Gravitation auf die Betoneigenschaften geschaffen werden. Mit diesen Ergebnissen sollen zum einen eine Kalibrierung einer zutreffenden Simulation von Mikrogravitation im Klinostaten ermöglicht und zum anderen offene Fragen für den möglichen Einsatz von Beton für extraterrestrische Konstruktionen geklärt werden.

Abschließend werden eine Zusammenfassung der Forschungsergebnisse und ein Ausblick auf zukünftige Untersuchungen gegeben (Kap. 10).

2 Stand der Forschung

2.1 Extraterrestrische Konstruktionen aus Beton

Von Seiten der *NASA* und *ESA* wird eine ständige Präsenz auf dem Mond und auch dem Mars ab 2040 angestrebt [7]. Da auf diesen Himmelskörpern besondere Umgebungsbedingungen herrschen, unterscheiden sich die Anforderungen an die Dauerhaftigkeit, die Standsicherheit und die Herstellbarkeit von extraterrestrischen Konstruktionen erheblich von denen, die für terrestrische Konstruktionen gelten [9].

Beträgt die Einwirkung der Gravitation auf der Erde $1g \approx 9,81 \text{ m/s}^2$, so ist diese auf dem Mond mit $0,17g$, auf dem Mars mit $0,38g$ und auf der *ISS* mit μg erheblich kleiner. Daher ist die Atmosphäre auf dem Mond mit $3 \cdot 10^{-13} \text{ kPa}$ und dem Mars mit ca. $0,7 \text{ kPa}$ im Gegensatz zur Erde (ca. 100 kPa) sehr schwach. Die Mondatmosphäre gleicht vielmehr einem Vakuum und flüssiges Wasser würde sich beispielsweise sofort verflüchtigen [10]. Zudem verfügt der Mond über kein schützendes Magnetfeld und ist daher hoher kosmischer und solarer Strahlung sowie den Einschlägen von (Mikro-)Meteoriten ausgesetzt. Der Mond ist immer mit der gleichen Seite zur Erde ausgerichtet und ein Mondtag entspricht ca. 27,3 Erdtagen. Dadurch kann die Temperatur auf der Sonnenseite bis zu $+130^\circ\text{C}$ und auf der Nachtseite bis zu -170°C , teilweise -230°C , betragen. Aufgrund der größeren Entfernung zur Sonne ist es auf der Oberfläche des Mars mit einer Durchschnittstemperatur von ca. -63°C deutlich kälter als auf der Erde (Durchschnittstemperatur von ca. $+14^\circ\text{C}$). [6; 7; 10; 11]

Da die Transportkosten für extraterrestrische Konstruktionen sehr hoch sind, sollten möglichst die Ressourcen vor Ort als Baumaterial verwendet werden [12; 13]. Da bei den Mondlandungen während der *Apollo* Missionen Bodenproben zur Erde gebracht wurden, konnten die Eigenschaften des Mond Regoliths untersucht werden [1]. Auf Basis dieser Ergebnisse wurden verschiedene Mond Regolith Simulate auf der Erde entwickelt [14], so dass ausreichende Mengen vorhanden sind, um damit Baustoffe oder Baukonstruktionen für Forschungszwecke herzustellen und zu untersuchen [15; 16]. Eine Bodenprobe aus der *Apollo 16* Mission wurde bereits 1986 verwendet, um kleine Betonproben daraus herzustellen [17]. Mit den 40 g *Apollo 16* Regolith wurden Würfel mit 1 und $0,5 \text{ Zoll}$ Kantenlänge sowie drei kleine Balken mit den Maßen $0,12 \times 0,59 \times 3,15 \text{ Zoll}$ hergestellt und mit Proben mit *Ottawa Sand* [18] und einem Regolith Simulat verglichen. Aufgrund der rauen, kantigen Form des *Apollo 16* Regoliths war der Wasseranspruch für die angestrebte Konsistenz deutlich höher als für den runden, glatten

Sand und das Verhältnis Zuschlag/Zement/Wasser wurde zu 1,75/1,00/0,485 gewählt. Nach 3,5 Tagen Erhärtung wurden Druckfestigkeitstests durchgeführt, wobei der *Apollo* Würfel höhere Festigkeiten als die Referenzwürfel aufwies. Die Analyse des Bruchbildes ergab, dass die Risse durch die Partikel des *Apollo 16* Regoliths verliefen. Die Ergebnisse der Balkenuntersuchungen zeigten, dass die Biegezugfestigkeit in etwa gleich und der dynamische E-Modul der Balken mit dem *Apollo 16* Regolith etwas höher war. Mit Mond Regolith ist es demnach möglich, Beton in sehr guter Qualität herzustellen. [17]

Beton wurde lange Zeit von vielen Wissenschaftlern als das optimale Baumaterial für extraterrestrische Konstruktionen angesehen [19–22]. Allerdings sind dafür große Mengen an Bindemittel und Wasser erforderlich, die von der Erde transportiert werden müssten. Daher werden aktuell verschiedene Ansätze verfolgt, das vorhandene extraterrestrische Gestein für Konstruktionen zu nutzen, wie z.B. mit Sintern, Pressen oder alternativen Bindemitteln [23–28].

2.2 Beton in Mikrogravitation

2.2.1 Shuttle Mission: Concrete Curing in Microgravity (ConCIM) (1994)

Das erste bekannte Betonexperiment in Mikrogravitation wurde am 30.09.1994 während des *Endeavour* Shuttle Fluges (STS-68) im Rahmen des Projektes *ConCIM* durchgeführt [29–31]. Studenten der Universität Alabama und Forscher von *Master Builders Inc.* bauten in Zusammenarbeit mit der *NASA* einen vollautomatischen Betonmischer, um eine Zylinderprobe mit 30 cm Länge und 10 cm Durchmesser herstellen zu können.

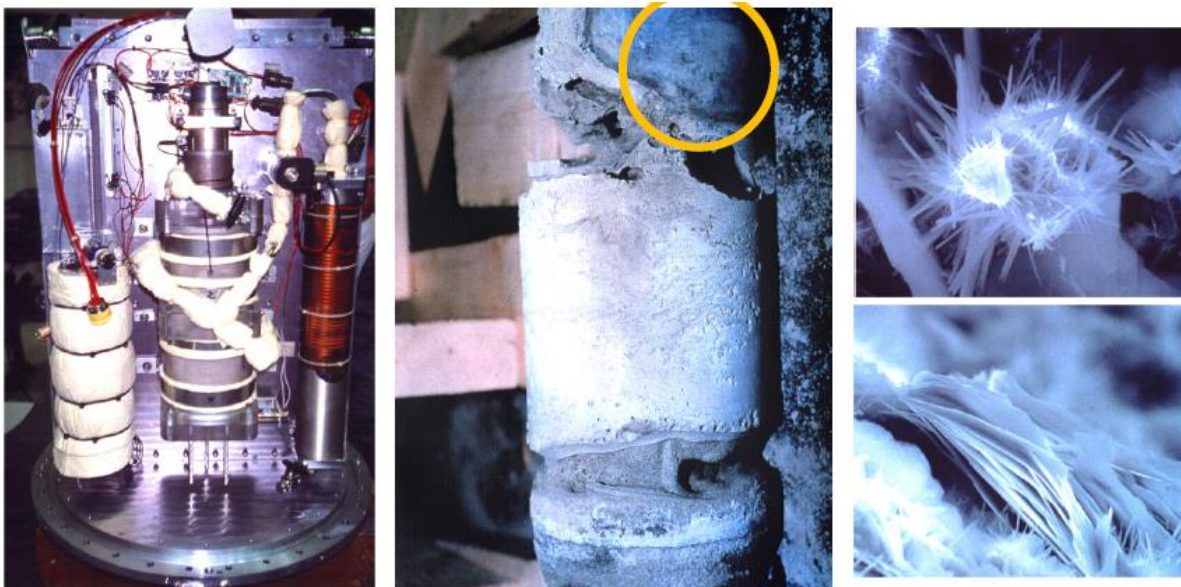


Abb. 2: Aufbau des ConCIM Experiments aus dem Jahr 1994 (links), ConCIM Betonzylinder (mitte), mikroskopische Aufnahmen der Betonprobe (rechts) [32].

Nach der Zugabe von Wasser mit Zusatzmittel (*Polyheed*) zu den trockenen Ausgangsstoffen (Zement und Sand) wurde der Mischungsprozess gestartet. Danach sollte der Frischbeton durch eine fahrbare Bodenplatte komprimiert und das überschüssige Volumen reduziert werden. Es gab jedoch eine Fehlfunktion, weshalb der zylindrische Betonprobekörper große Hohlstellen im Randbereich aufwies (siehe Abb. 2).

Der Beton konnte bis zur Landung am 12.10.1994 in Schwerelosigkeit aushärten. Aus dem Kernbereich der Probe wurde ein kleiner Zylinder gebohrt und dieser mit einer in gleicher Weise, allerdings unter Normalschwere hergestellten Probe verglichen. Die μg -Probe wies im Kernbereich weniger Luftporen und eine höhere Druckfestigkeit als die $1g$ -Probe auf. Allerdings sind die Ergebnisse aufgrund der fehlerhaften Experimentdurchführung nicht eindeutig auf die Auswirkung der μg -Umgebung zurückzuführen.

2.2.2 Parabelflüge: Plank (2014-2016)

Bei einem Parabelflug kann für etwa 20-22 Sekunden Schwerelosigkeit durch einen freien Fall hervorgerufen werden [33]. Wissenschaftler der TU München vom Lehrstuhl Bauchemie haben sowohl Zementleim (5g *CEM I 42,5 N* mit 5 ml Wasser) mit und ohne Zugabe von Polycarboxylatether (*PCE*)-Fließmittel [34] sowie Calciumhydroxid in wasserhaltigem Aluminiumsulfat mit und ohne Zugabe von *PCE* [35] während Parabelflügen hergestellt. Dabei wurden drei Spritzen über ein Ventil verbunden, so dass das Wasser zu Beginn der μg -Phase der Zementkomponente zugeführt werden konnte. Nach 10 Sekunden Hydratation wurde diese durch Zugabe von Aceton aus der dritten Spritze gestoppt. In dieser sehr kurzen Reaktionsphase bilden sich bereits Ettringitkristalle, deren Wachstum per Rasterelektronenmikroskop (*REM*) und Röntgenbeugung (*XRD*) untersucht wurde. Es wurde beobachtet, dass in μg -Umgebung in Länge und Durchmesser kleinere aber mehr Ettringitkristalle entstehen, da aufgrund der fehlenden Konvektion die Geschwindigkeit des Kristallwachstums geringer ist. Bei der Kristallisation von Ettringit in Gegenwart von *PCE*-Fließmitteln, wurde erkannt, dass diese Polymere in μg -Umgebung vermehrt auf den Seitenflächen der Ettringitkristalle adsorbieren und einen Einfluss auf die Größe der Kristallisationsprodukte haben [36; 37].

Weitere Untersuchungen zur Bildung von Calciumsilikathydraten (*C-S-H-Phasen*) aus $Ca(NO_3)_2$ - und Na_2SiO_3 -Lösungen [38] zeigten, dass auch hier kleinere, aber zahlreichere Kristalle in μg -Umgebung entstehen.

Es wurden viele weitere Experimente zum Kristallwachstum von anorganischen Salzen in μg -Umgebung durchgeführt [39–42]. Die Kristallisationsprodukte in Mikrogravitation waren dabei allerdings stets größer als unter $1g$ -Bedingungen. *Plank* führt dies darauf zurück, dass die Kristallisation beim Parabelflug mit 10 Sekunden über einen deutlich kürzeren Zeitraum stattfand als bei den Shuttle Missionen (ca. 13 Stunden) [36].

2.2.3 ISS: Microgravity Investigation of Cement Solidification (MICS) (2018)

Wissenschaftler der *Pennsylvania State University (PSU)* untersuchten im Rahmen des *MICS*-Projekts systematisch die Erstarrung von Zementleimkomponenten in Mikrogravitation. Es wurden insgesamt 120 Proben aus 16 verschiedenen Mischungen analysiert. Von jeder Mischung wurden im Juli 2018 6 Proben sowie von 4 ausgewählten Mischungen zusätzlich 6 Proben auf der *ISS* unter anderem vom deutschen *ESA*-Astronauten *Alexander Gerst* in sogenannten *Burst Pouches* hergestellt (siehe Abb. 3). Die in der ersten Kammer des Beutels gelagerte Zementkomponente kann durch Drücken und Kneten mit dem Wasser aus der zweiten Kammer des Beutels vermischt werden. Bei ausgewählten Mischungen wurde mit Isopropanol, das in einer dritten Kammer gelagert wurde, zu bestimmten Zeitpunkten (ca. 3, 6 und 24 h) die Hydratation gestoppt. Alle anderen Proben konnten 32 Tage in Schwerelosigkeit aushärten. Zeitgleich wurden zum Vergleich auf der Erde identische Proben hergestellt und unter gleichen Umgebungsbedingungen ($20^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ Raumtemperatur, 35% Luftfeuchte) gelagert, so dass die Gravitationseffekte optimal erfasst werden konnten.

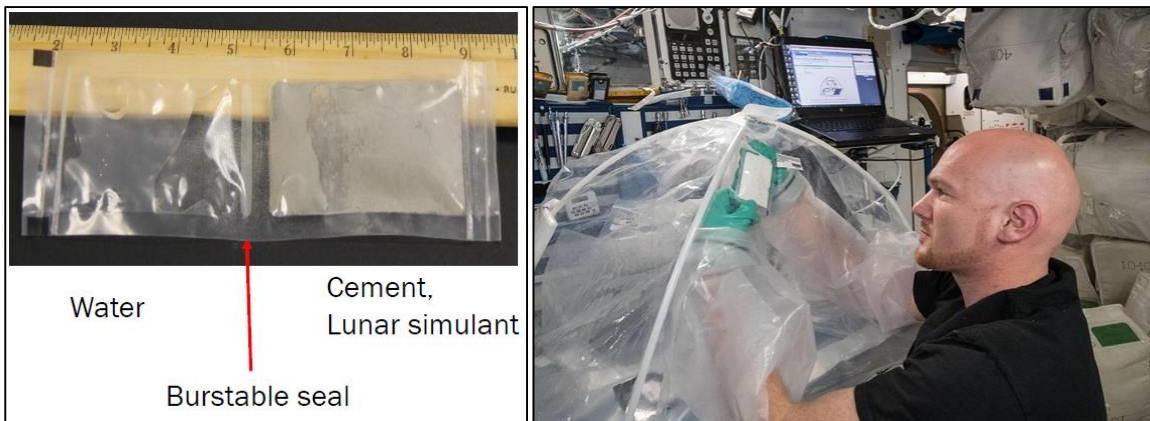


Abb. 3: *MICS Burst Pouches* (links) [32] und *ESA*-Astronaut *A. Gerst* bei der Durchführung des *MICS Experiments* auf der *ISS* (rechts) [43]

Die Auswertung aller *MICS* Proben ist noch nicht abgeschlossen. Zwischenergebnisse und wichtige Erkenntnisse wurden in gemeinsamen *MASON/MICS* Workshops [32; 44] ausgetauscht, so dass dem *MASON* Projektteam umfassende, nicht veröffentlichte Ergebnisse der *MICS* Untersuchungen vorliegen.

Bei der Serie 5 wurden 6 Proben mit je 5 g reinem Tricalciumsilikat (C_3S) und 10 g Kalkwasser auf der *ISS* hergestellt [45]. Aufgrund des hohen w/z Wertes von 2,0 konnten Unterschiede in der Kristallmorphologie der *Portlandit-(CH)*-Kristalle erfasst werden. Die Kristalle der Mikrogravitationsproben waren aufgrund der geringeren Ausblutungseffekte, die zu einem höheren effektiven Wasser-Zement-Verhältnis und mehr Raum für die Kristalle zur Ausfällung führen, größer und plattenförmiger. Infolge des fehlenden Auftriebs in den Mikrogravitationsproben wurden ein ca. 20% größerer Porengehalt und Poren mit größerem Durchmesser festgestellt. Bluten und Sedimentation traten bei den μg -Proben wie erwartet nicht auf, so dass sich eine homogene Verteilung der Bestandteile einstellte (siehe Abb. 4).

Der über thermogravimetrische Analyse (*TGA*) ermittelte Hydratationsgrad von ca. 88% war bei den *Ig*- und μg -Proben identisch.

Bestandteil der Serie 1 und 2 waren Tricalciumaluminat (C_3A) und Gipspasten. Bei einem w/z Wert von 1,0 wurden 90% C_3A mit 10% Gips (Serie 1) bzw. 80% C_3A mit 20% Gips (Serie 2) mit Wasser auf der *ISS* in den *Burst Pouches* gemischt [46; 47]. Um die Entwicklung der frühen Hydratation zu untersuchen, wurden Proben nach 2:11 h, 2:35 h, 6:14 h, 22:58 h (Serie 1) und 2:28, 6:06, 23:21 h (Serie 2) mit Isopropanol getränkt, um die Hydratation zu stoppen. Die Mikrostruktur der *Ig*-Proben ist im frühen Hydratationsstadium aufgrund der Konvektion deutlich weniger entwickelt. Das Wachstum der Hydratationsprodukte ist bei den μg -Proben aufgrund minimierter Konvektion hauptsächlich diffusionsgesteuert. Aufgrund der reduzierten Bewegungen in μg -Umgebung wurde festgestellt, dass die Hydratationsprodukte nicht homogen verteilt sind. Mit fortschreitender Hydratation wurden bei den μg -Proben wie zuvor eine erhöhte Porosität festgestellt. Wesentliche Unterschiede konnten auch in der Struktur der Gipskristalle ausgemacht werden. Während die Oberfläche der Gipskristalle unter terrestrischer Schwerkraft glatt war, war die Oberfläche der μg -Gipskristalle teilweise geriffelt. Zudem wurden einige Gipskristalle von einem Ring aus Hydratationsprodukten umgeben, die als Barriere diente, durch die das Sulfat diffundieren musste, bevor es mit dem verbleibenden C_3A im System reagieren konnte.

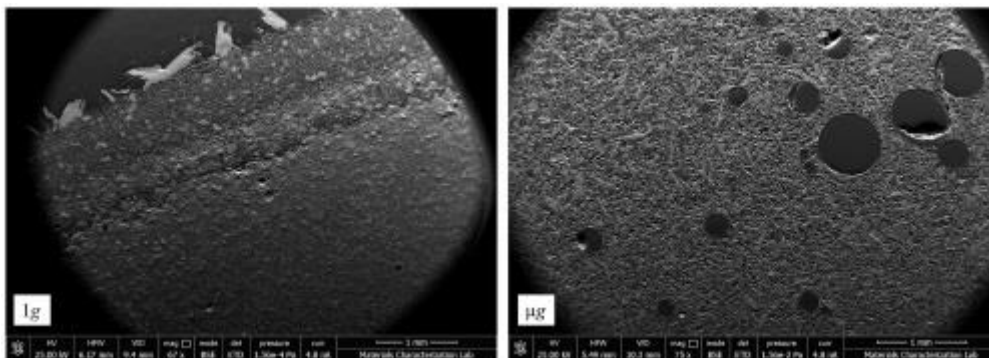


Abb. 4: Mikroskopische Aufnahmen der *Ig*-Probe (links) und μg -Probe (rechts) von C_3S aus dem *MICS* Projekt [45].

Bestandteil der *MICS* Experimente war auch die Verwendung der *Techshot Multi-use Variable-gravity platform (MVP)* [44; 48]. Dort konnten Proben aus C_3S mit Kalkwasser (w/z 0,475) sowie Zement (*OPC*) mit *JSC-1A Regolith* [14] (Verhältnis 1:1 mit w/z = 0,5) für ca. 90 h unter verschiedenen Schwerkrafteinstellungen (0 g, 0,17 g, 0,38 g, 0,7 g) erstarren und später mit auf der Erde hergestellten *Ig*-Proben verglichen werden. Die mikromechanischen Eigenschaften der Proben mit *JSC-1A Regolith* wurden durch statistische Nanoindentierung untersucht und die Daten so segmentiert, dass die Eigenschaften der Zementleimmatrix und des *JSC-1A Regoliths* getrennt erfasst wurden.

Die Zementleimmatrix wurde wiederum in drei Gruppen eingeordnet: *C-S-H* mit geringer Dichte, *C-S-H* mit hoher Dichte und Calciumhydroxid. Es konnten keine signifikanten Unterschiede in den mi-

kromechanischen Eigenschaften der jeweiligen Gruppen in Abhängigkeit der Schwerkraft erkannt werden. Die Zusammensetzung und Struktur der Hydratationsprodukte blieben demnach auch bei geringerer Schwerkraft unverändert.

Die Ergebnisse der Nanoindentierung des *JSC-1A Regoliths* zeigten, dass die mikromechanischen Eigenschaften der vorhandenen Glas- und Plagioklas-Ansammlungen denen von terrestrischen Gesteinskörnungen wie Kalkstein und Quarz ähnelten, während die weniger häufig vorkommenden Pyroxen und Olivinphasen viel härter waren als typische irdische Materialien.

In Abhängigkeit der Schwerkraft wurden Veränderungen in der Luftporenstruktur der Proben beobachtet: Je niedriger die Schwerkraft, desto höher war der Luftporengehalt. Daher sollte davon ausgegangen werden, dass die mechanischen Eigenschaften auf der Makroebene bei geringer Schwerkraft aufgrund der höheren Porosität negativ beeinflusst werden.

Der aktuelle Fokus der Forschungsarbeit im Rahmen des *MICS* Projekts liegt auf der Herstellung von Geopolymerbeton unter Verwendung von Mond Regolith Simulaten, wie *JSC-1A* oder *EAC-1A*. Dazu wurden verschiedene Regolith Simulate analysiert und die Eigenschaften des Geopolymerbetons getestet [14; 49]. Proben mit derartiger Zusammensetzung werden im Rahmen der *ESA Concrete Hardening - Geopolymers* Mission voraussichtlich Ende 2023 auf die *ISS* gebracht und in Mikrogravitation hergestellt werden.

2.2.4 Materials International Space Station Experiment (MISSE) (2021-2022)

Seit 2001 werden im Rahmen des *MISSE* Projekts Probekörper aus unterschiedlichsten Materialien den Umgebungsbedingungen des Weltraums ausgesetzt. Mit *SpaceX CRS-23* wurden im August 2021 acht Betonplättchen zur *ISS* gebracht. Die von der *PSU* hergestellten Plättchen bestehen aus Geopolymerbeton mit *JSC-1A* Regolith Simulat (6 Stück) sowie Zementleim (2 Stück) und wurden an der Außenhülle der *ISS* in Richtung des weiten Weltraums befestigt [14]. Die Platten sind 1“ x 1“ x 0.32“ bzw. 2,54 x 2,54 x 0,81 cm klein. Vor dem *Upload* zur *ISS* wurden hochauflösende Aufnahmen der Oberflächen der Plättchen angefertigt. Nachdem die Plättchen für 167 Tage den Umgebungsbedingungen des Weltraums ausgesetzt sowie insgesamt 258 Tage im Vakuum gelagert wurden, wurden die Plättchen mit *SpaceX CRS-25* im August 2022 zur Erde zurückgebracht. Bisherige Untersuchungen zeigen, dass zwar Verfärbungen und einige Mikrorisse auf der Oberfläche festgestellt wurden, aber keine signifikanten Beeinträchtigungen des Materials erkennbar sind. Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass die Dauerhaftigkeit von Betonkonstruktionen in Weltraumumgebung gegeben ist. [50]

2.2.5 Biopolymer Research for In-Situ Capabilities (BRIC) (2021-2022)

Das von der *NASA* im Rahmen des *Student Payload Opportunity with Citizen Science (SPOCS)* Programms geförderte Projekt *BRIC* wird an der *Stanford University* bearbeitet. Es soll untersucht werden, welchen Einfluss die Mikrogravitation auf die Herstellung einer Betonalternative aus einem organischen Material, Wasser und in-situ Materialien, wie Mond- oder Mars-Regolith, hat. Dazu wurde eine Hardware entwickelt, mit der sechs Blöcke aus diesem Material mit Kantenlänge 10 mm auf der *ISS*

in Schwerelosigkeit hergestellt wurden. Die Probekörper wurden mit *SpaceX CRS-25* im August 2022 zur Erde zurückgebracht. Bisher wurden keine Ergebnisse veröffentlicht. [51]

2.3 Einfluss der Schwerkraft auf die Betoneigenschaften

Beim Mischungsprozess von Beton dispergieren zunächst die Zementpartikel im Wasser und bilden eine viskoelastische Suspension [52]. In diesem frischen, noch nicht erstarrten Zustand des Betons ist unter Berücksichtigung der zuvor beschriebenen Ergebnisse der größte Einfluss der Schwerkraft auf die Festbetoneigenschaften anzunehmen. Die Beschreibung des Verformungsverhaltens frischer Zementsuspensionen ist aufgrund der Vielzahl von Einflussfaktoren äußerst anspruchsvoll und Thema umfangreicher Forschungsarbeit [53–57]. Die rheologischen Eigenschaften des Frischbetons können einen erheblichen Einfluss auf die Festbetoneigenschaften haben [58] und einige Entmischungseffekte, wie die Sedimentation schwerer Partikel oder der Auftrieb leichter Luftblasen, können auf die Einwirkung der Schwerkraft zurückgeführt werden. Parallel zur Wirkungslinie der Schwerkraft entsteht ein Gradient in der Dichte und der Festigkeit des Betons: An der Probenunterseite agglomerieren schwere Partikel, wie Gesteinskörnung und Zementpartikel, während an der Probenoberseite leichte Bestandteile, wie Wasser und Luftblasen, überwiegen, auch bekannt als *Bluten* [59]. Zudem können durch Sedimentation der Gesteinskörnungen schlechte Verbundbereiche mit der Zementleimmatrix entstehen [60]. Diese Verbundzone, auch *ITZ (Interfacial Transition Zone)* genannt, stellt eine Schwachstelle dar, die erheblichen Einfluss auf die Festigkeit des Betons haben kann. Bei der Prüfung von Betonproben, die parallel oder rechtwinklig zur Einbau- bzw. Betonierichtung belastet wurden, wurden signifikante Unterschiede in den Druckfestigkeiten ermittelt und eine generelle Isotropie im Tragverhalten des Betons in Frage gestellt [61–64].

In den zuvor beschriebenen Forschungsarbeiten konnten zwar Veränderungen im Wachstum der Hydrationsprodukte von μg -Proben mikroskopisch beobachtet werden, allerdings sind die daraus resultierenden Auswirkungen auf die Festbetoneigenschaften insbesondere im makroskopischen Bereich weitestgehend unerforscht. Die Ergebnisse der Nanoindentation von μg -Proben zeigen, dass die C-S-H Gele der *Ig*- und μg -Proben offenbar eine ähnliche Festigkeit aufweisen [48].

Die Partikelbewegungen im Frischbeton sind aufgrund der minimierten Konvektion in Mikrogravitation stark reduziert und überwiegend diffusionsgesteuert. Dadurch ist zu erwarten, dass der Frischbeton an Oberflächen wie z.B. der Schalhaut angelagert wird und ggfs. minimale Gradienten in Richtung Schaloberfläche denkbar sind. Allerdings sollte aufgrund der minimierten Konvektion eine homogene Zusammensetzung der Mischungsbestandteile des Betons begünstigt werden. Auch im Bereich der *ITZ* sollte dieser Effekt durch eine homogene Verbundschicht ausgeprägt sein, weshalb höhere Druckfestigkeiten der μg -Proben im Vergleich zu den *Ig*-Proben möglich wären. Da aufgrund des fehlenden Auftriebs aber auch ein erhöhter Porengehalt in den μg -Proben zu erwarten ist, ist eine geringere makroskopische Druckfestigkeit der μg -Proben im Vergleich zu den *Ig*-Proben anzunehmen. Diese offenen Fragen sollen mit den Untersuchungsergebnissen der *MASON* Proben in dieser Arbeit geklärt werden.

3 Simulation von Mikrogravitation im Frischbeton

3.1 Funktionsprinzip des Klinostaten

Die in Schwerelosigkeit hergestellten μg -Proben werden mit Proben verglichen, die auf der Erde hergestellt wurden. Für diese Bodenproben wurden sowohl Proben, die unter Gravitation erhärtet sind, als auch solche, bei denen die Umgebung der Schwerelosigkeit simuliert wird, hergestellt. Dazu wurde ein sogenannter Klinostat verwendet. Klinostaten sind Apparate mit rotierenden, horizontalen Achsen, an deren Enden Versuchsobjekte angebracht werden. Durch die Rotation werden die Partikel eines am Klinostaten angebrachten Versuchsobjektes auf eine Kreisbahn gezwungen, statt in Richtung der Gravitation bewegt zu werden. Bei geeigneter Rotationsgeschwindigkeit ist diese Kreisbahn so kurz, dass die Partikel nahezu am gleichen Ort verbleiben [65] (siehe Abb. 5).

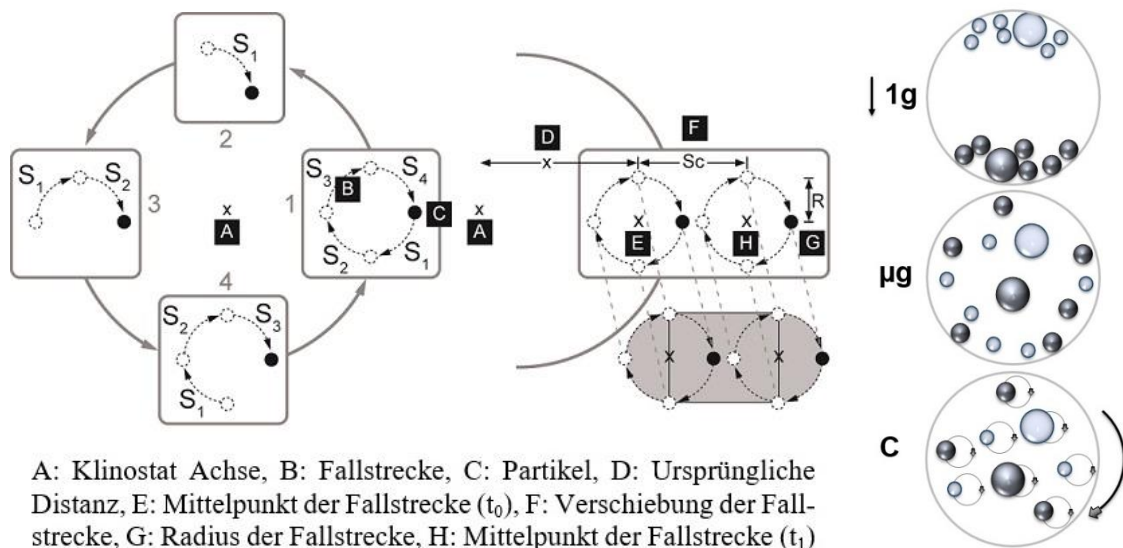


Abb. 5: Funktionsprinzip des Klinostaten nach Dedolph [65] [A. Schirmer, *IfM*] (links), Partikelbewegungen unter Gravitation, Mikrogravitation und Klinostatrotation im Vergleich (blaue Kugeln = Luftblasen, schwarze Kugeln = Partikel) (rechts).

Seit dem 19. Jahrhundert werden Klinostaten in der Gravitationsbiologie verwendet [66]. Klinostaten werden hinsichtlich der Anzahl der Rotationsachsen gruppiert: 2-D, seltener auch 1-D Klinostaten verfügen über eine Rotationsachse und 3-D Klinostaten über zwei Rotationsachsen [67]. Die Konfiguration von Klinostaten wird insbesondere für die Biologie oder Medizintechnik kontinuierlich weiterentwickelt [68–70]. Es existieren umfangreiche Ergebnisdaten aufgrund einer Vielzahl von Experimenten mit Verwendung eines Klinostaten [71–75].

In den Materialwissenschaften gibt es bisher jedoch nur sehr wenige Anwendungen mit dem Klinostaten. *Collins* [47] untersuchte Proben aus Gips sowie Tricalciumaluminat mit Gips mit 3 mm Durchmesser bei 3 rpm (*rotations per minute*, Umdrehungen pro Minute). Beim Vergleich mit μg -Proben aus dem *MICS* Projekt der gleichen Zusammensetzung konnte jedoch keine eindeutige Übereinstimmung im Wachstum der Hydratationsprodukte erkannt werden. Zudem wurde untersucht, wie die Rotation den Herstellungsprozess von Cadmiumzinktellurid [76] oder Kupfer- und Aluminiumproben [77] beeinflussen kann sowie welche Auswirkungen die Konvektion auf die Ostwald-Reifung in Mischungen aus festen und flüssigen Stoffen [78] hat. Aus diesen Untersuchungen lassen sich jedoch kaum Erkenntnisse gewinnen, um mit dem Klinostaten die Mikrogravitation für Betonproben zu simulieren. Zum einen muss ein Versuchsaufbau für Betonproben konzipiert und zum anderen die zutreffende Rotationsgeschwindigkeit gewählt werden. Die effektiv schwereren Bestandteile werden bei zu schneller Rotation durch die Fliehkräfte am Probenrand angelagert, während die Wirkungsrichtung der Schwerkraft bei zu langsamer Rotation nicht ausreichend reduziert wird.

3.2 Rheologische Zusammenhänge und Problemstellung

Die durch die Gravitation gesteuerten Partikelbewegungen in Suspensionen, wie die Sedimentation oder der Auftrieb, sind abhängig von den rheologischen Eigenschaften. Das Fließ- und Verformungsverhalten von Suspensionen wird über die dynamische Viskosität beschrieben, die abhängig von der Schubspannung und Scherrate ist [79]. Diese Parameter können experimentell am Rheometer bestimmt werden (siehe Kap. 6.6). Werden die Schubspannung und Scherrate in einer Fließkurve graphisch aufgetragen, stellt die dynamische Viskosität die Steigung dieser Kurve dar.

Die Komplexität bei der Beschreibung der rheologischen Eigenschaften von Zementleimsuspensionen besteht darin, dass diese Suspensionen sowohl elastische als auch viskose Verformungsanteile aufweisen und die Strukturveränderungen zeit- und scherratenabhängig sind [57]. Diese nichtlineare Viskoelastizität ist auf chemische und physikalische Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Feststoffpartikeln zurückzuführen [80]. Zu diesen interpartikularen Wechselwirkungen zählen anziehende Van-der-Waals-Kräfte als auch abstoßende Kräfte aus chemischen Doppelschichtbildungen oder der *Coulomb'schen* Atomwechselwirkung, die abhängig vom Abstand der Partikel in der Suspension sind [81]. Dieser wird wiederum durch die Koagulation der Partikel und der einsetzenden Hydratation be-

einflusst [82]. Zudem führen diese Mechanismen zu thixotropen Eigenschaften von Zementleimsuspensionen [83], die einen reversiblen, zeitabhängigen Anstieg oder Abfall der Viskosität bewirken können.

Um das Verformungsverhalten von Zementleimsuspensionen näherungsweise zu erfassen, wurde eine Vielzahl von Modellen entwickelt [80; 84–89]. Das am häufigsten verwendete Modell nach *Bingham* [85] prognostiziert für Zementleimsuspensionen bei hohen Scherraten $\dot{\gamma} > 20 \frac{1}{s}$ gute Ergebnisse, ist allerdings bei geringen Scherraten $\dot{\gamma} < 0,1 \frac{1}{s}$ sehr ungenau [81]. Aufgrund der geringen Sedimentationsgeschwindigkeiten in Zementleimsuspensionen sind jedoch sehr kleine Scherraten relevant.

Zusammenfassend müssen in Bezug auf eine Frischbetonprobe folgende Aspekte für die Anwendung im Klinostat beachtet werden (siehe auch [15]):

1. Die Mischungsbestandteile, wie Zement- und Gesteinspartikel sowie Luftblasen, haben unterschiedliche Dichten und Größen, deren Verteilung im Frischbeton veränderlich sind.
2. Der Einfluss der Hydratation auf die Eigenschaften der Zementpartikel, wie Größe, Dichte, Form, Abstand oder Oberflächenbeschaffenheit, ist zeitabhängig und schwer zu quantifizieren.
3. Auf der Makroebene kann von einer mittleren Frischbetondichte ausgegangen werden, auf der Mikroebene können Abweichungen aufgrund der unterschiedlichen Mischungsbestandteile auftreten.
4. Die Viskosität des Frischbetons ist belastungs- bzw. scherratenabhängig. Insbesondere im sehr kleinen Scherratenbereich ($\dot{\gamma} < 0,1 \frac{1}{s}$) sind die Zusammenhänge nichtlinear und die Viskosität ist schwer zu bestimmen.
5. Die Viskosität und die Frischbetondichte sind zeitabhängig, da mit fortschreitender Hydratation die Erstarrung des Frischbetons zu einem Festkörper eintritt.
6. Zusätzliche Effekte durch thixotrope Eigenschaften und interpartikulare Wechselwirkungen beeinflussen das Verformungsverhalten des Frischbetons, aber lassen sich schwer quantifizieren.
7. Die Rotationsbeschleunigung ist abhängig vom Rotationsachsenabstand und dadurch über die Querschnittsfläche der Probe veränderlich.
8. Hohe Rotationsgeschwindigkeiten führen zu zusätzlichen Einflüssen aus Fliehkräften, durch die die leichten Mischungsbestandteile zum Zentrum der Rotationsachse und schwere Mischungsbestandteile zum Rand der Probe verschoben werden.

3.3 Versuchsaufbau und optimierte Klinostatkonstruktion

Für die ersten Voruntersuchungen vor Beginn des Projekts *MASON* wurde dem *IfM* ein Klinostat vom Institut für Luft- und Raumfahrtmedizin des *DLR* Köln zur Verfügung gestellt. Im Austausch mit den Wissenschaftlern, die an vorausgegangenen Experimenten am *DLR* im Bereich Lebenswissenschaften beteiligt waren [74; 75], wurde zunächst ein Versuchsaufbau für die Anwendung von Betonproben im

Klinostaten entworfen und umfangreiche Testläufe durchgeführt. Da so allerdings nur eine einzelne Betonprobe rotiert werden konnte, wurde mit den gewonnenen Erkenntnissen am *IfM* ein eigener Klinostat entwickelt und gefertigt (siehe Abb. 6). Dazu wurde eine massive, kastenförmige Stahlkonstruktion mit 5 mm Blechstärke erstellt, in der vier kugelgelagerte Achsen aus Silberstahl mit einem Durchmesser von 8 mm verbaut sind. An den Enden der Achsen können beidseitig Schalkkörper für Betonproben oder eine im 3D-Druckverfahren hergestellte Vorrichtung zur Aufnahme des im folgenden Kapitel beschriebenen *MASON Concrete Mixers (MCM)* angeschraubt werden. Da sehr geringe Drehzahlen notwendig waren, wurde ein leistungsstarker Käfigläufermotor (*Siemens IAV1082B*) verbaut, mit einer zusätzlichen Kühlung ausgestattet und mit einem Elastomer von der Bodenplatte entkoppelt. Mit der Motorwelle können zwei Riemen über Riemenlaufräder angetrieben werden. Der erste Riemen läuft direkt zur obersten Achse, während der zweite Riemen mit einer 10:1 Übersetzung an die erste mittlere Achse angeschlossen ist. Für diese Übersetzung wurde ein optimiertes Riemenlaufrad aus Beton nach [90] hergestellt und mit der Achse verbunden. Von dieser Achse läuft wiederum ein Riemen zur zweiten mittleren Achse, über die mittels Zahnräder die Achse darüber und darunter betrieben werden kann. Es wurden Zahnräder mit zwei verschiedenen Größen verbaut, so dass entweder die gleiche oder drei unterschiedliche Rotationsgeschwindigkeiten aller übereinanderliegenden Achsen gewählt werden kann. Mit einem Frequenzumrichter (*Siemens Sinamics V20*) und einem Bedienfeld (*Siemens Sinamics V20, BOP*) kann die Drehzahl des Motors stufenlos und sehr genau geregelt werden. Mit diesem Klinostat ist es möglich, bis zu 16 Betonproben oder 8 *MCMs* gleichzeitig mit derselben oder mit bis zu drei unterschiedlichen Geschwindigkeiten zu rotieren.



Abb. 6: Am *IfM* entwickelter Klinostat.

Bei Verwendung des *MCMs* wird die Probe nach Wasserzugabe in horizontaler Position gemischt, d.h. rotiert. Da das Anbringen an den Klinostaten ein Stecksystem ist, kann die Klinostatrotation unmittelbar nach dem Mischen auf die Probe einwirken. Bei den Proben aus dem Labormischer (siehe Kap. 7) wird zentral gemischt, der Beton danach in die Schalungen gefüllt und diese dann mit dem Klinostaten verbunden. Dadurch vergehen je nach Probenanzahl bis zu 10 Minuten nach Wasserzugabe bevor alle Proben am Klinostaten angebracht sind. Da dies für alle Proben einer Mischung gilt, können dennoch wichtige Erkenntnisse hinsichtlich der Auswirkungen unterschiedlicher Rotationsgeschwindigkeiten

festgestellt und die für die Simulation von Schwerelosigkeit zutreffende Rotationsgeschwindigkeit angenähert werden. Wie diese rechnerisch ermittelt werden kann, wird im nächsten Abschnitt erläutert.

3.4 Konzept zur Ermittlung der Rotationsgeschwindigkeit des Klinostaten

Zunächst wurden in Testläufen das Verhalten der einzelnen Mischungsbestandteile, wie Zementpulver, Gesteinskörnung oder Wasser, bei Rotationen von 5 bis 90 *rpm* in transparenten Petrischalen beobachtet. Da nach der Zugabe von Wasser zu dem Zementpulver die frische Zementleimsuspension nicht mehr einsehbar ist, wurden einige Silikonöle mit Viskositäten von 1 bis 10.000 Pa s gewählt, zunächst nur mit Luftblasen und danach mit Gesteinskörnung vermischt und hinsichtlich des Sedimentations- bzw. Auftriebsverhaltens sowohl unter *1g* als auch bei Rotation im Klinostaten studiert (siehe Abb. 7).

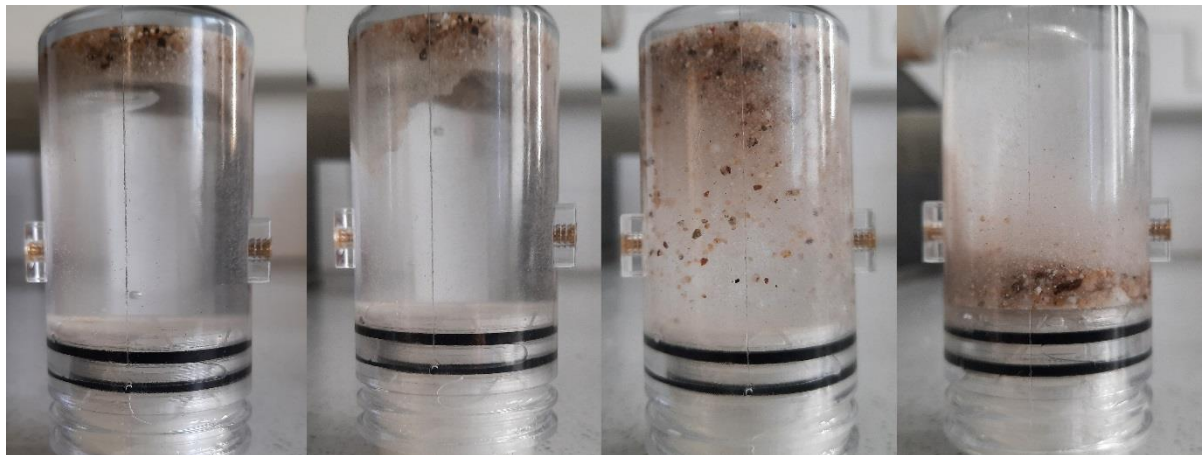


Abb. 7: Sedimentation von Quarzsand in Silikonöl mit Viskosität 10 Pa s. Von links nach rechts: Start, nach 30 Minuten, nach 60 Minuten und nach 120 Minuten.

Auch wenn die rheologischen Eigenschaften des Silikonöls nicht mit denen von Zementleim übereinstimmen, so war es wichtig, eine Vorstellung davon zu bekommen, welche Partikelbewegungen bei Rotation oder Stillstand auftreten, um einen rechnerischen Ansatz zur Bestimmung der zutreffenden Rotationsgeschwindigkeit für die Simulation von Schwerelosigkeit zu entwickeln.

Die gesuchte Rotationsgeschwindigkeit hängt direkt von der Umdrehungszahl in *rpm* ab. Durch die Rotation bewegen sich die Partikel auf einer Kreisbahn mit der Winkelgeschwindigkeit ω . Der Radius dieser Kreisbahn soll höchstens dem Partikelradius R entsprechen, so dass die Partikel nahezu am gleichen Ort verbleiben. Die Partikel sedimentieren allerdings mit der Geschwindigkeit u in Richtung der Schwerkraft, daher wird gefordert:

$$\omega \geq \frac{u}{R} \quad (GL\ 3 - 1)$$

Dies ist als untere Grenze, also als Mindestrotationsgeschwindigkeit definiert und gilt analog für leichte Partikel unter Auftrieb. Zur Berechnung der Partikelbewegungen in der Zementleimsuspension

wird die Gleichung nach *Stokes* [91] gewählt, die generell in der Literatur für Zementleimsuspensionen angewendet wird [53; 57; 81; 92]. Nach dem Stokesschen Gesetz gilt für Kugeln in laminarer Strömung:

$$u = \frac{2g \cdot \Delta\rho \cdot R^2}{9\mu} \quad (GL\ 3 - 2)$$

Mit Normalschwere $1g \approx 9,81 \frac{m}{s^2}$, dem Dichteunterschied $\Delta\rho = \rho_{Partikel} - \rho_{Zementleim}$ und der Viskosität μ des Zementleims. Die zugehörige Scherrate kann nach [93] mit $\dot{\gamma} \sim u/R$ angenommen und die Reynoldszahl mit

$$Re \sim \frac{\rho_{Zementleim} \cdot u \cdot R}{\mu} \quad (GL\ 3 - 3)$$

abgeschätzt werden. Für die Annahme einer laminaren Strömung muss $Re \ll 1$ gelten.

Die obere Grenze der Rotationsgeschwindigkeit ist durch die auftretenden Fliehkräfte mit

$$a = \omega^2 \cdot R_{Probe} \quad (GL\ 3 - 4)$$

auf $a \ll g$ zu begrenzen. Als Richtwert kann nach *Dedolph* [65] $a < 10^{-3}g$ angenommen werden.

Dieser Ansatz gilt zunächst für einen Partikel, der ungestört im Zementleim sedimentieren kann. Die interpartikularen Wechselwirkungen zwischen den Partikeln, die Koagulation der Partikel, die durch die Hydratation hervorgerufene Rauheit der Partikel und die von der Kugel abweichende Form des Partikels werden rechnerisch nicht berücksichtigt. Allerdings führen die oben genannten Effekte zu einer Verringerung der Sedimentationsgeschwindigkeit des Partikels und damit zu einer kleineren Mindestrotationsgeschwindigkeit. Bedeutender ist jedoch die maximale Sedimentationsgeschwindigkeit, bei der die oben genannten Effekte vernachlässigt werden. Eine Grenzwertbetrachtung unter der Annahme, dass die Eigenschaften der Zementleimsuspension im Bereich um den betrachteten Partikel denen von Wasser entsprechen, führt dagegen zu unrealistisch hohen Sedimentationsgeschwindigkeiten. Anhand einer Beispielrechnung wird dies im Folgenden veranschaulicht.

Betrachtet wird ein Zementleim mit Partikelgröße $d_{50} = 10 \mu m$, Viskosität $\mu = 0,5 Pa s$ und Dichteunterschied $\Delta\rho = \rho_{Partikel} - \rho_{Zementleim} \approx 10^3 \frac{kg}{m^3}$. Mit Gleichung (3-2) ergibt sich eine Sedimentationsgeschwindigkeit $u = 0,11 \frac{\mu m}{s}$ und aus Gleichung (3-1) folgt eine Winkelgeschwindigkeit $\omega \geq 0,022 \frac{rad}{s}$ bzw. $0,21 rpm$. Die zugehörige Reynoldszahl nach Gleichung (3-3) mit $Re = 2,29 \cdot 10^{-9} \ll 1$ bestätigt die Annahme der laminaren Strömung.

Mit $\mu_{Wasser} \approx 1 mPa s$ und $\Delta\rho = \rho_{Partikel} - \rho_{Wasser} \approx 2 \cdot 10^3 \frac{kg}{m^3}$ ergibt sich aus (3-2) und (3-1) $\omega \geq 21,8 \frac{rad}{s} = 208 rpm$. Die Gleichung (3-3) ist erfüllt, allerdings wäre die Beschleunigung nach Gleichung (3-4) bei einem Probenradius $R_{Probe} = 15 mm$ mit $a = 7,12 \frac{m}{s^2}$ bzw. $0,72 g$ sehr hoch und Materialanlagerungen am Probenrand wahrscheinlich.

Im Hinblick auf die Effekte aus der Koagulation ist davon auszugehen, dass Bereiche mit niedriger Packungsdichte hauptsächlich für deutlich kleinere Zementpartikel auftreten werden. Während Partikel im mittleren Bereich der Korngrößenverteilung sowohl mit benachbarten Partikeln mit ähnlichen und größeren Durchmessern eine Packung bilden können, deren Lücken mit deutlich kleineren Partikeln gefüllt werden können, ist dies für einige sehr kleine Partikel nicht mehr möglich. Aus Untersuchungen zu Abständen von Zementpartikeln nach *Bombed* [94] in Abhängigkeit der Mahlfineinheit und des w/z -Werts konnten nach *Haist* [81] Abstände von $1,42 \mu\text{m}$ [95] bzw. $1,2 \mu\text{m}$ [82] ermittelt werden. Werden Partikel mit Radius in dieser Größenordnung $R \sim 1,25 \mu\text{m}$ betrachtet, ergeben sich aus Gleichung (3-1) $\omega \geq 52,0 \text{ rpm}$ und aus Gleichung (3-4) $a = 0,44 \frac{\text{m}}{\text{s}^2}$ bzw. $0,045 \text{ g}$ bereits deutlich kleinere Werte.

Die Gesteinskörnung von Mörtel oder Frischbeton interagiert im Gegensatz zu den Zementpartikeln nicht mit der Zementleimsuspension über z.B. interpartikulare Wechselwirkungen. Daher ist für die Berechnung der Sedimentationsgeschwindigkeit der Gesteinskörnung der Ansatz nach *Stokes* in Form von Gleichung 3-2 sehr gut geeignet. Selbst unter Annahme eines Quarzsandkorns mit $d = 2 \text{ mm}$ und $\Delta\rho \approx 450 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$ im niedrigviskosen Mörtel ($\mu = 1 \text{ Pa s}$) kann die Rotationsgeschwindigkeit zu $9,4 \text{ rpm}$ bestimmt werden. Bei dieser Größe ist von einem hohen Einfluss der Packungsdichte der Gesteinskörnung auszugehen, weshalb die Sedimentationsgeschwindigkeit mit hoher Wahrscheinlichkeit überschätzt wird und geringere Rotationsgeschwindigkeiten ausreichend wären.

Neben den Partikeln mit hoher Dichte sind die Luftblasen in der Zementleimsuspension von hoher Bedeutung. Aufgrund der geringen Dichte von $\rho_{\text{Luft}} \approx 1,2 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$ bei $+20^\circ\text{C}$ steigen die Luftblasen unter Schwerkraftbedingungen in der Suspension auf. Nach *Powers* [87] werden die Luftblasen durch den Wirbel beim Mischvorgang des Zementleims eingezogen und von den feinen, koagulierten Partikeln mit einer dreidimensionalen Barriere eingeschlossen. *Zeng* [96] fasst die Wirkungsweise von Luftblasen im Frischbeton zusammen. Da die Größenverteilung bei wenigen Nanometern beginnt und bis hin zu mehreren Millimetern reicht, die Luftblasen verformbar sind und sich in Abhängigkeit der Packungsdichte der Partikel bewegen, ist eine Vorhersage der Luftblasenpfade oder deren Geschwindigkeit durch die Zementleimsuspension insbesondere ohne Verdichtung äußerst schwierig. Unter der Annahme, dass die Luftblasen sich ungestört in der Suspension bewegen können, kann die maximale Auftriebsgeschwindigkeit analog mit den zuvor beschriebenen Gleichungen bestimmt werden. Desto größer die Luftblase ist, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass die Luftblase durch die agglomerierten Partikel aufgehalten oder aufgeteilt wird. Aber selbst bei einer großen Luftblase mit $d = 100 \mu\text{m}$ ergibt sich unter Ansatz der oben dargestellten Zementleimeigenschaften ($\mu = 0,5 \text{ Pa s}$ und $\Delta\rho = \rho_{\text{Luft}} - \rho_{\text{Zementleim}} \approx 2 \cdot 10^3 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$) aus Gleichung (3-1) und (3-2) eine moderate Rotationsgeschwindigkeit von $\omega \geq 4,2 \text{ rpm}$.

Mit den für die *MASON* Mischungen ermittelten Frischbetoneigenschaften werden die Rotationsgeschwindigkeiten, um die Mikrogravitation mit dem Klinostaten zu simulieren, nach oben dargestelltem Ansatz in Kapitel 6 bestimmt.

3.5 Simulation der Schwerelosigkeit mit der Random Positioning Machine

Die *Random Positioning Machine (RPM)* besteht im Wesentlichen aus zwei Rahmen, die kardanisch gelagert sind und die Proben um zwei senkrecht zueinander stehende Achsen drehen. Durch spezielle Algorithmen werden die Beschleunigung und die Orientierung der Rahmen gesteuert, so dass der Schwerkraftvektor in alle Richtungen über die Zeit verteilt wird und der zeitlich gemittelte Trajektorie des Schwerevektors für die Proben gegen Null konvergiert [66]. Die Probe befindet sich dann in einem Zustand ähnlich wie in Mikrogravitation. Biologische Experimente mit der *RPM* haben in mehreren Studien vergleichbare Ergebnisse wie weltraumgestützte Experimente in realer Mikrogravitation gezeigt (u.a. [73; 97–100]).

Durch den Mechanismus der *RPM* wirken zusätzliche lokale Kräfte auf die Probe ein, die nicht vollständig kontrollierbar sind [101]. In einer Studie von *Wüest* [102] wurden die Flüssigkeitsbewegungen von Wasser und makroskopische Partikel in Wasser in einer Kulturkammer während der Rotation auf der *RPM* beobachtet. Es wurden schnelle Flüssigkeitsbewegungen und der häufige Wechsel der Strömungsrichtung festgestellt. Über einen numerischen Ansatz wurden die komplexen dynamischen Eigenschaften der Flüssigkeit in einer Kulturkammer bei verschiedenen Einstellungen der *RPM* simuliert. Im Ergebnis zeigte sich, dass lokale Beanspruchungen am Probenrand auftraten, aber der Großteil der Zellkulturen in der Probe ungestört bleibt. [102] Durch eine Platzierung der Proben in der Nähe des Rotationszentrums werden diese Kräfte zwar minimiert, aber müssen dennoch berücksichtigt werden [103]. In einer weiteren Pilotstudie [104] wurden die Auswirkungen verschiedener *RPM* Einstellungen auf Strudelwürmer (*Planarien*, *Dugesia sp*) untersucht. Die mechanischen Parameter wurden unter mathematischen Ansätzen validiert, die auch für nicht biologische Experimente angewendet werden können. Zu langsame Geschwindigkeiten ($10^\circ/\text{s}$) führen demnach nicht zu einer zufriedenstellenden Schwerkraftminimierung und die maximalen zusätzlichen Beschleunigungen am Probenrand betragen weniger als $10^{-3}g$.

Die Anwendung der *RPM* im Betonbau ist wie beim Klinostaten neu und unerforscht. Für die *RPM* treffen die gleichen Problemstellungen für Betonproben zu, wie bei der Simulation der Schwerelosigkeit mit dem Klinostaten. Der Schwerpunkt dieser Arbeit liegt auf die Anwendung des Klinostaten und die *RPM* Proben wurden zusätzlich als weiterer Vergleich angefertigt. Dabei wurden die Geschwindigkeiten, Beschleunigungen oder Abstände zur Rotationsachse nicht variiert, sondern es wurden empfohlene Einstellungen von *BIOTESC (Rattenbacher/Wüest)*, wo auch die *RPM MASON* Betonproben hergestellt wurden, angesetzt. Die frischen Betonproben wurden im *MCM* auf der *RPM* mit $60^\circ/\text{s}$ und dem Algorithmus *Random Walk* für mindestens 24 h bewegt. Es wurden jeweils 3 *MCMs* mit der gleichen Mischung gemischt und nebeneinander mit Kabelbindern an der Lochplatte der *RPM* befestigt (Abb. 8).



Abb. 8: *MCMs* auf der *RPM* bei *BIOTESC*.

Die Ergebnisse der Betonproben, die auf der *RPM* erstarrt sind, werden in Kapitel 8 dargestellt. Im nächsten Kapitel wird zunächst die Entwicklung der Hardware beschrieben.

4 Entwicklung eines Betonmischers für die Betonherstellung in Schwerelosigkeit

4.1 Vorversuche mit unterschiedlichen Hardwareentwürfen

Um die Betonproben auf der *ISS* herstellen zu können, musste eine spezielle Hardware verwendet werden. Zunächst bestand eine Idee darin, den Beton mithilfe von Spritzen auf der *ISS* herstellen zu können, ähnlich dem Aufbau wie es *Plank* [34] während Parabelflügen praktizierte. Auch die Verwendung von Petrischalen wurde getestet, aber beide Entwürfe zeigten keine zufriedenstellenden Ergebnisse und wurden nach kurzer Zeit verworfen. Stattdessen wurden die in *MICS* [45] erfolgreich angewendeten *Burst Pouches* gewählt. Die *Burst Pouches* bestehen aus zwei Kammern, von denen eine mit den trockenen Bestandteilen (Zement und Zuschläge) und die andere mit dem Wasser (zzgl. evtl. Zusatzmittel) befüllt wird. Nach dem Befüllen werden die Einfüllöffnungen verschweißt. Die beiden Kammern sind durch eine Membran voneinander getrennt, die durch kontrolliertes Knicken aufgebrochen werden kann. Die flüssigen Ausgangsstoffe können durch die entstandene Öffnung der Membran gedrückt werden und in der zweiten Kammer mit den trockenen Stoffen gemischt werden.



Abb. 9: Frische (links) und erhärtete Zementleimprobe (rechts) bei Verwendung der *Burst Pouches*.

In Abb. 9 werden die frischen Zementleimproben und die Form der erhärteten Probekörper dargestellt. Es hat sich gezeigt, dass mit den Beuteln grundsätzlich Proben aus Zementleim herstellbar sind. Da der Mischvorgang durch Kneten einen subjektiven Krafteinsatz darstellt, hängen die Probeneigenschaften stark von der mischenden Person ab. Zudem erhärten die Proben in einer undefinierten Form. Die flexiblen Kunststoffbeutel eignen sich demnach nicht als Schalung zur Herstellung von Probekörpern, an denen z.B. die Druckfestigkeit bestimmt werden kann. Daher wurde für die *MASON* Experimente eine eigene Hardware entwickelt: der *MASON Concrete Mixer (MCM)*.

4.2 Entwicklung der Mischeinheit „*MASON Concrete Mixer*“

4.2.1 Hardware Anforderungen

Die Besonderheit in der Entwicklung des *MCM* lag darin, dass das gleiche Team, das die Betonherstellung und –untersuchungen durchführte, auch den Hardwarebau zu verantworten hatte. So war es möglich, den *MCM* innerhalb weniger Monate zu entwickeln und die parallel erstellten Betonrezepturen der verwendeten Mischungen optimal für die Nutzung der Hardware auszulegen (siehe Kap. 6).

Mit der Hardware sollte ein homogener Betonprobekörper mit einer definierten Geometrie und einem definierten Volumen für die betontechnologische Analyse erstellt werden können. Für die Herstellung von Beton müssen das trockene Zementpulver und die Zuschlagstoffe in der schwerelosen Umgebung der *ISS* von einem Astronauten mit Wasser gemischt werden. Diese Umgebung ist sehr speziell, da das Pulver, wenn es freigesetzt wird, in der Luft verbleibt und durch das Belüftungssystem in der gesamten Station verteilt wird. Zementpulver gilt als reizend für die Haut und die Atemwege sowie als gefährlich, wenn es mit den Augen in Berührung kommt.

Aus diesem Grund wurde das Zementpulver von dem *NASA*-Missionstoxikologen als *Toxicity Hazard Level 2 (THL 2)* eingestuft. Die große Herausforderung bestand darin, eine Hardware zu entwickeln, die in allen Phasen des Hardware-Zyklus den Sicherheitsstandard für diese *THL2*-Substanz erfüllt. Es mussten drei unabhängige Abdichtungsebenen (*Level of Containment, LOC*) in die Hardware integriert oder ein nahezu unzerstörbarer Container (*Design for Minimal Risk, DFMR*) erstellt werden. Folgende Aspekte waren bei der Konstruktion der Hardware zu berücksichtigen:

Wissenschaftliche Anforderungen

a) Form und Qualität:

Für die Herstellung eines homogenen Betonprobekörpers mit definierter Geometrie und Volumen muss die axiale Länge des Behälters nach dem Mischen einstellbar sein, um den frischen Beton zu komprimieren und das gleiche Volumen für *ISS* und Bodenproben zu gewährleisten.

- b) Genaue Zusammensetzung der Mischungsbestandteile:
Die Zugabe von Wasser (und ggf. Zusatzmittel) zu einem ausgewählten Zeitpunkt muss möglichst zentral zu den trockenen und lose gelagerten Bestandteilen möglich sein, um eine gute Mischbarkeit, keinen Wasserverlust und eine genaue Zusammensetzung der Bestandteile zu gewährleisten.
- c) Kontrolle während des Mischvorgangs:
Um eine gute Mischung der Bestandteile direkt beobachten und kontrollieren zu können, muss der Behälter transparent sein.
- d) Mischmechanismus:
Der Mischer muss ein möglichst dünnes und optimales Mischerblatt aufweisen, das nach dem Mischen aus der Betonprobe zu entnehmen ist. Daher ist eine zweite Kammer zur Lagerung des Mischerblatts nach dem Mischen erforderlich.
- e) Minimale körperliche Anstrengung:
Zur Sicherstellung der Mischqualität durch den Astronauten muss zur Erleichterung des Mischens ein spezielles Mischwerkzeug verwendet werden.
- f) Anzahl und Serienproduktion, Gewicht und Kosten:
Da mindestens drei Proben einer Mischung und die dreifache Menge für Bodenproben erforderlich sind, muss die Hardware in einer kostengünstigen Serienproduktion herstellbar sein. Die Kosten für den Hin- (*Upload*) und Rücktransport (*Download*) zur *ISS* sollen so gering wie möglich gehalten werden, weshalb eine kleine und leichte Konstruktion erforderlich ist.
- g) Probenentnahme:
Um die beschädigungsfreie Entnahme der Probe sicherzustellen, muss der Behälter mit einer glatten Oberfläche und minimaler Neigung ($0,5^\circ$) konzipiert werden.

Sicherheitsrelevante Anforderungen

- a) *LOC* für Zementpulver und Frischbeton:
Da das Zementpulver als *THL 2* eingeordnet wurde, mussten drei unabhängige *LOC* implementiert oder ein *DFMR* Behälter erstellt werden.
- b) Festigkeit:
Die Hardware muss robust sowie druck- und vakuumdicht sein, den Beanspruchungen während des Raketenstarts und dem Transport zwischen Europa und den USA, dem Druckabfall während des Flugs und der Anwendung durch den Astronauten auf der *ISS* standhalten.
- c) Chemische Beständigkeit:
Da der Frischbeton alkalisch ist, muss die Hardware eine Beständigkeit gegen basische Substanzen aufweisen. Alle Komponenten müssen zudem den chemischen Beanspruchungen durch die Bestandteile der Zusatzmittel standhalten.
- d) *LOC* für Zusatzstoffe:
Da ein Zusatzstoff als *THL 1* eingeordnet wurde, mussten zwei unabhängige *LOC* für die Spritze konzipiert werden.

- e) Inspektion und Kontrolle:
Für die Inspektion aller Einbauteile und Verbindungen nach dem Zusammenbau war es erforderlich, dass der Behälter transparent ist.
- f) Referenztests und Chargenqualifizierung:
Durch eine Serienproduktion muss die gleiche Qualität aller Behälter gewährleistet werden, so dass Tests an einer repräsentativen Anzahl von Behältern für alle Behälter gültig sind.
- g) Mischwerkzeug:
Durch die Verwendung eines speziellen Mischwerkzeugs muss ausgeschlossen werden, dass keine extremen Einwirkungen durch den Astronauten auf die Hardware erfolgen.

Die Komponenten des *MASON* Experiments mussten während des bereits terminierten Aufenthalts vom Deutschen *ESA*-Astronauten *Matthias Maurer* auf die *ISS* gelangen, um im Rahmen der deutschen Mission im geplanten Umfang umgesetzt werden zu können. Daher standen dem Projektteam nur wenige Monate für die Entwicklung und Qualifizierung der Hardware zur Verfügung.

4.2.2 Entwicklungsschritte

Die ersten Entwürfe und Machbarkeitsstudien zum *MCM* zeigten vielversprechende Ergebnisse, so dass das finale Design des *MCMs* unter Beteiligung von *UDE*, *UzK* und Fa. *BIOTESC* und unter Berücksichtigung der Empfehlungen von *Glover* [105] entwickelt wurde.



Abb. 10: Erster Prototyp des *MCMs*.

Bestandteil der ersten Entwürfe waren vorkonfektionierte Kunststoffrohre, die mit gedrehten Kunststoffstopfen und O-Ring Dichtungen verschlossen wurden. Das Mischerblatt wurde aus einer 1 mm dicken Carbonplatte angefertigt und an ein Carbonrohr geklebt. Das Rohr wies einen Durchmesser von 3 mm auf und wurde am Ende mit einer Sechskantmutter verklebt. Mit einer Spritze konnte das Wasser in das Rohr und dadurch direkt in das trockene Zementpulver gebracht werden. Hier zeigte sich bereits

die Hauptproblematik: Das Wasser musste zum Zementpulver hinein- und die überschüssige Luft herausgelangen, aber der frische Beton musste sicher im Container verwahrt bleiben. Zudem sollte das Mischerblatt nicht im Beton verbleiben und der frische Beton nach dem Mischen komprimiert werden.

Ein 3D-Drucker (*Creality CR-20 Pro*¹, Baujahr 2020) wurde beschafft und Konstruktionszeichnungen mit der Software *Fusion 360* [106] erstellt. Diese bildeten die Grundlage für den Prototypenbau mittels 3D-Druck. Die *CAD*-Dateien wurden im *STL*-Format exportiert und mit der Software *Ultimaker Cura* [107] für den 3D-Druck verarbeitet.

Das aktuelle Design sah nun vor, dass der *MCM* im Kern aus zwei Containern bestand, die über ein Gewinde miteinander verbunden waren. Der untere Container, die *mixing chamber* (siehe Abb. 11), beinhaltete das Zementpulver und der Beton konnte in diesem Teil gemischt werden. In den oberen Container, der *retention chamber*, konnte nach dem Mischen das Mischerblatt hochgezogen und verwahrt werden. Über das Gewinde sollte die Probe in Längsrichtung komprimiert werden. Verschiedene Druckfilamente wurden getestet, da der 3D-Druck als Möglichkeit für die Anfertigung des fertig entwickelten *MCM* in Betracht gezogen wurde. Mit *Poly lactide (PLA)* konnte verhältnismäßig schnell (je *retention chamber* ca. 8 h und je *mixing chamber* ca. 4 h) und maßhaltig gedruckt werden. *PLA* war aber nach der *ECSS* [108] für die Verwendung in der Raumfahrt nicht zugelassen. Neben verschiedenen Harzen wurde auch transparentes *Polycarbonat (PC)* getestet. Eine transparente Behälteroptik war aber aufgrund der lagenweisen Herstellung und Luftpneinschlüssen im 3D-Druck nicht zu realisieren.



Abb. 11: 3D-Druck Prototypen und Entwicklungsschritte des *MCMs* (*mixing chamber*).

Das Design wurde sukzessive angepasst, getestet, verbessert und wieder gedruckt. In Abb. 11 werden einige Zwischenergebnisse dieses Prozesses dargestellt.

Da die Festigkeit und Dichtigkeit der gedruckten Komponenten nicht zufriedenstellend waren, wurde das Spritzgussverfahren verwendet. Für das Spritzgießen musste jeweils eine Form aus Stahl für das untere und obere Containerteil angefertigt werden. Die Form besteht aus vier Komponenten: Zwei seitliche, ein oberer und ein unterer Schieber. Das Design des *MCM* musste für die Spritzgussfertigung speziell angepasst werden, da zum einen Hinterschneidungen nicht möglich sind und die gezogenen Oberflächen erhebliche Qualitätsminderungen erfahren können, wenn diese nicht mit leichter Neigung ausgeführt werden.

¹ Empfehlung des Lehrstuhls für Fertigungstechnik der *UDE*

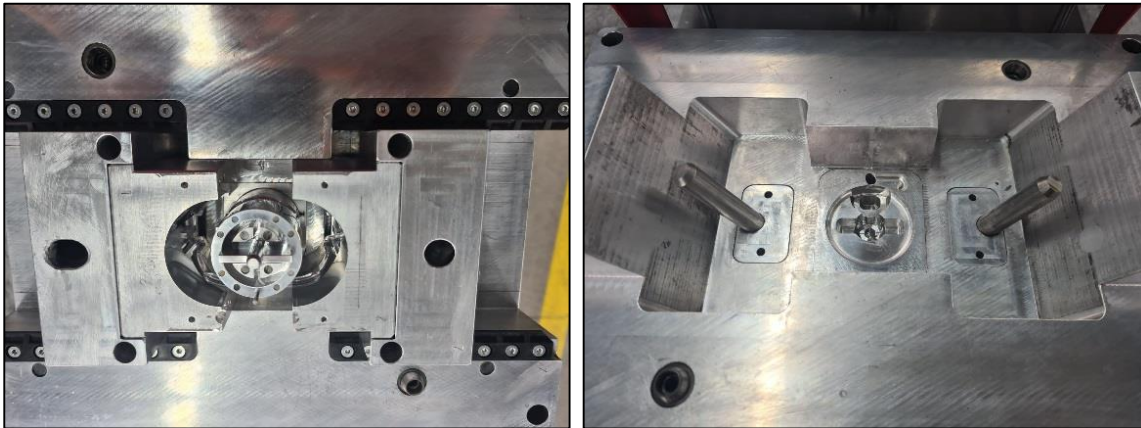


Abb. 12: Spritzgussform der *retention chamber* des *MCMs* angefertigt von der Firma *Solidtec GmbH*.

Die dritte speziell angefertigte Komponente des *MCMs* ist der Mischer selbst, der *mixer*: Bestehend aus dem Mischerblatt (*mixerblade*) und dem Mischerrohr (*mixertube*). Dieser *mixer* durchdringt die *retention chamber* und muss zum Mischen gedreht und später aus dem Frischbeton gezogen werden. Beim Mischerblatt wurden Carbonplatten mit Materialdicken von 1 bis 3 mm und verschiedene Geometrien getestet. Die 1 mm Carbonplatte überzeugte zum einen aufgrund der hohen Flexibilität, durch die kein Verkanten von großen Gesteinskörnern am Containerrand auftrat, und zum anderen aufgrund der geringen Hohlraumbildung im Frischbeton, wenn der *mixer* in die *retention chamber* gezogen wird.

Beim Mischerrohr sah der Entwurf vor, dass ein Carbonrohr zum Einsatz kommt. Das Gewicht des Carbonrohres lag mit ca. 10 g deutlich unter dem des Stahlrohres mit ca. 30 g. Da beim Mischvorgang mit dem *MCM* allerdings hohe Torsionsbeanspruchungen im Mischerrohr auftreten konnten und sich bei den ersten Materialprüfungen (siehe Abs. 4.2.6) ein Tragfähigkeitsdefizit des Carbonrohres zeigte, war der Einsatz von Carbonrohren der Lagerware nicht möglich. Ein leistungsfähiges Carbonrohr hätte zu hohen Kosten sehr aufwändig angefertigt werden müssen (ca. 6 Wochen Fertigungszeit bei ca. 30.000 Euro). Aufgrund des spröden Materials wäre zudem ein Versagen ohne Vorankündigung eingetreten. Daher wurde ein Stahlrohr mit einem Außendurchmesser von 6 mm und einer Wandstärke von 1,5 mm gewählt, welches als Meterware verfügbar war und auf die benötigte Geometrie angepasst wurde.

Für die weiteren 18 Einbauteile des *MCMs* wurden Standardteile aus verfügbaren Lagerbeständen gewählt. Diese wurden hinsichtlich Materialkompatibilität geprüft und in ausreichender Stückzahl in kürzester Zeit beschafft. Nach der Festlegung auf das finale Design wurden die Spezialanfertigungen (Spritzgussteile sowie Stahlrohr) in Auftrag gegeben und nach Fertigstellung der Teile mit der Herstellung der *MCMs* begonnen. In Abb. 13 werden der *MCM* und alle verwendeten Teile dargestellt und im folgenden Abschnitt detailliert beschrieben.

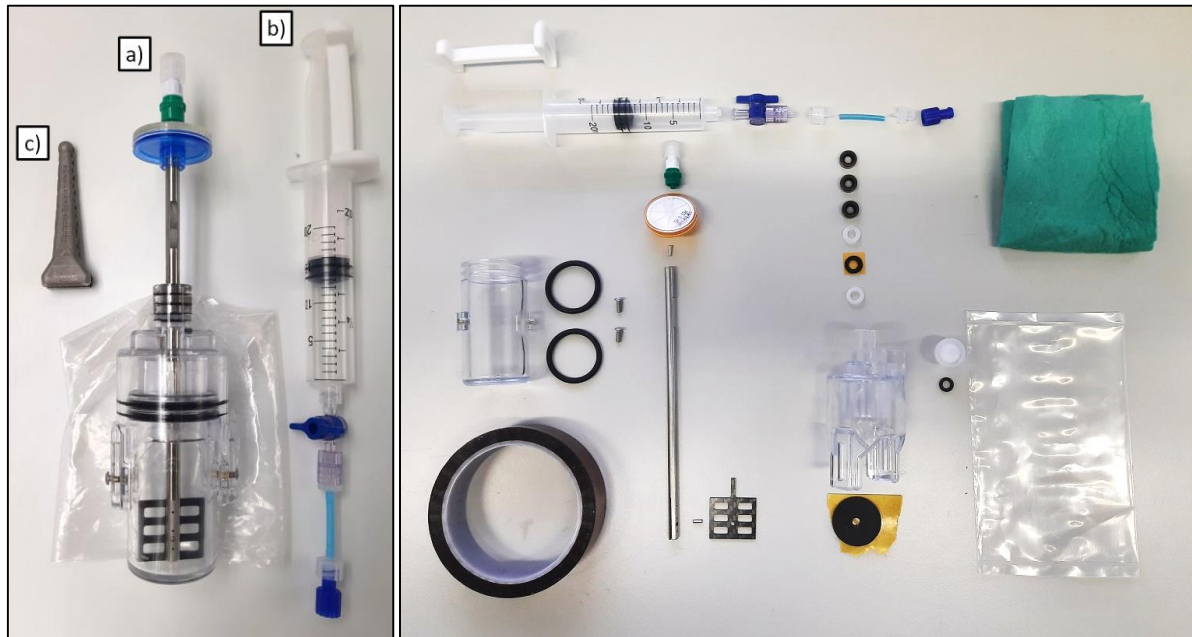


Abb. 13: MASON Hardware bestehend aus a) MCM, b) syringe und c) crank [109] (links) und Einzelteile (rechts).

4.2.3 Beschreibung des finalen Hardwaredesigns

Die Hardware besteht aus drei Komponenten (Abb. 13): Dem MCM, der Spritze (*MASON syringe*) und dem Mischwerkzeug (*MASON crank*).

Die zwei Spritzgussteile des MCM, unten die *mixing chamber* (1, siehe Abb. 14 für Nummerierung der Teile) und oben die *retention chamber* (2), werden ineinander gesteckt. Diese beiden Teile sind durch zwei gegenüberliegend angeordnete Schrauben (3) verbunden, die in ein Langloch an der *retention chamber* und in ein Gewinde an der *mixing chamber* eingeführt werden. Zwischen den Wänden der beiden Kammern sind zwei O-Ringe (7) angebracht, um die Dichtheit an der Kontaktfläche zu gewährleisten. Um die Komprimierung des Betons zu ermöglichen, ist die *retention chamber* mit einem zylindrischen Stopfen versehen, der in die *mixing chamber* hineinragt. An der Unterseite dieses Stopfens ist ein weiches 3 mm dickes EPDM (*Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk*) Elastomer angeklebt, die *sealing lip* (6). Wenn die *mixing* und die *retention chamber* zusammengedrückt werden, wird durch den Stopfen das Volumen der *mixing chamber* verkleinert und der Frischbeton komprimiert. Der maximale Weg der Kompression wird durch das Langloch in der *retention chamber* definiert. Durch die Kompression der beiden Kammern baut sich ein Druck auf, der durch einen hydrophoben Filter (5) abgebaut werden kann. Mit dem Filter werden das Zementpulver, das Wasser und der flüssige alkalische Frischbeton zurückgehalten. Dieser Filter ist zusätzlich von einem PE-Beutel (16) mit einem Volumen von ca. 200 ml umschlossen, der als Sicherung dient, falls etwas aus dem hydrophoben Filter austreten

würde. In der *retention chamber* ist eine Öffnung, durch die der *mixer* (13) geführt wird. Die Dichtheit wurde zunächst nur mit drei Wellendichtringen (9) und später (siehe Abs. 4.2.6) zusätzlich mit zwei Abstreifern (8) sichergestellt, die eine Drehung um die Rohrachse für das Mischen des Betons und die Entnahme des *mixers* in die Rückhaltekommer ermöglichen. Der *mixer* dient auch als Zuleitung für das Wasser oder die Zusatzmittel. Das *mixertube* ist ein Hohlrohr aus rostfreiem Stahl, in das an einem Ende ein Carbon-Mischerblatt (14) [110] in einen Schlitz eingesetzt ist. Das *mixerblade* ist mit Epoxidharz angeklebt und zusätzlich mit einem Bolzen (15) mit dem Rohr verbunden. Nach dem Mischen kann der *mixer* hochgezogen und in der *retention chamber* aufbewahrt werden, um die Probe nicht zu beeinträchtigen. Am oberen Ende des Rohrs ist ein hydrophiler Filter (Maschenweite $0,45 \mu\text{m}$, 11) angeschlossen und daran ein Rückschlagventil (12). Im Anschlussbereich zum Rohr wird im Filter zusätzlich eine Kabelendhülse (10) verklebt, die die Dichtheit auch bei Beschädigung des Filters sicherstellt. Filter und Gewinde enthalten beide *Luer-Lock*-Anschlüsse. Das *Luer-System* wird als einheitlicher Standard in der Medizintechnik für die Verbindung von Infusionssets und Spritzen verwendet und wurde bereits als Weltraum-Hardware für ein Experiment des *DLR School Lab* im Rahmen der Mission *ISS Horizons* zugelassen [111]. An das Rückschlagventil kann später die Spritze angeschlossen werden. Für den Transport wird der Anschluss mit einer Kappe verschlossen.

Der *MCM* wiegt ca. 137,5 g und wurde in seiner endgültigen Form zum Patent angemeldet (DE 10 2021 128 232.2 [112]).

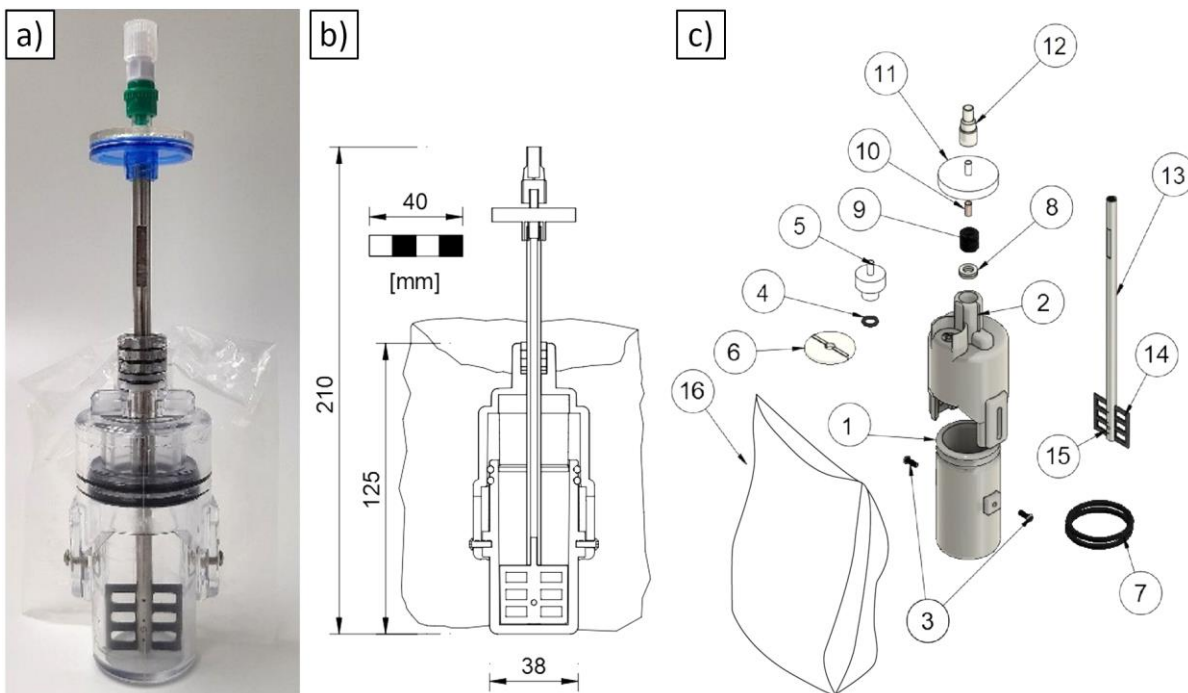


Abb. 14: a) *MCM*, b) Schnittzeichnung und c) Explosionszeichnung mit Nummerierung der Teile: 1 – Mixing chamber (Mischkammer), 2 – Retention chamber (Verwehrkammer), 3 – Screws (Schrauben), 4 – O-Ring, small (O-Ring, klein), 5 – Hydrophobic filter (hydrophober Filter), 6 – Sealing lip (Dichtlippe), 7 – O-Rings, big (O-Ringe, groß), 8 – Scraper (Abstreifer), 9 – Shaft seals (Wellendichtringe), 10 – Sleeve (Kabelendhülse), 11 – Hydrophilic Filter (hydrophiler Filter), 12 – Backcheck valve (Rückschlagventil), 13 – Mixertube (Mischerrohr), 14 – Mixerblade (Mischerblatt), 15 – Mixer bolt (Bolzen), 16 – PE bag (*PE*-Beutel) [109].

Für die Zugabe von Wasser und Additiven zum Zement werden als zweites Element der Hardware medizinische Standardspritzen mit 20 ml oder 50 ml verwendet (Abb. 13 b), die mit der benötigten Menge an Flüssigkeit gefüllt werden. Diese Spritzen sind sehr robust, aber aufgrund ihrer Bauweise kann der Kolben aus dem Zylinder entfernt werden. Um sicherzustellen, dass der Kolben während des Transports an der vorgesehenen Position bleibt, wurde eine Klammer verwendet, die den Griff des Zylinders mit der Oberseite des Kolbens verbindet. Diese Klammer, die *MASON clamp*, ist je nach erforderlicher Flüssigkeitsmenge unterschiedlich lang und wurde über den 3D-Druck in *PC* angefertigt². Am Auslass der Spritze wurde ein Zwei-Wege-Ventil zum Öffnen und Schließen über ein *Luer*-Gewinde angebracht. Dieses ist wiederum mit einem 3 cm langen Schlauch aus Polyurethan verbunden, der später über einen *Luer*-Adapter an den Behälter angeschlossen werden kann. Alle Teile, die unbeweglich und dauerhaft verbunden werden sollen, werden über ein *Luer*-Gewinde miteinander verschraubt und zusätzlich mit *Loctite 4902* [113] verklebt.

Für einen minimalen Krafteinsatz beim Mischen, wurde ein spezielles Mischwerkzeug, die *MASON crank* konzipiert (Abb. 13 c). Es wird über Nuten mit dem *mixer* verbunden und erleichtert das Mischen durch einen entsprechenden Hebel. Die *crank* wurde als 3D-Druck aus rostfreiem Stahl *316L* gefertigt³ [114]. So konnten vier identische *cranks* mit einem Gewicht von jeweils 40 g hergestellt und für die *MASON* Experimente auf der *ISS* verwendet werden.

4.2.4 Anforderungen an die Hardware infolge des *Flight Safety Reviews*

Die Grundlage für die Qualifizierung und Auslegung des Sicherheitskonzepts bildeten die *International Space Station Program (SSP)* Dokumente der *NASA*, insbesondere *SSP 51721 (ISS Safety Requirements Document)* [115] und *SSP 57000 (Pressurized Payloads Interface Requirements Document)* [116] und die von der *European Cooperation for Space Standardisation (ECSS)* herausgegebenen Normen und Handbücher. In diesen Dokumenten sind die groben Rahmenbedingungen für den Einsatz einer Hardware auf der *ISS* beschrieben. Da jedoch verschiedenste Experimente aus allen Fachdisziplinen auf der *ISS* durchgeführt werden, sind diese allgemeingültig und nicht mit spezifischen Normen wie im Bauwesen üblich vergleichbar. Stattdessen muss die Hardware der Überprüfung des *ESA Safety Review Panels (ESRP)* standhalten, das von dem *NASA ISS Safety Review Panel (ISRP)* autorisiert wurde, alle von der *ESA* entwickelten oder bezahlten Frachten (*payloads*) zu überprüfen und zu zertifizieren. Das *ESRP* besteht neben dem Vorsitzendem und dem für die *payload* zugewiesenen *Safety Engineer* aus mehreren technischen Experten aus verschiedenen Disziplinen. Die Überprüfung der Hardware, entsprechend das *Flight Safety Review (FSR)*, ist ein in vier Phasen unterteilter Prozess [117]:

² gefertigt vom Fachgebiet Fertigungstechnik der *UDE*

³ gefertigt von der Firma *Deutsche Edelstahlwerke*

- Phase 0 - *Technical Interchange Meeting (TIM)*:
 - Identifizierung von Risiken, Gefahrenquellen und Sicherheitsanforderungen.
- Phase 1 - *FSR I*:
 - Identifizierung aller Gefahrenursachen und -kontrollen.
 - Bewertung der Maßnahmen zur Vermeidung, Verringerung oder Kontrolle des Risikos.
 - Festlegung des Sicherheitskonzepts und aller erforderlichen *LOC*.
- Phase 2 - *FSR II*:
 - Aktualisierung der in Phase I definierten Gefahrenquellen.
 - Sicherstellen, dass alle geeigneten Gefahrenkontrollen implementiert wurden.
 - Sicherstellen, dass alle Überprüfungsmethoden und Qualifikationstests dokumentiert sind.
 - Identifizierung potenzieller Sicherheitsmängel im Detail.
 - Dokumentation neu identifizierter Gefährdungen in bestehenden oder zusätzlichen (*Unique Hazard Reports (U)HR*).
- Phase III – *FSR III*:
 - Erteilen des *Flight Safety Certificate*.
 - Finale Sicherheitsanalyse, die alle Gefahren, Risiken und Gefahrenquellen, alle behobenen Sicherheitsmängel und alle Ergebnisse der Verifikationstests beinhaltet.

Für jede Phase sind dem *ESRP* alle erforderlichen Dokumente in dem sogenannten *Flight Safety Data Package (FSDP)* vorzulegen. Das *ESRP* kommentiert die Unterlagen hinsichtlich sicherheitsrelevanter Aspekte und erläutert die Kommentare während der *FSRs*, in Folge dessen die Dokumente, insbesondere die *HRs* und *UHRs*, angepasst werden. Während die Hardware diesen Prozess durchläuft, wird das Design sukzessive überarbeitet und optimiert.

Der von der *NASA* bestimmte Missionstoxikologe benötigt alle für die Experimente vorgesehenen Stoffe und bewertet diese hinsichtlich einer möglichen Gefahr für die Astronauten und die Raumstation. Je nach Stoffzusammensetzung und Menge wird das Material in ein *Toxicity Hazard Level (THL)* eingruppiert. Möglich sind die Level 0 bis 5, im Falle der *MASON* Experimente wurde das Zementpulver in *THL 2* und der Luftporenbildner in *THL 1* eingeordnet. Daher waren drei *LOC* für den *MCM* und zwei *LOC* für die *MASON syringe* sicherzustellen.

4.2.5 Beschreibung des Sicherheitskonzepts

Für den *MCM* wurde eine Konstruktion angestrebt, die einen *DFMR* Ansatz mit dem des *LOC* kombiniert (siehe Abb. 15). Die *mixing chamber*, *retention chamber* und das *mixertube* selbst folgten dem *DFMR*-Ansatz. Für die *mixing chamber* und *retention chamber* wurde *PC* [118] mit einer Wandstärke von 4 mm gewählt. *PC* hält in diesem Aufbau hohen mechanischen Kräften stand und ist fast unzer-

störbar. Die *retention chamber* funktionierte auch in dieser Konfiguration gut, aber als flüssiger Zement mit der komplexen Geometrie des oberen Teils der *retention chamber* in Kontakt kam, bildeten sich Spannungsrisse (siehe Abs. 4.2.6). Daher wurde das Material zu *Tritan MX731* [119] geändert.

Das *mixertube* ist ebenfalls Teil dieses *DFMR* Ansatzes und muss in dieser Funktion den Scherkräften beim Mischen, den Beanspruchungen beim Bewegen des *mixers* und den Torsionskräften, die durch die *MASON crank* aufgebracht werden können, standhalten, weshalb ein Rohr aus chemikalienbeständigem Edelstahl *316L* [120] gewählt wurde. Zum *DFMR* gehören auch die Verbindung des hydrophilen Filters mit dem *mixertube* und des hydrophoben Filters mit der *retention chamber* (detaillierte Beschreibung siehe Kap. 4.2.6).

Der *LOC*-Ansatz wurde dort angewandt, wo die Komponenten verbunden werden oder wo der Behälter mit der Umgebung interagiert. Die Verbindung von *mixing chamber* und *retention chamber* wurde mit zwei O-Ringen abgedichtet, wobei jeder O-Ring ein *LOC* darstellt. Der hydrophobe Filter ermöglicht eine Entlüftung und die erforderlichen zwei *LOC* werden durch die Filtermembran und einen Plastikbeutel sichergestellt, der den Filter umschließt (Abb. 15, unten links). Das Gehäuse des hydrophilen Filters, der am *mixertube* angeschlossen ist, ist wie oben beschrieben ein *DFMR*, aber die Filtermembran und der Mechanismus des Rückschlagventils sorgen für die zwei *LOC* (Abb. 15, oben links).

Für den *Upload* und die Lagerung auf der *ISS* wurde der *MCM* in einen *ziplock bag* verpackt, um das dritte *LOC* zu gewährleisten.

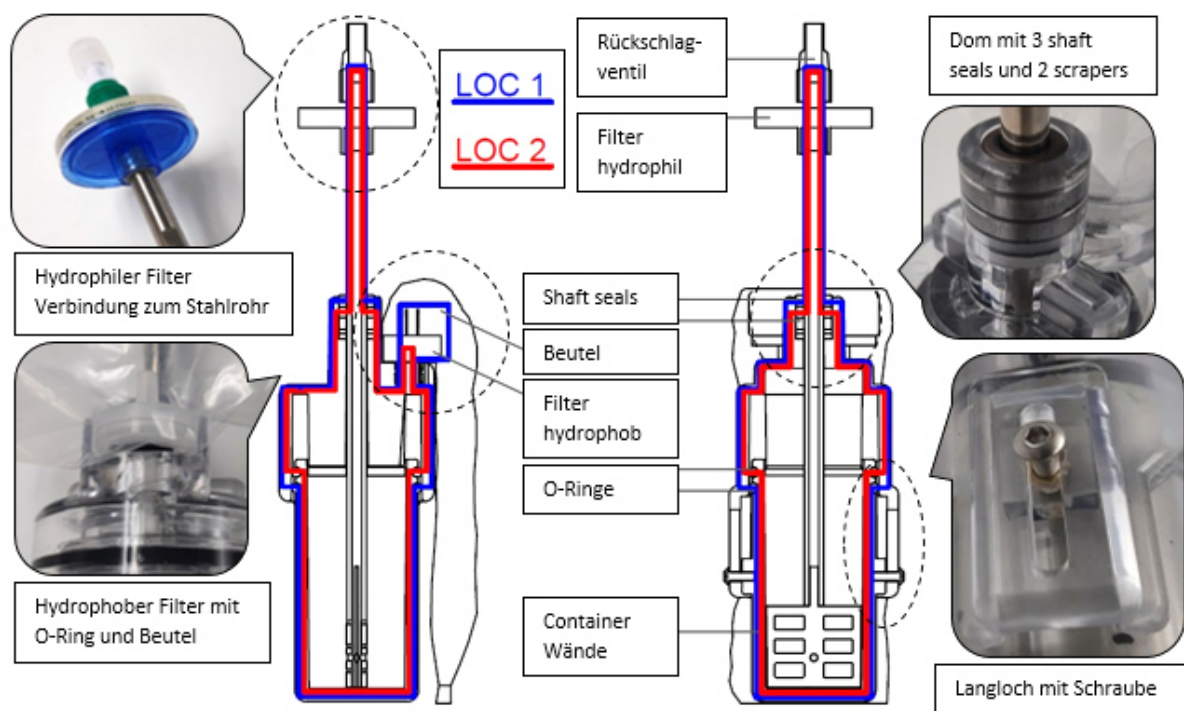


Abb. 15: Schema der *LOC* für den *MCM*, *LOC 1* (blau) und *LOC 2* (rot). In den Bereichen, wo sich die beiden Linien überschneiden, wird die Dichtheit des Containers über einen *DFMR* Ansatz gewährleistet [109].

Da einige der Spritzen Luftporenbildner enthielten, der als *THL 1* eingestuft wurde, waren zwei *LOC* für die Spritze erforderlich. Ein *LOC* wurde durch die Spritze und das zweite durch einen *ziplock bag* sichergestellt, in dem ein saugfähiges Tuch als Auslaufschutz vorgesehen wurde. Um auch nach der Injektion beide *LOC* zu gewährleisten, wurde ein zweiter *ziplock bag* verwendet. Mit dem an der Spritze befestigten Schlauch wurde die Spritze vom Rohr des *MCM* entkoppelt und eine Beschädigung am Rückschlagventil des *MCMs* durch Hebelkräfte vermieden.

Während der Durchführung des *ISS Experiments* wurde das dritte *LOC* des *MCMs* und das zweite *LOC* der Spritze durch die *ISS Glovebag* gewährleistet (siehe Abb. 16). Bei der *ISS Glovebag* handelt es sich um ein kommerzielles Produkt (*Purair Flex 30* [121]), das für den Anschluss an den mobilen Arbeitsbereich auf der Raumstation modifiziert wurde. Die *ISS Glovebag* wird regelmäßig für Experimente verwendet und war daher bereits für den Einsatz auf der *ISS* qualifiziert. Zudem lagern mehrere *ISS Glovebags* permanent auf der *ISS*, die nach Freigabe verwendet werden dürfen und zu einem späteren Zeitpunkt in der verwendeten Anzahl ersetzt werden müssen. Die *MASON* Hardwarekomponenten konnten über einen Reißverschluss an einer Seite der *ISS Glovebag* hineingebracht und entnommen werden.

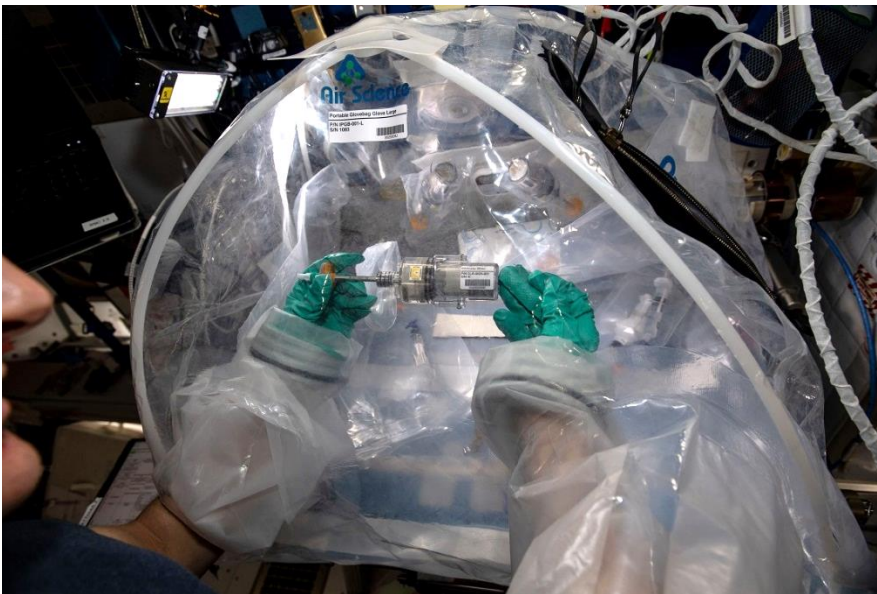


Abb. 16: Nutzung des *MCM* in der *ISS Glovebag* [Foto: NASA/ESA].

4.2.6 Qualifikations- und Verifikationstests

Um den *MCM* infolge des *FSR* zu qualifizieren, wurden umfangreiche Tests und Berechnungen durchgeführt:

- Rechnerische Nachweise zur Tragfähigkeit (*static calculation*),
- Test der Filter-Rohrverbindung (*filter/tube connection test*),
- Test der Materialfestigkeit (*material strength test*),

- Test der Verklebung (*bonding test*),
- Luftstromtest (*air flow test*),
- Drucktest (*pressure test*),
- Vibrationstest (*vibration test*),
- Vakuumdichtheitsprüfung (*leak test*),
- Abriebtest (*abrasion test*),
- Test der chemischen Kompatibilität (*chemical compability test*),
- Test der Experimentdurchführung (*experiment sequence test*).

Jede Testserie wird in einem Dokument, dem Testplan, genau beschrieben, so dass der Experimentaufbau und die -durchführung für das *ESRP* nachvollziehbar sind. Die Tests werden von einem Mitglied des *MASON* Projektteams (*Principal Investigator, PI*) durchgeführt und von einem qualifizierten Prüfer (*Product Assurance, PA*) überwacht. Nach Durchführung der Tests wird der Testreport erstellt, in dem die Ergebnisse beschrieben sind. Falls bei einem Test eine Abweichung auftritt oder im Zusammenhang mit der Hardware ein Defekt festgestellt wird, wird dies in einem *anomaly report* festgehalten und an das *ESRP* weitergegeben.

Rechnerische Nachweise zur Tragfähigkeit (*static calculation*)

In dem *SSP 57000* [116] der *NASA* werden zwar Beanspruchungen durch die Crew detailliert aufgeführt (siehe [116] *TABLE 3.1.1.3.7-1 CREW-INDUCED LOADS*), aber die Übertragung auf die Nutzung des *MCM* war nur bedingt möglich bzw. es hätten sehr hohe Beanspruchungen auf den *MCM* angesetzt werden müssen, deren Auftreten als nicht zutreffend erachtet wurde. Um eine zutreffende Beanspruchung abzuschätzen, wurden Messungen von Kräfteinwirkungen während der Nutzung des *MCM* und bei voller Einspannung des *mixers* mit maximalen Hebelarm durchgeführt. Die maximalen Tragfähigkeiten der Hauptkonstruktionselemente des *MCMs* (Container und *mixer*) konnten rechnerisch bestimmt werden. Unter Berücksichtigung eines globalen Sicherheitsfaktors von 2,5 (Vorgabe *ESRP*) wurde die Tragfähigkeit der Haupttragelemente für Einwirkungen, die bei einer ordnungsgemäßen Nutzung des *MCM* auftreten konnten, nachgewiesen. Da der *MCM* auf der *ISS* ausschließlich von einem hochqualifiziertem Astronauten verwendet werden sollte, wurde dies als ausreichend angesehen. Eine detaillierte Beschreibung ist in der *Static Calculation Concrete Mixer* [122] zu finden.

Test der Filter-Rohrverbindung (*filter/tube connection test*)

Die Verbindung des hydrophilen Filters mit dem Stahlrohr (*mixertube*) wurde als kritischster Punkt für die Tragfähigkeit der gesamten Hardware angesehen. Ursprünglich war ein Adapter vorgesehen, um den Übergang vom Feingewinde *UNF 10-32* auf den *Luer*-Anschluss des hydrophilen Filters zu ermöglichen. Es stellte sich heraus, dass dieser bei leichtem Querdruck mit der Hand direkt abbrach. Auch die Verwendung von *Nylon* statt dem ursprünglichem Material *Polypropylen (PP)* für diesen

Adapter zeigte keine höhere Tragfähigkeit. Daher wurde in den *Luer Slip* Anschluss des hydrophilen Filters ein Feingewinde (*UNF 10-32*) geschnitten, mit dem *mixertube* verschraubt und mit Sekundenkleber (*Loctite 4902* [113]) verklebt. Zudem wurde ein kleines Metallrohr (eine Kabelendhülse, Abb. 14, 10) in den *Luer-Slip* eingesetzt und verklebt. Der Spalt zwischen dem *Luer Male* Anschluss und dem Schaft wurde mit einem Zweikomponenten-Epoxid-Füllstoff (*Araldite 2015* [123]) vergossen (Abb. 15, oben links). Diese Verbindung stellte sich als sehr tragfähig heraus und wurde in einer Reihe von Belastungstests am hydrophilen Filter getestet (siehe Abb. 17 d)). Stöße mit der *MASON crank* oder Biegebeanspruchungen von bis zu 3 Nm wurden vom hydrophilen Filter getragen. Die Tragfähigkeit der Verbindung war höher, als die des Filtergehäuses.

Test der Materialfestigkeit (*material strength test*)

Der erste Entwurf des *MCMs* sah die Verwendung eines Carbonrohres für den *mixer* vor. Da für das Carbonrohr keine Torsionstragfähigkeit vom Hersteller angegeben werden konnte, musste die Tragfähigkeit experimentell ermittelt werden. Es wurden drei Carbonrohre nacheinander in eine Spannbacke eingespannt, ein Drehmomentenschlüssel über eine angefertigte Verbindungsmuffe an der Nut, die für die *MASON crank* vorgesehen war, angeschlossen und gedreht. Bereits ab einem 1 Nm konnten erste Risse am Rohr erkannt werden und bei 3 Nm brach das Rohr. Daher wurde das Carbonrohr durch ein Stahlrohr ersetzt.

Test der Verklebung (*bonding test*)

Die Tragfähigkeit der Klebstoffe wurde mit Klebeverbindungen zwischen den Materialien, auf denen sie eingesetzt werden sollten, durch einen Zugtest qualifiziert (Abb. 17, b)). Beide zu verklebende Oberflächen wurden zunächst mit Isopropanol gereinigt und mit *Loctite SF770* [124] grundiert. *Loctite 4902* [113] wurde auf eine Oberfläche aufgetragen, die Teile wurden 10 Sekunden lang zusammengedrückt und härteten 72 Stunden lang bei Raumtemperatur aus. Die Zugtests wurden in einer elektromechanischen Universalprüfmaschine (Fa. Schenck) bei 2 mm/min Belastungsgeschwindigkeit durchgeführt.

Sehr gute Klebeverbindungen wurden zwischen Metall und *PP*, *PP* und *Methylmethacrylat-Acrylnitril-Butadien-Styrol (MABS)*, *MABS* und *MABS*, *PP* und *PC*, *PC* und *Polyethylenterephthalat (PET)* sowie *Tritan MX 731* und *PP* unter Verwendung von *Loctite 4902* und *SF770 Primer* erzielt.

Der hydrophile Filter wurde mit *Araldite 2015* [123] auf das Edelstahlrohr und der hydrophobe Filter auf die *retention chamber* und den *PE*-Beutel aufgeklebt. Die Aushärtung erfolgte bei 40 °C für 16 Stunden bei Umgebungsfeuchtigkeit.

Die Verklebung zwischen *PC* und *PP* unter Verwendung von *Araldite 2015* war nicht zufriedenstellend.

Luftstromtest (*air flow test*)

Da die Datenblätter der Zementhersteller ab einer Größe (Durchmesser) von $0,5\ \mu\text{m}$ für das Zementpulver begannen, war unklar, ob es kleinere Zementpartikel gab, die aus dem *MCM* entweichen und das *LOC*-Konzept mit der $0,45\text{-}\mu\text{m}$ -Filtermembran ungültig machen könnten. Daher wurde ein Luftstrom von $20\ \text{l/min}$ für 25 Minuten durch einen mit Zement gefüllten *MCM* und den $0,45\text{-}\mu\text{m}$ -Filter erzeugt (Abb. 17, c)). Die Abluft wurde über ein pH-Indikatorpapier geleitet und zusätzlich in ein Becherglas mit $25\ \text{ml}$ 100-mM-NaCl -Lösung und *Phenolrot* als pH-Indikator eingeblasen. So waren minimale Zementkonzentrationen detektierbar, aber es konnte keine Freisetzung von Partikeln festgestellt werden.

Drucktest (*pressure test*)

Einige *MCMs* wurden mit verschiedenen Dichtungskonfigurationen zusammengebaut, mit Wasser befüllt und der hydrophobe Filter wurde mit einer Kappe verschlossen. Die Spritzen wurden mit Wasser gefüllt und mit der *MASON clamp* gesichert.

Über eine Schlauchverbindung wurde ein Druck von $3,5\ \text{bar}$ 15 Minuten lang auf die zu prüfende Hardware ausgeübt. Die Hardware wurde auf mögliche Lecks, Schäden und Druckverlust im Laufe der Zeit untersucht. Im Bereich der O-Ringe an der *mixing chamber* traten einige Tropfen Wasser aus. An der Außenfläche des Containers befand sich eine kleine Naht an der Stelle, wo die seitlichen Schieber der Spritzgussform zusammengeführt wurden. Diese musste in der Folge für alle *MCMs* händisch gefeilt werden, um die Dichtigkeit der Container zu gewährleisten.

Zusätzlich wurde eine Finite-Elemente Analyse des Containers mit der Software *DIANA FEA (Displacement ANAlyzer)* [125] durchgeführt. Da die verwendeten Filter nur für eine maximale Belastung von $5\ \text{bar}$ zugelassen waren, wurde dies als Maximallast angesetzt. Es zeigten sich keine kritischen Spannungen in der Containerkonstruktion. Die vollständige Berechnung ist in der *Static Calculation Concrete Mixer* [122] zu finden.

Vibrationstest (*vibration test*)

Die Vibrationstests für den *MCM* wurden an der Fachhochschule Nordwestschweiz auf einem *TIRA TV57315 Shaker* durchgeführt. Es wurden Startbelastungen bis zu $+12\text{dB}$ ($100\ \text{g peak}$) für *SpaceX*, *Soyuz*, *Progress* und *Cygnus* Raumkapseln getestet. Nach der Inspektion wurden ein Drucktest und eine Vakuum-Dichtheitsprüfung durchgeführt, um die Integrität des *MCMs* nach dem Vibrationstest zu garantieren. Zudem konnte beobachtet werden, wie die trockenen Mischungsbestandteile in der *mixing chamber* verdichtet werden. Ein Mischen der Probe in den getesteten *MCMs* war im Nachgang problemlos möglich.

Vakuumdichtheitsprüfung (*leak test*)

Alle *MCMs* und Spritzen wurden einer Vakuumdichtheitsprüfung unterzogen. Die Proben wurden vor und nach der Dichtheitsprüfung auf einer analytischen Waage (*Mettler Toledo AE260*) gewogen. Die Hardware wurde in eine Glasglocke eingesetzt und der Druck wurde für 30 Minuten auf 350 mbar reduziert (siehe Abb. 17, a)). Während des Druckabfalls blähte sich der *PE*-Beutel, der an der *retention chamber* befestigt war, auf und beim Druckabfall entwich die Luft wieder, sofern die Dichtigkeit des Beutels bzw. der Hardware gegeben war. Zudem wurde die Hardware hinsichtlich einer Massenreduktion untersucht. Bei einem Verlust von mehr als 20 mg wäre die Hardware als undicht und fluguntauglich eingestuft worden.

Für eine Serie von drei *MCMs* wurde die Vakuumdichtheitsprüfung bei hohen Temperaturen durchgeführt. Theoretisch sind Temperaturen bis zu 46° auf der *ISS* bzw. beim Flug zur *ISS* möglich. Die Temperatur hatte aber keinen Einfluss auf die Dichtigkeit der *MCMs* und es wurden keine Undichtigkeiten festgestellt.

Abriebtest (*abrasion test*)

Der Einfluss des Abriebs des Stahlrohrs durch die Gesteinskörnung wurde durch 10 Minuten langes Mischen in drei *MCMs* getestet. Das Rohr wurde inspiziert und der gesamte *MCM* einem Drucktest wie oben beschrieben unterzogen. Unter dem Mikroskop konnten kleine Kratzer auf dem Stahlrohr erkannt werden, aber die Dichtigkeit der *MCMs* war weiterhin gegeben.

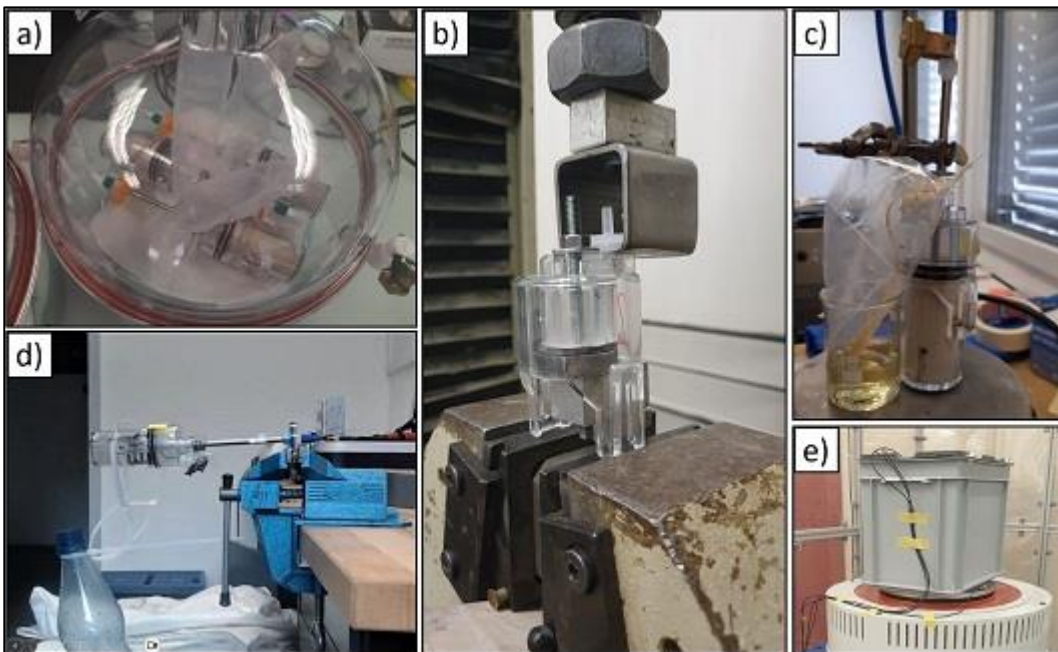


Abb. 17: a) *leak test*, b) *bonding test*, c) *airflow test*, d) *test of connection filter/tube*, e) *vibration test* [109].

Test der chemischen Kompatibilität (*chemical compability test*)

Alle Komponenten, die mit Zementpulver in Kontakt kommen konnten, wurden 6 Monate lang in Zementpulver gelagert, anschließend gereinigt und inspiziert. Einige Spritzen wurden mit Flüssigkeiten mit einem Anteil von 10 % Luftporenbildner oder 20 % Fließmittel gefüllt und 6 Monate lang gelagert. Die Komponenten wurden gereinigt, inspiziert und einer Vakuumdichtheitsprüfung unterzogen.

Trotz der umfangreichen Planung wurde ein Aspekt zunächst nicht gesondert getestet und kontrolliert: Die Kompatibilität der Spritzgussteile (*mixing* und *retention chamber*) mit dem frischen und alkalischen Zementleim. Nachdem alle 64 zusammengebauten MCMs bereits zur Vorbereitung des Uploads zu ALTEC (*Aerospace Logistics Technology Engineering Company*, Turin) geschickt worden waren, wurde bei Mischversuchen am IfM festgestellt, dass wenige Stunden nach dem Mischen bei einigen Containern Risse in der *retention chamber* auftraten (siehe Abb. 18). Teilweise setzte sich das Risswachstum in kurzer Zeit so weit fort, dass sich durchgehende Trennrisse ausbildeten. Zudem konnte eine Korrosion der Dichtungen (*shaft seals*) sowie die Anhaftung geringer Mengen Beton am Stahlrohr außerhalb des Containers erkannt werden. Damit waren die zwei LOC des MCMs faktisch nicht mehr vorhanden.



Abb. 18: Risse im Bereich der *shaft seals* beim MCM (links), spannungsoptische Messung (rechts) durchgeführt von K. Tell, DLR.

Nach Verständigung des ESRP und Diskussion in der Projektgruppe wurde entschieden, die für den Upload für SpaceX CRS-23 vorbereiteten MCMs nicht auf die Raumstation zu senden, sondern die festgestellten Probleme vollständig aufzuarbeiten und durch eine mängelfreie Hardware zu ersetzen. Es wurden zwei Defekte festgestellt:

- 1) Frischer Beton haftete am Stahlrohr an und wurde beim Hochziehen des *mixertubes* nicht von den *shaft seals* abgestreift. Damit konnte der Frischbeton in Kontakt mit den offenbar korrosionsanfälligen *shaft seals* kommen und auch außerhalb der *retention chamber* gelangen.
- 2) Die Risse in der *retention chamber* bildeten sich, sobald die aus PC gefertigte *retention chamber* in Kontakt mit dem alkalischen Zementleim kam.

Zunächst wurde vermutet, dass die Risse im Container auf eine Korrosion und damit verbundener Vergrößerung der *shaft seals* zurückzuführen wären. Als einige *shaft seals* in frischen Zementleim gelegt wurden, zeigte sich hier wiederum keinerlei Korrosion. Da diese nur im Beisein des Stahlrohres, das offenbar über ein erheblich größeres Eigenpotential verfügte, auftrat, handelte es sich um eine elektrolytische Korrosion.

Mit spannungsoptischen Messungen (Abb. 18), wurde festgestellt, dass der obere Bereich der *retention chamber*, in dem die *shaft seals* verbaut wurden, infolge der besonderen Geometrie und der thermoplastischen Spritzguss Herstellung große eingeprägte Spannungen (*frozen stresses*) aufwies. Nach Einbau der passgenauen *shaft seals* konnte zudem ein Anstieg der Spannungen festgestellt werden. Jedoch traten die Risse in der *retention chamber* ebenfalls auf, wenn gar keine *shaft seals* verbaut wurden. Das Material *PC* war bei Kombination der Geometrie der *retention chamber* mit dem alkalischen Zementleim nicht kompatibel. Materialien aus *PC* können infolge vorhandener Zugspannungen im alkalischen Milieu reißen (Spannungsrisskorrosion) [126; 127]. Allerdings zeigte die *mixing chamber*, die mit einer deutlich größeren Frischbetonmenge in Kontakt kam, hingegen keinerlei Rissbildung.

Zur Lösung der Problematik sollte die *retention chamber* aus einem anderen transparenten Kunststoff hergestellt werden, der über eine größere Beständigkeit gegenüber alkalischen Substanzen verfügt. Im Rahmen einer Testreihe wurde jeweils eine kleine Stückzahl der *retention chamber* aus den folgenden Werkstoffen hergestellt:

- *COC* (*Cycloolefin-Copolymere*),
- *MABS* (*Methylmethacrylat-Acrylnitril-Butadien-Styrol*),
- *HDPE* (*High Density Polyethylen*),
- *Tritan* (*thermoplastischer Copolyester*) [119].

COC und *HDPE* wurden von den weiteren Untersuchungen ausgeschlossen, da die Qualität des Spritzgusses der *retention chamber* nicht ausreichend war (Gelbfärbung und unvollständiges *Luer*-Gewinde). Beim Bruchversuch zeigte sich, dass die Teile aus *MABS* in scharfkantige Splitter zerbarsten, weshalb dieser Werkstoff nach *ECSS* [108] nicht verwendet werden durfte. Da die Prototypen aus *Tritan* eine einwandfreie Spritzgussqualität aufwiesen und im Bruchversuch ohne scharfkantige Splitterbildung brachen, wurde dieser Werkstoff für die *retention chamber* ausgewählt. Zudem wurde die Geometrie des oberen Teils der *retention chamber* angepasst: Unterhalb der *shaft seals* wurde der Hohlraum um 5 mm vergrößert. Durch die Materialeinsparung wurden geringere Spannungen aufgrund des thermoplastischen Herstellprozesses eingebracht und es konnten zusätzliche Abstreifelemente (*scraper*) eingebaut werden. Durch diese wurde sichergestellt, dass der Frischbeton vollständig vom *mixertube* abgestreift und beim Hochziehen des *mixers* kein Material nach außen transportiert wurde. Zusätzlich wurde die Oberfläche der *mixertubes* poliert, so dass keine herstellungsbedingten Riefen, die eine Materialanhaftung begünstigten, zurückblieben.

Test der Experimentdurchführung (*experiment sequence test*)

Dieses verbesserte Design wurde verwendet, um 64 *MCMs* für den *EST* (*Experiment Sequence Test*) herzustellen und die vollständige Versuchsdurchführung am Boden im *User Support Center BIOTESC*

zu simulieren. Alle 64 *MCMs* wurden nach der für die *ISS* entwickelten Mischprozedur in der *Glove Bag* gemischt und wichtige Erkenntnisse hinsichtlich Handhabung, Timing und Genauigkeit der Beschreibung der Mischprozedur wurden gewonnen.

4.2.7 Zusammenbau und Abfertigung

In der *assembly procedure* (Montageprozedur) wird jeder einzelne Schritt für den Zusammenbau und das Befüllen der Hardware mit den Mischungsbestandteilen detailliert beschrieben. Die insgesamt 118 Schritte für den *MCM* und die 36 für die Spritzen mussten vollständig dokumentiert und von einem qualifizierten Prüfer (*PA*) kontrolliert werden. Um eine Serienfertigung mit exakt gleichartig gefertigten *MCMs* zu gewährleisten, wurden spezielle Schablonen angefertigt. Für den lagegenauen Einbau der *scraper* und *shaft seals* wurden Metallzylinder in den erforderlichen Längen gedreht. Für das Platzieren der *sealing lip* und dem *mixerblade* sowie zum Einfüllen der trockenen Mischungsbestandteile in die *mixing chamber* wurden Kunststoffteile entworfen und per 3D Druck erstellt. Alle fertiggestellten *MCMs* und Spritzen wurden einer Vakuum-Dichtheitsprüfung unterzogen, wobei nur Komponenten zugelassen wurden, die einen Gewichtsverlust von weniger als 20 mg aufwiesen.



Abb. 19: Fertiggestellte Hardware für die *ISS* Experimente.

Die gesamte Hardware, wie in Abb. 19 dargestellt, wurde vom Qualifizierungsteam des *DLR* Köln inspiziert und anschließend zur Abfertigung zu *ALTEC* (Turin) geschickt. Dort wurden alle Hardwarekomponenten sortiert und in die erforderlichen *ziplock bags* verpackt. Die *MCMs* und die zugehörigen Spritzen einer Mischung wurden als Kit in einen *ziplock bag*, jeder *MCM* nochmals in zwei *ziplock bags* und die Spritzen wiederum in zwei *ziplock bags* gepackt. Für die *MCMs* wurden allerdings zu kleine *ziplock bags* verwendet, in die ein *MCM* mit hochgezogenem *mixer* nach Durchführung des *ISS* Experiments nicht mehr hineingepasst hätte. Daher mussten auf der *ISS* nochmals 128 *ziplock bags* bereitgestellt werden, so dass für das *MASON* Experiment letztendlich über 500 *ziplock bags* erforderlich waren.

4.2.8 Beschreibung des Mischvorgangs mit dem MCM

Die wichtigsten Schritte des Mischvorgangs sind in Abb. 20 dargestellt:

- 0) Ausgangsposition des MCMs,
- 1) Hochziehen der *retention chamber*, um den Platz zum Mischen zu vergrößern,
- 2) Anbringen der *MASON crank*, Auflockerung der trockenen Bestandteile durch eine Umdrehung und Abnehmen der *crank*.
- 3) Verbinden mit der Spritze, Einspritzen der Flüssigkeit und Abnehmen der Spritze,
- 4) Anbringen der *MASON crank* und Mischen des Betons für 2 Minuten durch Drehen und Bewegen des Mixers,
- 5) Ausrichten und Hochziehen des *mixers* bis das *mixerblade* unterhalb der *shaft seals* gesehen werden kann,
- 6) Zusammenschieben der *retention* und *mixing chamber*, um das Volumen zu verringern und den Beton zu komprimieren.

Für das Mischen auf der ISS waren weitere sicherheitsrelevante Schritte erforderlich, die in der 10 Seiten langen *mixing procedure* genau beschrieben wurden. Der gesamte Vorgang dauert im Durchschnitt etwa 5 Minuten pro MCM.

Für die Festlegung der Mischzeit wurden die Ergebnisse bei unterschiedlichen Mischlängen experimentell untersucht. Es wurde für 2, 3 oder 4 Minuten gemischt und zunächst der Frischbeton im MCM begutachtet. Nach der Erhärtung wurden die Proben entnommen, inspiziert sowie die Rohdichten und Druckfestigkeiten bestimmt. Die für 2 Minuten gemischte Probe wies eine sehr hohe Qualität auf und es konnte keine Qualitätssteigerung durch längeres Mischen festgestellt werden. Auch das Zusatzmittel AEA zeigte keine höhere Wirksamkeit bei längerem Mischen. Da die Zeit des Astronauten (*crew time*) zudem sehr begrenzt ist, wurde die Mischzeit von 2 Minuten gewählt. Ursprünglich sollten die trockenen Bestandteile für 20 s durchmischt und homogenisiert werden. Allerdings zeigte sich nach dem Vibrationstest keine signifikante Entmischung, so dass diese Zeit auf eine kurze Umdrehung reduziert wurde.

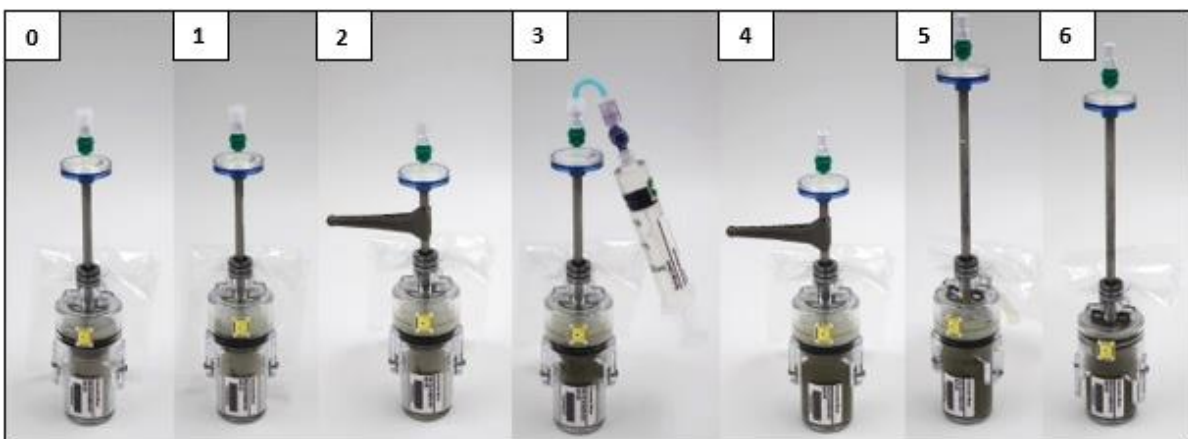


Abb. 20: Schrittweise Darstellung des Mischvorgangs mit dem MCM [109].

4.3 Durchführung des ISS Experiments

Mit *SpaceX CRS-24* wurden alle Hardwarekomponenten im Dezember 2021 auf die *ISS* gebracht. Das Experiment wurde am 1. und 2. Februar 2022 auf der *ISS* von *Matthias Maurer* (Abb. 21), der vom *ESA User Support Center (USOC) BIOTESC* unterstützt wurde, erfolgreich durchgeführt. Er berichtete, dass der *MCM* auf der *ISS* gut funktionierte und machte einige Vorschläge zur Verbesserung des Experimentdesigns (siehe [109]). Vom *ISS* Experiment gibt es Videoaufzeichnungen, aus denen die Experimentausführung und Leistungsfähigkeit des *MCMs* für das *MASON* Projektteam nachzuvollziehen und zu bewerten war.

Die Betonproben konnten über sechs Monate in Schwerelosigkeit im *MCM* bei einer Raumfeuchte von $38\pm 1\%$ und einer Umgebungstemperatur von 23 ± 1 °C aushärten. Danach wurden alle *MCMs* von *ESA* Astronautin *Samantha Cristoforetti* in die *SpaceX CRS-25* Kapsel geladen, welche am 20. August 2022 auf der Erde landete. Es dauerte allerdings bis zum 14. November 2022 bis die Proben beim *MASON*-Projektteam ankamen.

Die Hardware wurde zunächst detailliert inspiziert und danach die Betonproben ausgeschalt, um für die betontechnische Analyse verwendet zu werden (siehe Kap. 8). Das Untersuchungsprogramm für die Betonproben wird im nächsten Abschnitt erläutert.

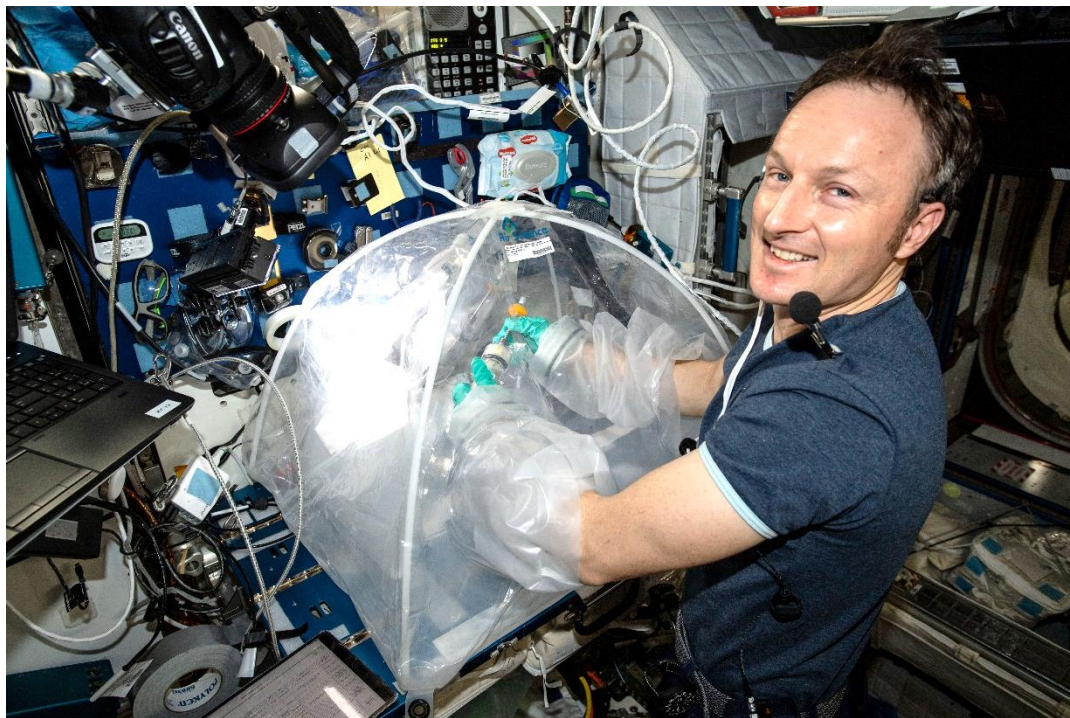


Abb. 21: *ESA* Astronaut *Matthias Maurer* bei der Durchführung des *MASON* Experiments [Foto: *NASA/ESA*].

5 Untersuchungsprogramm und Methodik

5.1 Übersicht

Das Untersuchungsprogramm gliedert sich in die zwei Hauptuntersuchungen *LM* und *MCM*, bei denen Proben in unterschiedlichen Mischern hergestellt wurden. Die Hauptuntersuchung *LM* umfasst die Verwendung eines Labormischers (*LM*), um eine hohe Anzahl an Proben, die entweder unter *Ig* oder im Klinostaten hergestellt wurden, zu untersuchen. Der Schwerpunkt liegt auf der Untersuchung der Festbetoneigenschaften bei Herstellung unter unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten des Klinostaten. Die Ergebnisse werden zudem mit den gewonnenen Daten aus umfangreichen Voruntersuchungen, die u.a. für die Validierung der Methoden erforderlich waren, ergänzt. In der Hauptuntersuchung *MCM* werden alle Proben aus dem *MCM* betrachtet und miteinander verglichen.

Das Ziel der betontechnologischen Analyse der Probekörper ist die Identifizierung von Eigenschaften bzw. Unterschieden im Hinblick auf den Einfluss der Schwerkraft im makroskopischen Bereich. Für beide Hauptuntersuchungen werden die gleichen Analysemethoden angewendet (siehe Tab. 1).

Tab. 1: Untersuchungsmethoden

	Methoden	Prüfkörper**
I	Inspektion, äußeres Erscheinungsbild und Vermessung	Hardware (<i>MCM</i>) und alle Probekörper
II	Defekt- und Luftporenanalyse	
	Berechnung der Porosität über Roh- und Skelettdichte	Zylinder 50 mm, 30 mm, Würfel 10 mm
	Heliumpyknometrie	Bruchstücke
	Ultraschallmessungen	Zylinder 50 mm
	Computertomographischer Scan	Zylinder 50 mm
	Quecksilberdruckporosimetrie*	Bruchstücke 10 mm Würfel
	Luftporenauszählung	Scheiben 30 mm
III	Druckfestigkeitsprüfung	
	Uniaxiale Kompressionstests	Zylinder 30 mm, Würfel 10 mm
	Kleinlasthärte	Zylinder 30 mm, Scheiben 30 mm
	Rückprallzahl	Zylinder 30 mm
IV	Durchlicht Mikroskopie*	Dünnschliffe 35 µm

* bisher nur für Proben aus dem *MCM*

** Geometrie der Prüfkörper wird in Kap. 6.2 erläutert

5.2 Herstellung der Probekörper

Die Proben aus dem *MCM* wurden wie in Kap. 4.3 dargestellt auf der *ISS*, am *IfM* und bei *BIOTESC* gemischt.

Für die Hauptuntersuchung *LM* wurden zunächst zwei Mischer für die Betonmischungen verwendet. Dabei wurde der Planeten-Mörtelmischer nach *DIN EN 196-1* [128] der Firma *Toni Technik* mit dem Mischer *Kenwood kMix KMX750RD* verglichen. Beide Mischer haben ein maximales Fassungsvermögen von 5 Litern und da Proben aus beiden Mixern nahezu gleiche Eigenschaften (Rohdichte, Ausbreitmaß, Festigkeiten) aufwiesen, wurde im Folgenden nur noch der *Kenwood kMix KMX750RD* verwendet und mit Labormischer (*LM*) bezeichnet. Im *LM* wurden Mischungen mit ca. 1 Liter Volumen gemischt und es wurde das Mischregime nach *DIN EN 196-1* [128] angewendet (siehe Tab. 2). Alle Mischungsbestandteile wurden analog zu den Bedingungen auf der *ISS* bei $23\pm 1^\circ\text{C}$ und $38\pm 1\%$ Raumfeuchte permanent gelagert und gemischt.

Tab. 2: Mischregime *MASON* nach *DIN EN 196-1* [128] für den *LM*

Innerhalb 10 s	Wasserzugabe zum eingewogenen Zement
Mischen bei Stufe 1 für 30 s	Startzeit
Mischen bei Stufe 1 für 30 s	Zugabe Zuschläge / Zusatzmittel zum Zementleim
Mischen bei Stufe 2 für 30 s	
Ruhen für 90 s	Homogenisierung mit Spachtel
Mischen bei Stufe 2 für 60 s	

Da der Mischprozess einen erheblichen Einfluss auf die Betoneigenschaften haben kann [129–132], wurden nach fertiger Entwicklung des *MCMs* verschiedene Mischprozesse getestet, um die Betoneigenschaften der Probekörper aus den verschiedenen Mixern anzunähern. Da sich nach wie vor Unterschiede in den Rohdichten und Festigkeiten zu den Proben aus dem *MCM* zeigten und um eine Vergleichbarkeit aller Proben aus dem *LM* zu gewährleisten, wurde das Mischregime nicht mehr verändert.

Als Schalung für die Proben aus dem *LM* wurden Kunststoffrohre aus *PE* (Elektro-Kabelkanalrohre DN 32) auf 55 mm abgelängt und seitlich geschlitzt. Die Unterseite wurde mit einem passgenauen Stopfen aus *Polyvinylchlorid (PVC)* verschlossen. Der seitliche Schlitz wurde mit einem Klebestreifen zugeklebt. Die Innenflächen der Stopfen und des Kunststoffrohres wurden mit einer dünnen Ölschicht versehen. Der Beton wurde lagenweise eingebracht und mit leichtem Klopfen der Schalung auf den Tisch homogenisiert. Nach Einfüllen des Betons wurde die Probe mit einem zweiten identischen Stopfen von oben verschlossen. Der obere Stopfen war mittig mit einem 2 mm kleinen Loch versehen, aus dem der überschüssige Beton und Luft gedrückt werden konnte. Das Loch wurde nach dem Entfernen von Betonresten mit einem Klebestreifen zugeklebt. Im Folgenden wird diese Schalung als Rohrschalung bezeichnet (siehe Abb. 22).



Abb. 22: Rohrschalung für die Proben aus dem *LM*.

5.3 Nachbehandlung, Lagerung und Inspektion

Die Proben aus dem *LM* wurden nach dem Betonieren nicht verdichtet und 24 h nach der Betonage ausgeschalt. Die Probekörper aus dem *MCM* verblieben zunächst im *MCM* und wurden wie auf der *ISS* in zwei Lagen *PE*-Beutel verpackt. Alle Probekörper wurden für 301 Tage bei $23\pm 1^\circ\text{C}$ und $38\pm 1\%$ Raumfeuchte gelagert.

Nach dem Ausschalen wurden die Proben inspiziert, von allen Seiten fotografiert und Besonderheiten dokumentiert. Die Probekörper wurden auf der Oberseite beschriftet, vermessen und gewogen.

Nach 301 Tagen wurden die Proben mit Isopropanol getränkt, um das Restwasser zu verdrängen und die Hydratation zu stoppen [59; 133; 134]. Die Proben verblieben für 6-8 Wochen in Isopropanol, das zweimal gewechselt wurde. Anschließend wurden die Probekörper im Ofen bei maximal 40° bis zur Massenkonstanz getrocknet. Diese schonende Trocknung der Proben wurde angewendet, um keine Hydratationsprodukte wie z.B. Ettringit zu beschädigen [135]. Um eine mögliche Carbonatisierung auszuschließen, wurden die Proben danach in Stickstoff gelagert [134].

5.4 Präparation der Prüfkörper

5.4.1 Schneiden der Scheiben und Zylinder

Nach dem Ausschalen, Trocknen und der Durchführung aller zerstörungsfreien Prüfungen sollten die hergestellten Zylinder mit den Maßen $h = \text{ca. } 50 \text{ mm}$ und $d = 30 \text{ mm}$ (bzgl. Probengeometrie siehe Kap. 6.2) über Trennschnitte in Scheiben und kleinere 30 mm Zylinder aufgeteilt werden. Um mög-

lichst präzise Schnitte mit minimalem Materialverlust zu gewährleisten, wurde die automatische Präzisionstrennmaschine *Secotom 50* der Firma *Struers* Baujahr 2019 verwendet. Die Betonprobe aus dem *MCM* wird dabei in horizontaler Position eingespannt und über einen in Quer- und Längsrichtung beweglichen Tisch automatisiert geschnitten. Trennblätter aus Aluminiumoxid (*50A13*) mit Maßen 125 x 0,5 mm zeigten gute Schnittergebnisse, allerdings bei langsamen Vorschubgeschwindigkeiten von 0,05 mm/s. Da zudem der Verschleiß dieser Trennblätter sehr hoch war, wurde eine Diamanttrennscheibe der Firma *Cloeren* (*DiaCut009*) mit Maßen 150 x 0,40 mm für alle folgenden Sägeschnitte verwendet. Es wurden die Vorschubgeschwindigkeiten von 0,05 bis 0,2 mm/s und die Umdrehungszahl der Trennscheibe von 300 bis 1000 U/min variiert. Da die Proben nicht mehr mit Wasser in Kontakt kommen durften, wurde das ölhaltige, wasserfreie Kühlmittel der Firma *Struers* (Ar.Nr. 49900070) verwendet. Unverdünnt wies dieses Kühlmittel allerdings eine deutlich höhere Viskosität als Wasser auf, weshalb die Scheiben auch bei niedrigen Umdrehungszahlen beim Trennvorgang abbrachen. Daher wurde das Kühlmittel mit Isopropanol im Verhältnis K:I = 1:5 verdünnt. Die verwendete Schnittkonfiguration mit dem *Secotom* ist in Tab. 3 zusammengefasst.

Tab. 3: Konfiguration Präzisionstrennmaschine

Präzisionstrennmaschine - <i>Struers Secotom 50</i>					
Firma	Sägeblatt		Vorschub	Umdrehungsgeschwindigkeit	Kühlmittel
	Durchmesser	Dicke			
<i>Cloeren</i> <i>DiaCut009</i>	150 mm	0,40 mm	0,1 mm/s	600 U/min	<i>Struers</i> 49900070 im Verhältnis 1:5 mit Isopropanol verdünnt

Der Betonzylinder wird an der Unterseite eingespannt und mit einem Serienschnitt werden zwei Scheiben von der Oberseite geschnitten. Es können Scheiben ab einer Dicke von 1 mm vom Betonzylinder geschnitten werden, allerdings erwies sich eine Dicke von mindestens 2,5 mm als praktikabler, um die Probe seitlich zu beschriften und zum späteren Schleifen besser Handhaben zu können. Die Dicke der ersten Scheibe variierte aufgrund der leichten Unterschiede in den Probenlängen, die restlichen Scheiben wurden auf die gleiche Dicke zugeschnitten. Nach Schneiden der oberen beiden Scheiben wird der Zylinder umgespannt und an der zuvor geschnittenen Seite befestigt. Mit einem zweiten Serienschnitt werden die unteren beiden Scheiben getrennt und der verbliebene 30 mm lange Zylinder entnommen. Das Schnittbild einer Probe ist in Abb. 23 dargestellt. Aufgrund der Trennlänge von ca. 33 mm dauert ein Schnitt ca. 5,5 Minuten. Bei vier Schnitten mit Umspannen und Wechseln der Probe betrug die Dauer insgesamt ca. 30 Minuten je Probe. Aufgrund der hohen Probenanzahl wurden daher nur die Proben aus dem *MCM* mit der Präzisionstrennmaschine geschnitten.

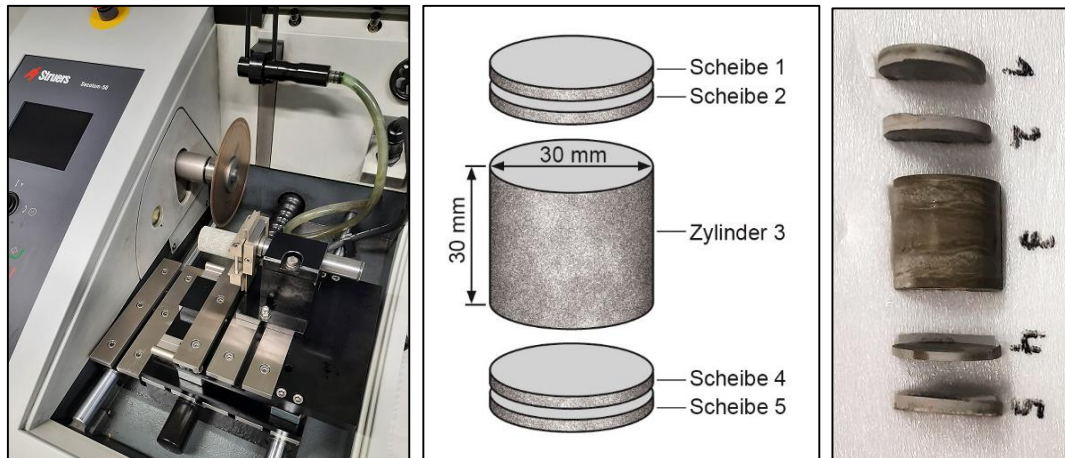


Abb. 23: Präzisionstrennmaschine (links), Geometrie und Aufteilung der Probekörper (Mitte) [Schirmer/Müller, IfM], geschnittene Probe (rechts).

Die Proben aus dem *LM* wurden mit einer Trennmaschine der Firma *B+C Glastechnische Maschinenbau- und Vertriebs GmbH* geschnitten. Als Sägeblatt wurde eine Diamanttrennscheibe mit den Maßen 400 x 1,8 mm und als Kühlmittel Wasser oder Isopropanol verwendet. Um maßhaltige Schnitte zu gewährleisten, wurde eine Schablone aus Aluminium angefertigt (siehe Abb. 24), mit der zunächst eine ca. 6-9 mm dicke Scheibe von unten (vordere Schablonenbahn) und danach der 30 mm Zylinder (hintere Schablonenbahn) sowie die obere Scheibe geschnitten wurden. Da der Tisch manuell verschoben wird und die Umdrehungszahl mit 3800 U/min nicht regelbar ist, wies das Schnittbild zwar deutlich größere Riefen auf, aber die Schneidedauer betrug nur einige Sekunden.

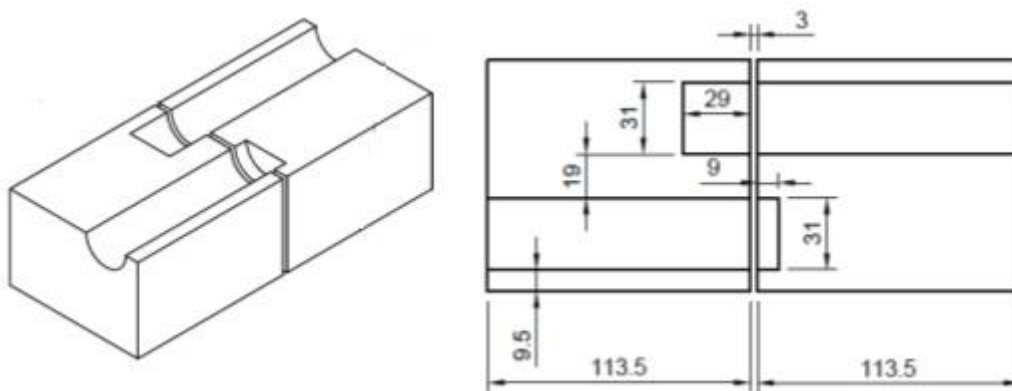


Abb. 24: Schablone für das Trennen der *MASON* Zylinderprobekörper aus dem *LM*, 3D Perspektive (links), Draufsicht und Vermaßung (rechts).

5.4.2 Schneiden der 10 mm Würfel

Einige 30 mm Zylinder von Proben aus dem *MCM* wurden zu 12 kleinen Würfeln mit ca. 9,7 mm Kantenlänge geschnitten (siehe auch Kap. 8). Dazu wurden die Zylinder in einen Sortierkasten mit Fächern 50 x 40 x 40 mm aus *PE* gelegt, am Rand ausgerichtet und mit Abstandhaltern in der Lage

gesichert (Abb. 25 a)). Wichtig war zum einen die Maßhaltigkeit des Sortierkastens, da die Zylinder exakt planparallel zu den Seiten ausgerichtet sein mussten und zum anderen die Materialbeständigkeit des Sortierkastens gegenüber Wärme und Epoxidharz (*PUR* oder *PVC* waren z.B. nicht geeignet). Die Fächer mit den Zylindern wurden mit Epoxidharz (*MC-Inkjet 1264 compact*) gefüllt, kurz im Vakuum entlüftet und anschließend im Ofen bei ca. 40° zum Aushärten gelagert (Abb. 25 b)). Am nächsten Tag wurden die harten Blöcke mit den eingeklebten Zylindern aus dem Sortierkasten entnommen, indem der Sortierkasten umgedreht und im Bereich der freien Fächer gegen die Tischoberkante geschlagen wurde. Nach dem Lösen konnten die Blöcke gefasst und herausgezogen werden. Die Oberseiten wiesen aufgrund von Schaumbildung unregelmäßige Oberflächen auf, weshalb die Oberseiten planparallel zur Unterseite abgefräst wurden (Abb. 25 c)).



Abb. 25: Zylinder in Sortierkasten a) ausrichten, b) einkleben und c) ausschalen, d) Schnittbild in Längsrichtung, e) Beschriftung der Würfel, f) abgeschlossener Schneideprozess mit 10 mm Würfeln.

Der erstellte Block wurde in die Spannvorrichtung der Präzisionstrennmaschine eingespannt und gemäß dem in Abb. 26 dargestellten Schnittbild zurecht geschnitten. In Längsrichtung wurden die 6 Schnitte mit 2 Serienschritten (Schnitte 1-3 und Schnitte 4-6, Abb. 25 d), Abb. 26) mit 0,1 mm/s Vorschub bei 600 U/min mit einer Trennlänge von ca. 40 mm durchgeführt. Nach dem ersten Serienschritt wurde die Probe um 90° geklappt und erneut eingespannt. Nach dem zweiten Serienschritt wurde der Block entnommen und die Rundungen an den Seiten mit einer *Puki*-Metallsäge abgetrennt. Die verbliebenen Betonstränge waren nun von zwei Seiten sichtbar und wurden immer nach dem gleichem Schema beschriftet (Würfel 1-9, Abb. 25 e), Abb. 26). Die Schnitte in Querrichtung (Schnitt 7-9, Abb. 26) wurden nicht als Serienschritt durchgeführt, sondern nach jedem Schnitt wurden die vier abge-

trennten Würfel entnommen. Da drei dieser Würfel beschriftet waren, konnte der vierte Würfel eindeutig identifiziert, dessen Orientierung festgehalten und beschriftet werden. In Querrichtung wurde langsamer mit 0,05 mm/s Vorschub bei 400 U/min mit einer Trennlänge von ca. 25 mm geschnitten, um ein Abbrechen der auskragenden Betonstränge zu vermeiden. Die geschnittenen Würfel wurden vorsichtig trocken geschliffen, wenn diese eine Schnittkante aufwiesen. Da der gesamte Schneidprozess ca. 1,5 h dauerte, wurden nur wenige ausgewählte Zylinder zu 10 mm Würfeln geschnitten.

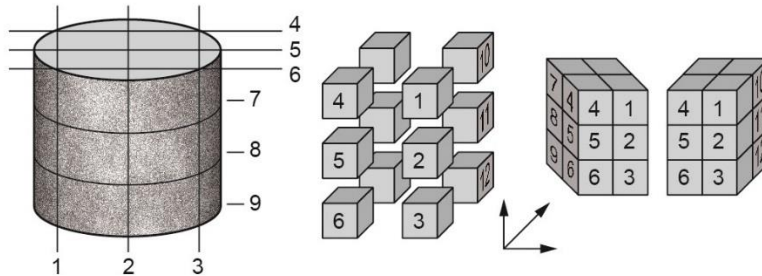


Abb. 26: Schnittbild und Bezeichnung der 10 mm Würfeln.

5.4.3 Schleifen

Aufgrund der kleinen Probekörpermaße wurde mit einer Tellerschleifmaschine der Firma *Presi (Minitech 233, Abb. 27)* geschliffen. Als Schleifmittel wurden Siliziumcarbid Schleifscheiben mit verschiedenen Korngrößen und Isopropanol als Schmiermittel verwendet. Die Proben wurden mit leichtem Druck händisch in Kreisen über die Schleifscheibe geführt. Je nach Probenart wurde die Dauer und die Korngröße der Schleifscheibe für die Schleifgänge variiert, bis eine optimale Probenoberfläche hergestellt wurde [136] (siehe Tab. 4). Die Umdrehungsgeschwindigkeit wurde je nach Probendicke angepasst, da dünnere Scheiben schwieriger zu fassen waren und langsamer und dadurch länger geschliffen werden mussten. Mit der Spritzflasche wurde die Schleifscheibe feucht gehalten und der Abrieb der Schleifscheibe minimiert. Nach jedem Schleifgang wurde die Probe mit Isopropanol gereinigt und mit Augenmaß und Fühlen kontrolliert, ob die Oberfläche der Probe glatt ist.

Tab. 4: Verwendete Schleifvorgänge mit der Tellerschleifmaschine

Siliziumcarbidscheiben		Schleifdauer [s]				Schmiermittel
Scheibe (FEPA P)	Micron [µm]	Proben ohne Zuschläge	Proben mit Regolith	Proben mit Quarzsand	Proben aus dem LM	
P80	201	-	30s	30s	45s	Isopropanol
P180	82	-	30s	45s	30-45s	
P280	52	30-45s	30-45s	45s	30-45s	
P400	35	15-30s	30-45s	45-60s	30-60s	
P600	25	15-30s	30-45s	45-60s	30-60s	
U/min	Variation zwischen 250 und 450 U/min je nach Probendicke					



Abb. 27: Tellerschleifmaschine *Minitex 233* (links), Dünnschliffe beim Schleifvorgang (rechts).

5.4.4 Präparation der Dünnschliffe

Für die mikroskopischen Analysen wurden von ausgewählten Scheiben Dünnschliffe mit 35 μm Dicke durch die Firma *Detmar Dissection GmbH* angefertigt (siehe Abb. 27). Dazu wurden die zuvor geschnittenen Scheiben mit ca. 3 mm Dicke und 30 mm Durchmesser auf einen Glasträger geklebt und zunächst ca. 2 mm mit einem Präzisionsschnitt abgetrennt. Die Schnittfläche der verbliebenen Scheibe wurde dann planparallel geschliffen und auf einen zweiten Glasträger mit 50 x 50 mm Fläche mit UV-Kleber geklebt. Der erste Glasträger wurde daraufhin weggeschliffen und die schrittweise Präparation der Oberseite der Scheibe begonnen. Mit Epoxidharz wurde die Oberfläche und insbesondere die Poren stabilisiert und dann die Oberfläche jeweils bis zum Maß der Eindringtiefe des Epoxidharzes geschliffen. Dieser Vorgang wurde mehrmals wiederholt, wobei die Körnung der Diamantschleifscheibe stetig reduziert wurde. Aufgrund der Trocknungszeit des Epoxidharzes (ca. 24 h im Ofen bei ca. 50°) benötigt dieser Vorgang einige Tage. Im letzten Schritt wurde die Oberfläche mit Diamanten mit Durchmesser 1 μm und einem ölhaltigen Schmiermittel für ca. 4-6 h poliert bis die Probendicke exakt 35 μm betrug (unter 1-2 μm Toleranzdifferenzmaß über die gesamte Probenlänge von 30 mm).

5.5 Defekt- und Luftporenanalyse

Wie die Ergebnisse aus dem *MICS* Projekt (siehe Kap. 2.2.3) zeigen, sind für Proben, die in Mikrogravitation erstarren, höhere Porositäten zu erwarten. Da das Porensystem erheblichen Einfluss auf die

Eigenschaften des Festbetons hat [137–140], sind die Poren möglichst vollumfänglich zu erfassen. Die Poren unterteilen sich in geschlossene und offene Poren und werden je nach Größe in unterschiedliche Klassen eingeteilt [137]:

Größenbereich	Größenskala	Porenart
Mikrobereich	Nanometer	Gelporen
Mesobereich	Mikrometer	Kapillarporen
Makrobereich	Millimeter	Luftporen und Verdichtungsporen

Je nach Quelle unterscheiden sich die absoluten Größen der Porenarten. Die aufgrund ihrer Vernetzung insbesondere für die Festigkeit entscheidenden Kapillarporen können im Bereich ab ca. 10-100 nm bis ca. 5-10 μm angenommen werden [59; 141; 142] Um den gesamten Größenbereich der Poren zu detektieren, müssen verschiedene Analyseverfahren angewendet werden (vgl. Anders [143]). Die hier verwendeten und optimierten Analysenmethoden (siehe Tab. 5) sind geeignet, um das offene Porensystem ab weniger Nanometer bis hin zu mehreren Millimetern zu erfassen.

Tab. 5: Angewendete Verfahren zur Luftporenanalyse

Methode	Porenbestimmung
Bestimmung der Gesamtporosität über die Roh- und Skelettdichte bzw. Tauchwägung	Gesamtporosität des offenen Porensystems
Ultraschallmessung	Identifizierung lokaler, großer Defekte
Computertomographischer Scan	Poren ab 96 μm (bei 39 μm Auflösung) Poren ab 72 μm (bei 22 μm Auflösung) Poren ab 5 μm (bei 0,6 μm Auflösung)
Luftporenauszählung an Betonscheiben	Poren ab 5-20 μm
Quecksilberdruckporosimetrie	Poren von 3,6 nm bis ca. 112 μm
Durchlichtmikroskopie	Transmission: Poren ab 1 μm Ultraviolett: Gefügedichtheit ab einiger nm

5.5.1 Bestimmung der Gesamtporosität

Die Porosität (P) wurde mit zwei unterschiedlichen Verfahren ermittelt. Beim Verfahren nach *Locher* [59] wird die Porosität über die Roh- (ρ_r) und Skelettdichte (ρ_s) mit folgender Gleichung berechnet:

$$P = 1 - \frac{\rho_r}{\rho_s} \quad [-] \quad (\text{GL 5-1})$$

Für die Rohdichte nach *DIN 66137-1* [144] wird die Masse und das Rohvolumen benötigt. Die Masse wurde über Wägung nach dem Ausschalen und nach dem Trocknen bestimmt (Genauigkeit 0,01 g). Das Rohvolumen beinhaltet das Feststoffvolumen und das vollständige Porenvolumen. Für Probekörper aus Beton auf Grundlage von *DIN 12390-7* [145] werden die Ist-Maße der Probe bestimmt und das Volumen berechnet.

Zur Ermittlung der Skelettdichte wird nach *DIN 66137-1* [144] das Feststoffvolumen inklusive des Volumens der geschlossenen Poren verwendet. Dieses Skelettvolumen lässt sich über das Pyknometer-Verfahren ermitteln [146]. Etwa 5-6 g einer trockenen Probe wurden zu Bruchstücken zerkleinert, grob gemahlen und mit einer Laborwaage gewogen (Genauigkeit 0,01 mg). Die Probe wurde in den Probenzylinder des Pyknometers der Firma *Porotec (Pycnomatic-ATC)* gelegt und die Messung gestartet. Unter Verwendung von Helium wurde nach ca. 20 Minuten aus 4 Messungen die mittlere Skelettdichte über das Gesetz von *Boyle-Mariotte* ermittelt.

Zusätzlich wurde zur Kontrolle das Volumen der Probekörper über eine Tauchwägung nach dem *Archimedes*-Prinzip ermittelt. Die Tauchwägung ist insbesondere bei unregelmäßiger Geometrie genauer, allerdings werden die Porenbereiche, die keinen Auftrieb erzeugen, bei der Bestimmung des Volumens nicht berücksichtigt. Bei Proben mit hoher Porosität bzw. mit großen, offenen Fehlstellen entspricht das ermittelte Volumen nicht dem Rohvolumen. Im *MASON* Projekt wurden alle Tauchwägungen mit Isopropanol durchgeführt und die Probekörper im gesättigten Zustand gewogen.

Beim zweiten Verfahren, dem Standardverfahren nach *ASTM C1754* [147], wird für die Ermittlung der Porosität (P) wie zuvor das Trockengewicht (m_d) und das Volumen (V) der Probe (aus Ist-Maßen bestimmt) benötigt. Zudem werden aus der Tauchwägung das Gewicht unter Auftrieb (m_s) und die Dichte des Fluides (ρ_f) verwendet:

$$P = 1 - \frac{m_d - m_s}{\rho_f * V} \quad [-] \quad (\text{GL 5-2})$$

Grundsätzlich ist das Verfahren nach *Locher* genauer, allerdings ist die Bestimmung der Skelettdichte sehr zeitintensiv, weshalb nicht von jeder Probe eine Messung durchgeführt werden konnte. Daher werden die ermittelten Werte der Porosität nach *ASTM C1754* als zusätzliche Kontrolle verwendet.

Unabhängig vom Verfahren werden bei den Ist-Maßen wie in Abb. 28 dargestellt zwei Varianten unterschieden. Mit den ideellen Außenflächen werden Proben des gleichen Typs zusätzlich unter dem gleichen Volumenansatz verglichen (siehe Kap. 7.3).



Abb. 28: Ideelle Außenfläche (links) und tatsächliche Außenfläche (rechts) einer horizontal erstarrten Probe mit reduzierten Zylinderquerschnitt.

5.5.2 Ultraschallmessung

Mit Ultraschallmessungen nach *DIN EN 12504-4* [148] können lokale Defekte, z. B. große Poren, detektiert werden. Zudem lassen sich mit den Messwerten Rückschlüsse auf die Betonqualität im Hinblick auf Homogenität, Porosität, Härte und Dichte ziehen [149; 150]. Die Ultraschallmessungen wurden am *DLR Köln* mit einem digitalen Oszilloskop (*Picoscope 5000*) und unter Verwendung der *Picoscope 6*-Software durchgeführt. Für die Übertragung dieser Messmethode auf die kleinen *MASON* Prüfkörper wurde ein Verfahren analog zu *Maruyama* [151] angewendet, allerdings unter Verwendung von 1,8-MHz-P-Wellenimpulsen in radialer und longitudinaler Richtung. Radial wurden 24 Messungen (je 8 Messpunkte oben, Mitte, unten, siehe Abb. 29) und in Längsrichtung eine Messung je Betonzylinder durchgeführt. Der Piezo Transducer und Receiver hat einen Durchmesser von ca. 20 mm und wurde mit hochviskosem Silikonöl an der Probe angebracht.

Unter Verwendung eines optimierten Codes⁴ wurden die Wellenformen normalisiert und über jedes Paar entgegengesetzter Transducer-Receiver-Ausrichtungen gemittelt. Anschließend wurde die Schallzeit mit einem Schwellenwert von 0,04 relativ zum Signalmaximum bestimmt. Hohe Schallgeschwindigkeiten deuten auf eine niedrige Porosität hin. Bei einzelnen großen Abweichungen zwischen den Messwerten kann von einem lokalen Hohlraum ausgegangen werden.

Mit den gemessenen Daten der Strecke und Zeit kann die Schallgeschwindigkeit berechnet werden. Aus der Schallgeschwindigkeit (V_s) kann zudem über die Querdehnzahl (ν) und die Dichte (ρ) der dynamische E-Modul (E_{dyn}) mit Gleichung (5-3) bestimmt werden.

$$E_{dyn} = 2 \cdot (1 + \nu) V_s^2 \rho \quad (\text{GL 5-3})$$

Für die Dichte wird die Skelettdichte, die anhand der CT Daten berechnet wurde, verwendet.

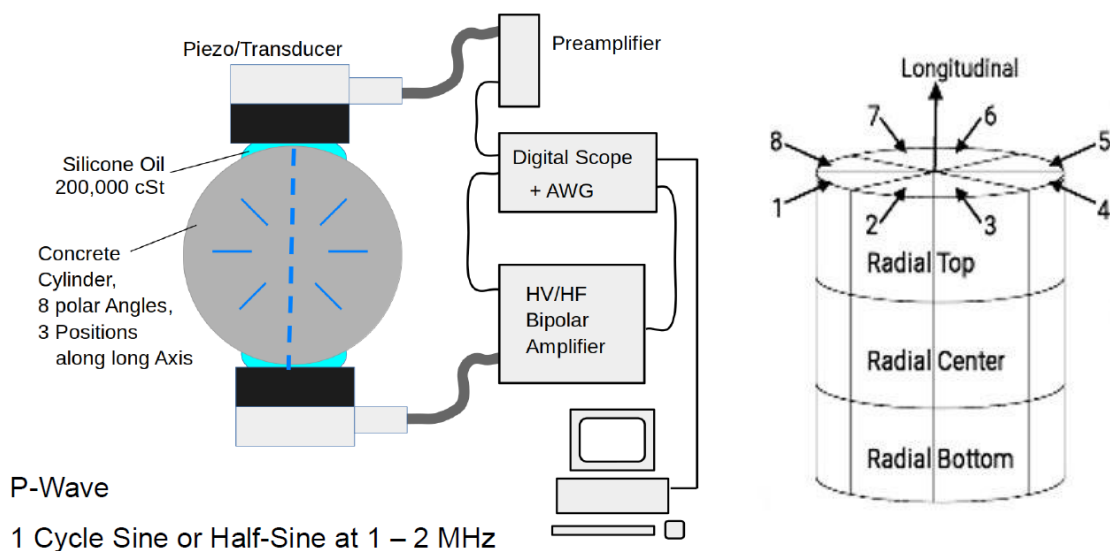


Abb. 29: Versuchsaufbau für die Ultraschallmessungen (links) [152] und Messpunkte (rechts) [109].

⁴ Code entwickelt von Dr. K. Tell, DLR

5.5.3 Computertomographische Scans

Mit der Computertomographie (CT) können digitale dreidimensionale Volumenbilder von Betonproben erstellt werden, mit denen die Identifizierung des Porensystems sowie lokaler Defekte möglich ist. Über die Abbildung der Materialdichte und die Verteilung der Gesteinskörnung können zudem weitere Rückschlüsse auf die Betonqualität gezogen werden. [153]

Das Verfahren der CT basiert auf fächerförmigen Röntgenstrahlen, die ein rotierendes Untersuchungsobjekt in einer definierten Ebene durchstrahlen. Je nach Dichte, Dicke und atomarer Ordnungszahl der untersuchten Materie wird der Strahl weniger oder stärker geschwächt. Über Detektoren werden in Abhängigkeit der auftreffenden Intensität diese Strahlen in elektrische Signale umgewandelt. Über mathematische Transformationen können daraus digitale Schnittbilder berechnet werden, die mit 3D-Pixeln (Voxel) zu Volumengrafiken zusammengesetzt werden können. Die Zylinderprobenform ist optimal für das Standard-CT Verfahren (*Feldkamp*-Methode) geeignet. [154]

Die Auflösung, entsprechend die Voxelgröße des CT-Scans ist abhängig von der Strahlenstärke, dem Abstand der Probe zur Strahlenquelle, der Probengröße und -dichte. Es wurden drei verschiedene CT-Scanner für die Untersuchungen der *MASON* Proben verwendet.

Die ersten Probescans von Betonzylindern aus dem *MCM* wurden am *DLR* mit einem *General Electrics Nanotom 160 NF* mit einer Voxelgröße von 15 μm aufgenommen und zunächst mit der Software *Avizo 9* analysiert. Die Scanzeit beträgt dabei allerdings mehrere Stunden, weshalb nur wenige Proben in kurzer Zeit gescannt werden konnten.

Daher wurde der *Zeiss Metrotom 1500* der *Carl Zeiss IQS GmbH* mit 210 kV Röhrenspannung einer Projektionsanzahl von 3000 und dem Rekonstruktionsalgorithmus nach *Feldkamp* verwendet. Bei einer Scanzeit von ca. 30 Minuten konnte ein Tomogramm entweder von einem Betonzylinder (50 x 30 mm) mit einer Auflösung von 22 μm oder von vier Betonzylindern (50 x 30 mm) mit einer Auflösung von 39 μm erstellt werden. Auch wenn die Auflösung etwas geringer war, wurde aufgrund des besseren Kosten-Nutzen-Verhältnisses letztere Variante gewählt. So konnten an einem Tag 28 Proben gescannt werden.

Bei der Defektanalyse über Schwellwerte mit der Software *VGSTUDIO MAX* [155] der Firma *Volume Graphics GmbH* wird ein ideelles Zylindervolumen angenommen und unter Berücksichtigung eines Mindestvolumens von 8 Voxel können bei 39 μm Voxelgröße alle Poren ab 96 μm erfasst werden. Zu jeder im Scan detektierten Pore werden der Äquivalenzdurchmesser einer ideellen Kugel sowie deren Zentrumskordinaten (x,y,z) ausgegeben. Neben der Gesamtporosität und der Porengrößenverteilung kann die Verteilung der Poren in Längs- und Querrichtung analysiert werden.

Um wesentlich kleinere Poren detektieren zu können, wurden zudem Probemessungen am *European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)* in Grenoble durchgeführt. Dabei wurden Bruchstücke von Betonproben mit den Maßen 6 x 2 x 2 mm verwendet, so dass eine Auflösung von 0,6 μm erreicht wurde. Damit können Poren ab ca. 5 μm identifiziert werden.

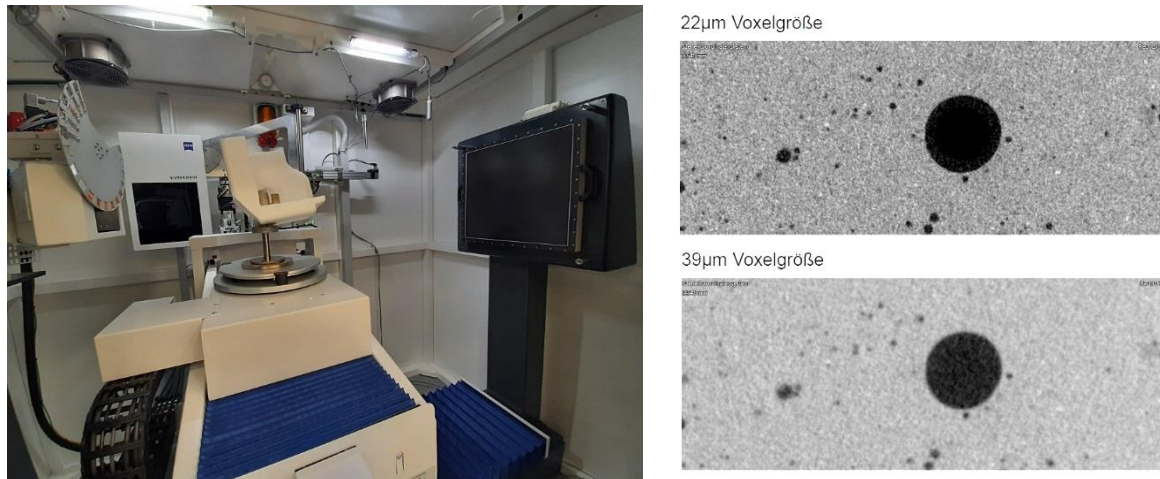


Abb. 30: Kammer des Zeiss Metrotom 1500 mit den MASON Proben (links), Vergleich der Scanauflösung zwischen 22 µm und 39 µm Voxelgröße einer Probe der Mischung N (rechts).

5.5.4 Quecksilberdruckporosimetrie

Die Quecksilberdruckporosimetrie (*mercury intrusion porosimetry, MIP*) ist ein Standardverfahren zur Ermittlung der Porengrößenverteilung von Betonproben [59; 134]. Die Bruchstücke einer Betonprobe mit ca. 1 cm³ Volumen bzw. einer Masse von 1,5 – 2,0 g werden in den Probenbehälter des Porosimeters gegeben und mit Quecksilber gefüllt. Der Druck wird kontinuierlich oder schrittweise gesteigert, um das Quecksilber in die Poren zu drücken. Über den Zusammenhang zwischen Druck (Δp) und Quecksilbermenge können mit der Washburn-Gleichung (5-3) Rückschlüsse auf die Porengrößenverteilung gezogen werden. [156]

$$r_p = \frac{2\gamma \cos \theta}{\Delta p} \quad (\text{GL 5-4})$$

Die Oberflächenenergiedichte γ des Quecksilbers kann zu $\gamma = 0,480 \text{ N/m}$ und der Grenzflächenwinkel θ zu $\theta = 140^\circ$ angenommen werden, um den Porenradius (r_p) einer kreiszylindrischen Pore zu ermitteln [157].

Für die MASON Proben wurden die MIP Messungen mit dem Porosimeter *Pascal 140/440* der Firma *Thermo Scientific Fisher*⁵ nach *DIN-ISO 15901-1* [158] durchgeführt, mit dem über eine Nieder- und Hochdruckeinheit ein maximaler Druck von 400 MPa aufgebracht und damit Poren ab 3,6 nm bis maximal 112 µm Durchmesser erfasst werden konnten. Unter Berücksichtigung der Limitationen der Messmethode, wie des Flaschenhals-Effektes und der irreversiblen Veränderung der Porenstruktur nach der Messung [134; 159; 160], ist die MIP insbesondere für vergleichende Untersuchungen zur Porengrößenverteilung von Betonproben geeignet [161].

⁵ Messungen durchgeführt vom Zentrum für Brennstoffzellentechnik (ZBT)

5.5.5 Luftporenauszählung

Zunächst wurden die Luftporenkennwerte nach dem Sehnenmessverfahren von *Bonzel* [162], das auch in der *DIN EN 480-11* [163] Anwendung findet, ermittelt. Abweichend wurde nicht eine Länge von 2400 mm des Probekörpers untersucht, sondern jeweils zwei vollständige Querschnittsflächen eines Zylinders mit $d = 30$ mm und $A = 707$ mm². Während 544 Scheiben nach diesem Verfahren ausgezählt wurden, wurde die Methode schrittweise optimiert, um mehr Proben in kürzerer Zeit analysieren zu können (siehe Tab. 6). Im ersten Schritt konnten durch den Einsatz von *CAD* Maße und Flächen schneller ermittelt und dokumentiert werden [164]. Mit Nutzung zunächst einer hochauflösenden Kamera und später eines Scanners (ähnlich [165]) wurden die Aufnahmen der Probenscheiben beschleunigt [166]. Bei der Verwendung des Scanners lag der Vorteil darin, dass die Probenseiten nicht mehr planparallel sein mussten, da die Probe mit der zu untersuchenden Seite direkt auf das Auflichtglas gelegt wurde. Eine erhebliche Zeitersparnis wurde durch den Einsatz der automatisierten Bildauswertung erzielt. Im ersten Ansatz sollten die Poren bei einer nur geschliffenen Probenscheibe erfasst werden. Über die Histogrammdateien und Helligkeitsunterschiede zwischen Poren und Zementstein konnten für Zementleimproben mit einem in *matlab* entwickelten Code⁶ Poren in wenigen Sekunden ermittelt werden, jedoch musste der Schwellwert *Threshold* je nach Probe kontrolliert und angepasst werden. Bei Proben mit Zuschlägen, insbesondere dem dunklen *EAC-1A* Regolith, war diese Methode nicht anwendbar. Der zweite Ansatz über eine Kantenerkennung der Poren erwies sich als sehr rechenintensiv (bis zu 120 min Dauer) und ungenau. Eine alternative Probenpräparation mit Verfüllen der Poren mit gefärbtem Epoxidharz (vgl. [134]) zeigte zwar gute Ergebnisse, erforderte jedoch eine erheblich längere Zeit für die Probenpräparation.

Tab. 6: Vergleich verschiedener Verfahren für die Ermittlung von Luftporenkennwerten an einer Querschnittsfläche ($A = 707$ mm²) einer Zementleimprobe

Methodik	Dauer der Probenpräparation	Dauer der Auswertung	Dauer insgesamt
Manuelle Erfassung nach <i>Bonzel</i> am Lichtmikroskop	ca. 10 - 15 min	ca. 60 - 120 min	70 - 135 min.
Manuelle Erfassung nach <i>Bonzel</i> am Lichtmikroskop mit <i>CAD</i>	ca. 10 - 15 min	ca. 45 - 105 min	55 - 120 min.
Manuelle Erfassung nach <i>Bonzel</i> mit Scanner und <i>CAD</i>	ca. 5 - 10 min	ca. 40 - 100 min	45 - 110 min.
Automatisierte Erfassung (geschliffene Betonoberfläche)	ca. 5 - 10 min	ca. 5 - 120 min	10 - 130 min.
Automatisierte Erfassung (gefärbte Betonoberfläche)	ca. 10 - 15 min	ca. 1 - 2 min	11 - 17 min.

⁶ Code entwickelt von *B. Sprenger, IfM*, modifiziert von *J. Müller, IfM*

Final wurde das automatisierte Verfahren analog zu *Jakobsen* [167] angewendet, dass in *Fonseca* [168] detailliert beschrieben wird. Die Oberflächen der geschliffenen Proben wurden dazu mit einem Permanentmarker (*Edding 850*) schwarz eingefärbt. Nach kurzer Trocknungszeit wurde die Probe in weißes Bariumsulfatpulver mit mittlerer Korngröße von ca. 2 µm gedrückt und gedreht, um die Poren mit dem Pulver zu füllen. Das überschüssige Pulver wurde mit einem Silikonspachtel entfernt. Die so präparierte Probe wurde im Scanner (*Epson Perfection V600*) mit der Software *Epson Scan* bei 3200 dpi gescannt und im Format *png* gespeichert. Die Auswertung des gescannten Bildes über den am *IfM* entwickelten matlab Code dauerte nur wenige Sekunden und es wurden der Porengehalt und die Verteilung über die Querschnittsfläche ausgegeben. Zudem wurde ein Bild mit den erfassten Poren erstellt. Auf Grundlage von [168; 169] wurden für den *Threshold* Werte von 75-95 angesetzt, die im Rahmen der Validierung über die manuelle Auszählung der Luftporen bestätigt wurden. Dazu wurden Mikroskopieaufnahmen (*Keyence VHX-7000N*) der präparierten Flächen erstellt, um die Genauigkeit des Verfahrens zu prüfen (siehe Abb. 31).

Geringe Abweichungen zur manuellen Auszählung sind auf Defizite bei der Probenpräparation zurückzuführen [170]. Wenn Pulverpartikel nicht vollständig von den porenfreien Flächen entfernt wurden oder die Deckkraft des schwarzen Markers schwankt, wird ein zu hoher Porengehalt ermittelt. Um diese Effekte trotz sorgfältiger Probenpräparation auf ein Minimum zu reduzieren, wurde eine Mindestgröße von 20 µm für die Porenerkennung eingeführt.

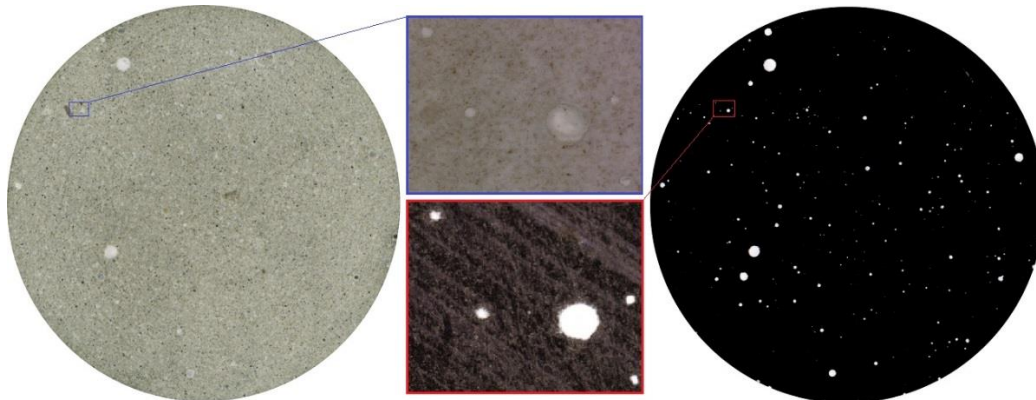


Abb. 31: Geschliffene Probenscheibe (links), vergrößerter Ausschnitt geschliffen (Mitte oben) und präpariert (Mitte unten), präparierte Probenscheibe (rechts).

5.6 Druckfestigkeitsprüfungen

5.6.1 Allgemeines

Die Druckfestigkeit von Beton ist die wichtigste mechanische Kenngröße und wird definiert durch die maximal aufnehmbare Druckspannung eines Betonprobekörpers vor dem Bruchversagen. Dem Bruch gehen Risse voraus, die durch die Porosität im Beton, insbesondere der vernetzten Kapillarporosität,

begünstigt werden [59]. Nach *Luping* [138; 171] steht zunächst die gesamte Querschnittsfläche für den Lastabtrag zur Verfügung und wird mit jedem Defekt schrittweise verkleinert bis die kritische Fläche erreicht ist, die die Last nicht mehr abtragen kann. Je größer der Defekt, desto größer wird die Restfläche reduziert. Daher haben beispielsweise lokale größere Poren einen größeren Einfluss auf die Festigkeit als viele kleine Poren. [172]

Bei der Bestimmung des Einflusses der Mikrogravitation auf die Druckfestigkeit wurde bei den *MASON* Proben die Festigkeit erstmalig im makroskopischen Bereich an Zylinderprobekörpern untersucht. Dazu werden die klassischen Methoden im Betonbau wie uniaxialer Kompressionstests nach *DIN EN 12390-3* [173] und Bestimmung der Rückprallzahl nach *DIN EN 12504-2* [174] sowie Tastversuche zur Kleinlasthärte [175] angewendet.

5.6.2 Uniaxiale Kompressionstests

Die Druckfestigkeiten der Zylinderproben werden über zerstörende, uniaxiale Kompressionstests nach *DIN EN 12390-3* [173] ermittelt. Die für die Zylinder verwendete Prüfeinrichtung nach *DIN EN 12390-4* [176] hat eine Maximallast von 300 kN und ist in Abb. 32 dargestellt. Der Probekörper wird zentrisch auf die Druckplatte gestellt und mit einer Geschwindigkeit von $0,6 \pm 0,2$ N/mm²/s bis zum Bruch belastet. Aus der Bruchlast (F) und der Querschnittsfläche der Probe (A_c) kann die Druckfestigkeit (f_c) berechnet werden:

$$f_c = \frac{F}{A_c} \quad (\text{GL 5-5})$$



Abb. 32: Verwendete Druckprüfmaschine der Firma *Walter & Bai* für die Zylinderproben (links)⁷ und der Firma *Shimadzu* für die Würfel mit 10 mm Kantenlänge (rechts).

Aufgrund der kleinen Probekörpergrößen und zu erwartenden niedrigen Bruchlasten wurden die Belastungsgeschwindigkeiten zunächst in Schritten von 0,1 zwischen 0,4 bis 0,8 N/mm²/s variiert. Bei höheren Belastungsgeschwindigkeiten zeigten sich tendenziell höhere Streuungen in den Bruchlasten,

⁷ Foto *Jannik Hoppe*, ehemals *IfM*

daher wurde die gleiche niedrige Belastungsgeschwindigkeit wie für die kleinen Proben im *UpCement* Projekt [177] verwendet: 0,5 N/mm²/s.

Für die kleinen Würfel mit 10 mm Kantenlänge wurde die Kleinlast-Prüfmaschine (max. 20 kN) der Firma *Shimadzu* (siehe Abb. 32) verwendet, die aufgrund der sehr genauen Steuerung und sensiblen Anfahrlast optimal für Proben dieser kleinen Größe geeignet ist. Für diese Proben wurde ebenfalls die Belastungsgeschwindigkeit von 0,5 N/mm²/s eingestellt.

5.6.3 Versuche zur Kleinlasthärte und Rückprallzahl

Mit der Kleinlast- bzw. Vickershärte-Prüfung nach *DIN ISO 6507-1* [175] können über die Oberflächenhärte Rückschlüsse auf lokale Druckfestigkeiten von metallischen Werkstoffen gezogen werden. Die Anwendung im Betonbau ist möglich [178] und wurde für die *MASON* Proben in Anlehnung an *Rhau* [90] durchgeführt. Der Stanzkegel wird mit einer definierten Last (z.B. 9,81 N) in die Oberfläche der Probe hineingedrückt und anschließend vermessen. Mit dem Lichtmikroskop (*Keyence VHX-7000N*) können die Flächen der Prüfeindrücke bestimmt und daraus die Härte bzw. die Druckfestigkeit berechnet werden.

Zunächst wurden Tastversuche an Schnittflächen von 20 Zylinderproben aus Zementleim (*N*) durchgeführt. Dabei zeigten sich erhebliche Vorschädigungen an den Proben. Zum einen wurde Risse sichtbar, die von den Prüfeindrücken ausgingen, und zum anderen kam es bei vier Zylindern zu Abplatzungen am Probenrand. Daraufhin wurden 10 Scheiben mit Dicke von ca. 3-5 mm, die auch für die Luftporenauszählung verwendet wurden, für die Härteprüfung verwendet. Aufgrund der schwarz gefärbten Oberflächen waren die Prüfeindrücke so klar erkennbar, dass die Maße der Prüfeindrücke schneller über Scanaufnahmen (*Epson Perfection V600*) erfasst werden konnten. Allerdings kam es auch hier zu Brüchen der Scheiben (2 von 10) und die ermittelten Werte wiesen zudem erhebliche Streuungen auf (50 bis 450 N/mm²). Daher wurde das Verfahren nicht für die weiteren *MASON* Proben angewendet.

Versuche mit dem Rückprallhammer zur Bestimmung der Rückprallzahl nach *DIN EN 12504-2* [174] an 10 Zylinderproben aus Zementleim (*N*) führten zum direkten Bruch von 8 Proben und daher wurde dieses Verfahren ebenfalls nicht angewendet.

5.7 Durchlichtmikroskopie an Dünnschliffen

Um das Mikrogefüge der hergestellten 35 µm dicken Dünnschliffe zu untersuchen, wird das Durchlichtmikroskop (*Zeiss Axio Imager.M2m*⁸) mit drei verschiedenen Beleuchtungseinstellungen verwendet (siehe Abb. 33):

⁸ Mikroskopiert durch Dr. M. Böhm, VDZ Technology gGmbH (VDZ)

- Durchlicht im visuellen Spektrum (*transmitted light, TL*),
- Durchlicht bei gekreuzten Polarisatoren (*circularly polarised light, CPL*), zirkulare Polarisation; Strahlengang: Lichtquelle - linearer Polfilter - Lambda-Viertel-Platte - Probe - Lambda-Viertel-Platte - linearer Polfilter – Kamera,
- Auflicht im ultravioletten Spektrum (*ultraviolet light, UVL*), Strahlengang: Lichtquelle - Strahlenteiler - Bandpassfilter (450-490 nm), Probe mit Fluoreszenzfarbstoff - Strahlenteiler - Tiefpassfilter (> ca. 515 nm) - Kamera).

Die Aufnahmen sind jeweils aus 725 (25x29) bzw. 750 (25x30) einzelnen Bildern zusammengesetzt und wurden mit einem 10x-Objektiv, einer *Zeiss Leuchte microLED 3* (Farbtemperatur 5700 K) und der *Zeiss Mikroskopie-Kamera Axiocam 705 color* aufgenommen.

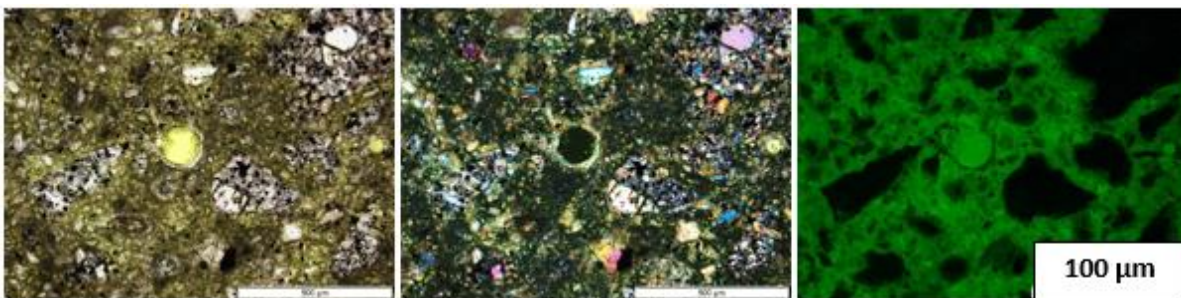


Abb. 33: Durchlichtmikroskopie einer Probe der MASON Mischung N-R: TL (links), CPL (Mitte), UVL (rechts).

Im *TL* können die Probenbestandteile, wie unhydratisierte Zementpartikel, Gesteinskörnungen, Poren sowie Risse und Hydratationsprodukte, insbesondere verschiedene Klinkerphasen, identifiziert werden [179–181]. Die zu unterscheidenden Klinkerphasen sind Tricalciumsilicat (*Alit/C₃S*), Dicalciumsilicat (*Belit/C₂S*), Calciumaluminatferrit (*Aluminatferrit, C₄AF*), Tricalciumaluminat (*Aluminat/C₃A*), Calciumoxid (*CaO*) und Magnesiumoxid (*Periklas, MgO*).

Die *CPL* ist eine Sonderform der gekreuzten Polarisation (*XPL*), bei der die Interferenzfarbe von anisotropen Mineralien über Doppelbrechung in Abhängigkeit der Dicke visualisiert wird [182]. Über die *Michel-Lewy* Tafel können die Mineralien je nach Dicke und Farbe ermittelt werden. Für zementhaltige Proben ist die *CPL* besonders gut geeignet, um Portlandit (Calciumhydroxid, *Ca(OH)₂* bzw. CH) zu identifizieren, das bei 35 µm Dicke einen roten Farbton aufweist.

Aufgrund der im Epoxidharz enthaltenen fluoreszierenden Farbe können im *UVL* über die Helligkeit direkt Rückschlüsse auf die Gefügedichte gezogen werden [179]. Sehr dichte Zuschläge oder Zementpartikel sind dunkel, während poröse Bereiche im Zementstein hell sind.

6 Voruntersuchungen und Festlegung der Rotationsgeschwindigkeiten des Klinostaten

6.1 Allgemeines

Parallel zur Entwicklung des *MCMs* wurden ca. 5000 Probekörper im Rahmen von Voruntersuchungen hergestellt, um die Zusammensetzungen und -geometrie sowie die Untersuchungsmethoden zu optimieren. Durch die intensiven Vorarbeiten konnten Fehler während der experimentellen Untersuchungen minimiert und ein optimaler Vergleich der zu untersuchenden *MASON* Proben erreicht werden. Da zum einen die Anzahl an *MCMs* limitiert war und zum anderen ein Mischer benötigt wurde, bevor die Hardware fertig entwickelt war, wurde der Beton im Labormischer hergestellt und in Kunststoffschalungen der gleichen Geometrie wie des *MCMs* gefüllt.

6.2 Probengeometrie

Die Verwendung von Proben mit genormten Maßen nach *DIN EN 12390-1* [183] waren aufgrund der hohen Transportkosten zur *ISS* und der dadurch geringen verfügbaren Gesamtmasse für die *ISS* Experimente nicht möglich. Es sollten sowohl mit dem *MCM* als auch mit dem Labormischer Betonprobekörper erstellt werden können, mit denen der Einfluss der Schwerkraft auf die Betoneigenschaften (siehe Kap. 2.3) untersucht werden konnten. Für die Formfindung der Geometrie waren folgende Aspekte zu beachten:

- a) Die Probe sollte eine definierte Probekörperform mit definiertem Volumen haben, mit welcher die mechanischen Materialeigenschaften eines Betons bestimmt werden können.
- b) Bei gleichem Volumen und identischer Geometrie der μg - und $I g$ -Proben wäre eine optimale Vergleichbarkeit gewährleistet.
- c) Die Probe sollte möglichst klein sein, um *Upload*- und *Download*masse so gering wie möglich zu halten.

- d) Die Probe musste sowohl vom Astronauten als auch im Klinostaten im *MCM* sowie im Labormischer herstellbar sein.
- e) Die Prüfergebnisse der Proben mussten aussagekräftig bleiben.

Aufgrund dieser Bedingungen wurde die Zylinderform als Probenkörperform gewählt. Um geeignete Abmessungen zu ermitteln, wurden umfangreiche Voruntersuchungen durchgeführt, um sicherzustellen, dass insbesondere für die Druckfestigkeit aussagekräftige Ergebnisse erzielt werden konnten. In dem Forschungsvorhaben *UpCement* [177] der *UDE* wurden kleine Zylinder mit 40, 30, 20 und 10 mm Durchmesser und doppelter Länge hergestellt und untersucht. Es zeigt sich, dass mit allen Größen grundsätzlich reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden konnten. Allerdings nahm bei stetiger Reduzierung der Probengröße die Streuung der Ergebnisse zu [184].

Aufgrund der Abmessungen der Befestigungsstruktur an dem zunächst verwendeten Klinostaten des *DLR* (siehe Kap. 3.3) ließen sich Proben mit einem maximalen Durchmesser von 30 mm realisieren. Da die Druckfestigkeitsuntersuchungen mit dieser Probengröße reproduzierbare und aussagekräftige Ergebnisse zeigten (siehe auch [164; 166]), wurde dieser Durchmesser für alle Untersuchungen gewählt. Zunächst wurde eine Länge im normgerechten Verhältnis von 2:1 mit 60 mm anvisiert. Es zeigte sich aber, dass die Länge im *MCM* im Hinblick auf eine homogene Herstellbarkeit begrenzt war. Um eine sinnvolle Länge der Probekörper zu bestimmen, wurden aus drei Mischungen (*R*, *R-QS*, *R-SS*, siehe Kap. 6.3) je 20 Zylinder mit 30 mm Durchmesser und 100 mm Länge hergestellt. Aus diesen wurden zwei Zylinder mit 30 und 60 mm Länge geschnitten und anschließend daran die Druckfestigkeiten nach 1 und 7 Tagen bestimmt. Die Festigkeiten und Bruchbilder waren nahezu identisch, weshalb die kürzere Länge mit 30 mm gewählt wurde. Zylinderproben mit $L/H = 1/1$ finden sich auch in *DIN EN 12504-1* [185] als Probekörper aus Bohrkernen. Die Gesamtprobenlänge wurde zu ca. 50 mm gewählt, so dass über Trennschnitte (vgl. Kap. 5.4.1) der Probekörper in einen 30 mm Zylinder für die Druckfestigkeitsprüfung und zusätzliche Scheiben für die Mikroskopie und Luftporenzählung aufgeteilt wurde.

Um die verwendete Probekörpergeometrie mit normgerechten Proben vergleichen zu können, wurden aus einer Mischung sowohl die *MASON* Zylinder als auch Prismen nach *DIN EN 196-1* [128] hergestellt und verglichen. Je nach Mischungstyp (siehe nächsten Abschnitt) liegt die Festigkeit der Zylinder bei ca. 60 – 70 % der Festigkeit der Prismen (vgl. *Hoppe* [186]).

6.3 Mischungszusammensetzungen

Für die Mischungsbestandteile wurden zwei Zementsorten gewählt, die sich in zwei wesentlichen Aspekten unterscheiden: Der Portlandzement *CEM I 52,5 R* ist ein sehr fein gemahlener Zement mit hoher Nennfestigkeit und schneller Erhärtungsdauer (*R = rapid*). Der Portlandzement *CEM I 42,5 N* ist dagegen ein „Standardzement“ mit durchschnittlicher Nennfestigkeit und normaler Erhärtungszeit (*N =*

normal). Die Eigenschaften der Zemente sind ausführlich im Anhang A1 aufgeführt. Es wurden jeweils 10 Mischungen mit beiden Zementsorten mit verschiedenen Zuschlägen und Zusatzmitteln entworfen.

Für die Mischungen der Zementleimproben wird der Zement ausschließlich mit Wasser vermischt. Aufgrund der Wiederaufbereitung des Wassers auf der *ISS*, schwankt die Wasserqualität und -zusammensetzung erheblich und ist sehr mineralstoffarm. Daher wurde vom Institut für Luft- und Raumfahrtmedizin des *DLR* ein Wasser mit ähnlichen, sehr mineralstoffarmen Eigenschaften (Leitwert maximal $6 \mu\text{s/cm}$) in ausreichender Menge (300 Liter Wassertank) bereitgestellt und für alle *MASON* Betonmischungen verwendet.

Es wurden drei verschiedene Gesteinskörnungen als Zuschläge gewählt. Die erste Gesteinskörnung ist der *CEN-Normsand*, bestehend aus natürlichen, quarzreichen Sanden, gemäß *DIN EN 196* [128] mit der Korngröße 0 – 2 mm (siehe Anhang A2). Die Sieblinie des Normsandes (*Standard Sand, SS*) ist weit gestuft sowie standardisiert und entspricht im Wesentlichen der Verteilung von Zuschlägen, die von der Bauindustrie für Betone verwendet werden. Zudem wurde Quarzsand (*QS*) mit definierter Korngröße von 0 – 0,5 mm verwendet, um die Auswirkungen der Klinostatrotation gezielter erfassen zu können (siehe Anhang A2). Als dritter Zuschlag wurde *EAC-1A Regolith (R)* verwendet, ein Mondgestein-Simulat, das sehr ähnliche Eigenschaften zum Mond-Regolith aufweist [187]. Die Verwendung von Regolith ist insbesondere hinsichtlich der Exploration und einer möglichen in-situ-Nutzung von Gesteinskörnung auf dem Mond relevant. Die Korngröße des *EAC-1A Regolith* beträgt 0 – 1 mm, wobei der Feinanteil sehr hoch ist (siehe Anhang A2).

Als Betonzusatzmittel wurden Luftporenbildner (*Air-Entraining Agent, AEA*, Anhang A3) und Fließmittel (*Superplastiziser, SP*, Anhang A3) hinzugegeben. Durch den Einsatz der Zusatzmittel können Unterschiede zwischen den μg - und *Ig*-Proben detailliert herausgearbeitet werden. Mit dem Luftporenbildner werden zusätzliche Poren im Beton geschaffen und die Porenverteilung kann optimal analysiert werden. Aufgrund der Zugabe von Fließmittel kommt es unter Schwerkraftbedingungen zu stark ausgeprägten Entmischungseffekten, wie der Sedimentation der schweren Partikel und der Auftrieb der Luftblasen, während in Mikrogravitation eine andere Verteilung der Inhaltsstoffe erwartet wird. Zudem liegen bisher keine Erkenntnisse zur Wirksamkeit dieser Zusatzmittel in einer Mikrogravitationsumgebung vor.

Die Mischungszusammensetzungen und Bestandteile mussten frühzeitig zur Prüfung zum *NASA Toxikologen* geschickt werden. Da zu diesem Zeitpunkt die Hardware lediglich in Form von 3D-Druck Prototypen als Entwurf vorlag, wurden zunächst kleine Mengen der verschiedenen Mischungen von Hand in kleinen Bechern angemischt, um den Wasseranspruch abzuschätzen. Danach wurden im Rahmen von Voruntersuchungen Mischungen von ca. 1 Liter im elektrisch betriebenen Labormischer hergestellt, die Konsistenz überprüft und in die Rohrschalung gefüllt. Nach 7 Tagen wurde die Druckfestigkeit analog zu *DIN EN 12390-3* [173] ermittelt. Da die Ergebnisse zufriedenstellend waren, wurden die Mischungen für die Anwendung im *MCM* angepasst und optimiert, um homogene Mischungsergebnisse erzielen zu können. Die Zusammensetzungen aller 20 Mischungen sind in Tab. 7 aufgelistet. Für die 1 Liter Mischungen im Labormischer wurden die Massen 25 bis 30-fach erhöht.

Tab. 7: Mischungszusammensetzungen aller MASON Mischungen

Zement CEM I 52,5 R								
Kit	Name	Zuschlag	Zusatz- mittel	Zement	Wasser	Zuschlag	w / z	Zusatz- mittel
				[g]	[g]	[g]		[%]
10	R	-	-	54	21,5	0	0,40	-
9	R-SS	SS	-	17	11,5	51	0,68	-
5	R-QS	QS	-	22	11	44	0,50	-
12	R-R	R	-	22	15,5	44	0,70	-
19	R-SP	-	SP	54	15,5	0	0,29	5,26%
11	R-QS-SP	QS	SP	22	8,5	44	0,39	8,33%
7	R-R-SP	R	SP	22	10,5	44	0,48	7,14%
18	R-AEA	-	AEA	54	21	0	0,39	4,00%
14	R-QS-AEA	QS	AEA	22	11	44	0,50	4,00%
15	R-R-AEA	R	AEA	22	15	44	0,68	4,00%
Zement CEM I 42,5 N								
Kit	Name	Zuschlag	Zusatz- mittel	Zement	Wasser	Zuschlag	w / z	Zusatz- mittel
6	N	-	-	54	19	0	0,35	-
2	N-SS	SS	-	17	11,5	51	0,68	-
1	N-QS	QS	-	22	11	44	0,50	-
3	N-R	R	-	22	15,5	44	0,70	-
20	N-SP	-	SP	55	15,5	0	0,28	5,26%
17	N-QS-SP	QS	SP	22	8,5	44	0,39	8,33%
16	N-R-SP	R	SP	22	10,5	44	0,48	7,14%
13	N-AEA	-	AEA	54	19	0	0,35	4,00%
4	N-QS-AEA	QS	AEA	22	11	44	0,50	4,00%
8	N-R-AEA	R	AEA	22	15	44	0,68	4,00%

Zuschläge: SS = Standard Sand (Normsand), QS = Quarzsand, R = EAC-1A Regolith

Zusatzmittel: SP = Superplastizier (Fließmittel), AEA = Air-Entraining Agent (Luftporenbildner)

Zusatzmittel [%] Prozentgehalt bezogen auf die Flüssigkeitsmenge

Jeder Mischung im MCM für die ISS wurde 2,5 ml Wasser zusätzlich hinzugegeben, da dies dem Volumen der zu durchströmenden Komponenten vom Spritzenausgang bis zum Ende des *mixers* entsprach. Die Menge vom SP wurde zu 1 ml gewählt. Bezogen auf den Zementgehalt ist dies eine deutliche Überdosierung, aber aufgrund der kleinen absoluten Mengen, der geringen Mischenergie und der Möglichkeit, dass Anteile des Zusatzmittels z.B. im Schlauch verbleiben, konnte so sichergestellt werden, dass eine ausreichende Menge des SP wirksam im Frischbeton vermischt wird. Gleiches gilt für den AEA, jedoch wurde dort die maximal zulässige Konzentration vom NASA Toxikologen auf 4% der Flüssigkeitsmenge vorgegeben. Andernfalls wäre die Einordnung in THL 2 erfolgt. Daher ist für alle Mischungen mit AEA die Konzentration mit 4% gleich, aufgrund der unterschiedlichen Wassermengen sind die absoluten Mengen an AEA jedoch unterschiedlich.

6.4 Packungsdichte

Von den Mischungsbestandteilen wurden die Packungsdichten über den Wasseranspruch nach *Punkte* gemäß *DAfStb Richtlinie Selbstverdichtender Beton (Rili SVB)* [188] bestimmt. Die Trockenmasse betrug jeweils 100g bestehend aus den Mischungsanteilen analog zum Verhältnis der *MASON* Mischungen aus Tab. 7. Mit dem Verfahren wird die erforderliche Wassermenge, die zur Füllung der Hohlräume erforderlich ist, ermittelt und daraus die Packungsdichte bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tab. 8 dargestellt.

Tab. 8: Packungsdichte nach dem *Punkte*-Verfahren

Bestandteile	Zement [g]	Zuschlag [g]	Packungs- dichte [Vol. %]
R-Zement			
<i>R</i>	100,00	0,00	53,96
<i>R-SS</i>	25,00	75,00	59,71
<i>R-QS</i>	33,33	66,66	54,10
<i>R-R</i>	33,33	66,66	50,09
N-Zement			
<i>N</i>	100,00	0,00	56,93
<i>N-SS</i>	25,00	75,00	60,89
<i>N-QS</i>	33,33	66,66	54,93
<i>N-R</i>	33,33	66,66	50,97
Zuschläge			
<i>SS</i>	0,00	100,00	73,38
<i>QS</i>	0,00	100,00	60,65
<i>R</i>	0,00	100,00	47,36

Die Packungsdichte ist abhängig von der Korngrößenverteilung und der Kornform. Je höher der feine Partikelanteil ist, desto geringer ist die Packungsdichte [189]. Daher ist die Packungsdichte beim *R*-Zement entsprechend geringer als beim *N*-Zement. Bei den Gesteinskörnungen weist der weitgestufte *Normsand* die höchste Packungsdichte auf, während beim *EAC-IA* Regolith mit hohem Feinanteil die niedrigste Packungsdichte ermittelt wurde. Bei den Gemischen aus Zement und Gesteinskörnung sind die Packungsdichten unabhängig von der Zementart für die jeweilige Gesteinskörnung sehr ähnlich. Die Kenntnis der Packungsdichte ist unter anderem notwendig, um die Viskosität des Zementleims rechnerisch abzuschätzen.

6.5 Vorhersage der Viskosität von Zementleim

Für die Vorhersage der Viskosität von Zementleim mittels theoretischer Berechnungsansätze sind in den vergangenen Jahrzehnten verschiedene Berechnungsmethoden entwickelt worden. Nach *Krieger & Dougherty* [190] kann die Viskosität η über

$$\eta = \eta_0 \left(1 - \frac{\phi}{\phi_M}\right)^{-|\eta|\phi_M} \quad (\text{GL 6 - 1})$$

bestimmt werden. Dabei ist η_0 die Viskosität des Ausgangsfluids (für Zementleim entsprechend Wasser), ϕ die Volumenkonzentration des Feststoffs in der Suspension (Phasengehalt), ϕ_M die maximal mögliche Volumenkonzentration des Feststoffs in der Suspension und $|\eta|$ die intrinsische Viskosität. Die maximale Volumenkonzentration ϕ_M kann über die Packungsdichte abgeschätzt werden, die allerdings je nach Scherrate veränderlich sein kann. Die intrinsische Viskosität ist abhängig von der Partikelform und Textur und liegt für Zementpartikel im Bereich von 2,5 bis 11. Nach *Struble* [191] liegt die intrinsische Viskosität für Zement zwischen 4,5 bis 6,8 (im Mittel 5) oder nach *La Rosa* [192] zwischen 4,3 und 6,8 (im Mittel 5,7). Die Berechnungsgleichungen nach *Roscoe* [193] und *Mooney* [194] basieren auf einem ähnlichen Prinzip. *Ferraris* [195] und *Krenzer* [196] adaptierten die Gleichung nach *Krieger & Dougherty* und geben aufgrund experimenteller Ergebnisse Gleichungen zur Berechnung der Viskosität von Zementleim an. Bei *Ferraris* wird die intrinsische Viskosität nicht benötigt, bei *Krenzer* ist die einzige Variable für die Berechnung der Zementleimviskosität die Volumenkonzentration ϕ . Berechnungsergebnisse für die *MASON* Zementleimmischungen *N* ($\phi=0,48$) und *R* ($\phi=0,44$) auf Grundlage dieser Gleichungen sind in Tab. 9 dargestellt.

Tab. 9: Vorhersage der Viskosität nach verschiedenen Berechnungsansätzen

Viskosität von Zementleim in Pa s						
	<i>K D - La Rosa</i>	<i>K D - Struble</i>	<i>Krenzer</i>	<i>Ferraris</i>	<i>Roscoe</i>	<i>Mooney</i>
$ \eta $	5,7	5	-	-	5	5
ϕ_M	PD	0,7	-	PD	PD	PD
$\eta(R)$	0,209	0,034	1,825	8,270	0,098	303,016
$\eta(N)$	0,397	0,057	69,326	13,262	0,184	3698,267

* K D = Gleichung nach *Krieger & Dougherty*

* PD = Packungsdichte

Die Ergebnisse weisen erhebliche Unterschiede auf und da sich für die Mischung *N* aufgrund des niedrigeren w/z Wertes stets größere Werte als für die Mischung *R* ergeben, wird deutlich, dass diese Berechnungsansätze kritisch zu sehen sind. Besser geeignet scheint das Modell von *vom Berg* [89] zu sein. Über den *Blaine*-Wert und den Phasen-Gehalt können plausible Werte von $\eta(N) = 0,43$ Pa s und $\eta(R) = 0,72$ Pa s ermittelt werden.

Nach dem Modell von *Haist* [81] kann die Viskosität im niedrigen Scherratenbereich mit dem Phasengehalt, der Partikelrohddichte, dem C_3S -Gehalt, dem *Blaine*-Wert und der Packungsdichte berechnet werden. Danach ergeben sich sehr hohe Werte für $\eta(N) = 21.828 \text{ Pa s}$ und $\eta(R) = 215.890 \text{ Pa s}$, die nach *Haist* zur Berechnung der Sedimentationsgeschwindigkeit nach *Stokes* verwendet werden sollen.

Papo [197] zeigte bereits, dass die Berechnungsmodelle zur Vorhersage der Viskosität von Zementleim fehlerbehaftet sind. Daher sind experimentelle Untersuchungen notwendig, um die rheologischen Parameter der *MASON* Mischungen zu erfassen.

6.6 Frischbetonuntersuchungen

Alle 20 *MASON* Mischungen wurden wie in Kap. 5.2 erläutert im *LM* gemischt. Die folgenden Frischbetonuntersuchungen wurden bei $23 \pm 1^\circ\text{C}$ Raumtemperatur und $38 \pm 1\%$ Luftfeuchte (analog zur *ISS*) dreifach für jede Mischung durchgeführt:

Ausbreitmaß in Anlehnung an *DIN EN 1015-3* [198],

Frischbetonrohddichte nach *DIN EN 12350-6* [199],

Luftporengehalt im Frischbeton nach *DIN EN 12350-7* [200],

Nadelpenetration nach *Vicat* nach *DIN EN 196-3* [201] / *DIN EN 480-2* [202],

Sedimentationsversuche in Anlehnung an *DAfStb Rili SVB* [188],

Das Ausbreitmaß wurde mit dem *Haegermann* bestimmt, wobei abweichend von *DIN EN 1015-3* [198] eine Platte mit 50 cm Durchmesser verwendet wurde. Für die Sedimentationsversuche wurden transparente *PC* Rohre mit Durchmesser 30 mm und Länge 300 mm verwendet. Die Ergebnisse (Mittelwerte) der Versuchsreihen ausgewählter Mischungen sind in Tab. 10 dargestellt.

Aus den Ergebnissen ist der Einfluss der Betonzusatzmittel auf die Frischbetoneigenschaften erkennbar. Die Mischungen mit *SP* weisen sehr hohe Ausbreitmaße und eine erhöhte Frischbetonrohddichte auf. Zudem setzt die Erstarrung sehr spät ein und verläuft über einen sehr langen Zeitraum. Bei Zugabe von *AEA* werden die Mischungen geringfügig weicher (steigendes Ausbreitmaß) und die Frischbetonrohddichte wird erheblich reduziert. Der LP-Gehalt ist deutlich höher, allerdings ist der *AEA* bei Verwendung des gröberen *N* Zementes weniger effektiv. Die Erstarrung beginnt durch Zugabe des *AEA* später. Mit Ausnahme der Mischung *N-R-SP* weisen die Mischungen ohne *AEA* kaum messbare LP-Gehalte auf.

Tab. 10: Frischbetoneigenschaften ausgewählter Mischungen

Kit	Mischung	Ausbreitmaß		Frischbeton- rohdichte [g/cm ³]	LP-Gehalt [%]	Erstarrungs- beginn [min]	Erstarrungs- ende [min]	Fließgrenze [Pa]
		L ₀ [cm]	L ₁ [cm]					
6	<i>N</i>	10,3	19,2	2,01	0,1	210	365	32,41
13	<i>N-AEA</i>	10,5	21,1	1,88	4,9	300	420	27,50
20	<i>N-SP</i>	24,3	46,8	2,07	0,0	360	960	0,46
3	<i>N-R</i>	10,2	18,5	2,19	0,4	285	405	37,02
16	<i>N-R-SP</i>	21,4	32,3	2,23	5,8	420	990	0,98
2	<i>N-SS</i>	15,9	25,2	2,20	0,2	255	390	4,04
10	<i>R</i>	10,1	15,0	1,95	0,1	135	275	34,59
18	<i>R-AEA</i>	10,3	16,6	1,59	17,2	270	435	25,59

L₀ = Ausbreitmaß nach Anheben des Trichters ohne Hübe

L₁ = Ausbreitmaß nach 15 Hüben

Das Ausbreitmaß wurde am *Haegermann*tisch nach dem Anmischen (nach etwa 10 Minuten) ermittelt. Zudem wurde die Probenausbreitung nach Heben des Mörteltrichters vor Beginn der Hübe gemessen. Nach *Roussel* [203] kann die Fließgrenze rechnerisch mit der Frischbetondichte (ρ), der Gravitationsbeschleunigung (g), dem Volumen des Probekörpers (V_0) und dem Ausbreitmaß ohne Hübe (L_0) über

$$\tau_0 = \frac{225 \cdot \rho \cdot g \cdot V_0}{128 \cdot \pi^2 \cdot L_0^5} \quad (\text{GL 6 - 2})$$

bestimmt werden. Mit den gemessenen Eindringtiefen aus der Nadelpenetration kann nach *Lootens* [204] ebenfalls die Fließgrenze berechnet werden. Allerdings sind die absoluten Werte nach *Lootens* [204] erheblich größer (kPa Bereich statt Pa Bereich) und nach Ansicht des Autors für die *MASON* Mischungen als nicht repräsentativ einzustufen. Über die Fließgrenze kann die Mischungstabilität quantitativ bewertet werden [57]. Die Mischungen mit *SP* sind instabil und das Auftreten von Entmischungseffekten kann beobachtet werden. Trotz ähnlichem w/z Wert weist die Mischung *N-SS* eine deutlich geringere Fließgrenze als *N-R* auf. Aus der optischen Analyse der Sedimentationsproben zeigen sich bei *N-SS* jedoch keine erkennbaren Sedimentationseffekte. Hingegen weisen die Proben mit *SP* klar erkennbares Bluten an der Oberseite und eine nach unten zunehmende Verdunkelung der Zementsteinstruktur auf. Die Fließgrenzen der in Tab. 10 aufgeführten Zementleimproben passen sehr gut in den von *Banfill* [80] angegebenen Bereich von 10 – 100 Pa.

Zur Ermittlung der dynamischen Viskosität auf Grundlage der Berechnungsmethode von *Roussel* [205] wurden zunächst Trichterauslaufversuche nach *DIN EN 12350-9* [206] / *DAfStb Rili SVB* [188] durchgeführt. Da jedoch die Ergebnisse sehr stark streuten und die weiteren Mischungen ohne *SP* nicht fließfähig genug waren, um aus dem Trichter auszulaufen, wurden die Ergebnisse verworfen.

Für die Messungen am Viskosimeter nach *DIN 53019-1* [207] wurde der *Thermo Scientific Haake Viscotester 550* mit einem standardisierten coaxialen Zylindersystem nach dem *Searle*-Prinzip verwendet. Mit dem Zylinder *MV/DIN* und dem zugehörigen Becher *MV* ergibt sich eine Spaltweite von 1,64 mm. Das Prüfvolumen beträgt 60 ml und wurde unmittelbar nach dem Anmischen eingefüllt, so dass nach etwa 7 Minuten die Rotation des Viskosimeters beginnen konnte. Nach Kalibrierungsmessungen mit Silikonöl wurden mit der Zementleimprobe *N* verschiedene Messprofile nach *Banfill* [208], *Geisenhanslüke* [92] und *Haist* [81] angewendet. Gute Ergebnisse konnten mit folgendem Messprofil erzielt werden: Für eine Zeitdauer von 60 s wurden die Umdrehungen von 0 auf 300 1/s gesteigert, diese für 60 s konstant gehalten und in den folgenden 60 s auf null reduziert. Mit dem *Bingham*-Modell wurde der abwärtsgerichtete Ast der Fließkurve ausgewertet. Jeder Versuch wurde mit einer neuen Mischung wiederholt und die Ergebnisse in der Fließkurve (Abb. 34) aufgetragen.

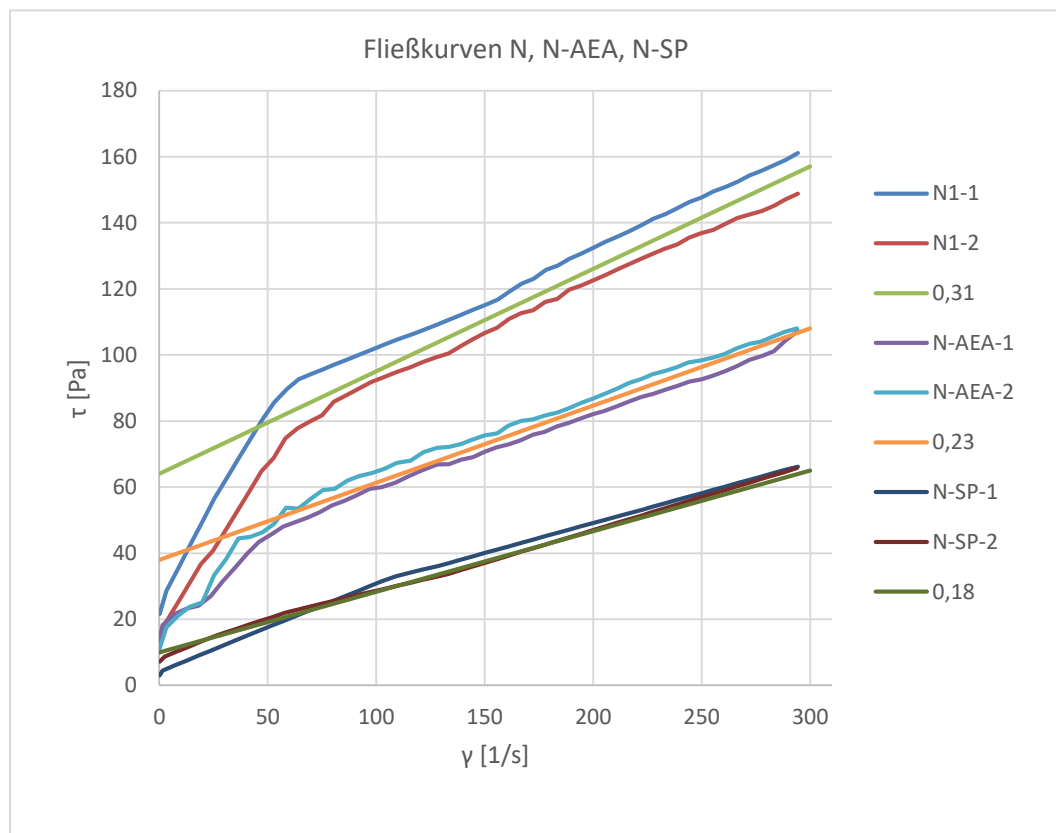


Abb. 34: Fließkurven der MASON Mischungen *N*, *N-AEA* und *N-SP*

Im hohen Scherratenbereich ist eine hohe Übereinstimmung mit dem *Bingham* Modell zu erkennen und die plastischen Viskositäten können zu ca. $\eta_N = 0,31 \text{ Pa s}$, $\eta_{N-AEA} = 0,23 \text{ Pa s}$ und $\eta_{N-SP} = 0,18 \text{ Pa s}$ approximiert werden. Mischungen mit dem Zement *R* oder mit Gesteinskörnungen konnten nicht gemessen werden, da die Schubspannungen zu groß wurden und der Versuch wegen Stillstand des Rotors abgebrochen werden musste.

Für Messwerte im niedrigen Scherratenbereich wurde nach Vorbelastung die Scherrate von 2 auf 0,018 1/s über eine Dauer von 225 s reduziert. Mit kleineren Scherraten konnten mit dem verwendeten Viskosimeter keine Ergebnisse erzielt werden. Für jede Mischung wurden die Versuche dreimal durchgeführt. Tab. 11 zeigt die mittleren Messwerte für die Viskosität bei 0,018 1/s.

Tab. 11: Viskositätsmessungen im niedrigen Scherratenbereich

Mischung	Scherrate [1/s]	Viskosität [Pa s]
<i>N</i>	0,018	1222
<i>N-AEA</i>	0,018	1176
<i>N-SP</i>	0,018	1,08
<i>R</i>	0,018	*
<i>R-AEA</i>	0,018	3149
<i>R-SP</i>	0,018	1033

* keine Messung möglich

Es wird ersichtlich, dass die Abschätzung der zutreffenden Viskosität im niedrigen Scherratenbereich äußerst anspruchsvoll ist. Bei einer internationalen Vergleichsstudie nach *Haist* [54] zeigten sich bereits im *Bingham*-Bereich abhängig von der verwendeten Messgeometrie Abweichungen bei der ermittelten Viskosität des gleichen Zementleims von bis zu 24%.

6.7 Berechnung und Festlegung der Rotationsgeschwindigkeiten des Klinostaten

Die Umdrehungsgeschwindigkeiten zur Simulation der Schwerelosigkeit wurden auf Grundlage der zuvor ermittelten Frischbetoneigenschaften sowie ergänzender Werte aus der Literatur nach den in Kap. 3.4 aufgestellten Gleichungen berechnet. Von jeder Mischung wurden die mittleren und maximalen Partikelgrößen berücksichtigt, um die Mindestrotationsgeschwindigkeit zu bestimmen. Zudem wurden für die Fluide mit der geringsten Viskosität (Wasser, *N-SP*) die Rotationsgeschwindigkeiten für Luftblasen berechnet (siehe Tab. 12).

Die maximale Rotationsgeschwindigkeit ist abhängig von der Beschleunigung und dem Abstand zur Rotationsachse. Die berechneten Werte nach *GL 3-4* für ausgewählte *rpm* sind in Tab. 13 dargestellt.

Tab. 12: Mindestrotationsgeschwindigkeiten für ausgewählte Mischungen (untere Grenze)

Fluid	Viskosität [Pa s]	Durchmesser	Absinkgeschwindigkeit [$\mu\text{m/s}$]	
			GL 3-2	GL 3-1
Wasser	0,001	Zementpartikel 20 μm	457,80	437,17
Wasser	0,001	Zementpartikel 10 μm	109,00	208,17
Wasser	0,001	Zementpartikel 2,5 μm	6,81	52,04
Wasser	0,001	Luftblase 10 μm	-54,43	103,96
<i>N-SP</i>	0,18	Zementpartikel 20 μm	1,25	1,19
<i>N-SP</i>	0,18	Zementpartikel 80 μm	19,96	4,76
<i>N-SP</i>	0,18	Luftblase 10 μm	-0,63	1,20
<i>N-SP</i>	0,18	Luftblase 100 μm	-62,64	11,96
<i>N-SP</i>	0,18	Luftblase 500 μm	-1565,97	59,82
<i>N</i>	0,31	Zementpartikel 20 μm	0,77	0,73
<i>N-AEA</i>	0,23	Zementpartikel 20 μm	1,16	1,10
<i>R***</i>	0,72	Zementpartikel 10 μm	0,09	0,17
<i>R-AEA*</i>	0,5	Zementpartikel 10 μm	0,17	0,32
<i>N-R*</i>	10	Zementpartikel 20 μm	0,02	0,02
<i>N-R*</i>	10	Gesteinskorn 140 μm	0,76	0,10
<i>N-R-SP*</i>	1	Zementpartikel 20 μm	0,19	0,18
<i>N-R-SP*</i>	1	Gesteinskorn 140 μm	7,16	0,98
<i>N-R-SP*</i>	1	Gesteinskorn 1000 μm	365,15	6,97
<i>N-SS*</i>	3	Zementpartikel 20 μm	0,07	0,06
<i>N-SS*</i>	3	Gesteinskorn 700 μm	38,28	1,04
<i>N-SS*</i>	3	Gesteinskorn 2000 μm	312,47	2,98
<i>N-SS**</i>	1	Gesteinskorn 2000 μm	937,40	8,95

* Werte nach *Banfill* [80]

** Geringste Viskosität nach *Banfill* [80] bei maximaler Korngröße

*** Berechnet nach *vom Berg* [89] (siehe Kap. 6.5)

Für die in Tab. 12 aufgeführten Absinkgeschwindigkeiten der Zementsuspensionen können sich aufgrund der in Kap. 3.4 dargestellten Zusammenhänge real kleinere Werte ergeben. Jedoch ist nicht auszuschließen, dass sich die Geschwindigkeiten im mikroskopischen Bereich denen von Wasser annähern und damit deutlich höhere Mindestrotationsgeschwindigkeiten erforderlich wären. Zu hohe Rotationsgeschwindigkeiten führen aber, wie in Tab. 13 zu sehen, zu hohen g -Kräften am Probenkörperand. Nach *Dedolph* [65] sollte die Beschleunigung auf $10^{-3} g$ begrenzt werden, wodurch die Rotationsgeschwindigkeit auf 8 rpm im Bereich des Probenrandes bzw. 11 rpm mittig zwischen Probenrand und Rotationsachse zu begrenzen wäre. Die Wissenschaftler des *DLR* aus der Gravitationsbiologie⁹

⁹ Persönliche Korrespondenz mit *J. Hauslage, DLR*

verwenden dagegen oft $10^{-2}g$ als Grenze, entsprechend 25 *rpm* bei den *MASON* Probekörpern mit 30 mm Durchmesser.

Tab. 13: Beschleunigung und *g*-Kräfte in Abhängigkeit der Rotationsgeschwindigkeit (obere Grenze) für den Probenrand (Abstand 15 mm) und die Mitte zwischen Probenrand und Rotationsachse (Abstand 7,5 mm)

rpm	Abstand Zentrum 15 mm		Abstand Zentrum 7,5 mm	
	a [m/s ²]	g [m/s ²]	a [m/s ²]	g [m/s ²]
1	0,00016	0,00002	0,00008	0,00001
2	0,00066	0,00007	0,00033	0,00003
3	0,00148	0,00015	0,00074	0,00008
4	0,00263	0,00027	0,00132	0,00013
5	0,00411	0,00042	0,00206	0,00021
8	0,01053	0,00107	0,00526	0,00054
10	0,01645	0,00168	0,00822	0,00084
15	0,03701	0,00377	0,01851	0,00189
20	0,06580	0,00671	0,03290	0,00335
25	0,10281	0,01048	0,05140	0,00524
50	0,41123	0,04192	0,20562	0,02096
75	0,92528	0,09432	0,46264	0,04716
100	1,64493	0,16768	0,82247	0,08384
250	10,28084	1,04800	5,14042	0,52400
500	41,12335	4,19198	20,56168	2,09599

Daher wurden umfangreiche Voruntersuchungen durchgeführt, um den Einfluss verschiedener Rotationsgeschwindigkeiten zu untersuchen. Zunächst wurden transparente Behälter mit Quarzsand und Wasser oder Silikonöl ($\eta_1 = 1 \text{ Pa s}$, $\eta_2 = 30 \text{ Pa s}$) gefüllt und die Rotationsgeschwindigkeit von 5 bis 100 *rpm* variiert. Dabei wurde festgestellt, dass bei hohen Rotationsgeschwindigkeiten (ab ca. 70 *rpm*) die Luftblasen sich zu einer großen Blase zusammenfügen, die im Zentrum der Rotationsachse verbleibt.

Das Studium von Zementleimproben während der Erstarrung bei Rotation brachte aufgrund der Intransparenz von Beton keine Erkenntnisse, daher wurden die Festbetoneigenschaften, wie Rohdichte, Druckfestigkeit und Luftporengehalt, untersucht und mit Proben, die unter normaler Gravitation erstarrten, verglichen. Dazu wurden von 12 *MASON* Mischungen je 8 *Ig* und 8 Klinostatproben mit 5, 10, 15, 20 und 25 *rpm* hergestellt (ca. 1000 Betonproben insgesamt). Zusammenfassend wurden für die meisten Klinostatproben ähnliche Rohdichten und Festigkeiten bei tendenziell leicht erhöhter Porosität im Vergleich zu den *Ig* Proben festgestellt. Zwischen den Klinostatproben, die mit unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten hergestellt wurden, konnten keine nennenswerten Unterschiede erfasst werden. Die Ergebnisse werden ausführlich im nächsten Kapitel erläutert.

Auf Grundlage dieser Ergebnisse wurde der Klinostat derart erweitert, dass 3 verschiedene Rotationsgeschwindigkeiten gleichzeitig verwendet werden konnten (vgl. Kap. 3.3), so dass für die Hauptuntersuchungen die Rotationsgeschwindigkeiten für die Klinostatproben mit 5, 25 und 50 *rpm* gewählt wurden. Die 5 *rpm* entsprechen in etwa der in Tab. 12 bestimmten Mindestrotationsgeschwindigkeiten und die 25 *rpm* der angenommenen oberen Grenze mit 0,01 *g* Beschleunigung am Probenrand. Mit den 50 *rpm* sollte überprüft werden, ob ein Einfluss der *g*-Kräfte (0,042*g*) erkennbar ist. Zudem wurde eine Mischung mit 250 und 500 *rpm* hergestellt, um die Wirkung der *g*-Kräfte eindeutig zu charakterisieren. Die Proben im *MCM* wurden mit 5 *rpm* hergestellt, nur einige wenige Vergleichsproben der Mischung *N* und *R* zusätzlich mit 25 und 50 *rpm*.

7 Untersuchungen zu Proben aus dem Labormischer

7.1 Probenumfang

Die Proben aus dem *LM* wurden hergestellt, um zum einen die Datenbasis der untersuchten Mischungen aufgrund der limitierten Anzahl verfügbarer *MCMs* zu erweitern und um zum anderen Proben einer Mischung hinsichtlich des Einflusses aus verschiedenen Umdrehungsgeschwindigkeiten des Klinostaten zu untersuchen. Die Mischungszusammensetzungen waren im Verhältnis identisch mit denen für die Proben aus dem *MCM*. Aufgrund der wesentlich höheren Mischenergie im *LM* konnten die Proben aus dem *LM* nicht direkt mit denen aus dem *MCM* verglichen werden. In dieser Arbeit werden die Untersuchungen und Ergebnisse zu 8 ausgewählten Mischungen (siehe Tab. 15) präsentiert.

Die Proben wurden mit dem in Kap. 5.2 dargestellten Mischregime gemischt. Mit einer Mischung wurden 22 Proben mit den Maßen ca. 50 x 30 mm in der Rohrschalung hergestellt. Diese 22 Proben wurden in drei Gruppen eingeteilt: 1g vertikal (V, Erstarrung stehend), 1g horizontal (H, Erstarrung liegend) und Klinostat (C, Erstarrung rotierend). Aus einer Mischung wurden jeweils 5 V-, 5 H- und 12 C-Proben erstellt, wobei die C-Proben bei drei verschiedenen Geschwindigkeiten im Klinostaten rotiert wurden: 5, 25 und 50 *rpm*. Bei einer Mischung von *N* wurden zusätzlich Geschwindigkeiten von 50, 250 und 500 *rpm* verwendet. Die H-Proben wurden so ausgerichtet, dass der Schlitz der Schalung und damit eine minimale Schalkante an der Oberseite der Probe war. So konnte die Oberseite der Probe nach dem Ausschalen immer eindeutig identifiziert werden. Nach 24 h wurde die Rotation des Klinostaten gestoppt, alle Proben ausgeschalt und nach folgendem Schema beschriftet.

V- und H-Proben:

Mischung-Orientierung-Laufende Nummer

N-R- V- 11

C-Proben:

Mischung- Umdrehungsgeschwindigkeit-Laufende Nummer

N-R- 5- 7



Abb. 35: Probenbeschriftung Schema (links), beschriftete Proben (rechts).

Die Proben der Hauptuntersuchung *LM* wurden im gleichen Zeitraum wie die μg -Proben (01. und 02.02.2022) hergestellt. Aufgrund der 24h Laufzeit des Klinostaten wurde die Betonage der ersten Mischung (Kit 18, *R-AEA*) am 17.01.2022 begonnen und mit der letzten Mischung (Kit 20, *N-SP*) am 18.02.2022 beendet.

Tab. 14: Daten für die Lagerung der Proben der Hauptuntersuchung aus dem *LM*

Kit	Mischung	Herstelldatum	Erhärungszeit	Isopropanol
20	<i>N-SP</i>	18.02.2022	301	16.12.2022
18	<i>R-AEA</i>	17.01.2022	301	14.11.2022
16	<i>N-R-SP</i>	19.01.2022	301	16.11.2022
13	<i>N-AEA</i>	25.01.2022	301	22.11.2022
10	<i>R</i>	28.01.2022	301	25.11.2022
6	<i>N</i>	07.02.2022	301	05.12.2022
3	<i>N-R</i>	10.02.2022	301	08.12.2022
2	<i>N-SS</i>	11.02.2022	301	09.12.2022

Zusätzlich wurden im Zeitraum von 2021 bis 2023 weitere Proben im Rahmen von Voruntersuchungen hergestellt und betontechnologisch analysiert. Die Proben aus den Nebenuntersuchungen wurden für 7 oder 28 Tage bei $23\pm 1^\circ\text{C}$ und $38\pm 1\%$ Raumfeuchte gelagert und anschließend untersucht. Alle Proben aus dem Labormischer, deren Ergebnisse für diese Arbeit verwendet wurden, sind in Tab. 15 aufgeführt.

Tab. 15: Übersicht der Proben aus dem *LM*

Kit	Mischung	Hauptuntersuchung			Voruntersuchungen			Summen
		V	H	C	V	H	C	
20	<i>N-SP</i>	5	5	12	20	24	24	90
18	<i>R-AEA</i>	5	5	12	20	24	24	90
16	<i>N-R-SP</i>	15	15	36	20+10	10	24	130
13	<i>N-AEA</i>	5	5	12	20	24	24	90
10	<i>R</i>	5	5	12	20+10	10+60	24+25	171
6	<i>N</i>	5	5	12	20+20	20+40	48+40	210
3	<i>N-R</i>	5	5	12	20+10+10	10	24	96
2	<i>N-SS</i>	5	5	12	20	40	40	122
								999

7.2 Inspektion und äußeres Erscheinungsbild

Der Einfluss der Klinostatrotation auf die Probengeometrie war direkt am äußeren Erscheinungsbild erkennbar. Insbesondere bei den Mischungen mit *SP* waren die Unterschiede zwischen V-, H- und C-Proben deutlich ausgeprägt (siehe Abb. 36). Die *Ig*-Proben wiesen an den Oberseiten erhebliche Blutungs- und Entlüftungseffekte auf, weshalb die V-Proben eine Verkürzung in Längsrichtung und die H-Proben eine Reduzierung des Kreisquerschnittes erfuhren. Bei den V-Proben war eine dunklere Verfärbung des Betons im unteren Bereich erkennbar, während die Oberfläche der C-Proben schlierenhafte Muster zeigte. Die C-Proben waren in Längsrichtung unverändert und wiesen einen vollständig runden Zylinderquerschnitt mit glatter Oberfläche auf.



Abb. 36: Proben der Mischung *N-R-SP* im Vergleich a) von links nach rechts V, H, C5, C25, C50 (links) und b) die 4 C-Proben mit 5 *rpm* im Klinostaten rotiert (rechts).

Bei der Mischung *N-R-SP* kam es bei zwei C-Proben, die bei 5 *rpm* rotiert wurden, zu undefinierten Strukturen an der Probenaußenfläche (siehe Abb. 36). Die Mischung wurde nochmals hergestellt und wieder zeigte sich bei einer C-Probe unter 5 *rpm* Rotation diese Erscheinung. Daher wurde die Mischung ein drittes Mal angemischt und da sich dort bei zwei C-Proben bei 5 *rpm* ebenfalls diese Struktur zeigte, wurde dies als charakteristisches Merkmal für diese Umdrehungsgeschwindigkeit angesehen. Die Zementhaut war in diesem Bereich nicht vorhanden und das Korngerüst war freigelegt.

Bei Proben der Mischungen *N-SS* und *N-R* konnte ein ähnlicher jedoch weniger ausgeprägter Effekt wie bei der Mischung *N-R-SP* beobachtet werden (siehe Abb. 37). Während die C-Proben einen kreisrunden Zylinderquerschnitt aufwiesen, war der Querschnitt der H-Proben an der Oberseite geringfügig reduziert. Zudem wiesen die vier C-5 Proben bei *N-SS* und eine C-5 Probe von *N-R* ähnlich undefinierte Strukturen auf der Oberfläche auf wie die C-5 Proben von *N-R-SP*. Bei *N*, *N-AEA*, *R* und *R-AEA* waren dagegen kaum Unterschiede beim Erscheinungsbild zwischen den Proben auszumachen. Bei *N* und *N-AEA* waren tendenziell mehr Poren an den Oberseiten der *Ig*-Proben ersichtlich als bei den C-Proben.



Abb. 37: Proben im Vergleich von links nach rechts: V, H, C5, C25, C50 a) *N-SS* (links) und b) *N-R* (rechts).

Die Ergebnisse entsprachen den Erkenntnissen aus den Voruntersuchungen [15] mit Ausnahme der besonderen Oberflächenstrukturen bei einigen C-5 Proben. Die Proben, die in den Voruntersuchungen bei 250 bzw. 500 *rpm* rotiert wurden, zeigten im Bereich der Rotationsachse (Probenzentrum) einen durchgehenden Hohlraum (siehe Abb. 47) und eine dunklere Zementsteinfarbe, die auf eine hohe Verdichtung hindeutete, ähnlich einer Schleuderbetonstütze [209].

7.3 Rohdichte, Skelettdichte und Gesamtporosität

Die Rohdichten wurden sowohl für die ca. 50 mm langen Zylinder als auch für die zu 30 mm Länge geschnittenen Zylinder bestimmt. Da beim Vergleich zwischen den unterschiedlichen Proben einer Mischung die Verhältnisse für beide Probenlängen ähnlich waren, werden im Folgenden nur die Werte der getrockneten 30 mm Zylinder verglichen (siehe Abb. 38 und Tab. 16). Die Skelettdichte war unabhängig von der Erstarrungsart (*Ig* oder *C*) für die Proben der jeweiligen Mischung identisch. Daher sind Unterschiede der Porosität direkt auf die Rohdichte zurückzuführen.

Bei den Mischungen *R* und *R-AEA* waren zwischen den jeweiligen *Ig*- und *C*-Proben kaum Unterschiede erkennbar. Die *Ig*-Proben von *N* und *N-AEA* wiesen eine geringfügig höhere Rohdichte als die *C*-Proben auf. Der *AEA* war bei dem schnell erhärtenden Zement *R* deutlich effektiver als bei Verwendung des *N* Zements. Die Porosität der Proben der Mischung *R-AEA* war fast doppelt so groß wie die der Mischung *R*. Proben der Mischung *N-AEA* wiesen dagegen nur eine ca. 30% höhere Porosität als Proben der Mischung *N* auf.

Die größten Unterschiede waren bei den Mischungen mit *SP* festzustellen. Unter Berücksichtigung der tatsächlichen Außenfläche der Proben (Werte Tauchwägung, *TW*) wiesen die *Ig*-Proben erheblich höhere Rohdichten und entsprechend eine niedrigere Porosität als die *C*-Proben auf. Bei Ansatz des idealen Zylindervolumens (vgl. Abb. 28) entsprachen die Rohdichten der *H*-Proben hingegen in etwa denen der *C*-Proben. Das zeigt, dass, während die Luftblasen bei den *Ig*-Proben zu einem großen Teil entlüftet, diese bei den *C*-Proben in der Probe verblieben.

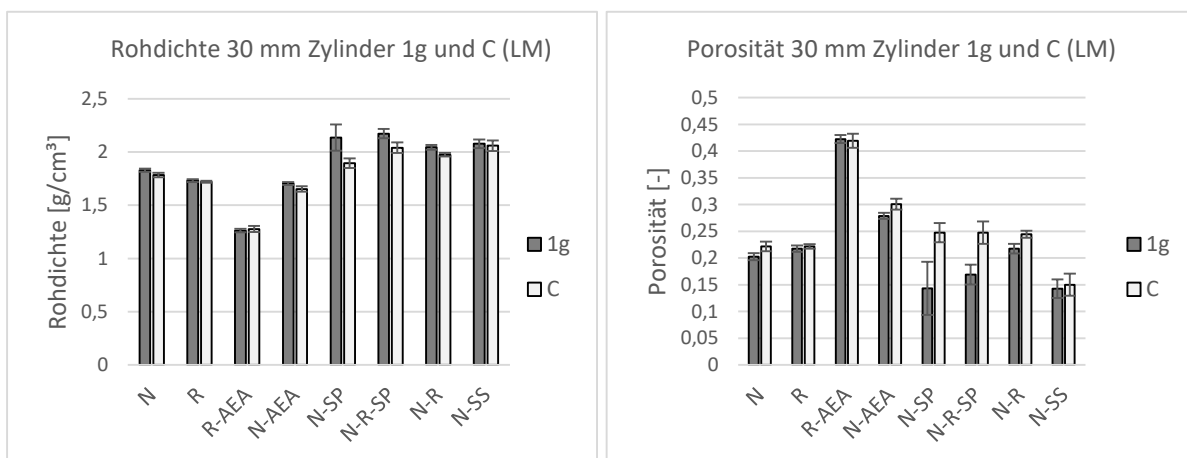


Abb. 38: Untersuchte Mischungen aus dem LM im Vergleich (Mittelwerte), a) Rohdichten (links) und b) Porosität nach *Locher* (rechts) mit Standardabweichung, Probekörper 30 x 30 mm Zylinder.

Bei den Mischungen *N-R* und *N-SS* konnten Unterschiede zwischen den V- und H-Proben auf den Ansatz der ideellen Zylinderform zurückgeführt werden, da die H-Proben beim Entlüften an der Oberseite einen reduzierten Querschnitt aufwiesen. Die Ergebnisse der Tauchwägungen zeigten hingegen sehr ähnliche Werte für die *Ig*-Proben. Die Rohdichten der C-Proben dieser Mischungen waren etwas kleiner und die Porosität war entsprechend erhöht. Eine Besonderheit stellten die C-5 Proben mit den besonderen Oberflächenstrukturen dar. Für diese Proben war die Rohdichte bei ideeller Zylinderform deutlich geringer.

Tab. 16: Rohdichten untersuchter Mischungen aus dem LM im Vergleich

Mischung	Durchschnittliche Rohdichte in [g/cm ³]							Verhältnisse			
	<i>1g V</i>	<i>1g H</i>	V / H	MW <i>1g</i>	C-5	C-25	C-50	MW C	<i>1g H/C</i>	<i>1g V/c</i>	<i>1g/C</i>
<i>N-SP</i>	2,126	1,882	1,130	2,004	1,866	1,908	1,913	1,896	0,99	1,121	1,057
<i>N-SP (TW)</i>	2,138	2,134	1,002	2,136	1,871	1,877	1,882	1,876	1,14	1,139	1,138
<i>R-AEA</i>	1,261	1,261	1,000	1,261	1,277	1,279	1,271	1,276	0,99	0,99	0,99
<i>N-R-SP</i>	2,157	2,083	1,036	2,120	2,039	2,005	2,013	2,019	1,03	1,07	1,05
<i>N-R-SP (TW)</i>	2,160	2,186	0,988	2,173	2,071	2,018	2,032	2,040	1,07	1,06	1,07
<i>N-AEA</i>	1,703	1,706	0,999	1,705	1,663	1,641	1,654	1,653	1,03	1,03	1,03
<i>R</i>	1,740	1,723	1,010	1,731	1,722	1,722	1,721	1,722	1,00	1,01	1,01
<i>N</i>	1,832	1,827	1,003	1,829	1,768	1,791	1,797	1,785	1,02	1,03	1,02
<i>N-R</i>	2,063	2,026	1,018	2,045	1,972	1,982	1,969	1,974	1,03	1,04	1,04
<i>N-SS</i>	2,110	2,045	1,031	2,078	2,018	2,081	2,080	2,060	0,99	1,02	1,01

MW = Mittelwert, TW = Tauchwägung, Rohdichten aus Ist-Maßen von 30 x 30 mm Zylindern

7.4 Ultraschallmessungen

Von den Mischungen *N*, *N-R-SP* und *R-AEA* wurden jeweils 5 Proben (V, H, C-5, C-25, C-50) sowie 3 V-Proben von *N-SP* mit der Ultraschallmessmethode untersucht. Anhand der *N-SP* Proben war eindeutig ein Gradient von Probenoberseite zu –unterseite erkennbar (siehe Abb. 39). Die niedrigsten Schallgeschwindigkeiten (ca. 3,11 km/s) waren im oberen und die höchsten (ca. 3,33 km/s) im unteren Bereich der Probe festzustellen. In Probenmitte lagen die Schallgeschwindigkeiten mit ca. 3,28 km/s dazwischen. Da die Schallgeschwindigkeiten zur Dichte bzw. Porosität korrespondieren, konnten damit Sedimentations- und Entlüftungseffekte eindeutig identifiziert werden.

Beim Vergleich der V- und H-Proben aller Mischungen war zu erkennen, dass bei den H-Proben höhere Schallgeschwindigkeiten gemessen und höhere dynamische E-Moduln ermittelt wurden (siehe Tab. 17). Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass die H-Proben stärker entlüfteten als die V-Proben. Die Schallgeschwindigkeiten der C-Proben der Mischung *N* waren tendenziell etwas kleiner als die der *Ig*-Proben, was in Übereinstimmung mit den zuvor festgestellten geringfügig kleineren Rohdichten war. Bei *R-AEA* sind die Unterschiede zwischen den Probenarten gering, allerdings war eine Tendenz zu leicht erhöhten Schallgeschwindigkeiten und E-Moduln bei den C-Proben erkennbar.

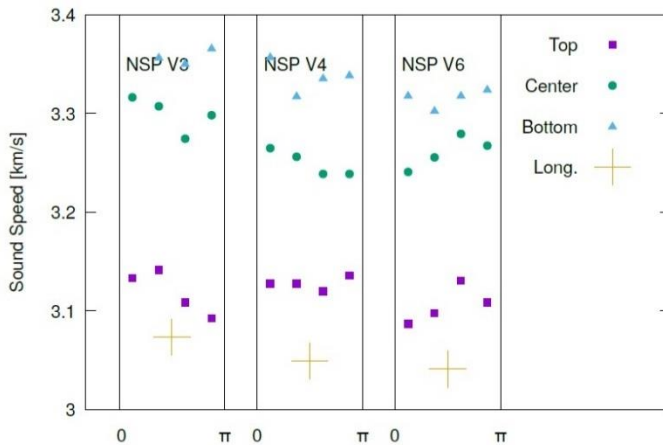


Abb. 39: Ultraschallmessungen von V-Proben der Mischung *N-SP* aus dem *LM*.

Tab. 17: Ergebnisse der Ultraschallmessungen der Proben von *N*, *N-R-SP* und *R-AEA* aus dem *LM*

	Schallgeschwindigkeit [km/s]							
	V	H	MW <i>1g</i>	C-5	C-25	C-50	MW C	<i>1g/C</i>
<i>N</i>	3,079	3,133	3,106	3,048	2,943	3,027	3,006	1,033
<i>N-R-SP</i>	3,255	3,359	3,307	3,286	3,336	3,295	3,306	1,000
<i>R-AEA</i>	2,680	2,722	2,701	2,736	2,777	2,756	2,756	0,980
	Dynamischer E-Modul [N/mm ²]							
	V	H	MW <i>1g</i>	C-5	C-25	C-50	MW C	<i>1g/C</i>
<i>N</i>	19.564	20.262	19.913	19.171	17.877	18.909	18.652	1,068
<i>N-R-SP</i>	24.935	26.562	25.748	25.406	26.196	25.559	25.721	1,001
<i>R-AEA</i>	14.119	14.563	14.341	14.714	15.158	14.926	14.933	0,960

Mittelwerte aus 25 Messungen je Probe unter Ausschluss von Abweichungen mit $\Delta > 0,5$ km/s

Berechnung des E-Moduls unter Ansatz der Skelettdichte

Bei der Mischung *N-R-SP* waren die Mittelwerte der Schallgeschwindigkeiten von den *1g* und C-Proben gleich, jedoch wies die V-Probe niedrigere und die H-Probe höhere Werte auf. Zwischen den drei Umdrehungsgeschwindigkeiten waren für alle Mischungen (mit Ausnahme *N-C-25*) kaum Unterschiede zu erkennen.

Die angegebenen Werte beziehen sich allerdings auf Mittelwerte aus 25 Messungen, bei denen Werte mit hohen Abweichungen ($\Delta > 0,5$ km/s) nicht berücksichtigt wurden. Bei der Betrachtung der Einzelwerte (siehe Abb. 40) war bei der V-Probe von *N* ein ähnlicher Gradient erkennbar, wie bei *N-SP*. Hingegen waren die Schallgeschwindigkeiten bei den C-Proben für die drei Messbereiche fast gleich, was eine homogene Verteilung der Mischungsbestandteile impliziert. Einzelne abweichende Werte z. B. bei *N-C5-4 top-2* deuteten auf größere lokale Defekte hin. Diese sind insbesondere bei den C-Proben der *N-R-SP* Mischung häufig erfasst worden, z.B. 33% der Werte von *N-R-SP-5-4*. Daher bilden die in Tab. 17 aufgeführten Mittelwerte die Eigenschaften dieser Proben nicht vollumfänglich ab.

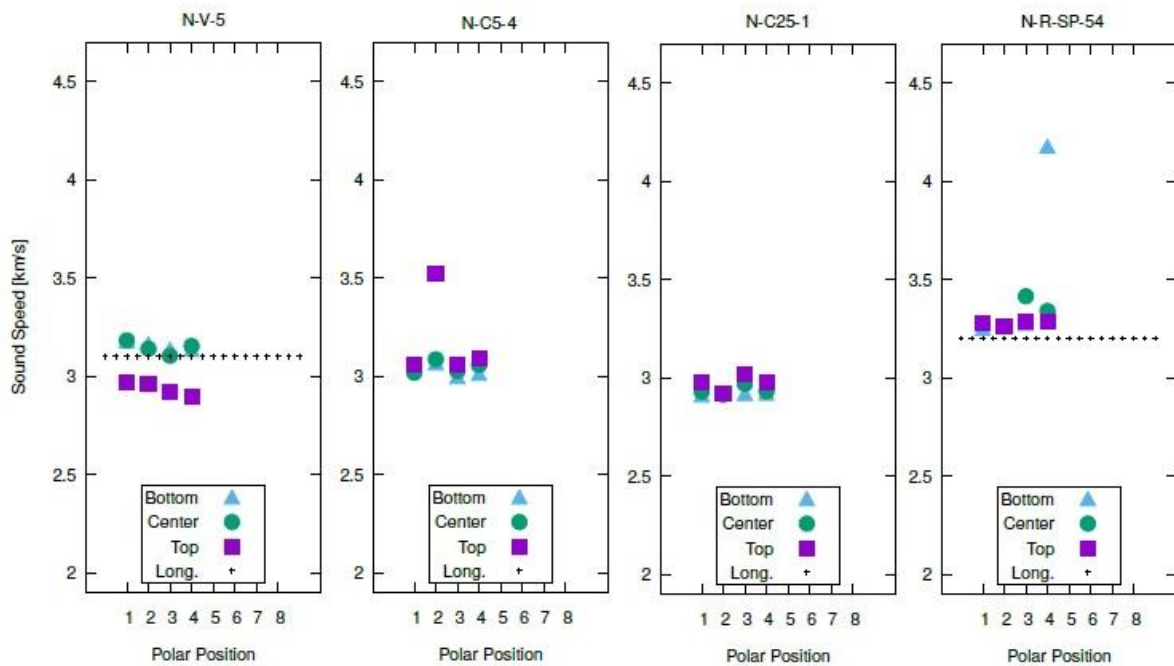


Abb. 40: Einzelwerte der Schallgeschwindigkeiten für ausgewählte Proben aus dem LM.

7.5 CT-Scans

Die 15 Proben der Mischungen *N*, *N-R-SP* und *R-AEA*, an denen die Ultraschallmessungen durchgeführt wurden, wurden im Alter von ca. 250 Tagen computertomographisch vermessen. Die Proben der Mischung *N* wiesen insgesamt sehr wenige Poren auf, die mit dieser Methode erfasst werden können ($r > 48 \mu\text{m}$). In der transparenten 3D Perspektive (siehe Abb. 41) ist erkennbar, dass die Porengehalte der *Ig*-Proben geringer waren als die der *C*-Proben. Eine Abschätzung des Porengehalts aus der *myVGL*-Software [210] über das Roh- und Reinvolumen ergab 1,3 % für die *Ig*-Proben und 2,3 % für die *C*-Proben. Da die zuvor ermittelten Rohdichten keinen so deutlichen Unterschied aufwiesen, ist davon auszugehen, dass in den *C*-Proben mehr größere und in den *Ig*-Proben mehr kleinere und über die CT-Methode nicht erfasste Poren vorhanden waren. Bei den *N-C5* Proben waren die Luftporen vermehrt im oberen Bereich, während bei den Proben *N-C25* und *N-C50* eine gleichmäßigere Verteilung über die Länge erkennbar war. Die große Pore bei *N-C5* oben wurde bereits gut mit der Ultraschallmessung (Abb. 40, *top-2*) erfasst. In der Aufsicht (siehe Abb. 42) wird deutlich, dass bei 50 *rpm* im Gegensatz zu 5 und 25 *rpm* die Poren überwiegend im Zentrum des Querschnitts lagen. Das deutet auf einen Einfluss von *g*-Kräften hin, die sich offenbar auf die Verteilung der Probenbestandteile auswirkten.

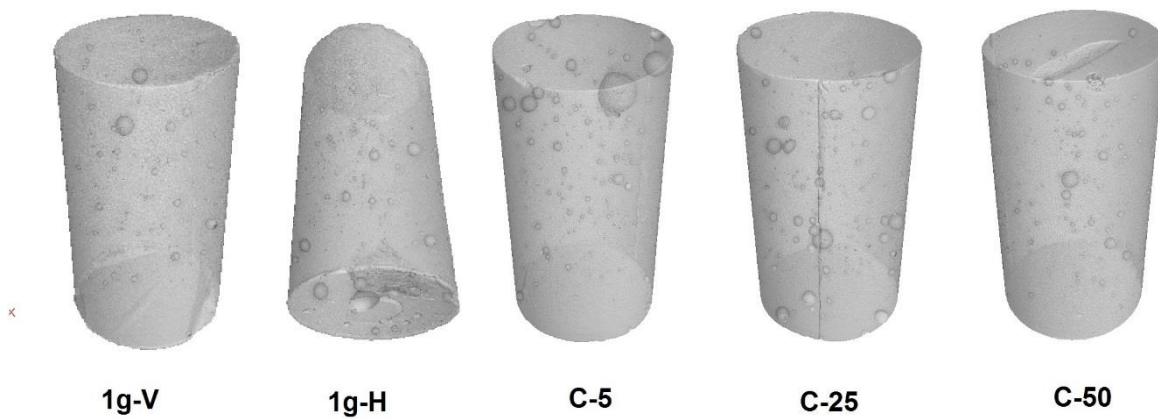


Abb. 41: Transparente 3D Perspektive aus den CT-Scans der Proben der Mischung *N* aus dem *LM*.

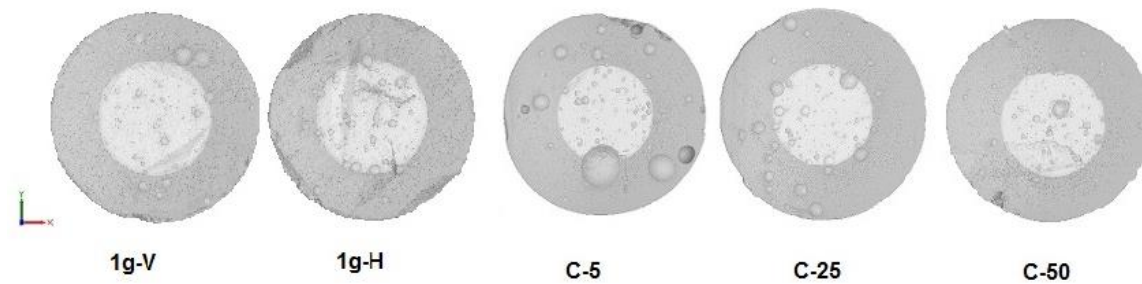


Abb. 42: Transparente Aufsicht aus den CT-Scans der Proben der Mischung *N* aus dem *LM*.

Bei den Proben der Mischung *N-R-SP* lassen sich die Unterschiede sehr gut an den Schnittbildern erkennen (siehe Abb. 43). Während die *1g*-Proben über viele kleine Poren verfügten, zeigten sich bei den *C*-Proben wenige, sehr große Poren. Offenbar fügten sich die ursprünglich kleineren Luftblasen während der Erstarrungszeit durch die Rotation zu wenigen großen Luftblasen zusammen.

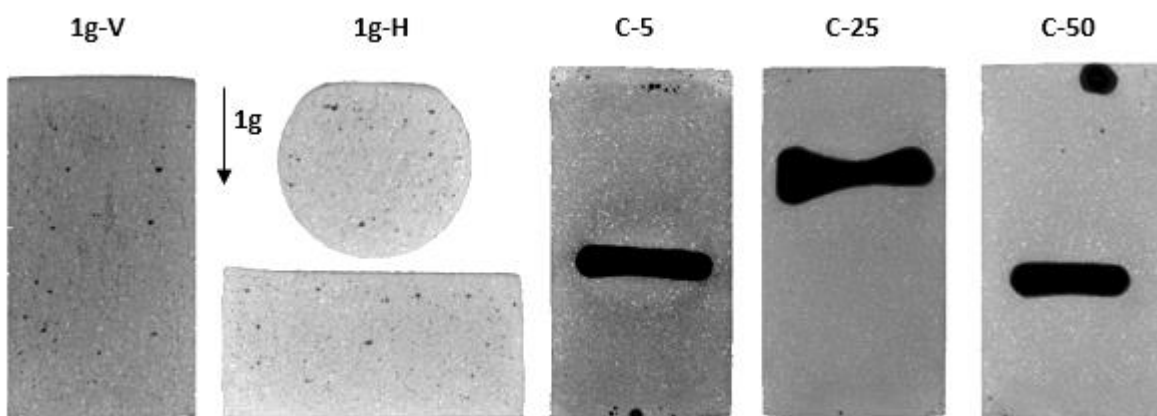


Abb. 43: Schnittbilder der CT-Scans der Proben der Mischung *N-R-SP* aus dem *LM*.

Bei den Proben der Mischung *R-AEA* konnten kaum Unterschiede identifiziert werden (siehe Abb. 44). Tendenziell waren größere Luftporen bei der Probe *C-25* als bei den anderen Proben zu erkennen und die Probe *1g-H* wies sehr viele kleine Poren auf.

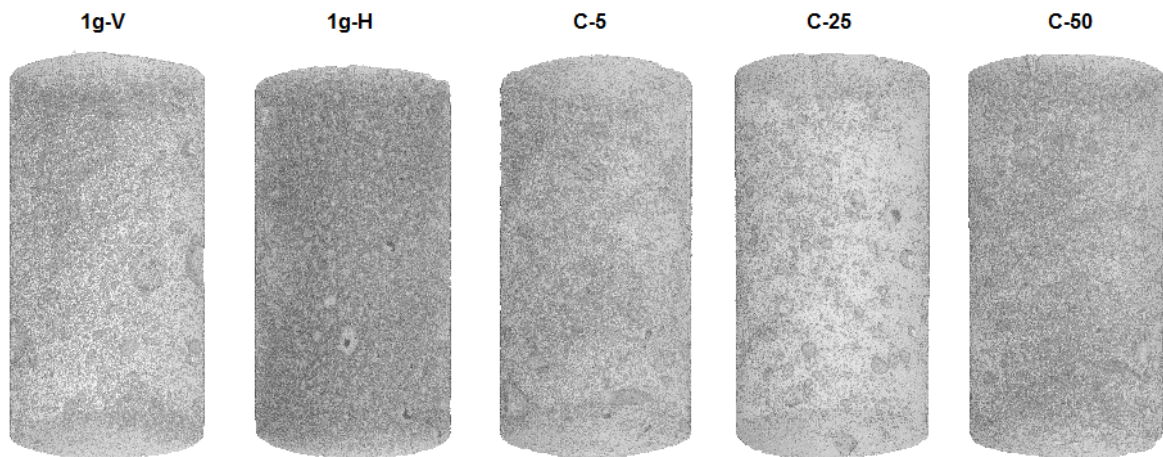


Abb. 44: Transparente 3D Perspektive aus den CT-Scans der Proben der Mischung *R-AEA* aus dem *LM*.

7.6 Luftporenauszählung

Von jedem Zylinder wurde eine Scheibe vom oberen und eine Scheibe vom unteren Probenrand für die Luftporenauszählung verwendet. Dabei wurden die Scheiben, wie in Kap. 5.5.5 beschrieben, präpariert und automatisiert ausgewertet. Die in Abb. 45 und Tab. 18 dargestellten Luftporenkennwerte wurden aus ca. 400 Scheiben mit je ca. 700 mm² Querschnittsfläche ermittelt.

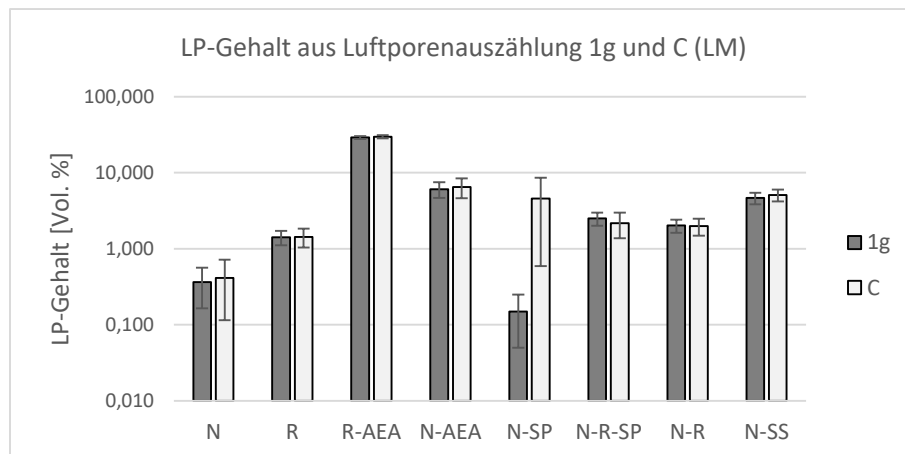


Abb. 45: Über Luftporenauszählung an Scheiben ermittelter Luftporengehalt untersuchter Mischungen aus dem *LM* mit Standardabweichung.

Im Vergleich der Mittelwerte der *1g*- und *C*-Proben waren nur für die Mischungen mit *SP* deutliche Unterschiede erkennbar. Die *1g*-Proben der *SP* Mischungen entlüfteten fast vollständig, während bei den *C*-Proben die Luftblasen in Form von einigen wenigen großen Poren in den Proben verblieben. Waren diese Poren an der Probenoberseite oder –unterseite, wurden diese auf den Scheiben sichtbar und der Porengehalt war sehr hoch. Waren die großen Poren aber nahe des Mittelpunkts der Probe,

wurden diese nicht über die LP-Auszählung erfasst (siehe Abb. 46). Da letzteres auf den überwiegenden Teil der C-Proben zutraf, wies dieses Verfahren für die C-Proben mit *SP* insgesamt viel zu niedrige LP-Gehalte aus (vgl. [15]).



Abb. 46: Präparierte Proben der Mischung *N-R-SP* von links nach rechts: V, H, C, C mit großer Hohlstelle.

Bei den C-Proben der Mischungen *N*, *N-AEA* und *N-SS* wurden tendenziell leicht erhöhte Porengehalte im Vergleich zu den *Ig*-Proben festgestellt. Die LP-Gehalte der C-Proben von *N* streuten stärker als die der *Ig*-Proben, da mehr Poren mit größerem Durchmesser vorhanden waren. Zwischen den Proben der Mischungen *R*, *R-AEA* und *N-R* waren dagegen keine signifikanten Unterschiede erkennbar.

Bei den *Ig-V*-Proben wurden bei den Scheiben vom oberen Probenrand für alle Mischungen höhere LP-Gehalte als bei den Scheiben vom unteren Probenrand erfasst (siehe auch [15]). Bei den H-Proben wurde ebenfalls im oberen Querschnittsbereich tendenziell ein leicht erhöhter LP-Gehalt im Vergleich zum unteren Querschnittsbereich festgestellt. Das entspricht den Ergebnissen aus den Voruntersuchungen (*Abdellah* [211], *Ajaj* [164], *Karknawi* [212]), in denen insgesamt ca. 1000 Scheiben ausgewertet wurden.

Bei den C-Proben der Mischung *N*, die bei 250 und 500 *rpm* rotiert wurden, zeigte sich im Zentrum der Rotationsachse ein durchgehender Hohlraum und dadurch sehr hohe LP-Gehalte von 6 bis 9% (Abb. 47).



Abb. 47: Scheiben von C-Proben der Mischung *N*: C-25 (links) und C-500 (rechts).

Tab. 18: Über Luftporenauszählung ermittelter Luftporengehalt untersuchter Mischungen aus dem LM

Mischung	Durchschnittlicher Luftporengehalt [Vol. %]							Verhältnisse			
	1g V	1g H	V/H	MW 1g	C-5	C-25	C-50	MW C	1g H/C	1g V/c	1g/c
N	0,250	0,480	0,521	0,365	0,445	0,385	0,415	0,415	1,16	0,602	0,880
R	1,460	1,370	1,066	1,415	1,970	1,090	1,240	1,433	0,96	1,019	0,987
R-AEA	28,780	29,290	0,983	29,035	29,120	28,600	31,600	29,773	0,98	0,967	0,975
N-AEA	6,250	5,920	1,056	6,085	6,170	6,780	6,580	6,510	0,91	0,960	0,935
N-SP	0,110	0,190	0,579	0,150	3,120	4,320	6,330	4,590	0,04	0,024	0,033
N-R-SP	2,220	2,780	0,799	2,500	0,320	2,440	3,760	2,173	1,28	1,021	1,150
N-R	1,720	2,320	0,741	2,020	3,070	1,490	1,400	1,987	1,17	0,866	1,017
N-SS	4,780	4,520	1,058	4,650	5,050	5,230	4,970	5,083	0,89	0,940	0,915

7.7 Druckfestigkeitsprüfungen

Die Druckfestigkeitsprüfungen an Proben einer Mischung wurden am selben Tag und ca. 520 Tage nach Herstellung der Proben durchgeführt. Da die Hydratation nach genau 301 Tagen durch die Isoopropanolwaschung gestoppt und die Proben danach trocken bzw. in Stickstoff gelagert wurden, sind die Werte aller Mischungen vergleichbar. Die Werte der Druckfestigkeiten können im Betonbau bei Proben der gleichen Mischung trotz optimaler Laborbedingungen Unterschiede von bis zu $\pm 5-10\%$ aufweisen.

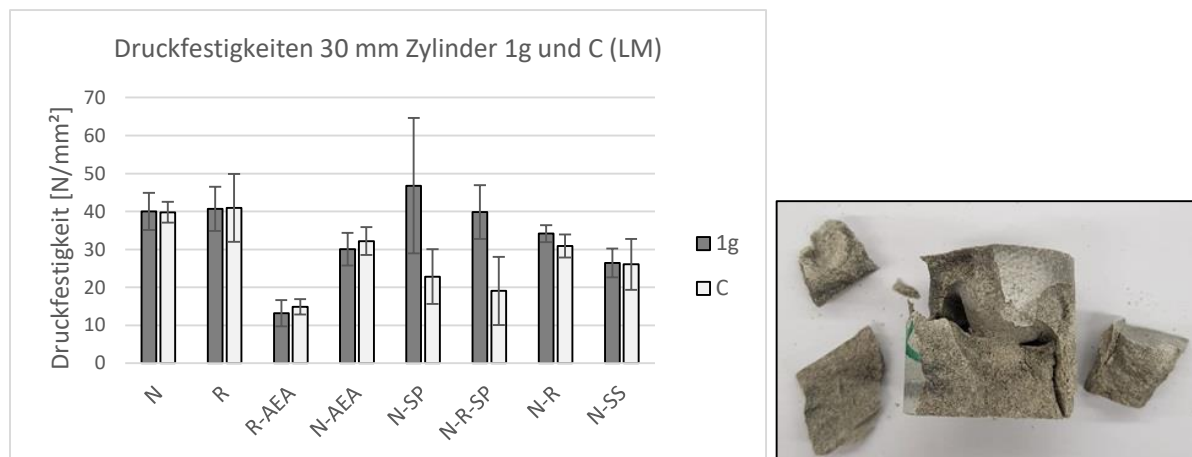


Abb. 48: Druckfestigkeiten untersuchter Mischungen aus dem LM im Vergleich mit Standardabweichung, Probekörper 30 x 30 mm Zylinder (links) und Bruchbild einer C-Probe von N-SP mit großen Fehlstellen im Zentrum (rechts).

Unter diesem Kontext sind die Mittelwerte der Druckfestigkeiten für die 1g- und C-Proben (siehe Abb. 48 und Tab. 19) so zu bewerten, dass eindeutige Unterschiede nur bei den Proben der Mischungen N-SP und N-R-SP zu erkennen waren. Diese lassen sich auf die lokalen großen Hohlstellen bei den C-Proben zurückführen, die zuvor über die CT- und Ultraschallmessungen und auch über die Bruchbilder (siehe Abb. 48) identifiziert werden konnten. Bemerkenswert war der große Unterschied zwischen den

Druckfestigkeiten der V- und H-Proben der Mischungen mit *SP*, der erheblich größer war als die zuvor festgestellten Porositätsunterschiede. Da die V-Proben in und die H-Proben quer zur Betonagerichtung belastet wurden, könnte analog zu *Hansen* [62] die Orientierung der Poren bzw. der Kontaktschichten (*ITZ*) eine Erklärung sein. Da die Mischung *N-R-SP* dreimal hergestellt wurde und alle Proben dieser Mischung abgedrückt wurden, können die Ergebnisse auf eine umfangreiche Datenbasis zurückgeführt werden. Zudem entsprechen die Ergebnisse den Voruntersuchungen von *Müller* [15], *Abdellah* [211] und *Biljan* [213].

Tab. 19: Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder untersuchter Mischungen aus dem LM (Mittelwerte)

Mischung	Durchschnittliche Druckfestigkeiten in [N/mm ²]							Verhältnisse			
	1g V	1g H	V / H	MW 1g	C-5	C-25	C-50	MW C	1g H/C	1g V/c	1g/C
<i>N</i>	39,82	40,24	0,99	40,03	39,11	40,03	40,23	39,79	1,01	1,00	1,01
<i>R</i>	38,32	43,06	0,89	40,69	44,60	36,45	41,72	40,92	1,05	0,94	0,99
<i>R-AEA</i>	14,07	12,30	1,14	13,18	14,50	15,16	14,99	14,88	0,83	0,95	0,89
<i>N-AEA</i>	30,34	29,79	1,02	30,07	33,39	32,55	30,64	32,19	0,93	0,94	0,93
<i>N-SP</i>	33,38	60,19	0,55	46,79	17,92	26,01	24,54	22,82	2,64	1,46	2,05
<i>N-R-SP</i>	33,08	46,55	0,71	39,82	20,91	17,12	19,18	19,07	2,44	1,73	2,09
<i>N-R</i>	33,34	34,96	0,95	34,15	30,79	29,86	32,01	30,88	1,13	1,08	1,11
<i>N-SS</i>	26,30	26,55	0,99	26,42	19,47	26,40	23,79	23,22	1,14	1,13	1,14

Um die Werte der Mischungen ohne *SP* differenziert zu betrachten, werden die Ergebnisse aus den Voruntersuchungen mit berücksichtigt (siehe Tab. 20).

Die Werte der Proben der Mischung *N* waren nahezu identisch, obwohl bei den C-Proben mehr und größere Poren identifiziert wurden. Das gleiche Ergebnis wurde bei den Voruntersuchungen von *Kar-knawi* [212] festgestellt, bei *Abdellah* [211] wiesen die C-Proben tendenziell leicht erhöhte Festigkeiten auf.

Für die Proben der Mischung *R* waren die Mittelwerte der *Ig*- und C-Proben identisch, jedoch schwankten die Einzelwerte. Werden nur die H-Proben betrachtet waren die Festigkeiten der *Ig*-Proben größer und entsprachen den Ergebnissen der Voruntersuchungen von *Ajaj* [164] und *Abdellah* [211]. Zwei der V-Proben (V-1 und V-3) wiesen bereits an der Oberfläche erkennbare Risse auf und zeigten geringe Festigkeiten von 28,25 und 36,99 N/mm². Ohne Berücksichtigung dieser beiden Werte betrug die mittlere Festigkeit der V-Proben 42,11 N/mm² und entsprach damit nahezu dem Wert der H-Proben.

Bei den Mischungen *R-AEA* und *N-AEA* waren geringfügig erhöhte Druckfestigkeiten bei den C-Proben festzustellen. Dies entsprach tendenziell den Ergebnissen der Voruntersuchungen von *Macherey* [166].

Die *Ig*-Proben der Mischungen *N-R* und *N-SS* wiesen höhere Festigkeiten als die C-Proben auf, die zuvor auch eine leicht erhöhte Porosität zeigten. Bei der Mischung *N-SS* allerdings waren die Festigkeiten zweier C-5 Proben, die besondere Oberflächenstrukturen aufwiesen, sehr viel niedriger als die

restlichen Werte. Werden diese beiden Proben nicht berücksichtigt, beträgt die mittlere Festigkeit aller C-Proben von *N-SS* 26,05 N/mm² und ist damit nahezu identisch zu der Festigkeit der *Ig*-Proben. Bei den Voruntersuchungen nach *Abdellah* [211] und *Karknawi* [212] wurden allerdings etwas höhere Festigkeiten für die C-Proben ermittelt.

Für die C-Proben im Hinblick auf verschiedene Rotationsgeschwindigkeiten konnten keine eindeutigen Unterschiede erkannt werden, mit Ausnahme der C-5 Proben von *N-SS*, die geringere Festigkeiten zeigten. Erst bei sehr hohen Rotationsgeschwindigkeiten von 250 bzw. 500 rpm wurden deutlich höhere Festigkeiten gemessen (vgl. [15]).

Tab. 20: Ergebnisse der Druckfestigkeitsprüfungen an 30 mm Zylindern der Hauptuntersuchung (HU) und der Voruntersuchungen (VU) im Vergleich

Durchschnittliche Druckfestigkeiten in [N/mm ²]									
Mischung	HU			VU1 (28+ Tage)			VU2 (7 Tage)		
	MW <i>Ig</i>	MW C	<i>Ig</i> /C	MW <i>Ig</i>	MW C	<i>Ig</i> /C	MW <i>Ig</i>	MW C	<i>Ig</i> /C
<i>N</i>	40,03	39,79	1,006	45,29	47,94	0,945	20,37*	20,2	1,008
<i>R</i>	40,69	40,92	0,994	47,81	44,28	1,08	43,02*	41,35	1,04
<i>R-AEA</i>	13,18	14,88	0,886	14,14*	14,32	0,987	10,47*	10,85	0,965
<i>N-AEA</i>	30,07	32,19	0,934	25,49*	27,35	0,932			
<i>N-R</i>	34,15	30,88	1,106	34,92	37,2	0,939			
<i>N-SS</i>	26,42	23,22	1,138				13,03*	14,06	0,927

* Werte *Ig* nur auf Grundlage von H-Proben

7.8 Zusammenfassung

Durch die Rotation im Klinostaten wurden die Eigenschaften der Betonproben je nach Mischungszusammensetzung unterschiedlich stark beeinflusst. Proben mit niedriger Viskosität (Proben mit *SP*) zeigten signifikante Unterschiede im Hinblick auf das Erscheinungsbild, die Porosität und die Druckfestigkeit. Während die *Ig*-Proben der *SP* Mischungen stark entlüfteten, verblieben die Luftblasen bei Klinostatrotation innerhalb der Proben und fügten sich zu wenigen großen Luftblasen zusammen. Durch diese großen, lokalen Defekte wurde die Druckfestigkeit erheblich reduziert.

Desto steifer die Probe im frischen Zustand war, desto geringer war der Einfluss der Klinostatrotation. Die Proben der Mischung *R* und auch *R-AEA* zeigten keine signifikanten Unterschiede zwischen den *Ig*- und C-Proben. Bei den C-Proben von *N*, *N-AEA*, *N-R* und *N-SS* wurden zwar tendenziell mehr und größere Poren erkannt, jedoch waren die Auswirkungen auf die Druckfestigkeiten gering.

Unterschiede zwischen den *Ig*-Proben, die in vertikaler oder horizontaler Position erstarrten, waren zum einen auf eine höhere Entlüftungsrate der H-Proben, aufgrund der kürzeren Strecke und größeren Oberseitenfläche, und zum anderen auf eine Belastung quer zur Betonagerichtung, bei der offenbar höhere Lasten über die *ITZ* übertragen werden konnten, zurückzuführen.

In geringem Maße waren Unterschiede zwischen den C-Proben, die bei 5, 25 oder 50 rpm rotiert wurden, erkennbar. So zeigten einige Proben bei 5 rpm besondere, schlierenhafte Oberflächenstrukturen, die offenbar auf Luftblasen, die sich während der Rotation am Probenrand befanden, zurückzuführen sind. Bei 50 rpm konnte zumindest bei der Mischung *N* eine Tendenz zur Ansammlung von Luftblasen im Rotationszentrum (Probenmitte) festgestellt werden, was auf die Wirkung von zu hohen g-Kräften hindeutete. Bei 250 und 500 rpm zeigten sich durchgehende Hohlräume im Probenzentrum. Obwohl die Proben, die unter diesen hohen Geschwindigkeiten rotiert wurden, eine hohe Porosität aufwiesen, waren die Druckfestigkeiten signifikant erhöht.

Die Ergebnisse zeigen, dass bei Rotationsgeschwindigkeiten von 5 bis 25 rpm für die Betonzylinder mit 30 mm Durchmesser keine Einflüsse von unerwünschten g-Kräften festzustellen waren. Daher scheint dieser Geschwindigkeitsbereich gut geeignet, um die Effekte von Schwerelosigkeit zu simulieren.

8 Untersuchungen zu Proben aus dem *MCM*

8.1 Übersicht *MCMs* und Betonproben

Für die Bewertung des *MCM* werden die Inspektionsergebnisse aller *MCMs* betrachtet, die im gleichen Zeitraum hergestellt wurden (insgesamt 201 *MCMs*: 64 μg , 64 *Ig-V*, 40 C und 33 *RPM*). Die 64 *Ig-V* Proben wurden in den ursprünglich für die *ISS* vorgesehenen *MCMs*, die in den Laboren von *BIOTESC* unter *PA* Aufsicht gefertigt wurden, hergestellt. Abweichend zu den *MCMs*, die tatsächlich zur *ISS* geflogen sind, hatten die *Ig-V MCMs* keine *scraper* und die *retention chamber* war aus *PC*. Das Material der *retention chamber* der 33 *RPM MCMs* bestand aus *MABS*, *COC* oder *Tritan*, es wurde kein zusätzlicher Beutel am hydrophoben Filter angebracht (stattdessen nach Nutzung mit einem Stopfen verschlossen) und der hydrophile Filter am *mixertube* wurde nicht angeklebt. Auf die Herstellung der Betonproben haben diese Unterschiede keinen Einfluss. Für die ersten 40 Proben aus dem Klinostaten wurden *MCMs* des gleichen Typs, wie die der *ISS MCMs* verwendet. Bis auf die 33 *RPM* Proben, die im Labor von *BIOTESC* produziert wurden, wurden alle Vergleichsproben am *IfM* hergestellt.



Abb. 49: Oben: *MCMs* von der Erde (33 *RPM*, 40 C-5 und 64 *Ig-V*), unten: *MCMs* von der *ISS* (64 μg).

Für zusätzliche Vergleichsproben wurden die *Ig-V*, *RPM* und *C MCMs* nach dem Ausschalen der Betonproben gesäubert, aufbereitet und wiederverwendet. Von den folgenden 8 Mischungen wurden zusätzliche Vergleichsproben (*Ig-V*, *Ig-H* und *C*, siehe Tab. 21) hergestellt:

N, *R*, *N-AEA*, *R-AEA*, *N-SP*, *N-R-SP*, *N-R* und *N-SS*

Die Ergebnisse der Untersuchungen der Betonproben dieser Mischungen werden in diesem Kapitel dargestellt.

Alle Proben wurden für 301 Tage in luftdichten Behältern bei $23\pm 1^\circ\text{C}$ Raumtemperatur und $38\pm 1\%$ Raumfeuchte gelagert. Die Bedingungen während des Transports der *ISS* Proben (2 Tage Raumflug *ISS* zu *ALTEC USA*, sowie 3 Tage Frachtpost *ALTEC USA* zum *DLR Köln*) sowie der *RPM* Proben (2 Tage Frachtpost *BIOTESC* zum *DLR Köln*) sind nicht bekannt, aber aufgrund der luftdichten Lagerung, der kurzen Dauer von wenigen Tagen und dem fortgeschrittenen Alter der Betonproben (min. 6 Monate) ist ein möglicher Einfluss aus den Umgebungsbedingungen auf die Betonproben vernachlässigbar. Nach den 301 Tagen wurden alle Proben mit Isopropanol getränkt (für ca. 4-6 Wochen), bei maximal 38°C getrocknet und anschließend in luftdichten Behältern, die mit Stickstoff gefüllten wurden, gelagert.

Nach Abschluss aller zerstörungsfreien Prüfungen an den ursprünglich ca. 50 mm langen Betonzylindern, wurden alle Proben zu 30 mm Zylindern mit 4 Querschnittsscheiben geschnitten (siehe Kap. 5.4.1). Von den 5 Kits *N*, *N-AEA*, *N-R*, *N-SS* und *R-AEA* wurden je eine *Ig-V*-, *Ig-H*-, *C*-, *RPM* und μg -Probe zu 12 Würfeln mit Kantenlänge ca. 10 mm geschnitten (siehe Kap. 5.4.2).

Tab. 21: Übersicht der untersuchten Proben der 8 ausgewählten Mischungen aus dem MCM

Probenart	Serie	Herstelldatum	Bezeichnung	Kits	Anzahl
1g-V	1	Februar 22	V-7, V-8, V-9, (V-10, V-11)	alle	26
	2	September 22	V-10, V-11, V-12	alle	18
	3*	September 22	V-20, V-21, V-22	<i>N</i> , <i>R</i> , <i>N-AEA</i>	8
1g-H	1	Juni 22	H-7, H-8, H-9	alle	24
	2	September 22	H-10, H-11, H-12	alle	24
C	1	Februar 22	C-5-5, C-5-6	alle	16
	2	September 22	C-5-7, C-5-8, C-5-9	alle	22
	3**	September 22	C-5-10, C25-10, C50-10	<i>N</i> , <i>R</i> , <i>R-AEA</i>	7
RPM			<i>RPM-1</i> , <i>RPM-2</i> , <i>RPM-3</i>	alle	24
μg			S/N 1-64	alle	26
					195

alle Kits gilt für die 8 betrachteten Kits: *N*, *R*, *N-AEA*, *R-AEA*, *N-SP*, *N-R-SP*, *N-R* und *N-SS*

* Vergleichsproben mit reduzierter Kompression

** Vergleichsproben mit höheren Rotationsgeschwindigkeiten (25 und 50 rpm)

8.2 Inspektion und Auseinanderbau der MCMs

Alle MCMs wurden inspiziert, von allen Seiten fotografiert und die festgestellten Besonderheiten im Dokument *MCM Return Inspection Form* dokumentiert. Mit allen 64 ISS MCMs konnten Betonproben hergestellt werden und es kam während der Ausführung zu keinen Fehlfunktionen, die einen Abbruch des Experiments oder den Verlust eines MCMs zur Folge hatten. Dennoch zeigten sich bei genauer Betrachtung der ISS MCMs einige Mängel, die in Tab. 22 und Abb. 50 aufgeführt sind.

Bei 28 MCMs wurden rostfarbene Verfärbungen im Bereich der *shaft seals* entdeckt, die auf eine Korrosion der Metallteile der *shaft seals* hindeuteten (Abb. 50 b)). Kleine Risse im auskragenden Bereich der *retention chamber* (unterhalb der *shaft seals*), deren Ursache trotz der Verwendung von Tritan sehr wahrscheinlich auf temperaturbedingte Zwangsspannungen infolge des Herstellprozesses zurückzuführen waren, wurden bei 44 MCMs festgestellt (Abb. 50 b)). Bei der Hälfte der ISS MCMs wurden minimale Materialmengen im PE-Beutel gefunden und 4 Beutel wiesen Beschädigungen auf, die wahrscheinlich durch das Durchstechen des *Luer Slip* Anschlusses des Filters während des Komprimierens der MCMs entstanden sind (Abb. 50 a)). Bei der Sichtung der Videoaufzeichnungen des ISS Experiments zeigte sich, dass der Astronaut Maurer den MCM mit sehr hohem Kraftaufwand zusammendrückte. Dabei scheint etwas Frischbeton durch den für 5 bar ausgelegten hydrophoben Filter in den Beutel gedrückt worden zu sein. Bei den 10 MCMs, die Normsand enthielten, wurden Kratzer an der *mixertube* Oberfläche festgestellt (Abb. 50 g)). In den entstandenen Riefen des Stahlrohres konnte sich Betonmaterial festsetzen, dass weder von den *scrapern* noch von den *shaft seals* abgestreift werden konnte und eine Korrosion der *shaft seals* begünstigte. 3 *mixing chambers* wiesen kleinere und 2 *mixing chambers* größere Risse auf, bei einer Betonprobe (S/N 38) waren die Risse auf der Oberfläche sichtbar (Abb. 50 c)). Da keine einzige der 250 *mixing chambers*, die im Labor auf der Erde teilweise auch mehrfach zum Mischen verwendet wurde, Risse aufwies, ist davon auszugehen, dass die Beschädigung der *mixing chambers* während des Transports entstanden war. Beim Komprimieren wurde bei 36 MCMs Frischbeton am ersten O-Ring und bei 4 MCM auch am zweiten O-Ring vorbeigedrückt (Abb. 50 f)).

Tab. 22: Zusammenfassung der Inspektionsergebnisse der ISS MCMs

Beschreibung	Abb. 50	Anzahl MCMs	Auswirkung
Korrosion (<i>shaft seals</i> / <i>dome</i>)	b)	28	(Sicherheit)
Risse in der <i>mixing chamber</i>	c)	5	Sicherheit (Wissenschaft)
Risse in der <i>retention chamber</i> (<i>dome</i>)	b)	44	(Sicherheit)
Kratzer am <i>mixer</i>	g)	10	Sicherheit
Beton über den ersten O-Ring gedrückt	f)	36	Sicherheit
Beton über den zweiten O-Ring gedrückt	f)	4	Sicherheit
Beton im Beutel	a)	32	Sicherheit
Loch im Beutel	a)	4	Sicherheit
<i>Mixer</i> nicht vollständig hochgezogen	e)	27	Wissenschaft
MCM nicht (dauerhaft) komprimiert	d)	11	Wissenschaft

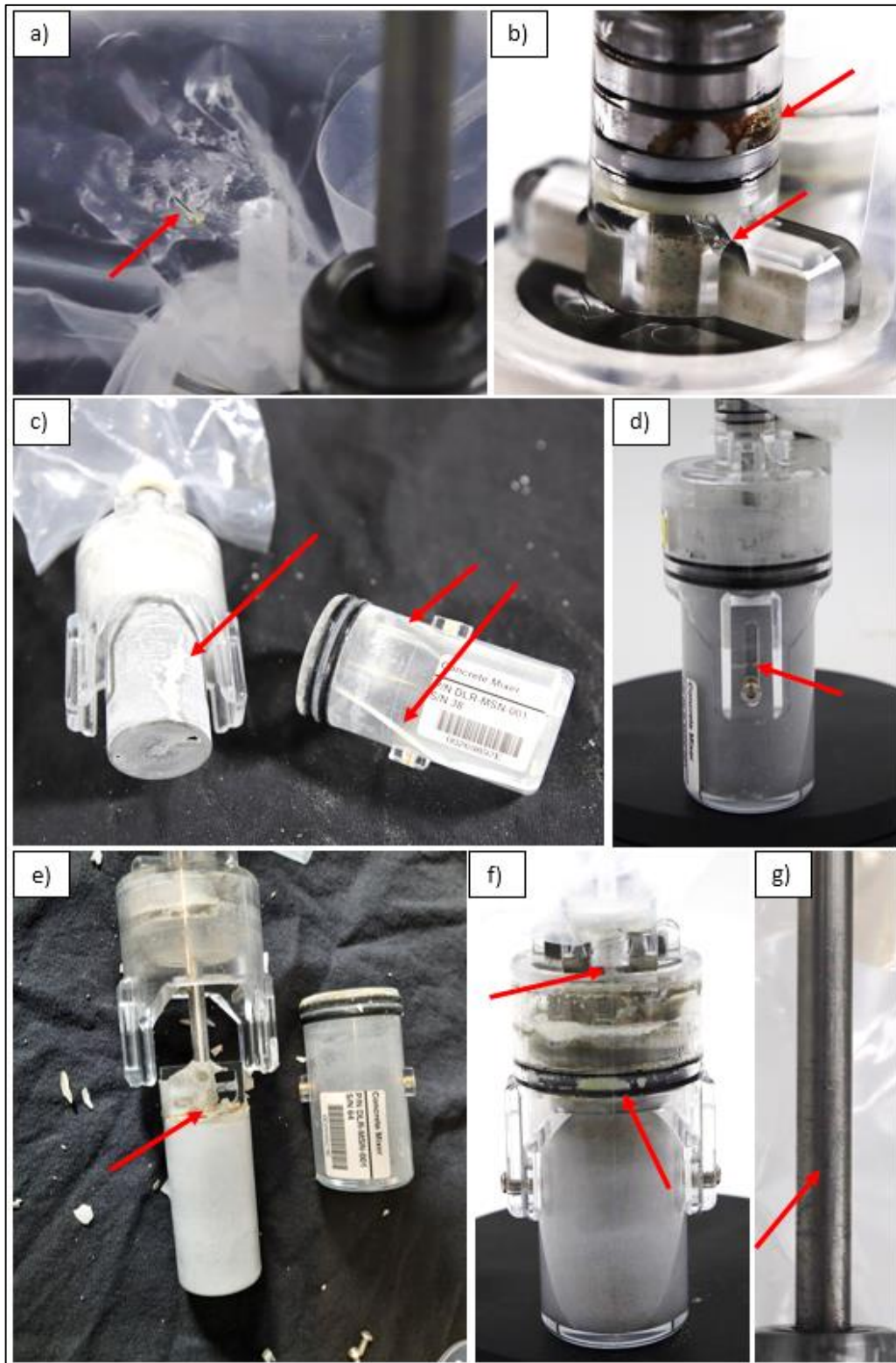


Abb. 50: Festgestellte Mängel an den ISS MCMs, a) Material und Loch im Beutel, b) Korrosion bei den shaft seals und kleine Risse am auskragenden Teil der retention chamber, c) Risse an der mixing chamber und an der zugehörigen Probenoberfläche, d) nicht komprimierter MCM, e) mixer nicht vollständig hochgezogen und Verbindung des mixers mit der Betonprobe, f) verstopfter hydrophober Filter und Material, das über den O-Ring gedrückt wurde, g) Kratzer an der Oberfläche des mixertubes.

Die bisher aufgeführten Mängel betrafen das Sicherheitskonzept und hatten, bis auf ggfs. die Oberflächenrisse infolge der gerissenen *mixing chamber*, keine negativen Auswirkungen auf die Qualität der Betonprobe. Einige der Mängel wurden bereits beim *EST* beobachtet, weshalb die Prozedur dahingehend angepasst wurde, dass der *MCM* vor dem Komprimieren in 2 ziplock *bags* gepackt werden sollte. So wurde sichergestellt, dass auch bei Überdrücken der O-Ringe, einem Durchstanzen des Beutels oder einem Überdrücken des hydrophoben Filters die 3 LoC weiterhin vorhanden waren. Die Korrosion der *shaft seals* und die kleinen, nicht durchgehenden Risse in der *retention chamber* beeinträchtigten nicht die Containerintegrität und waren daher von untergeordneter Bedeutung. Dies wurde mit Vakuum-Dichtheitstests an den *ISS MCMs* (analog Kap. 4.2.6) bestätigt. Dabei konnten auch für die gerissenen *mixing chambers* keine Undichtigkeiten festgestellt werden. Abschließend ist festzuhalten, dass während der *ISS* Experimente mit dem *MCM* die Sicherheit des Astronauten gewährleistet wurde und keine Gefahr für die Gesundheit des Astronauten bestand.

Zwei Mängel hatten keine Auswirkung auf das Sicherheitskonzept bzw. die Dichtigkeit des *MCMs*, aber auf die Eigenschaften der Betonproben. Zum einen wurden 11 *MCMs* zwar zusammengedrückt, aber die Luft konnte nicht durch den Filter entweichen, da dieser mit Frischbeton zugesetzt war (Abb. 50 f)). Dadurch haben sich die Containerteile wieder auseinandergedrückt, so dass keine dauerhafte Kompression der Betonprobe erreicht wurde und das zur Verfügung stehende Volumen für den Frischbeton deutlich größer war (Abb. 50 d)). Aufgrund der Mikrogravitation verteilte sich der Frischbeton auf das gesamte vorhandene, zu große Volumen, weshalb die Porosität in diesen Betonproben deutlich erhöht war (siehe folgende Kapitel). Insbesondere die Zementleimmischungen ohne Zuschläge, die eine niedrige Viskosität aufwiesen, waren betroffen. Bereits eine geringe Materialmenge war ausreichend, um den hydrophoben Filter zu verschließen. Aus den Videoaufzeichnungen des *ISS* Experiments geht hervor, dass wahrscheinlich eine geringfügige Abweichung von der vorgesehenen Prozedur die Ursache für diese Beeinträchtigung war. Der Stopfen auf dem *backcheck valve* wurde entfernt und erst danach die Containerteile auseinandergezogen. Dabei wurde Luft von außen durch den *mixer* durch die trockenen Mischungsbestandteile gewirbelt, so dass etwas Material in die *retention chamber* gelang. Nach der Zugabe des Wassers und beim Hochziehen des *Mixers* wurde dadurch mehr Material und Wasser zum hydrophoben Filter gedrückt und dieser dadurch verstopft.

Eine weitere Möglichkeit wäre, dass eine geringe Zementmenge aufgrund des Transports oder den Vibrationen beim Raketenstart bereits in die *retention chamber* gelangte. Allerdings ist dies in den Videoaufzeichnungen nicht zu erkennen, vielmehr schienen die *retention chambers* vor der Benutzung frei von sichtbaren Mengen an Zement zu sein. Bei einigen wenigen *MCMs*, die auf der Erde gemischt wurden, verstopfte ebenfalls der hydrophobe Filter. Allerdings konnte der Filter entfernt, der *MCM* wie geplant komprimiert und danach mit einem *Luer* Stopfen verschlossen werden.

Bei 27 *ISS MCMs* wurde der *mixer* nicht vollständig hochgezogen, so dass der *mixer* mit der erhärteten Betonprobe verbunden war (Abb. 50 e)). Die Ursache war auch hier zu viel Material, das in die *retention chamber* gelangte. Es waren hauptsächlich Mischungen mit Zuschlägen, insbesondere die Normsandproben mit 2 mm Größtkorn, betroffen. Obwohl eine Reserve von ca. 5 mm Länge für das Verwahren des *mixerblades* in der *retention chamber* vorgesehen war, wurde beim Hochziehen des

mixers in μg -Umgebung offenbar zu viel Material oberhalb des *mixerblades* in den Verwahrbereich der *retention chamber* geschoben (siehe auch Abb. 51 e)). Eine zweite Ursache könnte aber auch in einer fehlerhaften Experimentausführung liegen, da insbesondere bei den *MCMs*, die keine Gesteinskörnung enthielten, kein Material oberhalb des *mixerblades* zu finden war (z. B. Abb. 50 e)). Beim überwiegenden Teil der betroffenen *MCMs* ragte das *mixerblade* nur einige wenige mm in die Betonprobe. Eine Ausnahme stellte der *MCM* mit der S/N 44 dar, da bei diesem der *mixer* gar nicht hochgezogen und vollständig mit der Betonprobe verbunden wurde. Weder beim *EST* noch bei einem anderen auf der Erde verwendeten *MCM* gab es Probleme, den *mixer* hochzuziehen und vollständig aus dem Frischbeton zu entfernen.

Das Verfahren zum Auseinanderbau der *MCMs* wurde anhand der zuvor hergestellten 64 *EST MCMs* entwickelt und optimiert, so dass das Risiko einer Beschädigung der Betonprobe beim Ausbau minimiert wurde. Vor dem Zerlegen der *ISS MCMs* wurden die Betonproben der *MCMs*, die auf der Erde verwendet wurden, ausgeschalt. Nach Entfernen der Schrauben an der *mixing chamber*, wurde ein ca. 4 mm großes Loch in den Boden der *mixing chamber* gefräst (Abb. 51 a)). Mit einer Spreizzange wurden die beiden Containerteile gelockert und voneinander gelöst. An dem gefrästen Loch wurde eine Druckluftpistole angesetzt und stoßweise Luftdruck mit bis zu 8 bar aufgebracht, um die Containerteile zu trennen (Abb. 51 b)). Bei den meisten *MCMs* war die Betonprobe über die *sealing lip* mit der *retention chamber* verbunden (Abb. 51 c)) und konnte vorsichtig mit leichtem Wackeln gelöst werden (Abb. 51 d)). Bei einigen *MCMs* verblieb die Probe in der *mixing chamber*. In diesem Fall wurde mit leichtem Klopfen der Oberseite der *mixing chamber* auf einen Holzklötz die Probe gelöst und anschließend herausgezogen. War die Betonprobe mit dem *mixer* verbunden, wurde mit einer Siphonzange der hydrophile Filter abgedreht und der *mixer* durch die *retention chamber* geschoben (Abb. 51 e)). Mit diesem Verfahren konnten alle 64 *ISS* Betonproben und alle auf der Erde hergestellten Proben unbeschadet aus dem *MCM* entnommen werden.

Bei einigen *mixer*, bei denen der hydrophile Filter abgedreht wurde, lief etwas Wasser aus dem Rohr (Abb. 51 f)). Damit konnte die Annahme bestätigt werden, dass in μg -Umgebung das Wasser im Totvolumen des *mixers* verbleibt und daher eine geringe Menge Zugabewasser für die *ISS* Proben erforderlich war, um sicherzustellen, dass die vorgesehene Menge Wasser für die jeweilige Mischung die trockenen Bestandteile erreichte.

Mit dem *MCM* war es erstmals möglich, Betonproben mit unterschiedlichen Zusammensetzungen in Zylinderform in Schwerelosigkeit auf der *ISS* herzustellen. Die Probenqualität und -eigenschaften einiger Mischungen werden in den folgenden Kapiteln ausführlich beschrieben. Nach Inspektion der *MCMs* lässt sich aber bereits feststellen, dass der *MCM* sowohl auf der *ISS* als auch auf der Erde sehr gut funktioniert hat. Zwar wurden einige kleinere Mängel festgestellt, allerdings haben diese im Experimentablauf keine Auswirkungen auf die Sicherheit der Astronauten gehabt. Mit kleineren Anpassungen (z.B. Materialwechsel, kleinere Geometrieänderungen) lassen sich die Mängel beheben, so dass bei einer erneuten Anwendung des *MCMs* im Weltraum die Leistungsfähigkeit nochmals erhöht werden kann.

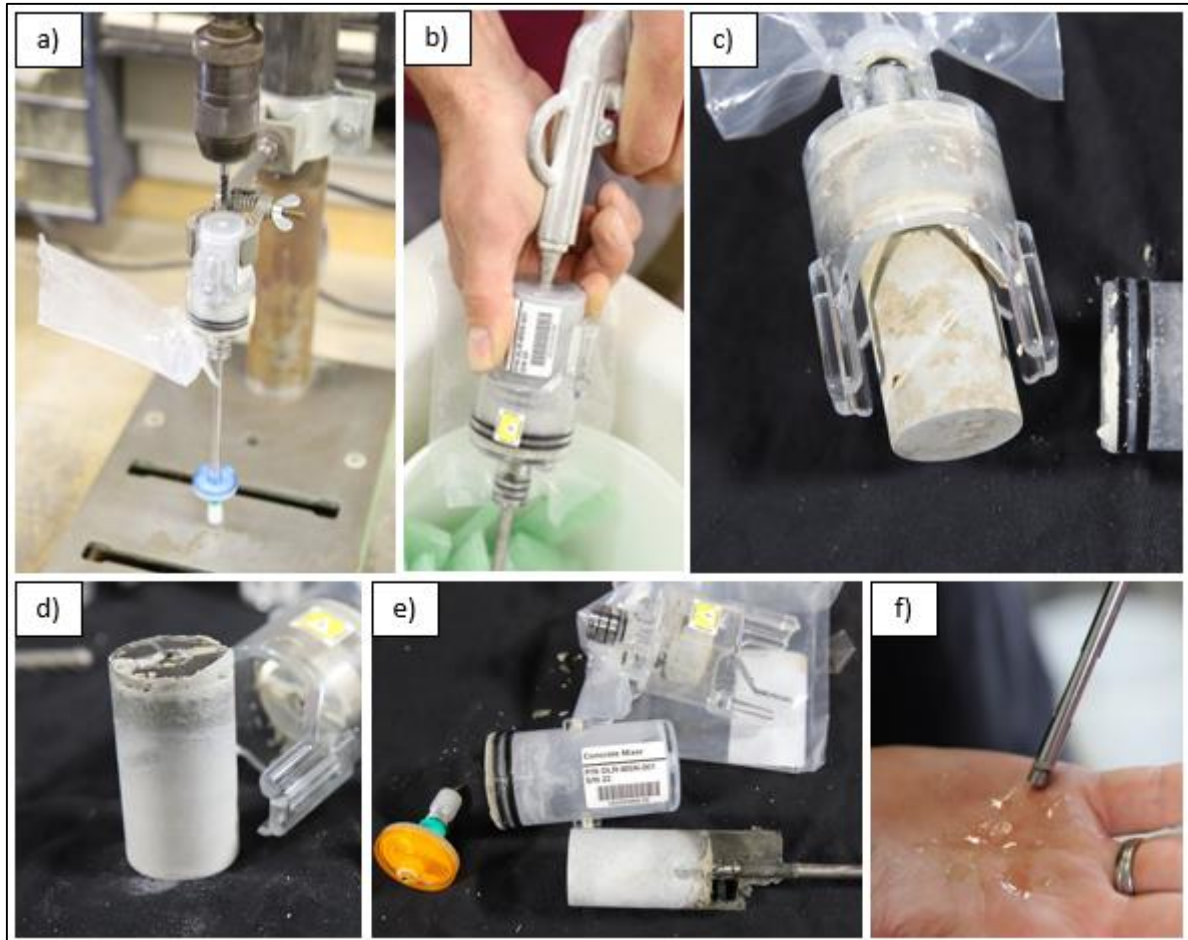


Abb. 51: Auseinanderbau der *MCMs*, a) Fräsen eines Loches in die Unterseite der *mixing chamber*, b) Ansatz der Druckluftpistole zum Trennen der Containerteile, c) getrennte Containerteile und freigelegte Betonprobe, die über die *sealing lip* mit der *retention chamber* verbunden ist, d) freigelegte Betonprobe mit *sealing lip* an der Oberseite, e) Auseinanderbau mit abgedrehtem hydrophilen Filter bei Proben, die mit dem *mixer* verbunden waren, f) Wasser aus dem *mixertube*.

8.3 Inspektion und äußeres Erscheinungsbild der Proben

Das äußere Erscheinungsbild und sichtbare Besonderheiten der Proben von 8 Mischungen (siehe Tab. 21) wurden direkt nach dem Ausschalen untersucht. In diesem Ursprungszustand waren große Unterschiede zwischen den Proben einer Mischung bei unterschiedlichen Schwerkraftbedingungen erkennbar, die zum Teil auf den Kompressionsgrad des *MCMs* zurückgeführt werden konnten (siehe Abb. 52). Bei geringer oder fehlender Kompression des *MCMs* stand der gleichen Frischbetonmenge zum einen ein größeres Volumen zur Verfügung und zum anderen fand keine bzw. eine geringe Verdichtung des Frischbetons statt, so dass mehr und größere Luftblasen im Beton verblieben. Die Proben wiesen eine größere Länge auf und zum Teil entstanden dadurch besondere Probekörperformen (vgl. Abb. 53 *R-AEA*). Proben mit *AEA*, die ohne Kompression des *MCMs* unter *1g* oder in der *RPM* hergestellt

wurden, zeigten ähnliche Charakteristika wie die *ISS* Proben (Abb. 52). Daher ist anzunehmen, dass die große Hohlräumbildung bei den *ISS* Proben eine Folge der geringen Kompression war und nicht ausschließlich durch die Mikrogravitation hervorgerufen wurde.

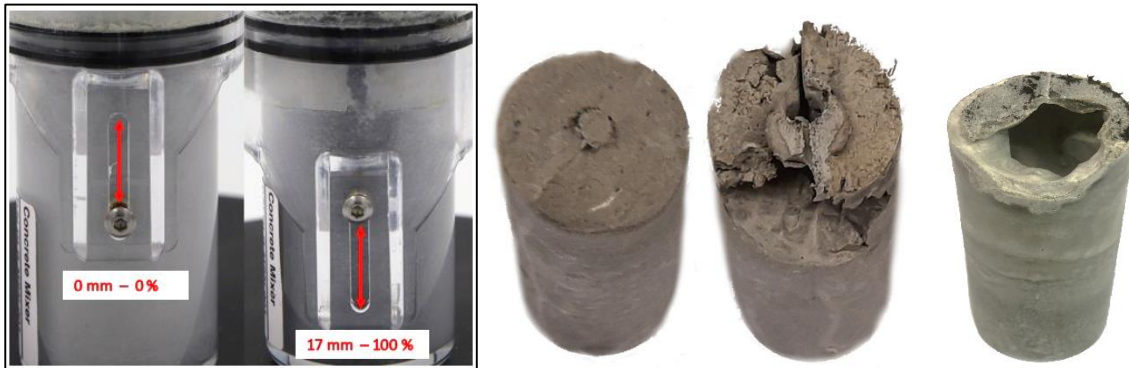


Abb. 52: Kompression mit dem MCM: Definition Kompressionsgrad (links), Proben *N-AEA* (rechts) von links nach rechts: *Ig* komprimiert, *Ig* nicht komprimiert, *RPM* nicht komprimiert.

Die Oberflächen, die direkten Kontakt zur Schalung hatten, waren bei allen Proben aus dem *MCM* sehr glatt und wiesen eine hochwertige Sichtbetonoptik auf. Unterschiede im Farbverlauf wurden bei den *ISS* Proben festgestellt, die wenig oder gar nicht komprimiert wurden (Abb. 53). Die Oberflächen der Proben der Mischungen *R* und *R-AEA* zeigten bräunliche Verfärbungen (Abb. 53), die ggfs. auf Eisenionen zurückzuführen sind [214].



56	57	58	62	63	64	50	51	52
0%	0%	50%	0%	100%	50%	100%	0%	100%
75,11	69,31	69,66	60,08	67,89	46,24	73,90	70,81	73,49
41,65	38,74	37,91	28,26	33,13	22,18	33,77	39,82	33,87

Abb. 53: *ISS* Proben der Mischungen *R-AEA* (56-58), *N-SP* (62-64) und *N-R-SP* (50-52), Werte je Zeile von oben nach unten: Probennummer, Kompressionsgrad [%], Gewicht [g], Volumen (Tauchwägung) [ml]

Bei den Mischungen *N*, *N-AEA*, *R*, *R-AEA*, *N-R* und *N-SS* zeigten sich bei gleichem Kompressionsgrad kaum Unterschiede im Erscheinungsbild zwischen den jeweiligen Proben, die unter unterschiedlichen Schwerkräfteinflüssen hergestellt wurden (siehe weitere Bilder im Anhang B).

Bei den Mischungen *N-SP* und *N-R-SP* wiesen die Proben je nach Schwerkräfteinwirkung während der Erstarrung signifikante Unterschiede auf, ähnlich wie bereits im vorherigen Kapitel erläutert (siehe

Abb. 54 und Abb. 55). Die *Ig* Proben zeigten an den Oberseiten Blutungs- und Entlüftungseffekte, weshalb die *Ig-V* Proben in der Länge verkürzt waren und die *Ig-H* Proben keinen kreisrunden Querschnitt aufwiesen. Bei den *C* Proben waren schlierenhafte Muster erkennbar, die analog der Rotationsbewegung verliefen. Ähnliche Muster waren auf den *RPM* Proben zu sehen, die aber im Gegensatz zu den *C* Proben nicht einer geordneten Bahn entsprachen, sondern zufällig angeordnet und unterschiedlich stark ausgeprägt waren. Die Oberfläche der *ISS* Proben wies größtenteils einen gleichmäßigen Grauton auf, der insbesondere an den oberen Kante der *N-R-SP* Proben leichte Verdunkelungen zeigte (Abb. 53). Die nicht komprimierte Probe 51 war im unteren Bereich identisch zu den anderen beiden *N-R-SP ISS* Proben. An der Oberfläche in der oberen Hälfte, die durch einen dunkleren ringförmigen Bereich sichtbar unterteilt wurde, waren viele kleine Poren erkennbar. Die nicht vollständig komprimierten *N-SP* Proben von der *ISS* wiesen im oberen Bereich einen kugelförmigen, großen Hohlraum auf (Abb. 53).



Abb. 54: *N-R-SP* Proben aus dem *MCM* von links nach rechts: *Ig-V*, *Ig-H*, *C-5*, *RPM*, μg (50).



Abb. 55: *N-SP* Proben aus dem *MCM* von links nach rechts: *Ig-V*, *Ig-H*, *C-5*, *RPM*, μg (63).

8.4 Rohdichte, Skelettdichte und Gesamtporosität

Die *ISS* Proben, die mit dem *mixer* verbunden waren, wurden zunächst am unteren Rand des *mixer* trocken geschnitten, so dass diese eine planparallele Zylinderform aufwiesen. Die Volumina aller Proben wurden über Ist-Maße bestimmt und die Gewichte nach dem Ausschalen ermittelt. Für die Bestimmung der Volumina der Proben mit unregelmäßiger Probenoberseite wurde eine ideelle Zylinderform angenommen. In Tab. 23 sind die entsprechenden Rohdichten der ca. 50 mm langen Zylinder aus dem *MCM* aufgeführt. In der letzten Spalte der Tab. 23 sind nur *ISS* Proben berücksichtigt, die komprimiert wurden und eine planparallele Zylinderform aufwiesen.

Tab. 23: Rohdichten der 50 mm *MCM* Proben im Vergleich

50 mm Zylinder Durchschnittliche Rohdichte in [g/cm ³]									Verhältnisse				
Kit	Mischung	1g V	1g H	MW 1g	C	RPM	μg	1g/C	1g/RPM	1g/μg	C/μg	RPM/μg	1g/μg*
6	N	2,046	2,035	2,040	1,973	1,970	1,565	1,034	1,036	1,30	1,26	1,26	1,21
10	R	1,961	1,951	1,956	1,916	1,884	1,787	1,021	1,038	1,09	1,07	1,05	1,05
18	R-AEA	1,774	1,787	1,780	1,732	1,847	1,655	1,028	0,964	1,08	1,05	1,12	0,98
13	N-AEA	1,891	1,812	1,852	1,835	1,869	1,611	1,009	0,991	1,15	1,14	1,16	1,03
20	N-SP	2,134	2,110	2,122	1,902	1,627	1,695	1,116	1,304	1,25	1,12	0,96	1,04
16	N-R-SP	2,195	2,229	2,212	2,143	1,972	2,058	1,032	1,122	1,07	1,04	0,96	1,01
3	N-R	2,224	2,225	2,224	2,203	2,124	2,150	1,010	1,047	1,03	1,02	0,99	1,00
2	N-SS	2,220	2,211	2,215	2,167	2,073	1,907	1,022	1,068	1,16	1,14	1,09	1,00

Volumen über Ist-Maße ermittelt, MW = Mittelwert, Gewichte direkt nach dem Ausschalen ermittelt

1g V = Mittelwert aus V-7, V-8, V-9

1g H = Mittelwert aus H-10, H-11, H-12

C = Mittelwerte aller C Proben

RPM = Mittelwerte aller RPM Proben

* nur komprimierte μg-Proben

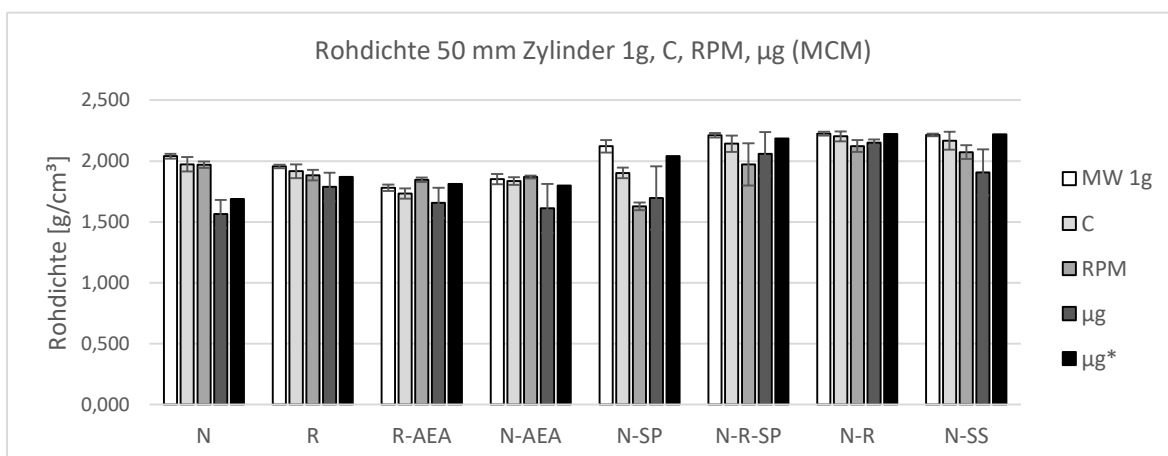


Abb. 56: Mittelwerte der Rohdichten der 50 mm Zylinder aus dem *MCM* mit Standardabweichung (grafische Darstellung der Daten aus Tab. 23).

Mit Ausnahme der Mischungen mit *AEA* wiesen die *Ig*-Proben die höchsten Rohdichten auf und die Rohdichten der *C*- und *RPM* Proben waren etwas geringer. Die größten Unterschiede waren bei den Mischungen mit *SP* festzustellen. Die Rohdichten der μg -Proben waren deutlich kleiner als die der *Ig*-Proben, insbesondere bei *N* und *N-SP*. Bei *N-R* waren die geringsten Unterschiede zwischen allen Probenotypen feststellbar. Die *ISS* Proben, die nicht komprimiert wurden, wiesen im Gegensatz zu den komprimierten Proben erheblich kleinere Rohdichten auf. Bei nicht Berücksichtigung dieser Proben waren die Rohdichten der *ISS* Proben (μg^*) nur geringfügig kleiner als die der *Ig*-Proben (1-5 %, letzte Spalte Tab. 23). Eine Ausnahme bildeten die Proben der Mischung *N*, von denen allerdings keine Probe optimal komprimiert wurde, mit einem Rohdichteverhältnis $Ig/\mu g = 1,26$. Bemerkenswert war die höhere Rohdichte der μg^* -Proben von *R-AEA*, die sich mit Ausnahme von *N-AEA* auch bei allen anderen Mischungen mit Luftporenbildner zeigte (siehe Tab. 24). Dies deutet auf eine reduzierte Effektivität von Luftporenbildnern in Mikrogravitationsumgebung hin.

Die 50 mm Zylinder wurden zudem einer Tauchwägung unterzogen und deren Volumina bzw. Rohdichten ermittelt. Da die offenen, großen Fehlstellen hierbei unberücksichtigt blieben, sind die Ergebnisse kritisch zu sehen, geben aber einen Hinweis auf die Porosität der verbliebenen Probenstruktur.

Tab. 24: Verhältnis der Rohdichten von Proben mit *AEA* (links) und über Tauchwägung anstatt Ist-Maße ermittelt (rechts)

50 mm Zylinder Proben mit <i>AEA</i>			Tauchwägung 50 mm Zylinder		
Kit	Mischung	$Ig/\mu g^*$	Kit	Mischung	$Ig/\mu g$
15	<i>R-R-AEA</i>	0,99	6	<i>N</i>	1,15
14	<i>R-QS-AEA</i>	0,98	10	<i>R</i>	1,07
8	<i>N-R-AEA</i>	0,97	3	<i>N-R</i>	1,03
4	<i>N-QS-AEA</i>	0,96	2	<i>N-SS</i>	1,09

Ig = Mittelwert aus V-7, V-8, V-9

* nur komprimierte μg -Proben

Nachdem die Proben zu 30 mm Zylindern geschnitten wurden, wiesen alle Proben eine planparallele Zylinderform mit annähernd gleichem Volumen auf und konnten optimal verglichen werden. Zudem wurden die Bereiche mit großen Fehlstellen wenn möglich abgetrennt. In Abb. 57 sind die Rohdichten unter Ansatz von Ist-Maßen und dem Trockengewicht im Vergleich aufgeführt. Im Vergleich zu den Werten der 50 mm Zylinder sind bei einigen Mischungen höhere Unterschiede (*N-SS*, *N-R*, *R*) zwischen den Rohdichten von *Ig* und μg -Proben ersichtlich. Die Mischungen mit *SP* zeigten deutlich geringere Werte für die *C* und *RPM* Proben. Die 30 mm Zylinder der *N-SP* *ISS* Proben hatten wesentlich höhere Rohdichten als die 50 mm Zylinder, da die großen Fehlstellen am oberen Probenrand abgetrennt wurden.

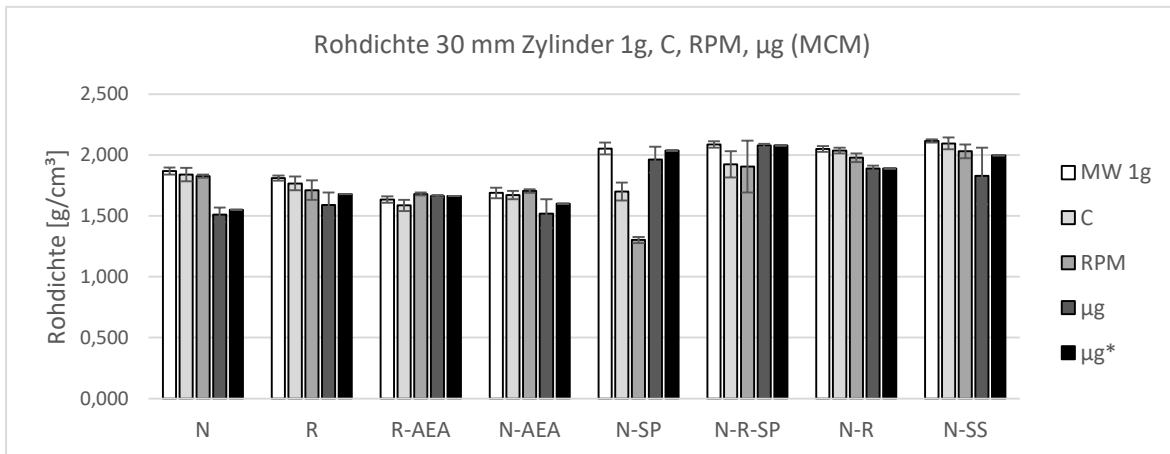


Abb. 57: Mittelwerte der Rohdichten der 30 mm Zylinder aus dem MCM mit Standardabweichung. Volumen über Ist-Maße ermittelt, MW = Mittelwert, Gewicht im getrockneten Zustand ermittelt, MW 1g = Mittelwert aus V-7, V-8, V-9, H-10, H-11, H-12, C = Mittelwert aller C Proben, RPM = Mittelwert aller RPM Proben, μg* nur komprimierte μg-Proben.

Die Proben mit geringer Rohdichte wiesen entsprechend eine hohe Porosität auf (siehe Abb. 58). Die Porosität (Berechnung nach Locher [59]) war bei den μg-Proben im Vergleich zu den 1g-Proben von N, R, N-AEA, N-R und N-SS höher, wobei die Unterschiede bei den Mischungen N-R und N-SS gering waren. Bei R-AEA war dagegen die Porosität der μg-Proben niedriger. Mit Ausnahme der Proben mit AEA war die Porosität der RPM Proben stets höher als die der C-Proben. Die C und RPM Proben von N-SP wiesen eine sehr hohe Porosität auf, während die μg-Proben in etwa die gleiche Porosität hatten, wie die 1g-Proben. Bei den Proben der Mischung N-R-SP war die Porosität der C und RPM Proben im Vergleich zu den μg-Proben deutlich erhöht und die der 1g-Proben geringfügig größer. Während die Skelettdichte von Proben der gleichen Mischung von der Erde (1g, C, RPM) ähnlich waren, waren die Werte für die μg-Proben geringer (siehe Tab. 25).

Eine Berechnung der Porosität nach ASTM [147] führte zu unterschiedlichen Ergebnissen. Die Proben ohne größere Hohlstellen wiesen eine höhere Porosität auf (z.B. 1g-V N 0,25 statt 0,15), Proben mit großen Hohlstellen aber teilweise eine geringere Porosität (z.B. μg-N-18 0,289 statt 0,323). Die großen offenen Hohlstellen waren zwar mit Isopropanol während der Tauchwägung gefüllt, aber erzeugten kaum Auftrieb für die Betonprobe. Daher war die Porosität der im MASON Projekt häufig vorkommenden Proben mit offenen Fehlstellen zu gering und die Verhältnisse zwischen den Probentypen nicht korrekt (siehe Anhang C).

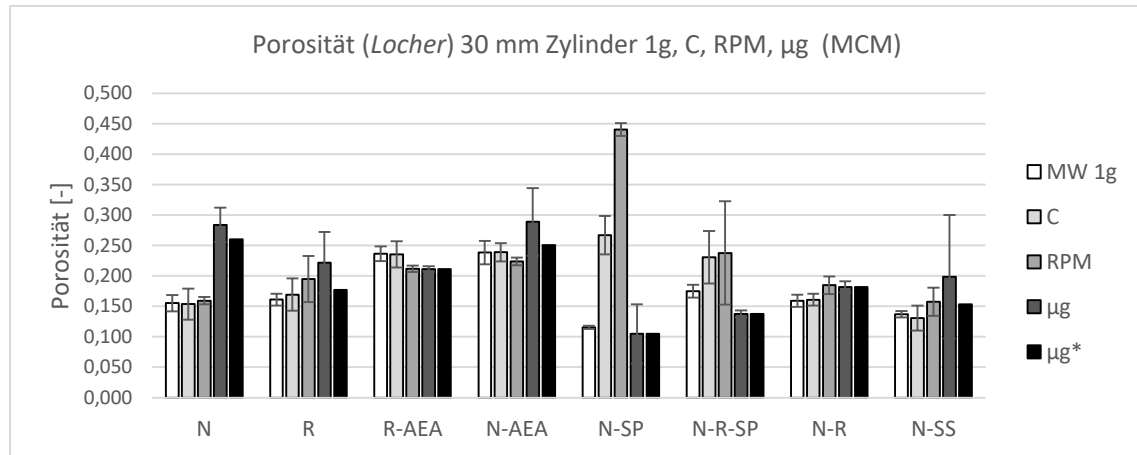


Abb. 58: Mittelwerte der Porosität nach Locher [59] der 30 mm Zylinder aus dem MCM mit Standardabweichung. MW = Mittelwert, μg^* nur komprimierte μg -Proben.

Tab. 25: Skelettdichten der 8 untersuchten Mischungen und Einzelwerte der Proben von Mischung N-R

Skelettdichte [g/cm ³]						Mischung N-R	
Kit	Mischung	1g	μg	C	RPM	Probe	Skelettdichte [g/cm ³]
6	N	2,174	2,114				
10	R	2,127	2,042	2,096	2,130	N-R-V-8	2,398
18	R-AEA	2,132	2,109			N-R-V-9	2,428
13	N-AEA	2,197	2,137			N-R-C5-12	2,406
20	N-SP	2,329	2,194	2,290	2,265	N-R-RPM-2	2,374
16	N-R-SP	2,500	2,411			N-R-9 (μg)	2,291
3	N-R	2,413	2,312	2,406	2,374	N-R-10 (μg)	2,318
2	N-SS	2,412	2,282			N-R-11 (μg)	2,326

Beim Vergleich von Proben aus dem MCM, die in 1g-Umgebung vollständig oder nur teilweise komprimiert wurden, zeigten sich eine signifikant kleinere Rohdichte und höhere Porosität für die Proben mit reduzierter Kompression. Die μg -Proben, die nicht komprimiert wurden, wiesen im Vergleich dazu noch wesentlich kleinere Rohdichten bzw. eine höhere Porosität auf (siehe Tab. 26).

Tab. 26: Vergleich von Proben mit unterschiedlichem Kompressionsgrad

Probe	N - Vergleich 1g-V						R - Vergleich μg		
	V7	V8	V9	V20	V21	V22	R-32	R-33	R-34o
Kompression [%]	100%	100%	100%	50%	50%	50%	90%	90%	0%
Rohdichte [g/cm ³]	1,87	1,86	1,90	1,77	1,84	1,80	1,69	1,67	1,43
MW Rohdichte [g/cm ³]		1,87			1,80		1,68		1,43
Porosität [-]	0,23	0,23	0,21	0,28	0,25	0,26	0,25	0,24	0,34
MW Porosität [-]		0,23			0,26		0,25		0,30

MW = Mittelwert, Porosität nach ASTM [147]

Die ermittelte Rohdichte und Porosität der einzelnen Würfelprobekörper mit Kantenlänge 10 mm werden beispielhaft für die 60 Würfel der Mischung *N-R* in Tab. 27 angegeben. Während die Werte für die *Ig*-Proben homogen waren ($\sigma_{\text{rel}} = 6,97\%$), zeigten sich für die μg -Probe hohe lokale Abweichungen der Porosität ($\sigma_{\text{rel}} = 19,52\%$). Die Standardabweichung der Porosität der *RPM* und *C*-Proben lag etwa dazwischen ($\sigma_{\text{rel}} \leq 11,44\%$). Die Unterschiede waren auf lokale große Fehlstellen in den μg -Proben zurückzuführen, während bei den *Ig*-Proben viele kleine Poren homogen verteilt waren (siehe Abb. 59).



Abb. 59: 10 mm Würfel der Mischung *N-R*, *Ig* (links), μg mit großen offenen Poren (rechts).

Tab. 27: Porosität der 10 mm Würfel der Mischung *N-R*

	Würfel	Würfel	Würfel	Würfel	MW	MW	σ	σ
C-5-5	1-3	4-6	7-9	10-12	[-]	[-]	[-]	[%]
Oben	0,18	0,19	0,23	0,19	0,20			
Mitte	0,21	0,20	0,16	0,18	0,19	0,19	0,02	9,63
Unten	0,21	0,17	0,19	0,18	0,19			
RPM 2								
Oben	0,13	0,11	0,16	0,15	0,14			
Mitte	0,14	0,13	0,15	0,16	0,15	0,15	0,02	11,44
Unten	0,16	0,16	0,16	0,14	0,15			
1g-V-7								
Oben	0,14	0,13	0,13	0,12	0,13			
Mitte	0,15	0,13	0,13	0,13	0,14	0,13	0,01	6,97
Unten	0,14	0,14	0,12	0,14	0,13			
1g-H-7								
Oben	0,24	0,22	0,25	0,24	0,24			
Mitte	0,23	0,22	0,24	0,23	0,23	0,23	0,01	4,72
Unten	0,21	0,23	0,24	0,23	0,23			
μg-11								
Oben	0,12	0,13	0,10	0,18	0,13			
Mitte	0,16	0,15	0,13	0,13	0,14	0,15	0,03	19,52
Unten	0,15	0,21	0,17	0,13	0,16			

MW = Mittelwert, σ = Standardabweichung

8.5 Ultraschallmessungen

Die Ultraschallmessungen wurden wie in Kapitel 5.5.2 beschrieben an mindestens 3 Proben je Typ je Mischung durchgeführt. Die Ziele der Messungen waren:

- 1) Identifizierung und Quantifizierung lokaler großer Hohlräume,
- 2) Bewertung der Homogenität bzw. Heterogenität der verschiedenen Probentypen im Mittel und für jede einzelne Probe,
- 3) Ermittlung der dynamischen E-Moduln über Mittelwerte je Probe.

Wie bereits für die Proben aus dem *LM* festgestellt, wiesen einzelne Messwerte der Schallgeschwindigkeiten sehr hohe Abweichungen auf, die anhand der CT Scans auf lokale Fehlstellen und große Hohlräume zurückgeführt werden konnten (siehe nächstes Kapitel). Desweiteren gilt für die einzelnen Messwerte, je kleiner die Schallgeschwindigkeiten sind, desto höher ist die Porosität bzw. desto geringer ist die Härte und die Dichte.

Von allen Proben wurden zunächst die Mittelwerte aus den 25 Einzelmessungen gebildet, wobei Abweichungen, deren Delta mehr als 0,5 km/s betrug, nicht berücksichtigt wurden. Diese aufgrund von lokalen Hohlstellen erfassten hohen Abweichungen waren nicht repräsentativ für die Eigenschaften der gesamten Probe. Für die Mittelwerte können teilweise große Unterschiede zwischen den Probentypen festgestellt werden (siehe Abb. 60). Bei 5 von 8 Mischungen (*N-AEA*, *R-AEA*, *N-SP*, *N-R-SP*, *N-R*) wiesen die μg -Proben höhere mittlere Schallgeschwindigkeiten als die *Ig*-Proben auf. Dies lässt darauf schließen, dass die Porosität ohne Berücksichtigung von großen Fehlstellen bei diesen μg -Proben kleiner war als bei den *Ig*-Proben. Die Werte der μg -Proben der Mischung *N* waren gleich wie die der *Ig*-Proben und für die Mischungen *R* und *N-SS* niedriger. Die mittleren Schallgeschwindigkeiten der C-Proben waren bei 6 Mischungen höher als die der *RPM* Proben, die am häufigsten die niedrigsten Werte und bei keiner Mischung die höchsten Werte aufwiesen. Tendenziell lässt sich daraus ableiten, dass die C-Proben etwas höhere Dichten aufwiesen als die *RPM* Proben.

Für die zugehörigen Standardabweichungen zeigten die C-Proben geringe Werte und am häufigsten die niedrigsten einer Mischung (siehe Abb. 61). Daher ist anzunehmen, dass die Homogenität der C-Proben geringfügig höher ist, als die der anderen Probentypen. Die μg -Proben zeigten am häufigsten die größten Abweichungen und daher konnte tendenziell eine höhere Heterogenität im Festbeton festgestellt werden. Die hohe Abweichung bei den μg -Proben der Mischung *N-R-SP* waren auf vier Messwerte im Zentrum der Probe 51 zurückzuführen. Die anderen Messwerte waren extrem hoch und deuteten auf eine große Hohlstelle zwischen dem Zentrum und dem unteren Probenrand hin, die nach dem Schneiden der Probe sichtbar wurde.

Unter Berücksichtigung aller Messwerte ohne Streichung von hohen Abweichungen waren die Mittelwerte unbrauchbar, da diese wesentlich höher als z.B. von sehr viel härteren Aluminiumprobekörpern gewesen wären (Schallgeschwindigkeiten ≥ 6 km/s). Allerdings zeigte sich bei Betrachtung der Standardabweichung unter Berücksichtigung aller Hohlräume (siehe Anhang C1), dass die Abweichungen

bei den *RPM* Proben für die meisten Mischungen (5) am größten waren. Dies deutet auf eine hohe Heterogenität bei den *RPM* Proben hin.

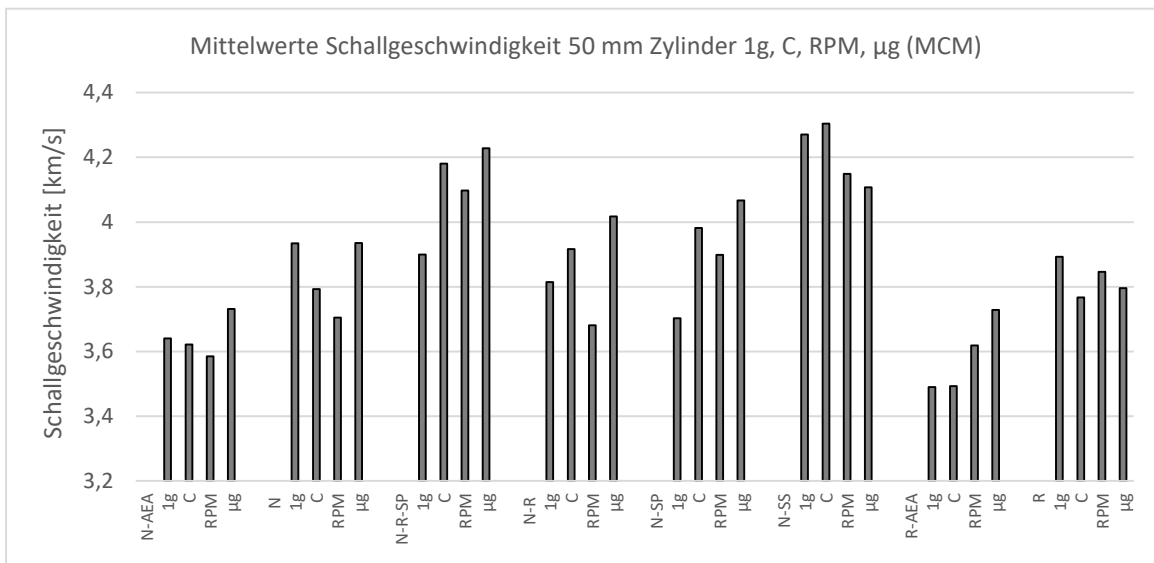


Abb. 60: Mittelwerte der Ultraschallmessungen für die Proben typen *1g*, *C*, *RPM* und *µg* der 8 untersuchten Mischungen. Die Mittelwerte wurden jeweils aus 3 Proben je Typ gebildet.

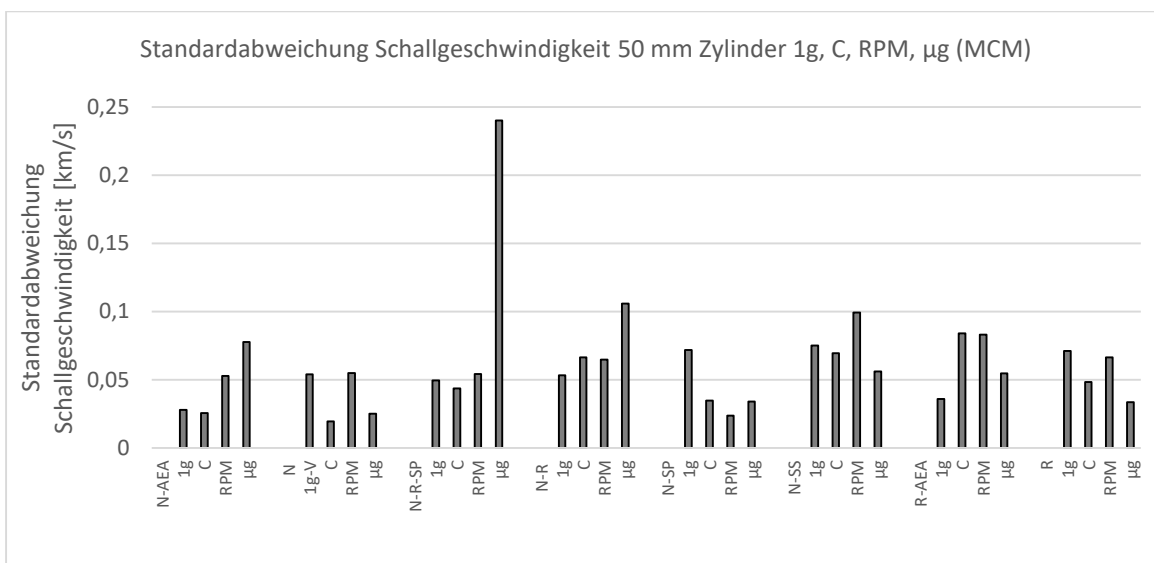


Abb. 61: Standardabweichungen der Ultraschallmessungen für die Proben typen *1g*, *C*, *RPM* und *µg* der 8 untersuchten Mischungen. Die Standardabweichungen wurden jeweils aus 3 Proben je Typ gebildet.

Bei Betrachtung der Einzelwerte einer Probe konnten für jeden Proben typ folgende Ergebnisse festgestellt werden:

1g-V: Die nicht komprimierten *1g-V*-Proben zeigten in Längsrichtung häufig plausible Gradienten mit von oben nach unten zunehmenden Schallgeschwindigkeiten. Der obere Probenbereich wies entsprechend eine höhere Porosität und der untere eine höhere Dichte auf (siehe Abb. 64 *R-V*-

10 und Abb. 63 *R-AEA-V-8*). Bei den vollständig komprimierten Proben wurde der obere Bereich durch den *MCM* überproportional komprimiert, weshalb bei den meisten V-Proben die Schallgeschwindigkeiten oben höher waren als unten oder in der Mitte (Abb. 64 *R-V-7*, Abb. 63 *R-AEA-V-7*). Im Vergleich zwischen komprimierten und nicht komprimierten Proben waren die Schallgeschwindigkeiten der komprimierten Proben signifikant höher.

Ig-H: Die horizontal erstarrten Proben sollten theoretisch sehr ähnliche Schallgeschwindigkeiten aufweisen, da die radialen Messbereiche für die *Ig-H*-Proben parallel zur Schwerkraftichtung gewählt wurden. Tatsächlich zeigten sich aber sehr diffuse Ergebnisse ohne feststellbarer Systematik, die schwierig zu bewerten und zu interpretieren waren.

C: Die Schallgeschwindigkeiten der C-Proben wiesen bei einigen Proben sehr ähnliche Werte für den oberen, mittleren und unteren Probenbereich auf, weshalb für diese Proben eine homogene Verteilung sowohl der Porosität als auch der Dichte anzunehmen ist (siehe Abb. 64, Abb. 63). Viele C-Proben zeigten aber auch deutliche Unterschiede der Schallgeschwindigkeiten, insbesondere die Proben der Mischung *N-SP*, die große lokale Defekte enthielten (siehe Abb. 62).

RPM: Bei den *RPM* Proben zeigten sich überwiegend stark variierende Messwerte ohne systematisches Muster, die auf eine heterogene Verteilung der Mischungsbestandteile schließen lässt (siehe Abb. 62, Abb. 63, Abb. 64).

μg : Die meisten μg -Proben wiesen Unterschiede zwischen den Messbereichen oben, Mitte und unten auf. Die höchsten Schallgeschwindigkeiten wurden überwiegend im oberen und die niedrigsten im unteren Probenbereich gemessen (siehe z. B. Abb. 63 *N-R-SP-50*, *R-AEA-58* oder Abb. 62 *N-SP 63*). Entsprechend nahm die Porosität von oben nach unten zu bzw. die Dichte ab. Die nicht komprimierten Proben zeigten für die Bereiche ohne große Defekte teilweise große Abweichungen (siehe Abb. 63 *N-R-SP-51*). Da die μg -Proben einer Mischung teilweise sehr unterschiedliche Ergebnisse zeigten (siehe Abb. 63 *N-R-SP*, Abb. 64 *R*), ließ sich keine klare Übereinstimmung mit einem anderen Probentypen ausmachen. Am häufigsten ähnelten die Messergebnisse der μg -Proben den *RPM* Proben.

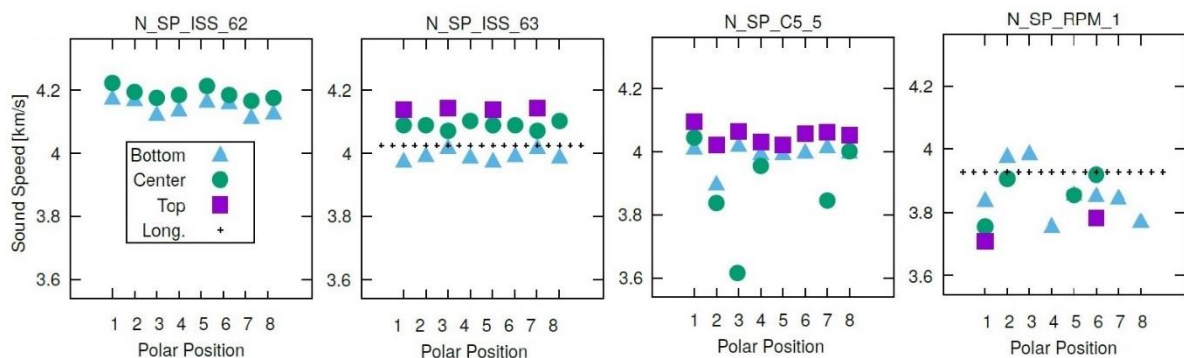


Abb. 62: Schallgeschwindigkeiten von Proben der Mischung *N-SP*. 8 Messwerte je Bereich in radialer Richtung (Rechteck: oben, Kreis: Mitte, Dreieck: unten) und 1 Messwert in Längsrichtung (plus) in [km/s]. Messwerte außerhalb der Skala sind nicht dargestellt und entsprechen lokalen Defekten.

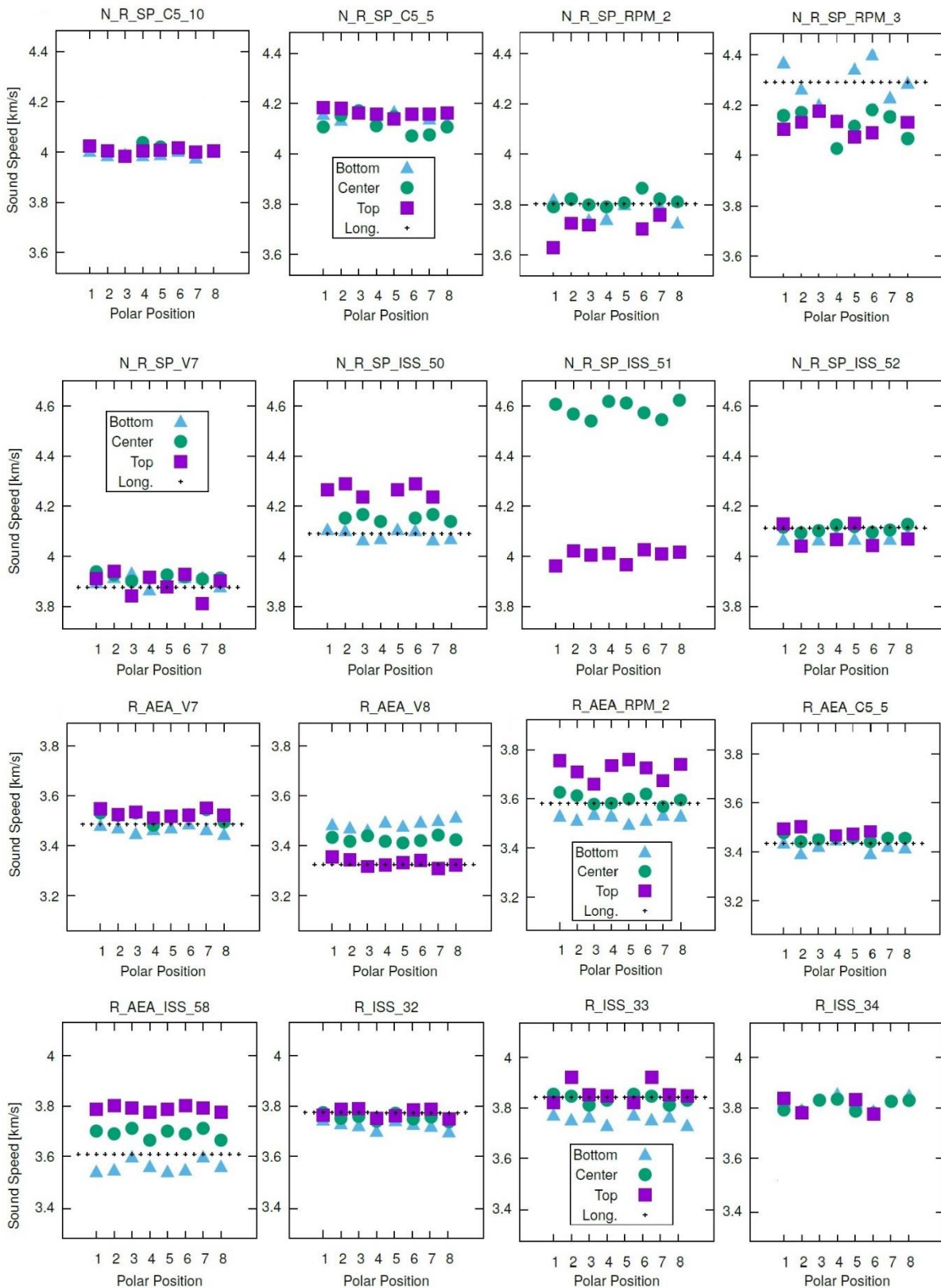


Abb. 63: Schallgeschwindigkeiten von Proben der Mischungen *N-R-SP*, *R-AEA* und *R*. 8 Messwerte je Bereich in radialer Richtung (Rechteck: oben, Kreis: Mitte, Dreieck: unten) und 1 Messwert in Längsrichtung (plus) in [km/s]. Messwerte außerhalb der Skala sind nicht dargestellt und entsprechen lokalen Defekten.

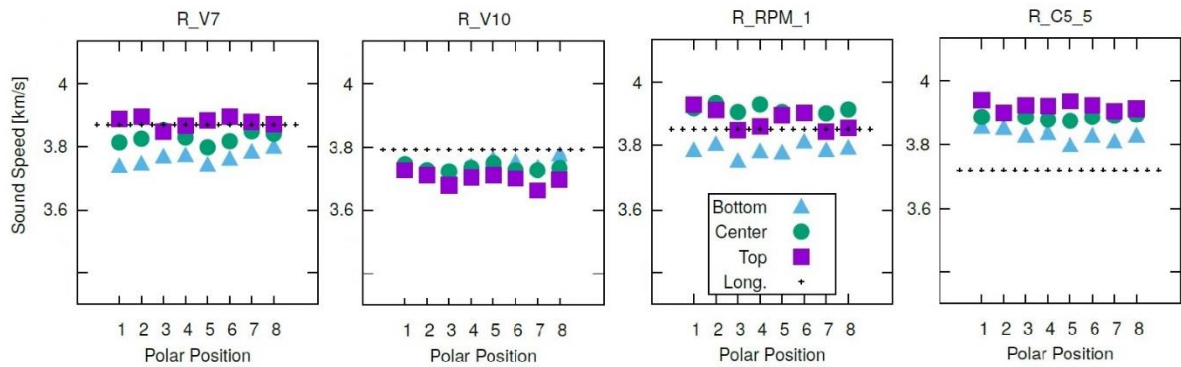


Abb. 64: Schallgeschwindigkeiten von Proben der Mischung *R*. 8 Messwerte je Bereich in radialer Richtung (Rechteck: oben, Kreis: Mitte, Dreieck: unten) und 1 Messwert in Längsrichtung (plus) in [km/s]. Messwerte außerhalb der Skala sind nicht dargestellt und entsprechen lokalen Defekten.

Bei den μg -Proben mit höheren gemessenen Schallgeschwindigkeiten ergaben sich bei Berechnung des dynamischen E-Moduls nach Gleichung 5-3 auch höhere Werte als für die *1g*-Proben (siehe Tab. 28, *R-AEA*, *N-AEA*, *N-SP*, *N-R-SP*, *N-R*). Während die Werte für *N* gleich waren, war der dynamische E-Modul der *1g*-Proben der Mischungen *N-SS* und *R* höher. Die Verhältnisse zu den Werten für die *C*- und *RPM* Proben entsprachen etwa den Verhältnissen der unterschiedlichen Schallgeschwindigkeiten. Unberücksichtigt blieben dabei die Effekte aus großen Hohlräumen, die zu einer Reduzierung des E-Moduls der gesamten Probe führen würde. Daher repräsentieren die Steifigkeitswerte nicht das tatsächliche Materialverhalten einer vollständigen Probe mit lokalen Defekte, sondern nur die ungestörten Regelbereiche.

Tab. 28: Dynamischer E-Modul berechnet aus Ultraschallmessungen für verschiedene Probentypen in [N/mm²]

Kit	Mischung	<i>1g-V</i>	<i>C</i>	<i>RPM</i>	μg	<i>1g/\mu g</i>
6	<i>N</i>	28.559	26.667	25.339	28.356	1,01
10	<i>R</i>	26.683	25.597	26.420	25.301	1,05
18	<i>R-AEA</i>	19.190	19.730	21.830	23.591	0,81
13	<i>N-AEA</i>	24.244	23.207	21.887	25.361	0,96
20	<i>N-SP</i>	26.823	32.776	29.936	33.136	0,81
16	<i>N-R-SP</i>	31.816	36.355	33.783	35.366	0,90
3	<i>N-R</i>	31.114	31.908	27.656	33.508	0,93
2	<i>N-SS</i>	36.910	38.595	35.241	33.700	1,10

Berechnung nach Gleichung 5-3 in [N/mm²] unter Berücksichtigung der Skelettdichte [g/cm³], die aus den CT-Scans ermittelt wurde (entsprechend ohne Poren > 100 μ m), einer Querdehnzahl von 0,2 [-] und der mittleren Schallgeschwindigkeiten [km/s] ohne große Defekte. Es wurden nur die Proben, von denen CT-Scan Daten vorlagen, berücksichtigt (siehe nächstes Kapitel).

8.6 CT-Scans

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der CT-Scans dargestellt, die wie im Kap. 5.5.3 erläutert durchgeführt wurden. Von der Firma *Zeiss IQS GmbH* wurden aus den 8 untersuchten Mischungen 68 Proben mit gleicher Auflösung (Voxelgröße 39 μm) gescannt. Diese können optimal miteinander verglichen werden. Es wurden jeweils 2 μg , 2-3 *Ig*, 1-4 *C* und 1-2 *RPM* Proben einer Mischung gescannt. Die anhand des vom *DLR* entwickelten Pythonskripts¹⁰ ermittelte Porosität dieser Proben wird in Tab. 29 dargestellt.

Tab. 29: Ermittelte Hohlraumgehalte in [%] aus den CT-Scans der 50 mm Zylinder

Kit	Mischung	1g-V	1g-H	1g-H	C-5	C-5	RPM	RPM	μg	μg	C-25	C-50
6	<i>N</i>	1,42	4,50		2,23	4,37	2,83	3,24	22,47	17,44	1,51	4,72
10	<i>R</i>	2,43	2,80	2,48	5,52	2,44	9,06	4,38	4,13*	5,72*	3,40	2,86
18	<i>R-AEA</i>	4,87	4,84		0,00	3,25		3,18	11,27	6,10*		
13	<i>N-AEA</i>	3,02	5,57	5,07	2,12	7,85	0,44	3,63	32,47	7,12*		
20	<i>N-SP</i>	2,15	4,34	4,96	12,37	14,68	24,78	24,91	11,39	5,42*		
16	<i>N-R-SP</i>	4,05	6,81		9,77	14,88	6,21	11,54	4,99*	6,95*		
3	<i>N-R</i>	3,31	3,31			3,52	3,90	5,30	4,55*	7,36*		
2	<i>N-SS</i>	1,91	3,17		4,63	1,49	8,02	5,10	21,37	5,08*		

Auswertungsschema *DLR*: Porositätsermittlung über Roh- und Skelettdichte der CT-Daten mit Porendurchmessern ab 100 μm

* komprimierte μg -Proben

Die insgesamt geringeren Werte aller Proben für die Porosität im Vergleich zum Kap. 8.4 ergaben sich aufgrund der Auflösung der CT-Scans, da bei 39 μm Voxelgröße Poren erst ab einer Größe von ca. 100 μm erfasst werden konnten. Die zum Teil großen Unterschiede zwischen den μg -Proben waren auf den Kompressionsgrad des *MCMs* zurückzuführen. Die μg -Proben, die nicht komprimiert wurden, wiesen eine höhere Porosität und Bereiche mit sehr großen Hohlstellen auf. Die Bereiche außerhalb dieser Hohlstellen, zeigten eine ähnliche Porenverteilung wie die der komprimierten μg -Proben. Das zusätzliche Volumen in der *mixing chamber* des *MCMs* bei geringer Kompression scheint demnach die Betonproben nur lokal durch diese Fehlstellen beeinträchtigt zu haben und nicht zu einer porösen Probe mit gleichmäßigen vielen über die gesamte Probe verteilten Poren zu führen (siehe Abb. 65 Probe *N-SP-62*).

Bei allen Mischungen zeigte sich tendenziell eine höhere Porosität bei den μg -Proben im Vergleich zu den *Ig*-Proben. Bei den *C*- und *RPM* Proben waren die Luftporengehalte beim überwiegenden Teil der Mischungen etwas größer als bei den *Ig*-Proben und in gleicher Größenordnung wie die der komprimierten μg -Proben. Eine Ausnahme stellten die Mischungen mit *SP* dar, bei denen die *C*- und *RPM* Proben teilweise erheblich höhere Porengehalte aufwiesen. Diese waren auf sehr große Hohlstellen zurückzuführen (siehe Abb. 65 und Abb. 67). Bei den *C*-Proben befand sich eine sehr große Hohlstelle

¹⁰ Code entwickelt von W. Walls, *DLR*

in Probenmitte und die umliegenden Bereiche zu den Hohlstellen wiesen nahezu keine Poren mehr auf. Das gleiche Ergebnis zeigten die *RPM* Proben der Mischung *N-SP*. Bei den *RPM* Proben von *N-R-SP* waren dagegen mehrere große Hohlstellen im oberen oder unteren Teil der Probe vorhanden und die umliegenden Bereiche wiesen mehr Poren auf als bei den *C*-Proben. Durch die Rotationsbewegung beim Klinostaten und den Beschleunigungen bei der *RPM* wurden offenbar während der Erstarrung viele in der Probe vorhandene Luftblasen zu einer oder wenigen großen Luftblasen zusammengefügt. Zudem war die Form der Poren bei den μg -Proben häufig kugelförmig, während bei den *C*- und *RPM* Proben überwiegend Poren mit undefinierter Form zu erkennen waren.

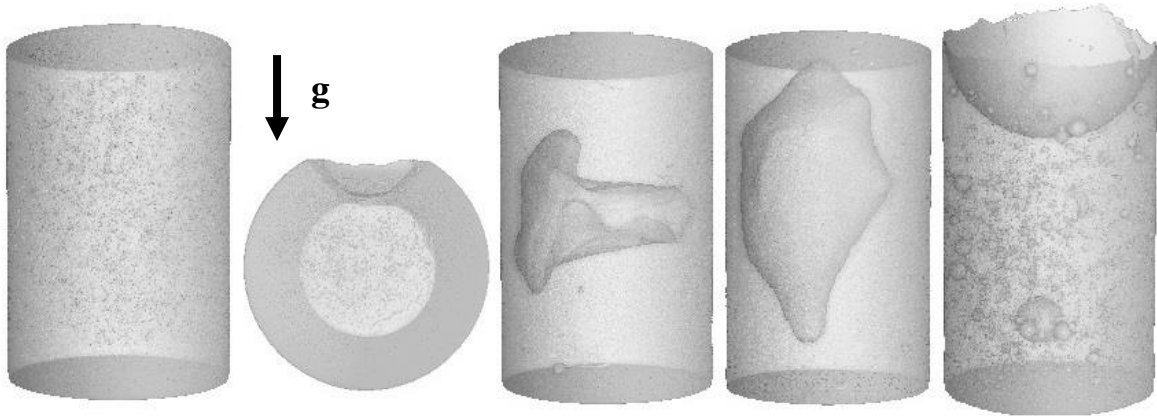


Abb. 65: Transparente 3D Perspektive aus den CT-Scans der Proben der Mischung *N-SP* aus dem *MCM*, von links nach rechts: *Ig-V*, *Ig-H* (Wirkung der Schwerkraft in Pfeilrichtung), *C*, *RPM* und μg -Probe.

Bei den *Ig*-Proben der Mischung *N-SP* zeigt sich ein klar erkennbarer Gradient in der Luftporenverteilung. Im unteren Bereich der *Ig-V* und *Ig-H* Proben sind kaum Poren sichtbar, während im oberen Bereich viele Poren vorhanden sind. Die Poren der *Ig*-Proben sind klein (ca. 100 – 1000 μm), während bei der μg -Probe größere Poren zu erkennen sind. Aufgrund der gleichmäßigen Porengrößen ist die Porenverteilung der *Ig*-Proben insgesamt dennoch sehr homogen, während bei den μg -Proben aufgrund der größeren und zufällig angeordneten Poren variierende Porengehalte und -verteilungen festzustellen sind. Diese Zusammenhänge lassen sich sehr gut bei den Proben der Mischung *N-R-SP* darstellen (siehe Abb. 66). Die beiden sehr ähnlichen μg -Proben beinhalten mehrere größere Poren, während sich in der *Ig-V*-Probe sehr viele kleine Poren befinden.

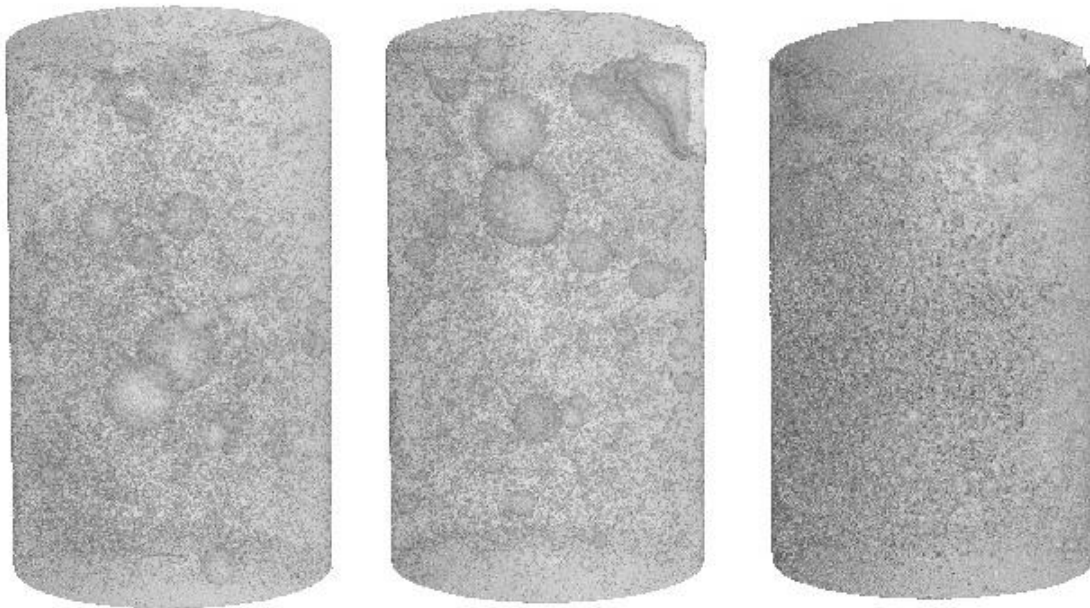


Abb. 66: Transparente 3D Perspektive aus den CT-Scans der Proben der Mischung *N-R-SP* aus dem *MCM*, von links nach rechts: μ g-Probe 50, μ g-Probe 52 und 1g-V-7 (Wirkung der Schwerkraft nach unten).

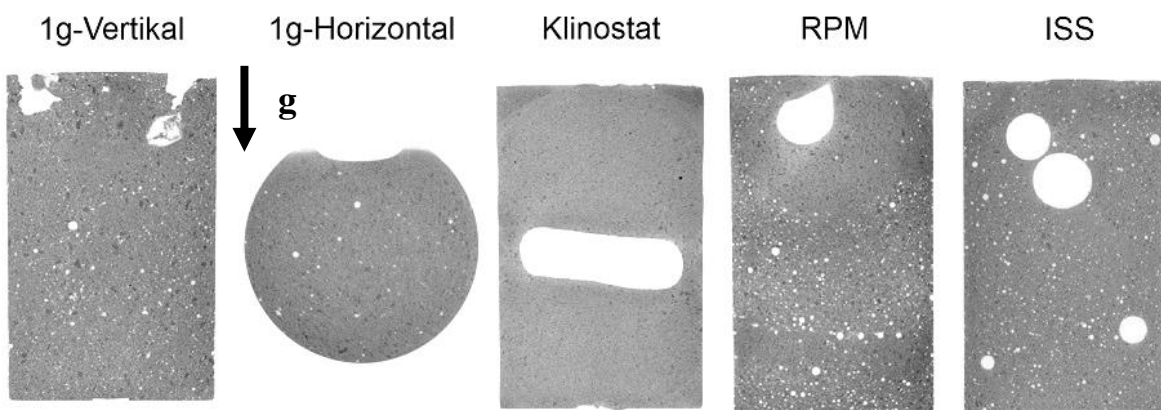


Abb. 67: Schnittbilder der CT-Scans der Proben der Mischung *N-R-SP* aus dem *MCM*, von links nach rechts: 1g-V, 1g-H (Wirkung der Schwerkraft in Pfeilrichtung), C, RPM und μ g-Probe. [15]

Bei den Proben der Mischung *R* sind ebenfalls für die μ g- und 1g-Proben diese Unterschiede in den Porengrößen erkennbar (siehe Abb. 68). Für die C- und RPM Proben zeigten sich jedoch erheblich bessere Simulationsergebnisse, da bei diesen Proben durch Bildung größerer Poren und einer Erhöhung der Gesamtporosität eine große Ähnlichkeit zu den μ g-Proben hergestellt wurde.

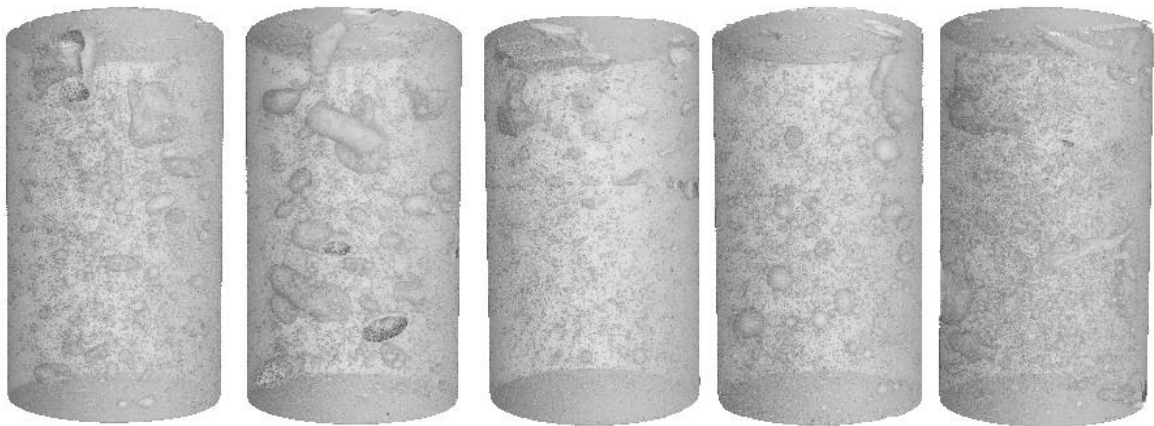


Abb. 68: Transparente 3D Perspektive aus den CT-Scans der Proben der Mischung *R* aus dem *MCM*, von links nach rechts: μg -Probe 32, μg -Probe 33, *Ig*-V (Wirkung der Schwerkraft nach unten), C- und *RPM* Probe.

Exemplarisch werden die Porengrößenverteilungen von den 5 Mischungen *N-R*, *N*, *R-AEA*, *N-SS* und *N-AEA* im Vergleich zwischen μg - und *Ig*-Proben in der 3D Perspektive dargestellt (siehe Abb. 69). Die zugehörigen Ergebnisse werden in der Tab. 30 zusammengefasst. Da bei den μg -Proben wesentlich mehr rot gefärbte Poren mit Durchmesser größer als 2 mm zu erkennen sind, war zum einen für alle μg -Proben die Gesamtporosität größer und zum anderen eindeutig erkennbar, dass die Poren insgesamt in μg -Umgebung größer waren. Bei den *Ig*-Proben von *N-SS* und *R-AEA* waren aufgrund der größeren Anzahl an Poren im oberen Bereich Auftriebseffekte erkennbar. Wie aus den Werten in Tab. 30 ersichtlich wird, wäre der Luftporengehalt der μg -Proben von *N-R* und *N* ohne die Poren ab einem Durchmesser von 2 mm geringer als in den *Ig*-Proben. Die μg -Proben mit *AEA* wiesen in dem betrachteten Porenbereich ab 100 μm höhere Luftporengehalte als die *Ig*-Proben auf. Das widerspricht den Ergebnissen aus dem Kapitel 7.3. Daher ist davon auszugehen, dass in den *Ig*-Proben deutlich mehr Poren enthalten sind, die kleiner als 100 μm sind.

Tab. 30: Ergebnisse der Porositätsanalyse mit der Software *VGSTUDIO MAX* [155]

Kit	Mischung	<i>Ig</i>				μg			
		Poren- gehalt	Poren mit Durch- messer > 2 mm	Anteil am Poren- volumen	Anteil am Gesamt- volumen	Poren- gehalt	Poren mit Durch- messer > 2 mm	Anteil am Poren- volumen	Anteil am Gesamt- volumen
		[%]	[St]	[%]	[%]	[%]	[St]	[%]	[%]
6	<i>N</i>	0,79	1	1,86	0,01	16,25	10	97,21	15,80
13	<i>N-AEA</i>	0,69	0	0,00	0,00	6,32	19	65,22	4,12
18	<i>R-AEA</i>	1,32	14	53,13	0,70	2,32	17	35,50	0,82
2	<i>N-SS</i>	1,33	4	8,63	0,11	2,71	13	30,10	0,81
3	<i>N-R</i>	1,14	5	17,55	0,20	6,55	43	91,61	6,00

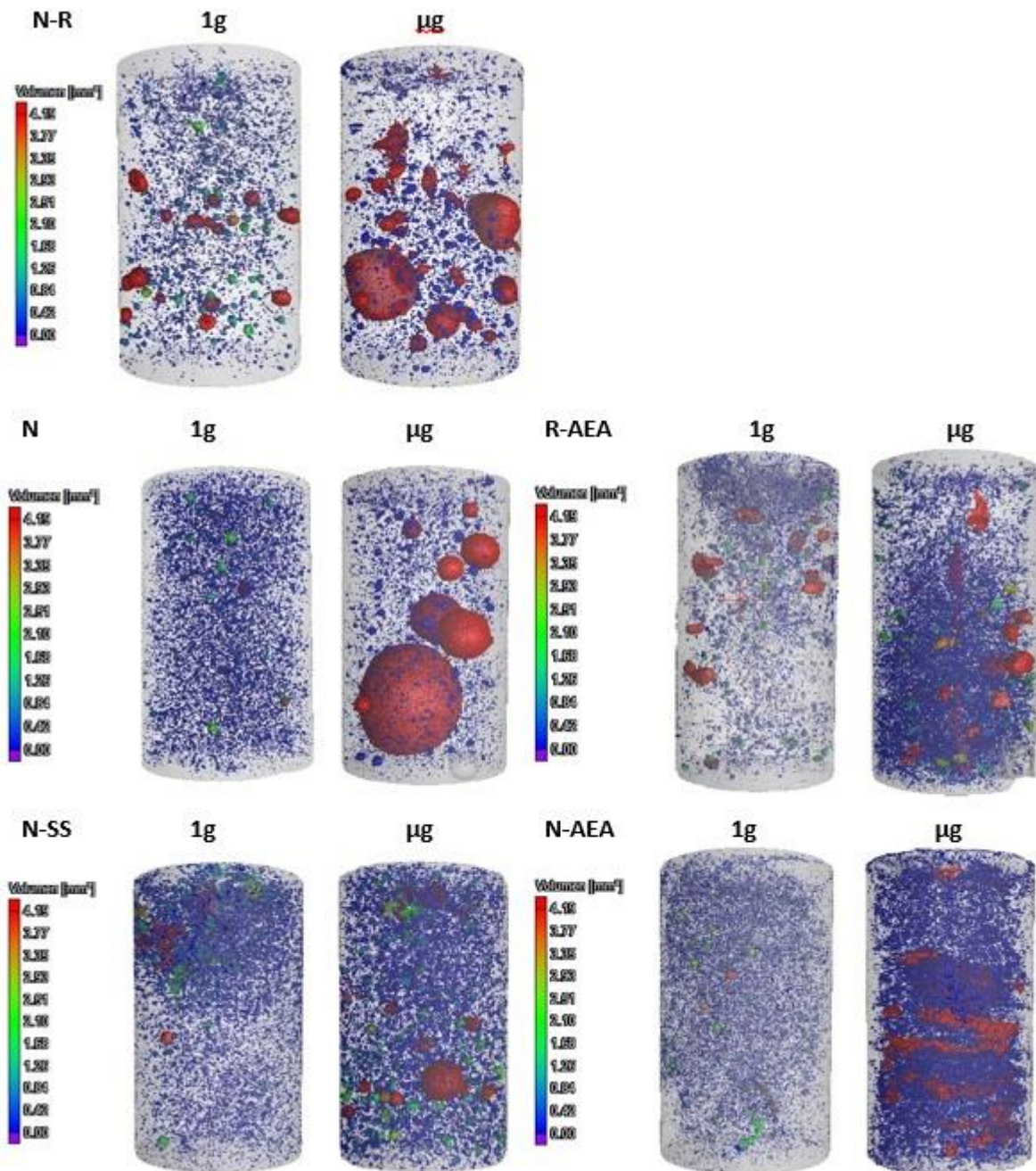


Abb. 69: Transparente 3D Perspektive aus den CT-Scans von μg - und 1g -Proben (Schwerkraftrichtung nach unten) aus dem MCM. Die Poren sind je nach Größe farblich dargestellt. Alle Poren mit kleinerem Volumen als $0,52\text{ mm}^3$ bzw. einem äquivalenten Kugeldurchmesser von ca. 1 mm sind blau gefärbt, während die Poren zwischen 1 und 2 mm im Regenbogenfarbverlauf von blau bis rot kenntlich gemacht wurden. Poren mit Volumen größer als $4,19\text{ mm}^3$ bzw. einem äquivalenten Kugeldurchmesser über 2 mm sind rot dargestellt.

8.7 Auflichtmikroskopie und Luftporenauszählung

Von jeder Probe wurden 6 Scheiben, 3 vom oberen Porenrand und 3 vom unteren Probenrand, mit einer Gesamtfläche von ca. $A_{gesamt} = 6 * 700 = 4200 \text{ mm}^2$ untersucht. Für alle 8 betrachteten Mischungen wurden insgesamt ca. 1000 Scheiben analysiert. Die Scheiben der Querschnittsflächen wurden erst im blanken, polierten Zustand und danach in der schwarz/weiß eingefärbten Variante zur Luftporenauszählung eingescannt (siehe Kap. 5.4). Von allen betrachteten Mischungen wird exemplarisch jeweils einer der unterschiedlichen Probentypen *Ig-V*, *C*, *RPM* und μg in beiden Varianten dargestellt (siehe Abb. 70 und Abb. 71). Die ermittelten Luftporengehalte aller Probentypen jeder Mischung sind in Tab. 31 aufgeführt. In der jeweiligen oberen Zeile sind Luftporengehalte unter Berücksichtigung aller Poren und in der jeweiligen unteren Zeile die Luftporengehalte unter Berücksichtigung aller Poren mit einem Durchmesser kleiner 2 mm.

Bei der Mischung *N-SP* waren bei den *C*- und *RPM* Proben auffällige, ringförmig verlaufende Strukturen zu erkennen. Nach der Einfärbung blieben diese teilweise sichtbar. Insgesamt wiesen die *C*- und *RPM* Proben sehr wenige Poren auf, da, wie in den CT-Scans zu sehen war (siehe Kap. 8.6), die Luftblasen durch die Rotationsbewegung zu wenigen großen Poren zusammengefügt wurden, die hauptsächlich im Zentrum des Zylinders vorhanden waren. Daher stellen die Porengehalte der untersuchten Scheiben bei den *C* und *RPM* Proben mit 3,47 und 12,30 % nicht den repräsentativen Porengehalt der gesamten Probe dar. Die *Ig-V* Proben bildeten auf den Oberseiten aufgrund von Blutungs- und Entlüftungseffekten eine sehr poröse Schicht. Es befanden sich viele kleine Poren, mit einem Durchmesser kleiner als 2 mm, in den Proben und der LP-Gehalt war mit 0,69 % sehr gering. Die μg -Proben wiesen unterschiedliche, fleckige Grautöne auf und die LP-Gehalte waren deutlich größer als für die anderen Probentypen (16,56 %). Allerdings wurden viele sehr große Poren erfasst, die zum Teil auf die reduzierte Kompression des *MCMs* zurückzuführen waren. Daher wurde zusätzlich der Porengehalt ohne die großen Poren (Durchmesser > 2 mm) ermittelt. Für diesen Fall zeigte sich bei den μg -Scheiben dennoch der höchste LP-Gehalt (1,80 %), während die LP-Gehalte der *C*- und *RPM* Proben nahezu auf null reduziert wurden.

Bei den Proben der Mischung *N-R-SP* waren ähnliche Merkmale zu erkennen. Insgesamt wiesen die unterschiedlichen Probentypen höhere Porengehalte auf als die der Mischung *N-SP*, insbesondere ohne Berücksichtigung der Poren > 2 mm. Der LP-Gehalt der *Ig*-Proben (8,93 bzw. 8,11%) war ähnlich zu dem der μg -Proben (9,80 bzw. 7,17%). Während die *C*-Proben ringförmig verlaufende Strukturen und sehr geringe LP-Gehalte aufwiesen (3,37%), zeigten sich bei den *RPM* Proben zum Teil einzelne sehr große Poren, die zu einem hohen gemittelten LP-Gehalt führten (14,31%).

Die Proben der Mischungen *N-R* und *N-SS* zeigten vergleichbare Porenverteilungen. Die *Ig*-Proben wiesen viele, gleichmäßig verteilte kleine Luftporen und die niedrigsten LP-Gehalte auf. Bei den *C*-, *RPM* und μg -Proben waren einige größere Poren vorhanden, insbesondere bei den *RPM* Proben, bei denen zudem die höchsten LP-Gehalte festgestellt wurden. Ohne Berücksichtigung der großen Poren (Durchmesser > 2 mm) zeigten sich ähnliche LP-Gehalte für alle Probentypen dieser Mischungen.

Die Zementleimproben der Mischungen *N*, *R*, *N-AEA* und *R-AEA* wiesen insgesamt weniger große Poren auf. Eine Ausnahme bildeten die μg -Proben, die überwiegend aufgrund der fehlenden Kompression einige sehr große Poren beinhalteten. Da die μg -Proben so geschnitten wurden, dass die sichtbaren oder per CT identifizierten Hohlraumbereiche abgetrennt bzw. zu den für die Auszählung verwendeten Scheiben geschnitten wurden, sind die ermittelten LP-Gehalte sehr hoch und nicht repräsentativ für die jeweiligen, gesamten Proben. Ohne Berücksichtigung der großen Poren (> 2 mm) waren daher deutlich kleinere LP-Gehalte für die μg -Proben und insgesamt ähnliche LP-Gehalte für die unterschiedlichen Probentypen dieser Mischungen festzustellen. Die LP-Gehalte der *1g*-Proben der Mischungen *N* und *R* waren kleiner als die der anderen Probentypen und die LP-Gehalte der μg -Proben waren häufig am größten. Bei den Proben mit *AEA* zeigten sich je nach betrachteter Porengröße (alle oder $d < 2$ mm) unterschiedliche Verhältnisse zwischen den *1g*- und μg -Proben. Bei *N-AEA* waren die Werte der μg -Proben kleiner als die der *1g*-Proben bei Poren mit $d < 2$ mm, während dies bei *R-AEA* nur unter Berücksichtigung aller Poren zutraf. Die LP-Gehalte der C- und *RPM* Proben lagen in etwa dazwischen. Für alle Probentypen waren die Porengehalte der *AEA*-Proben deutlich größer als die der Zementleimmischungen ohne Zusatzmittel (*N*, *R*).

Bei den μg -Proben von *N* und *N-AEA* zeigten sich ähnlich wie bei den Proben der Mischung *N-SP* zum Teil gräuliche, fleckige Verfärbungen. Dies könnte auf eine heterogene Zusammensetzung des Zementsteins hindeuten.

Tab. 31: Ergebnisse der Luftporenauszählung

Luftporengehalte Auflichtmikroskopie in [%]						
Kit	Mischung		<i>1g</i>	C	<i>RPM</i>	μg
			[%]	[%]	[%]	[%]
6	<i>N</i>	Alle	1,17	2,84	3,56	19,90
		$d < 2$ mm	0,96	1,74	2,16	1,89
10	<i>R</i>	Alle	2,65	2,95	5,48	6,84
		$d < 2$ mm	2,38	2,54	3,08	2,57
18	<i>R-AEA</i>	Alle	9,18	7,80	8,68	7,93
		$d < 2$ mm	6,50	6,69	7,00	7,25
13	<i>N-AEA</i>	Alle	9,78	12,31	9,98	22,04
		$d < 2$ mm	8,04	9,35	8,48	6,37
16	<i>N-R-SP</i>	Alle	8,93	3,37	14,31	9,80
		$d < 2$ mm	8,11	0,87	8,23	7,17
20	<i>N-SP</i>	Alle	0,69	3,07	12,30	16,56
		$d < 2$ mm	0,69	0,21	0,55	1,80
3	<i>N-R</i>	Alle	2,57	2,91	6,06	3,38
		$d < 2$ mm	2,15	2,32	3,11	2,21
2	<i>N-SS</i>	Alle	8,43	7,12	15,22	9,12
		$d < 2$ mm	4,31	4,96	6,78	4,71

Obere Zeile: LP-Gehalt unter Berücksichtigung aller Luftporen.

Untere Zeile: LP-Gehalt unter Berücksichtigung aller Luftporen, deren Durchmesser kleiner als 2 mm war.

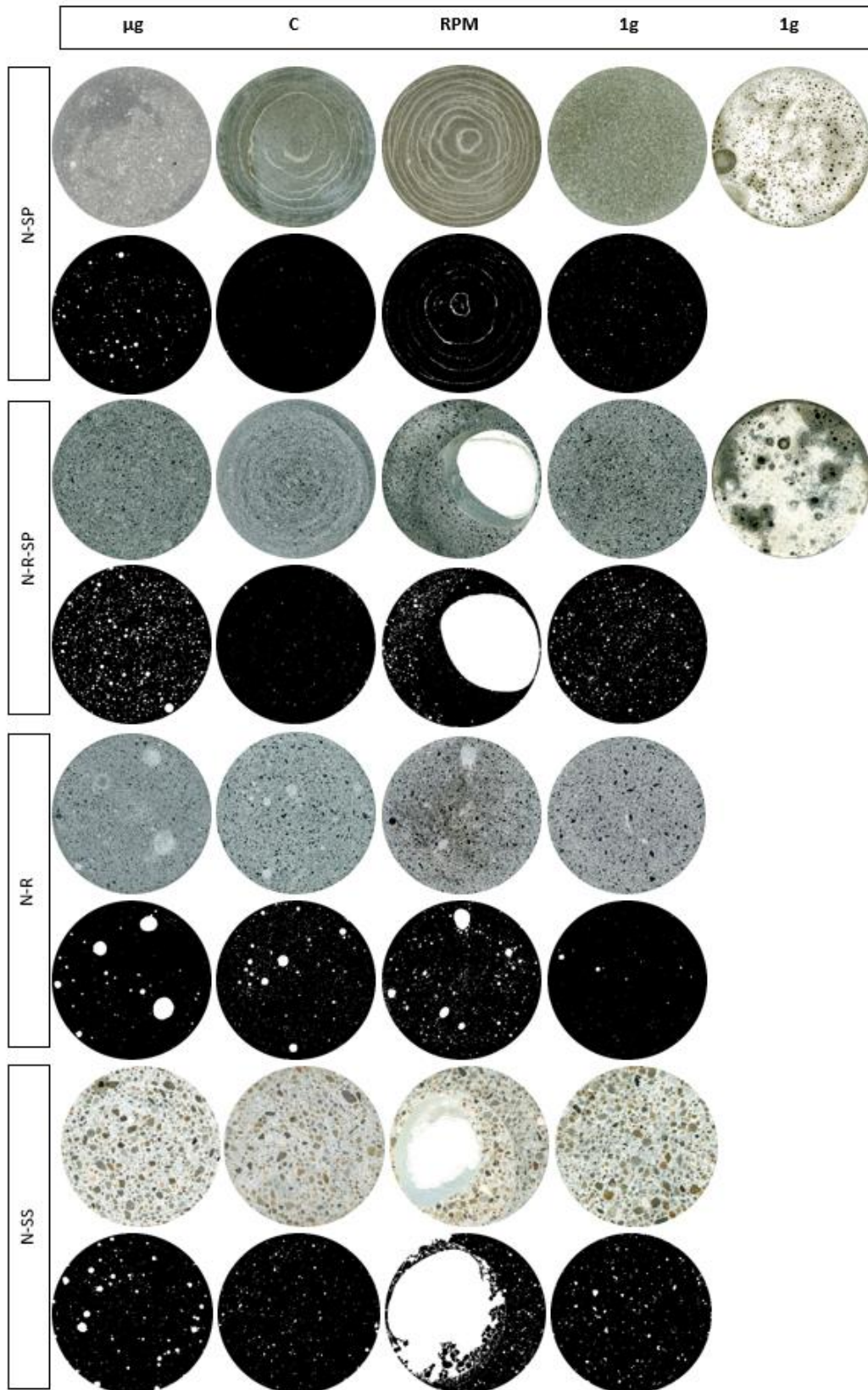


Abb. 70: Aufsicht der Querschnittsscheiben (jeweils obere Reihe) und erfasste Luftporen mit der automatisierten Methode (jeweils untere Reihe) der Mischungen *N-SP*, *N-R-SP*, *N-R* und *N-SS*. Proben von links nach rechts: μg , C, RPM, 1g-V und 1g-V Ansicht von oben.

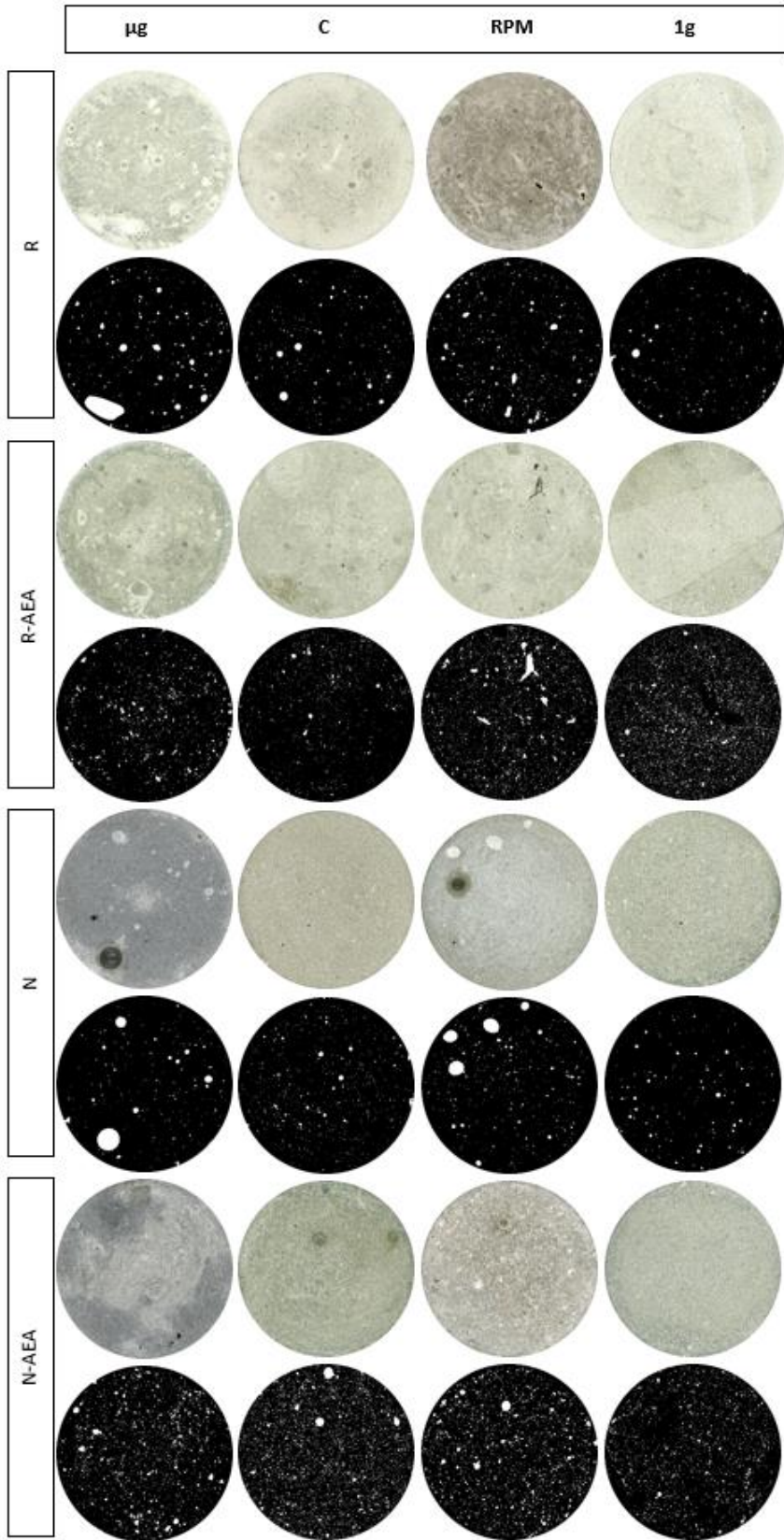
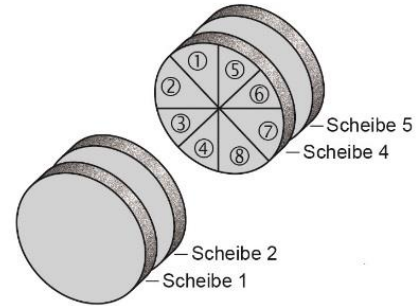


Abb. 71: Aufsicht der Querschnittsscheiben (jeweils obere Reihe) und erfasste Luftporen mit der automatisierten Methode (jeweils untere Reihe) der Mischungen *R*, *R-AEA*, *N* und *N-AEA*. Proben von links nach rechts: μg , C, RPM, und 1g-V.

Tab. 32: Differenz der Luftporengehalte von Achtelstücken einer Scheibenfläche für verschiedene Probenotypen der Mischung *N-R* in Prozent (links), schematische Darstellung der Achtelstücke (rechts)

N-R		Differenz der Luftporengehalte (alle Poren)			
		1g-V	C	RPM	0g
Mittelwert	[%]	3,73	5,57	17,83	8,43
Maximum	[%]	15,05	21,19	77,35	57,76
Minimum	[%]	0,66	0,58	3,14	1,02
σ	[%]	1,21	1,84	5,62	3,00
		Differenz der Luftporengehalte ($d < 2$ mm)			
		1g-V	C	RPM	0g
Mittelwert	[%]	2,08	2,37	2,33	2,18
σ	[%]	0,71	0,80	0,95	0,77



Um die Verteilung der Luftporen in der jeweiligen Querschnittsscheibe zu untersuchen, wurden die Flächen in Achtelstücke unterteilt und die LP-Gehalte der einzelnen Achtelstücke bestimmt. Exemplarisch wurden für die 105 ausgewerteten Scheiben der Mischung *N-R* die Ergebnisse unter Berücksichtigung aller Poren und ohne große Poren ($d > 2$ mm) betrachtet (siehe Tab. 32). Von jeder Scheibe wurden die Standardabweichungen der LP-Gehalte der Achtelstücke sowie die maximalen und minimalen LP-Gehalt ermittelt. Desto kleiner die Standardabweichung war, desto kleiner waren die Unterschiede der LP-Gehalte der Achtelstücke und desto höher ist die Homogenität der LP-Verteilung. Da bei den *C*-, *RPM* und μ g-Proben einige große Poren vorhanden waren, waren die Unterschiede zwischen den LP-Gehalten der Achtelstücke zum Teil sehr unterschiedlich. Die LP-Verteilung war entsprechend heterogen, insbesondere bei den *RPM* Proben. Bei den *1g*-Proben waren dagegen viele kleine Poren homogen verteilt. Wurden nur die kleineren Poren ($d < 2$ mm) betrachtet, waren die Unterschiede zwischen den LP-Gehalten der Probenotypen gering.

8.8 Quecksilberdruckporosimetrie

Die *MIP* Messungen wurden wie in Kap. 5.5.4 beschrieben für *1g-V* und μ g-Proben durchgeführt. Dafür wurden für die Mischungen *N*, *N-R*, *N-SS*, *N-AEA* und *R-AEA* Bruchstücke der 10 mm Würfel (ca. 1,5 bis 1,8 g) und für die Mischungen *R*, *N-SP* und *N-R-SP* Bruchstücke aus dem Kern der 30 mm Zylinder mit einer Gesamtmasse von ca. 2 g verwendet.

Die Gesamtporosität, die scheinbare Dichte, der durchschnittliche Porendurchmesser und der modale Porendurchmesser werden in Tab. 33 zwischen den *1g*- und μ g-Proben verglichen. Für die Proben der Mischungen *N*, *R*, *N-R*, *N-SS* zeigte sich für die μ g-Proben eine höhere Porosität, während bei den Mischungen mit *AEA* oder *SP* die Porosität bei den *1g*-Proben größer war. Beim Vergleich der Proben der Mischungen *N* und *R* mit *N-AEA* und *R-AEA* fiel auf, dass die Porosität der μ g-Proben fast identisch war, während bei den *1g*-Proben eine deutliche Erhöhung der Porosität auf 134 bzw. 157% aufgrund des *AEAs* festzustellen war.

Tab. 33: Ergebnisse MIP Messungen von 1g und μg -Proben

Proben		Porosität (MIP)	Scheinbare Dichte	Poren- durchmesser Durchschnitt	Poren- durchmesser Modal	Porosität 1g/ μg
		[%]	[g/cm ³]	[nm]	[nm]	[-]
<i>N</i>	μg	19,70	2,206	31,81	126,37	0,89
	1g	17,63	2,221	32,80	125,60	
<i>R</i>	μg	19,71	2,105	25,45	127,55	0,83
	1g	16,37	2,141	36,02	122,55	
<i>N-R</i>	μg	19,01	2,542	18,77	104,54	0,91
	1g	17,25	2,455	16,84	93,26	
<i>N-SS</i>	μg	17,84	2,466	27,77	128,94	0,71
	1g	12,70	2,421	34,95	126,49	
<i>N-AEA</i>	μg	20,24	2,267	33,33	87,43	1,17
	1g	23,63	2,217	38,68	71,40	
<i>R-AEA</i>	μg	20,09	2,108	32,96	137,70	1,28
	1g	25,68	2,161	77,88	122,67	
<i>N-SP</i>	μg	14,68	2,298	29,28	83,42	1,31
	1g	19,20	2,347	32,84	82,07	
<i>N-R-SP</i>	μg	19,66	2,529	22,48	74,62	1,06
	1g	20,90	2,597	32,83	61,51	

Der Modalwert ist der Porendurchmesser, an dem die Ableitung der kumulativen Porengrößenverteilung nach der Porengröße ihr Maximum hat. Poren im Bereich dieser Größe sind demnach am häufigsten in der betrachteten Probe zu finden.

Die gesamte Porengrößenverteilung wird ab dem kleinsten messbaren Durchmesser (ca. 3,67 nm) bis ca. 100.000 nm (bzw. 100 μm) in der Abb. 73 dargestellt, indem das kumulative, spezifische Porenvolumen zur Porengröße aufgetragen wird. Bei den ersten vier Diagrammen (*N*, *R*, *N-R* und *N-SS*) verlaufen die blauen Kurven der μg -Proben oberhalb der orangefarbenen Kurven der 1g-Proben. Der überwiegende Teil der μg -Kurven hat im Bereich zwischen 3,67 und ca. 100 nm bzw. bis zum Wert des modalen Durchmessers eine größere Steigung, d.h. mehr Poren dieser Größe sind in den μg -Proben im Vergleich zu den 1g-Proben vorhanden. Der flach verlaufende Kurvenbereich oberhalb von ca. 100 nm ist für alle Kurven nahezu parallel, d.h. Poren in dieser Größe sind in etwa in gleicher Anzahl vorhanden. Bei den Proben der Mischung *N* sind in den μg -Proben aufgrund des leichten Anstiegs am Ende der Kurve vor 100.000 nm mehr große Poren enthalten.

Bei den Diagrammen von *N-AEA*, *R-AEA* und *N-SP* ist dagegen im kleinen Porenbereich von 3,67 bis ca. 80 nm ein ähnlicher flacher Verlauf der 1g- und μg -Kurven zu erkennen. Im daran anschließenden steilen Kurvenabschnitt zeigen die μg -Kurven einen wesentlich kürzeren Anstieg und die Kurve flacht ab ca. 110 nm Porengröße ab. Die 1g-Proben beinhalten demnach wesentlich mehr Poren mit einer

Größe zwischen ca. 110 bis ca. 300 nm. Auch im flachen dritten Kurvenabschnitt weisen die *Ig*-Kurven eine etwas höhere Steigung auf, d.h. in diesem Bereich sind geringfügig mehr Poren in den *Ig*-Proben enthalten.

Der Kurvenverlauf für die μ g- und *Ig*-Proben der Mischung *N-R-SP* ist ähnlich. Die μ g-Kurve zeigt bei kleiner Porengröße (3,7 – 10 nm) einen steileren Verlauf, während die *Ig*-Kurve ab ca. 100 bis ca. 1000 nm steiler verläuft. Der Gesamtporengehalt ist etwa gleich groß, aber in der μ g-Probe sind in dem betrachteten Größenbereich mehr kleine Poren und in der *Ig*-Probe mehr größere Poren vorhanden.

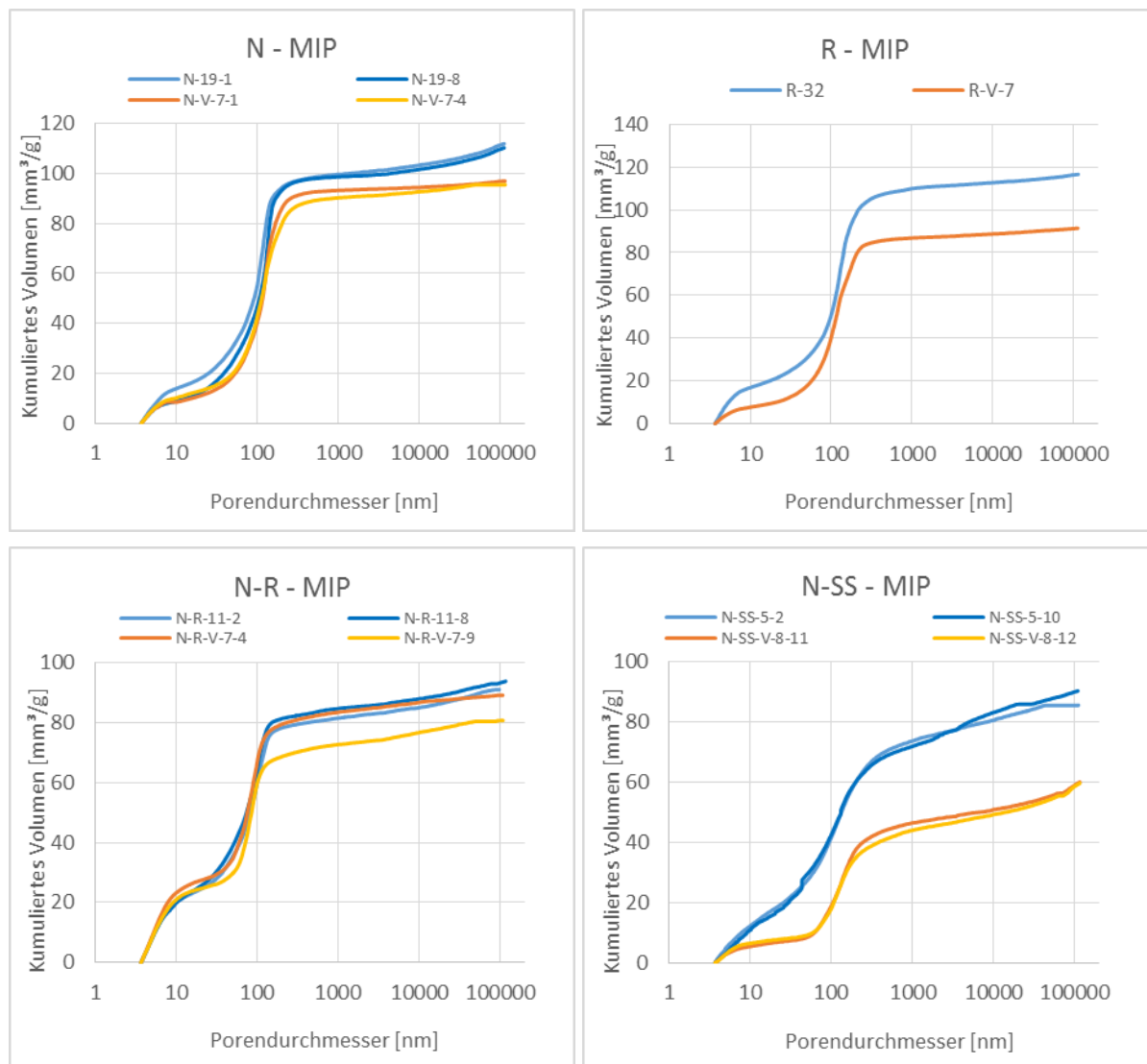


Abb. 72: Porengrößenverteilung mit Darstellung des kumulierten, spezifischen Porenvolumens in mm^3/g (vertikale Achse) zur Porengröße in nm (horizontale Achse) aus *MIP* Messungen der Mischungen *N*, *R*, *N-R* und *N-SS*. Die μ g-Proben sind blau und *Ig*-Proben sind orange dargestellt.

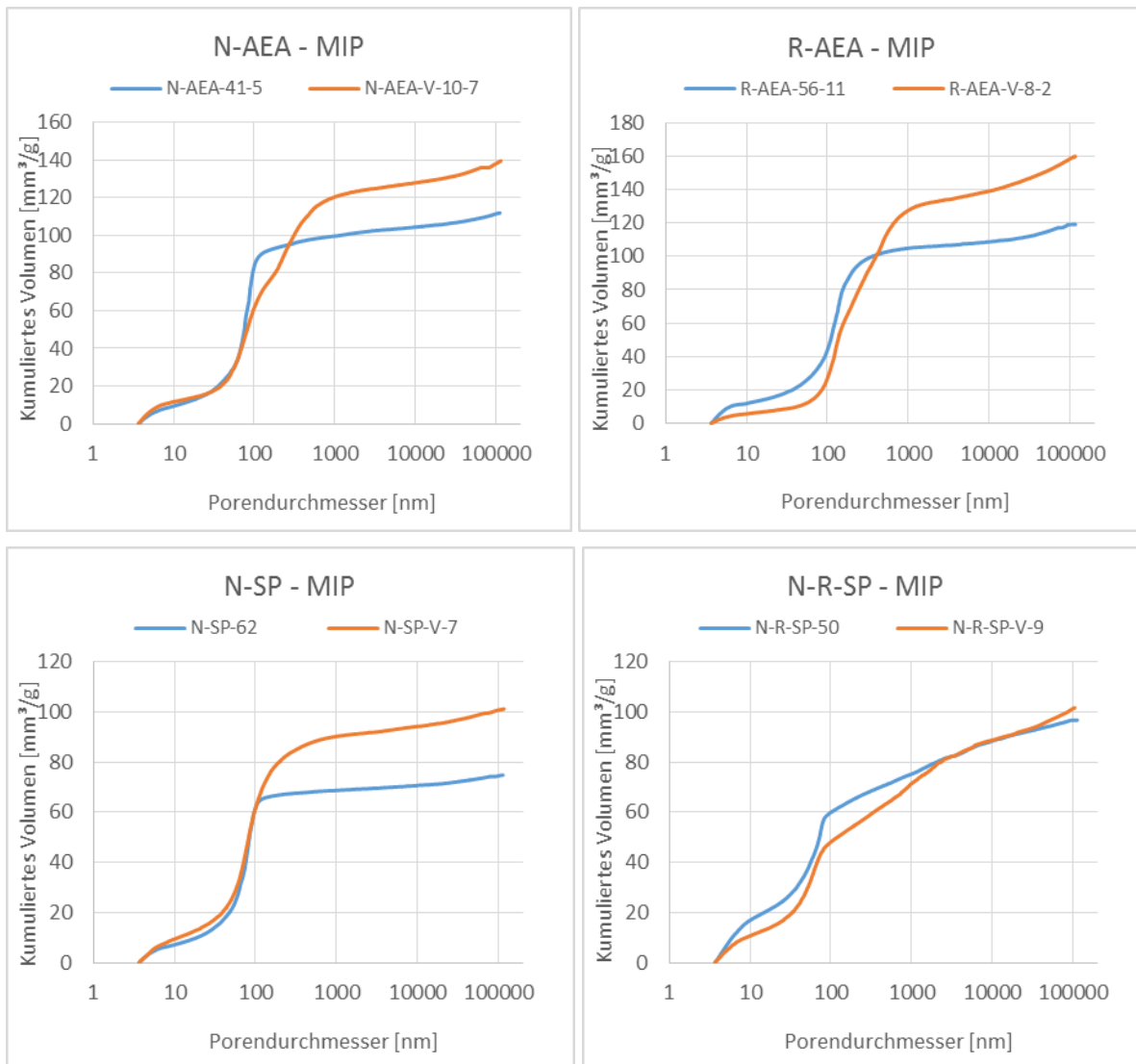


Abb. 73: Porengrößenverteilung mit Darstellung des kumulierten, spezifischen Porenvolumens in [mm³/g] (vertikale Achse) zur Porengröße in [nm] (horizontale Achse) aus MIP Messungen der Mischungen *N-AEA*, *R-AEA*, *N-SP* und *N-R-SP*. Die μg -Proben sind blau und 1g -Proben sind orange dargestellt.

8.9 Durchlichtmikroskopie an Dünnschliffen

Es wurden Dünnschliffe der Proben der Mischungen *N*, *N-R*, *N-SS*, *N-AEA* und *N-SP* wie im Kap. 5.4.4 beschrieben von der Firma *DDT* präpariert und Aufnahmen dieser Schliffe vom *vdz* mit dem Durchlichtmikroskop mit drei verschiedenen Beleuchtungseinstellungen erstellt (siehe Kap. 5.7).

Bei Betrachtung des gesamten Querschnitts im *TL* waren bei allen Zementleimproben durchgehende Risse zu erkennen, die vermutlich durch Schwinden entstanden sind (siehe Abb. 74). Die Rissbilder

unterscheiden sich bereits bei den μg -Proben erheblich. Bei der Probe *N-18* zeigten sich feine gitterförmig verteilte Risse, während die Probe *N-19* durch wenige breite, sternförmig angeordnete Risse unterteilt wurde. Die *Ig*, *C* und *RPM* Proben der Mischung *N* wiesen ein ähnliches Rissbild wie *N-18* auf. Im Randbereich zeigten sich bei allen *N*-Proben parallel zum Rand verlaufende Risse.

Dunkle, fleckige Bereiche im *TL*, sichtbar bei allen *N*-Proben, sind ein regelmäßig anzutreffendes Phänomen in der Durchlichtmikroskopie von zementhaltigen Dünnschliffen und können verschiedene Ursachen haben [179], wie z. B. unterschiedlich stark eingedrungenes Epoxidharz oder die Anwesenheit von Eisenionen.

Im *TL* wurde zudem erkennbar, dass die Poren in μg -Umgebung für die Zementleimproben tendenziell zahlreicher und größer waren. Die Porenkennwerte der Querschnittsbereiche wurden bereits in Kap. 8.7 ausführlich thematisiert, daher wird im Rahmen der Durchlichtmikroskopie nicht weiter darauf eingegangen.

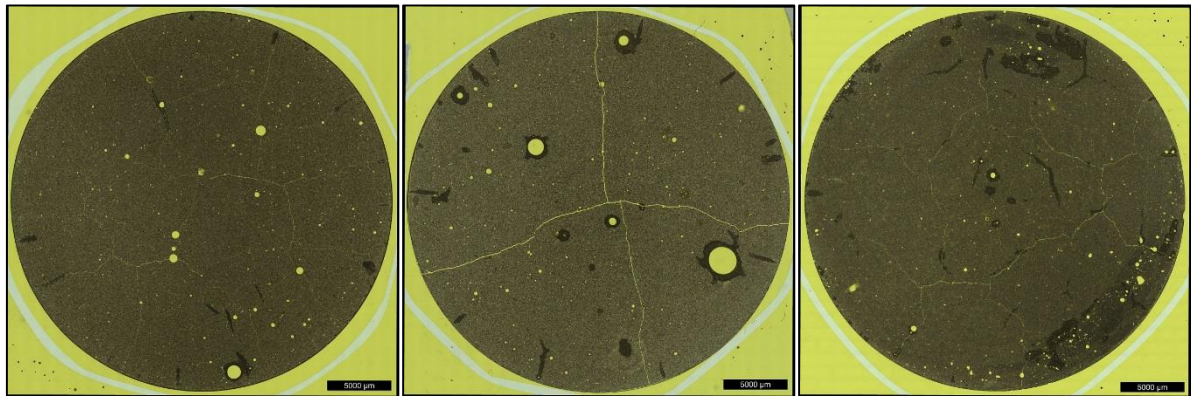


Abb. 74: Übersichten der Dünnschliffe im *TL* von den Zementleimproben *N-18* (μg , links), *N-19* (μg , Mitte) und *N-C5-6* (*C*, rechts) (Durchmesser der Scheiben ca. 30 mm).

Im *TL* können zudem unhydratisierte Zementpartikel und die Klinkerphasen identifiziert werden [179]. Aufgrund des hohen Probenalters der *MASON* Proben und der dadurch weit fortgeschrittenen Hydratation waren insbesondere bei den niedrigen *w/z* Werten der Zementleimproben die C-S-H Fasern bereits sehr eng zusammengewachsen und die Struktur des Zementsteins war sehr dicht. Gut im *TL* zu erkennen waren die traubenartig geformten Belite, die grauen Alite und die unhydratisierten Zementpartikel (siehe Abb. 75). Das C_4AF konnte in Form von schwarzen Flecken oder Strichen im Bereich des Belitnests identifiziert werden.

Zudem konnten im *UVL* über Helligkeitsunterschiede Rückschlüsse auf die Dichte bzw. die Porosität im Mikrobereich des C-S-H Gels gezogen werden. Allerdings zeigten sich aufgrund der insgesamt hohen Dichte des C-S-H Gels kaum signifikante Unterschiede zwischen den μg -, *Ig*-, *C* und *RPM* Proben der Mischung *N*. Auch bei den Proben mit *SP* konnten im *UVL* keine Unterschiede festgestellt werden (siehe Abb. 76). Bei Zugabe von *AEA* waren dagegen Dichteunterschiede durch abgestufte Helligkeiten im *UVL* im C-S-H Gel bei den μg -Proben zu erkennen (siehe Abb. 77). Dies deutete auf eine heterogene Zusammensetzung des Mikrogefüges der μg -Probe hin.

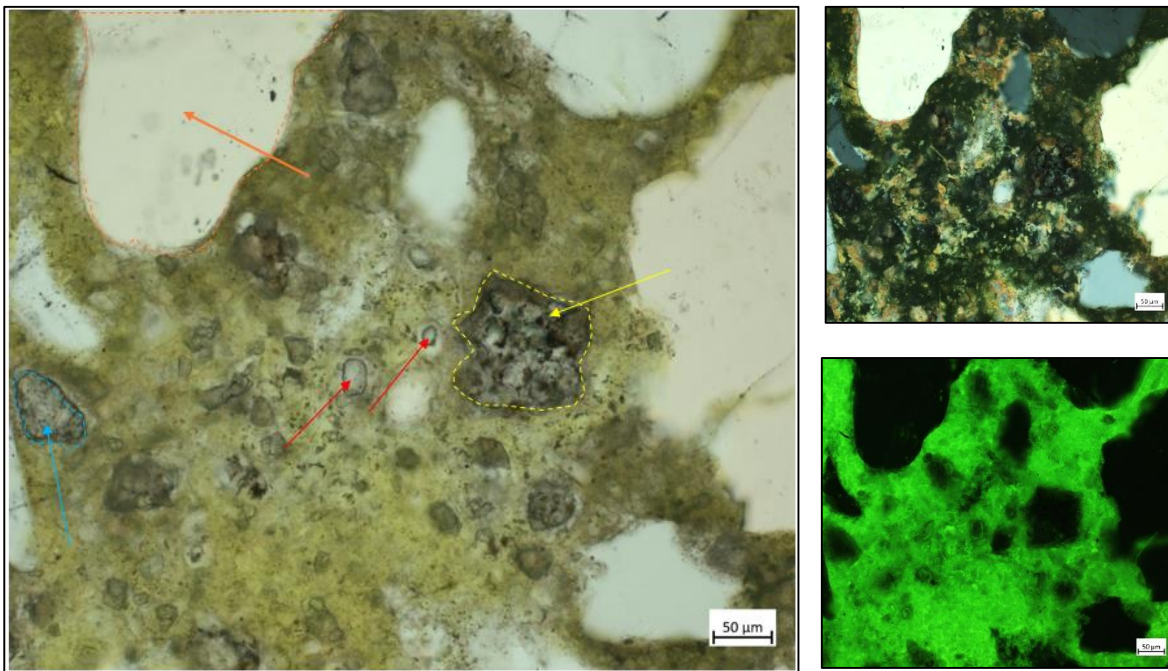


Abb. 75: Auszug aus dem Dünnschliff der Probe *N-SS-H-11* im *TL* (links). Unhydratisierter Alit, umgeben mit klaren Hydratationsprodukten (rote Pfeile), Belitnest, dunkle Flecken/Striche darin C_4AF (gelber Pfeil/ Umrandung), Gesteinskörnung Quarzsand (oranger Pfeil/ Umrandung), unhydratisierter Zementpartikel (blauer Pfeil/ Umrandung). Gleicher Ausschnitt im *CPL* (rechts oben) und im *UVL* (rechts unten).

Aufschlussreich waren die Randbereiche der Poren oder teilweise zugewachsene Poren. In diesen Bereichen wiesen die Hydratationsprodukte aufgrund des großen Platzangebots eine geringe Dichte auf und Formen waren bereits im *TL* erkennbar (siehe Abb. 77). Dabei waren bei den *Ig*-Proben wenige Poren zugewachsen und Hydratationsprodukte überwiegend in den Randbereichen zu sehen. Unter *CPL* konnten diese Bereiche über die Identifizierung von Calciumhydroxid (CH) erfasst werden. Das CH wies unter *CPL* bei den hier verwendeten 35 µm dicken Dünnschliffen einen roten Farbton auf. Bei einigen Poren in *Ig*-Umgebung waren dichtere Bereiche des CH in Schwerkraftrichtung am unteren Porenrand sichtbar, während die in Mikrogravitation erstarrten Proben keine erkennbare Orientierung aufwiesen. Zudem waren die CH Bereiche in den Poren bei den µg-Proben oftmals größer bzw. die gesamte Pore war zugewachsen. Bei den *C* und *RPM* Proben der Mischung *N* waren teilweise ähnlich zugewachsene Poren erkennbar, aber auch ähnlich gewachsene CH Kristalle in Porenräumen wie in *Ig*-Umgebung.

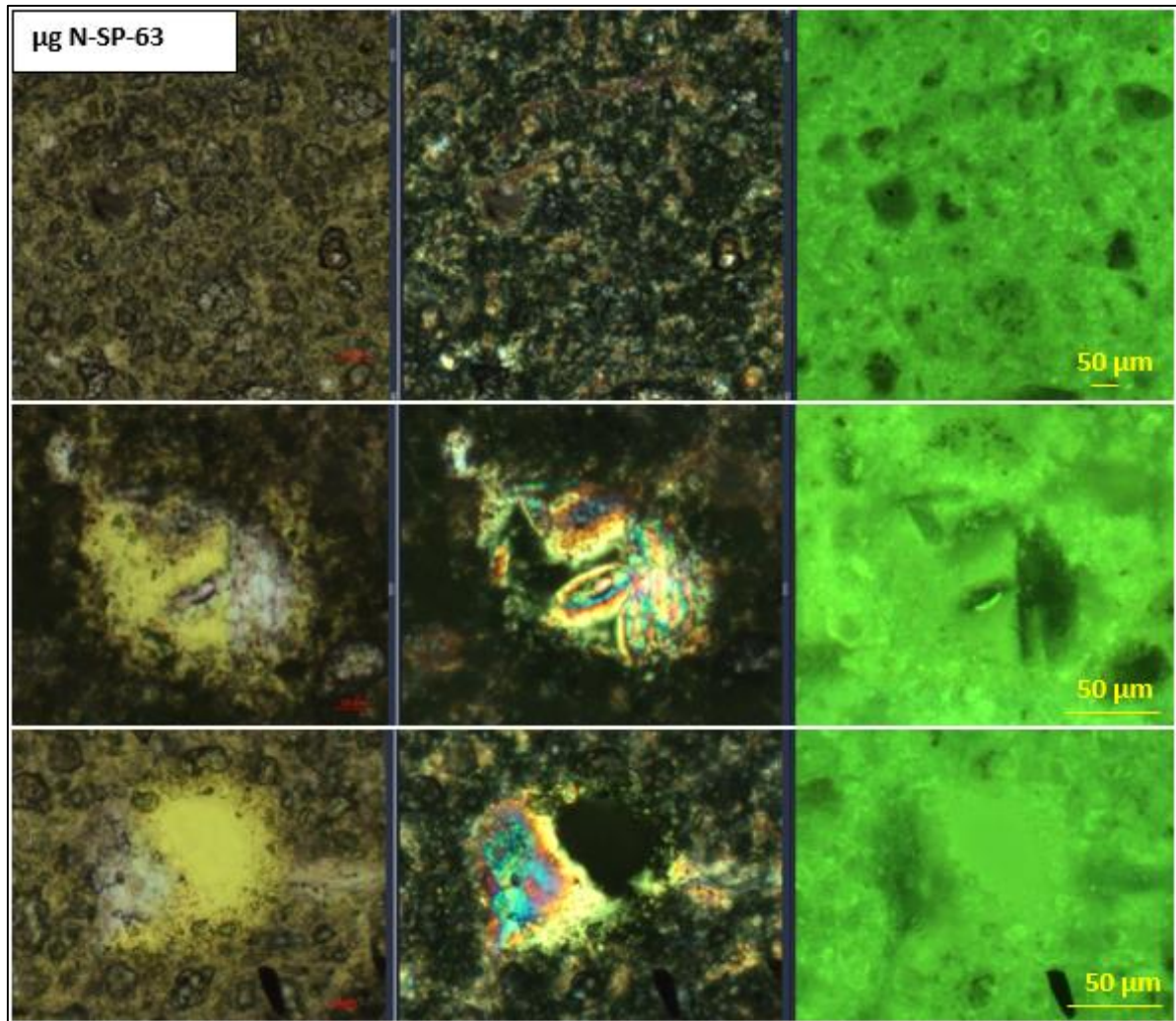


Abb. 76: Aufnahmen mit dem Durchlichtmikroskop von Proben der Mischung *N-SP*, *TL* links, *CPL* Mitte, *UVL* rechts. Übersicht des C-S-H Gels (oben), Poren zugewachsen mit CH Strukturen (Mitte und unten).

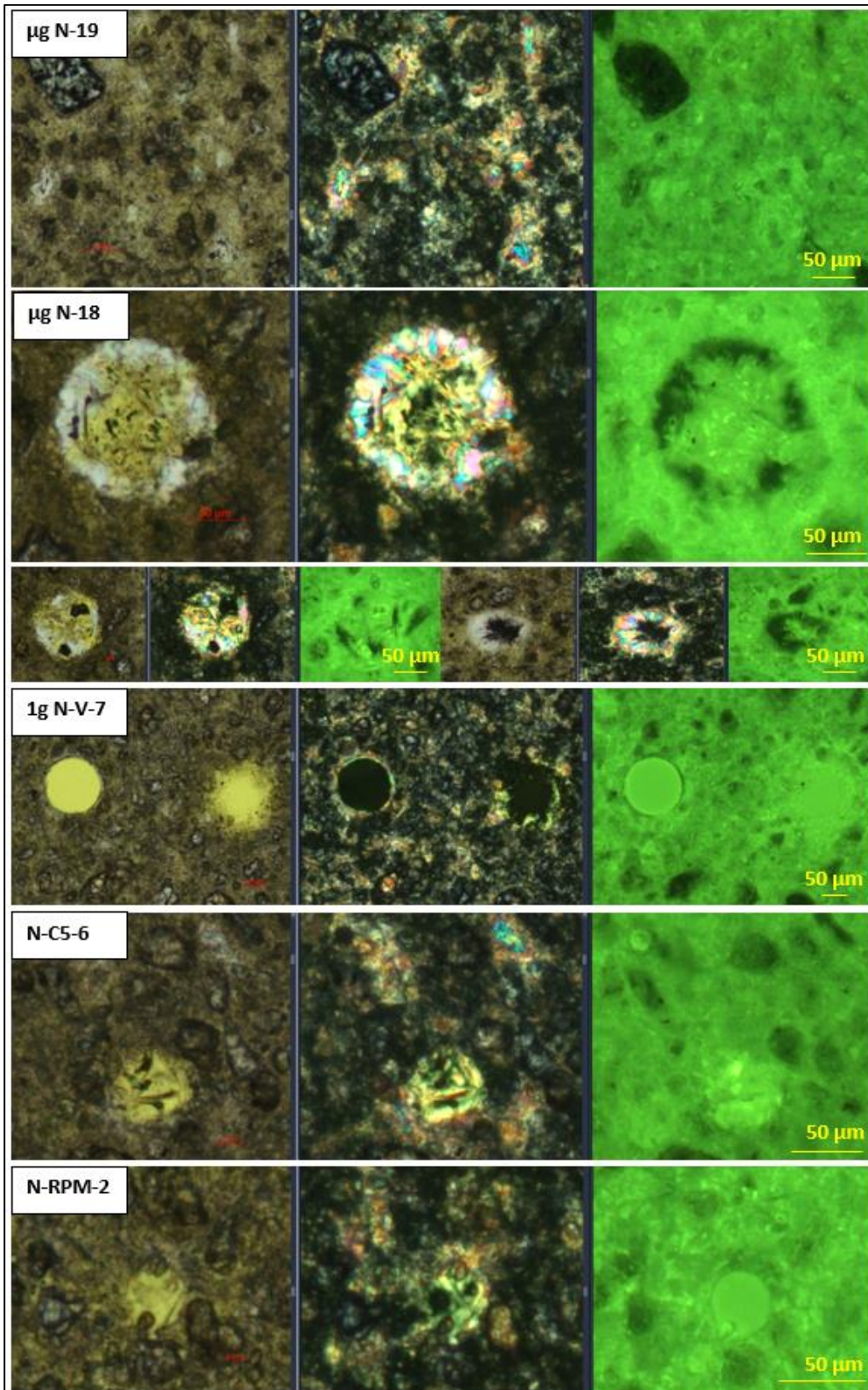


Abb. 77: Aufnahmen mit dem Durchlichtmikroskop von Proben der Mischung *N*, *TL* links, *CPL* Mitte, *UVL* rechts. Übersicht des C-S-H Gels in μg -Umgebung (oben), Poren zugewachsen mit CH Strukturen in μg (2. und 3. Reihe von oben) in *Ig* (4. Reihe von oben), bei *C* (5. Reihe von oben) und bei *RPM* (unten).

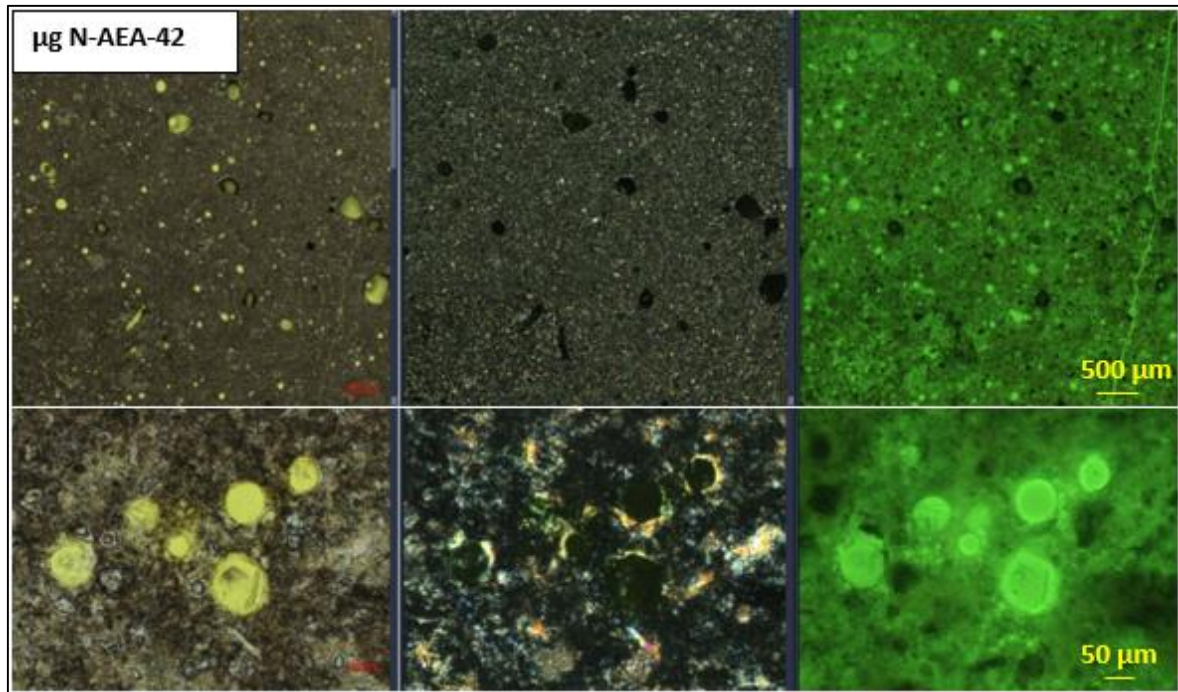


Abb. 78: Aufnahmen mit dem Durchlichtmikroskop von Proben der Mischung *N-AEA*, *TL* links, *CPL* Mitte, *UVL* rechts. Übersicht des C-S-H Gels (oben), Poren mit CH Strukturen (unten).

Bei den Proben mit Gesteinskörnung waren im *TL* im Gegensatz zu den Zementleimproben keine durchgehenden Risse im Gesamtquerschnitt erkennbar. Die Proben der Mischungen *N-R* und *N-SS* wiesen zum einen aufgrund der höheren *w/z* Werte (0,67 – 0,70) und zum anderen insbesondere beim *Normsand* aufgrund der größeren Korngrößen in den Zwischenräumen der Gesteinskörner weniger dichte C-S-H Gele auf. Dadurch konnten unter *CPL* viele größere CH Strukturen identifiziert werden, die in Mikrogravitation bei der Probe *N-SS-4* signifikant und systematisch größer waren als bei den *Ig-*, *C-* und *RPM* Proben (siehe Abb. 80). Allerdings zeigten sich für die Probe *N-SS-6*, die eine geringere Gesamtporosität als die Probe *N-SS-4* aufwies, diese Effekte in geringerem Maße. Die CH Strukturen waren zum Großteil an den Rändern der Gesteinskörnungen zu erkennen, folglich in der *ITZ*, die eine geringere Porosität aufwies. Eine systematische Anreicherung von Wasser unterhalb der Gesteinskörner und das bilden von „Wassertaschen“ bzw. eines porösen Bereichs in der *ITZ* war weder im *UVL* durch signifikant hellere Bereiche noch im *CPL* durch angereicherte CH Strukturen an der Unterseite der Gesteinskörner für die horizontal erstarrten *Ig*-Proben (Wirkung der Schwerkraft im Querschnitt wie dargestellt nach unten) erkennbar. In *Ig*-Umgebung wäre bei Sedimentationseffekten zudem zu erwarten, dass die Porosität im oberen und die Dichte im unteren Probenbereich erhöht ist [60; 179]. Dies ließ sich weder im *TL* noch im *UVL* eindeutig erkennen.

Bei den Proben mit *EAC-1A* Regolith waren die CH Kristalle aufgrund der unterschiedlichen Zusammensetzung der Gesteinskörnung und der damit veränderlichen Farbgebung unter *CPL* schwerer zu identifizieren (siehe Abb. 79). Zudem bewirkten die höheren Anteile von Zement und Feinkorn bei den *N-R* Proben weniger große poröse Bereiche, in denen die Hydratationsprodukte ungestört wachsen

konnten. Daher waren kaum Unterschiede zwischen den verschiedenen Probentypen der Mischung *N-R* identifizierbar bzw. beschränkten sich ähnlich wie beim Zementleim auf das Wachstum der Hydrationsprodukte in oder an den Poren.

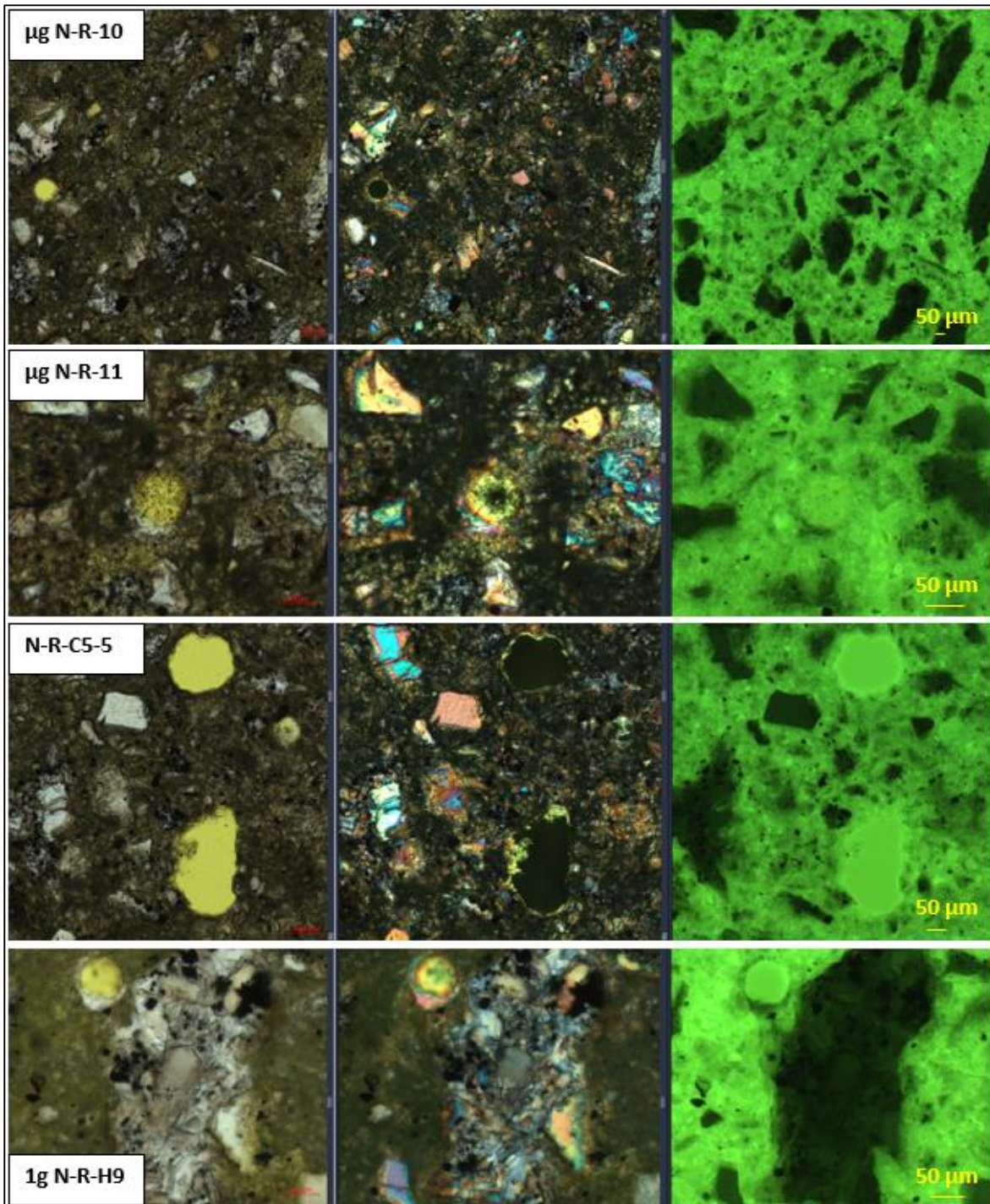


Abb. 79: Aufnahmen mit dem Durchlichtmikroskop von Proben der Mischung *N-R*, *TL* links, *CPL* Mitte, *UVL* rechts. Übersicht des C-S-H Gels in μg -Umgebung (oben), Poren zugewachsen mit CH Strukturen in μg (2. Reihe von oben) bei *C* (3. Reihe von oben) und in *Ig* (unten).

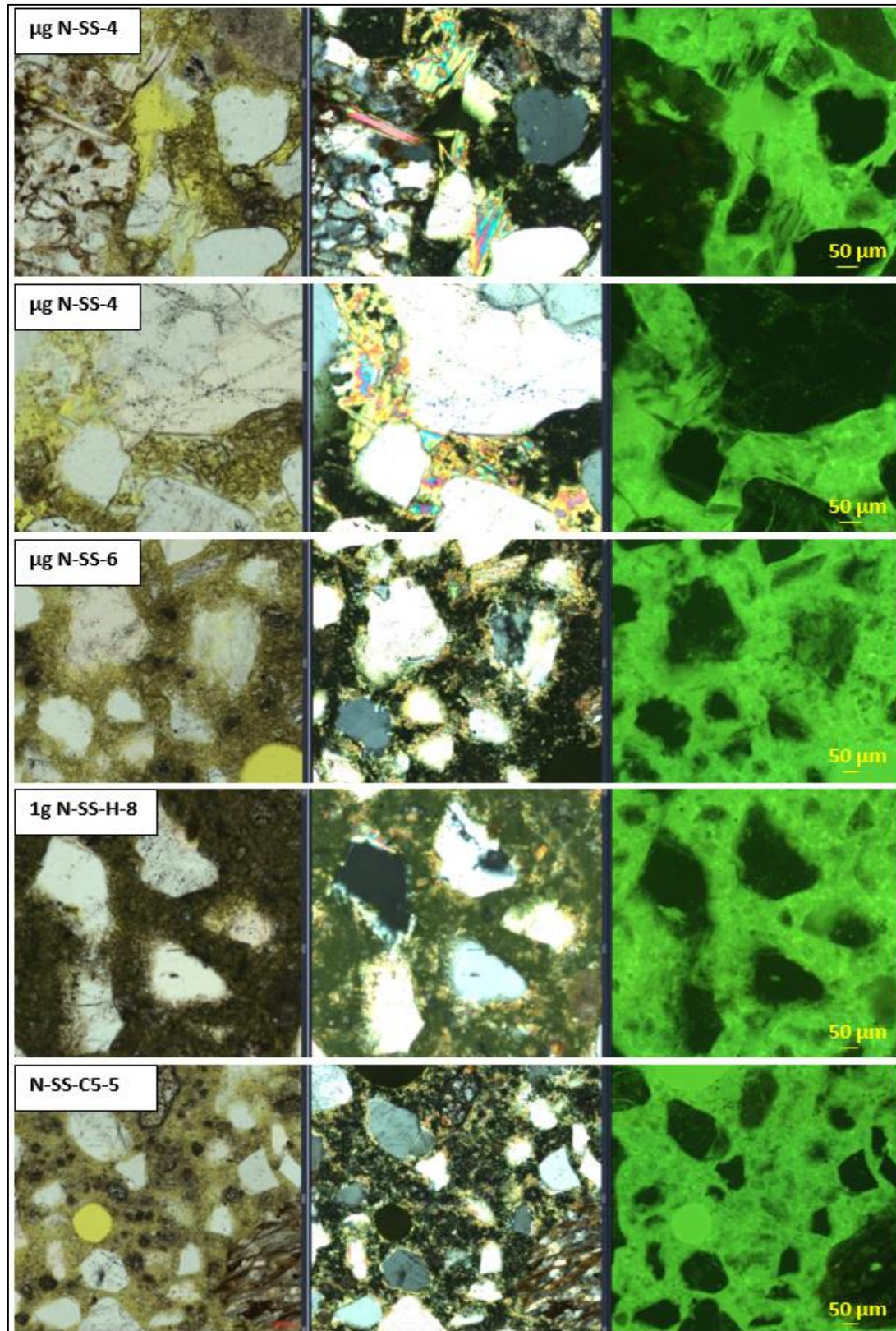


Abb. 80: Aufnahmen mit dem Durchlichtmikroskop von Proben der Mischung *N-SS*, *TL* links, *CPL* Mitte, *UVL* rechts. Übersicht des C-S-H Gels in μg -Umgebung (1., 2. und 3. Reihe von oben), in *1g* (4. Reihe von oben), bei *C* (unten).

8.10 Druckfestigkeitsprüfungen

Die uniaxialen, zerstörenden Druckfestigkeitsprüfungen wurden wie in Kap. 5.6.2 beschrieben an den 30 mm Zylindern und den 10 mm Würfeln durchgeführt.

8.10.1 Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder

Beim Vergleich der Mittelwerte der Druckfestigkeiten der unterschiedlichen Probenotypen (*Ig*, *C*, *RPM*, μg (alle *ISS* Proben) und μg^* (nur komprimierte *ISS* Proben)) sind teilweise große Unterschiede zu erkennen (siehe Abb. 81).

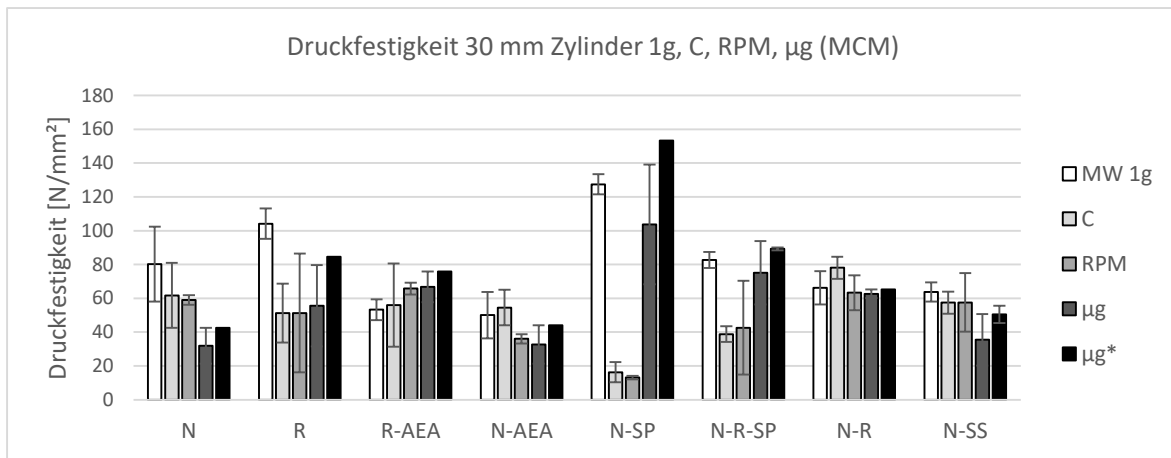


Abb. 81: Mittelwerte der Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder mit Standardabweichung (MCM).

Die Proben der Mischungen *N-SP* und *N-R-SP* zeigten ein ähnliches Verhalten. Die Druckfestigkeiten der *C*- und *RPM* Proben dieser Mischungen waren sehr niedrig, da große lokale Hohlräume im Zentrum des Zylinders vorhanden waren (siehe Abb. 82 und Kap. 8.6). Wie an den Bruchbildern zu erkennen ist, verlief der Versagensbruch entlang dieser Hohlstellen (siehe Abb. 86).

Für die *ISS* Probe 51 (Mischung *N-R-SP*), die nicht komprimiert wurde, war ein ähnliches Verhalten zu erkennen. Die komprimierten *ISS* Proben 50 und 52 wiesen fast eine identische Festigkeit auf (89,25 und 87,50 N/mm²), die geringfügig über dem Mittelwert der Festigkeiten der *Ig*-Proben (82,72±6,40 N/mm²) lag. Bei den *Ig*-Proben waren die Druckfestigkeiten der *V*- und *H*-Proben sehr ähnlich (MW *V* 81,66±8,01 N/mm², MW *H* 84,49±1,40 N/mm²). Für die Mittelwerte der *Ig*-Proben wurden die Proben *H*-7, *H*-8, *H*-9 und *V*-9 nicht berücksichtigt, da die niedrigen Festigkeiten dieser Proben entweder auf Schwindrisse, abweichende Bruchbilder oder lokale Defekte zurückzuführen waren. Bei der Probe *N-R-SP-RPM*-3 befand sich kein Hohlraum im Zylinder, weshalb eine Festigkeit wie die der *Ig*-Proben erreicht wurde (81,51 N/mm²).

Für die Proben der Mischung *N-SP* lagen die Festigkeiten der *Ig-H*-, *Ig-V*- und μg -Proben im gleichen Bereich (siehe Abb. 86). Die Proben *V*-7, *V*-8 und *V*-9 wiesen eine Festigkeit mit geringer Streuung von 138,21±3,85 N/mm² und einer Porosität von 0,111±0,005 auf. An den Proben *V*-10, *V*-11 und *V*-

12 waren vor der Prüfung Risse an der Oberfläche erkennbar, die eine Erklärung für die deutlich niedrigeren Festigkeiten sein könnten. Die Festigkeit der H-Proben war im Mittel mit $116,68 \pm 8,02 \text{ N/mm}^2$ kleiner, allerdings war die Porosität auch erhöht ($0,14 \pm 0,04$). Die Festigkeit und Porosität der μg -Proben unterschieden sich deutlich (siehe Abb. 82). Die *ISS* Probe 62 zeigte die höchste Festigkeit aller bisher geprüften *MASON* Proben ($153,33 \text{ N/mm}^2$) und zersplitterte bei der Druckfestigkeitsprüfung in Einzelteile (siehe Abb. 86). Die Porosität der μg -Proben 62 und 63 war deutlich niedriger als die der anderen Probenarten.

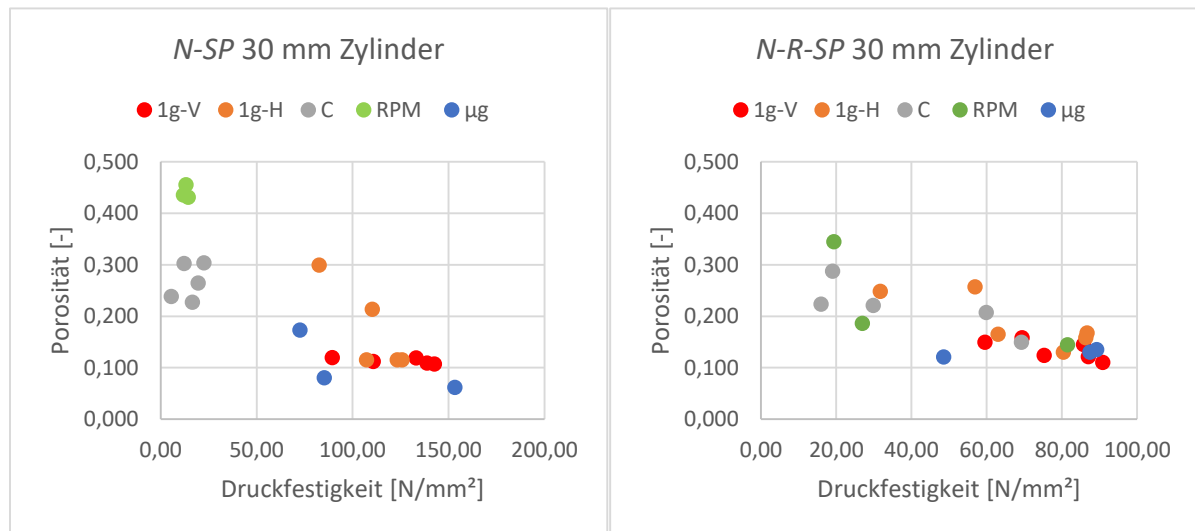


Abb. 82: Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder von *N-SP* (links) und *N-R-SP* (rechts) unter Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach *Locher* [59]).

Bei den Mischungen *N-R* und *N-SS* lagen die Ergebnisse der Mittelwerte der komprimierten Probenarten nahe beieinander (Abb. 81). Bei Betrachtung der Einzelwerte unter Berücksichtigung der Porosität wurde deutlich, dass die Festigkeiten der V-Proben wesentlich größer als die der H-Proben waren (siehe Abb. 83).

Bei der Mischung *N-SS* konnten die geringeren Festigkeiten der H-Proben plausibel mit der höheren Porosität begründet werden (MW V $0,127 \pm 0,01$, MW H $0,147 \pm 0,04$). Bei den anderen Probenarten war ein linearer Zusammenhang zwischen Porosität und Festigkeit nur teilweise erkennbar. Ein Grund dafür könnten lokale große Defekte sein, die einen größeren Einfluss auf die aufnehmbare Versagenslast haben, als viele kleine Poren [138]. Tendenziell waren die Druckfestigkeiten der μg -Proben niedriger als die der 1g-V- und C-Proben. Die Druckfestigkeiten der μg -, 1g-H- und RPM Proben waren dagegen in etwa gleich groß.

Bei *N-R* zeigten Proben des gleichen Typs bei höherer Porosität plausibel niedrigere Festigkeiten. Eine Ausnahme bildeten die C Proben, die zudem im Mittel eine leicht erhöhte Festigkeit gegenüber den anderen Probenarten aufwiesen. Die niedrigen Festigkeiten der H-Proben standen im Widerspruch zu der niedrigen Porosität. Die Druckfestigkeit und Porosität der μg -, 1g-V- und RPM Proben waren im gleichen Bereich.

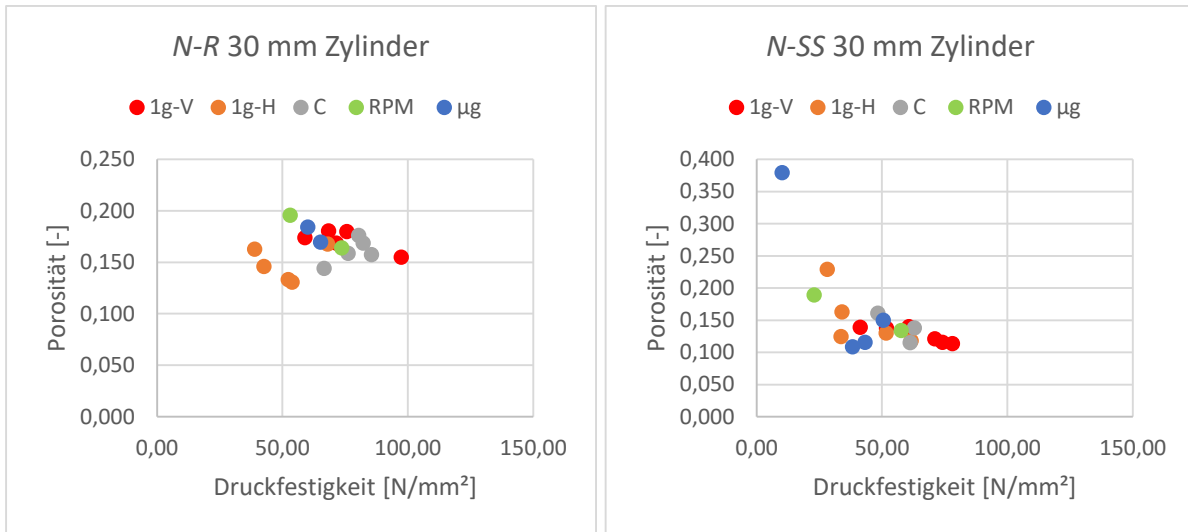


Abb. 83: Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder von N-R (links) und N-SS (rechts) unter Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach Locher [59]).

Bei der Mischung *R* gab es vier μg -Zylinderproben mit 30 mm Länge, da die Probe 34 eine Gesamtlänge über 60 mm aufwies und zu zwei 30 mm Zylinder geschnitten werden konnte. Die Mittelwerte der Festigkeiten der *C*, *RPM* und μg -Proben der Mischung *R* waren ähnlich, während die *Ig*-Proben deutlich höhere Werte aufwiesen (siehe Abb. 81). Die Unterschiede in den Druckfestigkeiten desselben Typs lassen sich plausibel unter Berücksichtigung der Porosität der einzelnen Proben begründen. Proben mit hoher Porosität wiesen entsprechend kleine Druckfestigkeiten auf, so dass sich ein annähernd linearer Verlauf zwischen Porosität und Druckfestigkeit des gleichen Probentyps ergab (siehe Abb. 84). Die *Ig*-V- und H-Proben hatten eine sehr ähnliche Festigkeit (MW *Ig* $104,10 \pm 9,65$ N/mm²) und Porosität (MW *Ig* $0,15 \pm 0,01$). Die höchste Festigkeit der μg -Proben betrug $84,54$ N/mm² (*R*-32) bei einer erhöhten Porosität von ca. 0,17 im Vergleich zu den *Ig*-Proben. Sowohl mit der *RPM* als auch dem Klinostaten konnten ähnliche Festigkeiten wie die der μg -Proben erreicht werden, allerdings mit geringerer Gesamtporosität (MW *RPM* $0,2 \pm 0,04$, MW *C* $0,17 \pm 0,03$).

Die nicht komprimierten *Ig*-Proben der Mischung *R* wiesen Festigkeiten im Mittel von $58,53 \pm 13,71$ N/mm² auf. Der hohe Unterschied zu den komprimierten Proben war auf eine erhöhte Porosität (MW *Ig* $0,17 \pm 0,02$) zurückzuführen. Die Druckfestigkeiten der nicht komprimierten *Ig*-Proben ähnelten im Durchschnitt denen der μg -Proben (MW μg $55,67$ N/mm²), die allerdings eine höhere Porosität aufwiesen (MW μg $0,22 \pm 0,05$).

Bei der Mischung *R-AEA* war die Porosität der *Ig*-Proben im Vergleich zu den *Ig*-Proben von *R* deutlich erhöht und daher zeigten sich insgesamt geringere Festigkeiten bei den *Ig*-Proben von *R-AEA*. Hingegen wiesen die μg -Proben der Mischung *R-AEA* eine geringere Porosität als die μg -Proben der Mischung *R* auf.

Die Festigkeit und Porosität der *C*-Proben der Mischung *R-AEA* waren sehr unterschiedlich, aber wiesen einen plausiblen Zusammenhang auf (siehe Abb. 84). Die Druckfestigkeiten der *C*- als auch der *RPM* Proben lagen bei ähnlicher Porosität im Bereich der μg -Proben. Die μg -Proben zeigten insgesamt

eine niedrigere Porosität und höhere Festigkeiten als die *Ig*-Proben. Die höchste Festigkeit aller *R-AEA* Proben wurde bei *R-AEA-58* (μg) mit $75,87 \text{ N/mm}^2$ gemessen und die nicht komprimierte μg -Probe *R-AEA-57* wies mit $57,63 \text{ N/mm}^2$ eine höhere Festigkeit als die meisten *Ig*-Proben auf (MW *Ig* $53,73 \pm 6,86$).

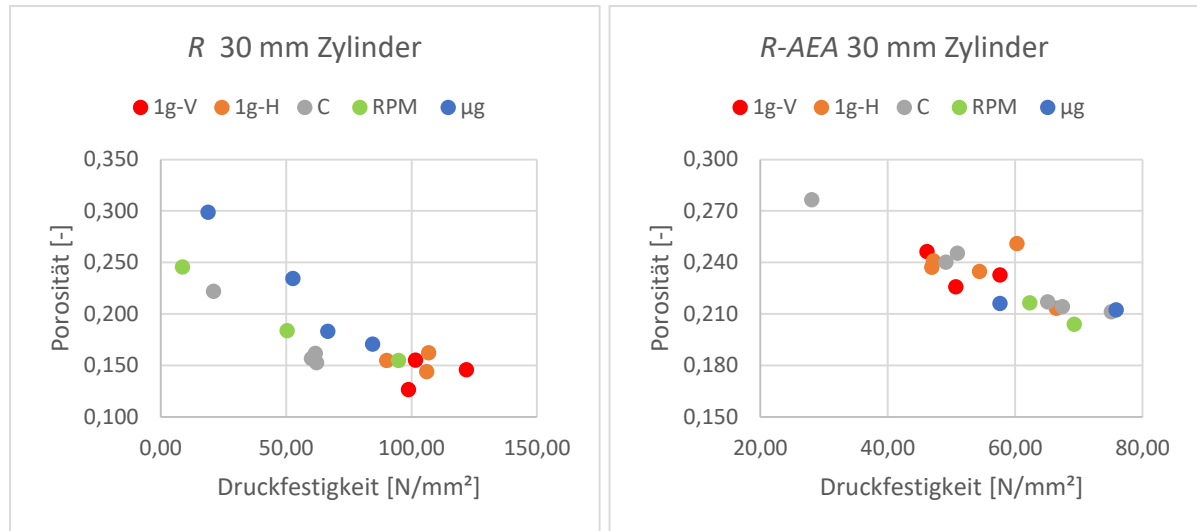


Abb. 84: Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder von *R* (links) und *R-AEA* (rechts) unter Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach *Locher* [59]).

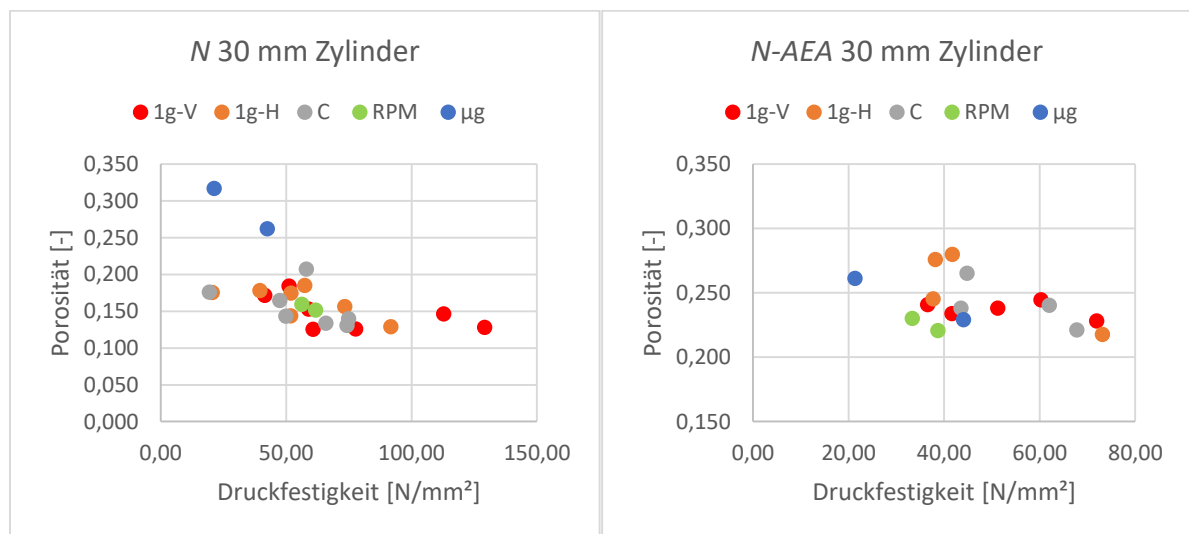


Abb. 85: Druckfestigkeiten der 30 mm Zylinder von *N* (links) und *N-AEA* (rechts) unter Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach *Locher* [59]).

Bei der Mischung *N* waren die Festigkeiten der μg -Proben aufgrund der großen lokalen Hohlstellen gering (vgl. Kap.8.6, siehe Abb. 86). Für die Proben *Ig*-H-, C- und *RPM* wurden ähnliche mittlere Festigkeiten von $59 - 65 \text{ N/mm}^2$ erreicht, die der *Ig*-V-Proben variierten je nach Serie dagegen stark. Bei den Proben V-8 und V-9 betrug die Druckfestigkeit $121,03 \pm 8,16 \text{ N/mm}^2$, bei V-10 und V-11 $69,24 \pm 8,43 \text{ N/mm}^2$ und bei den nicht komprimierten Proben V-20 bis V-22 $50,56 \pm 7,18 \text{ N/mm}^2$. Wäh-

rend für V-20 bis V-22 die geringeren Werte auf die fehlende Kompression bzw. einer erhöhten Porosität zurückgeführt werden konnten, wurden bei den Proben V-10 und V-11 sehr viele, feine Oberflächenrisse festgestellt. Die Ursache für die Rissbildung könnte aus einem erhöhten Schwinden resultieren.

Beim Vergleich der Proben der Mischung *N* und *N-AEA* zeigte sich für die *Ig*, *C*- und *RPM* Proben eine plausible Erhöhung der Porosität und Reduzierung der Druckfestigkeit für die Proben der Mischung *N-AEA*. Eine Ausnahme bildeten die μg -Proben, die bei *N-AEA* eine kleinere Porosität als bei *N* aufwiesen und in etwa die gleichen Festigkeiten hatten.

Die *C*- und *Ig*-Proben der Mischung *N-AEA* zeigten eine ähnliche Porosität und Festigkeit, die im Mittel höher war als die Festigkeit der μg -Proben. Die Druckfestigkeiten der *RPM* Proben lagen bei etwas niedrigerer Porosität im Bereich der Werte der μg -Proben.



Abb. 86: Exemplarische Bruchbilder der 30 mm Zylinder (MCM).

8.10.2 Druckfestigkeiten der 10 mm Würfel

Die Einzelwerte der Druckfestigkeiten der geprüften 315 Würfel mit Kantenlänge 10 mm zeigten zum Teil größere Abweichungen, allerdings ergaben sich für die Mittelwerte aus den 12 Würfeln einer Probe vergleichbare Ergebnisse (siehe Abb. 87).

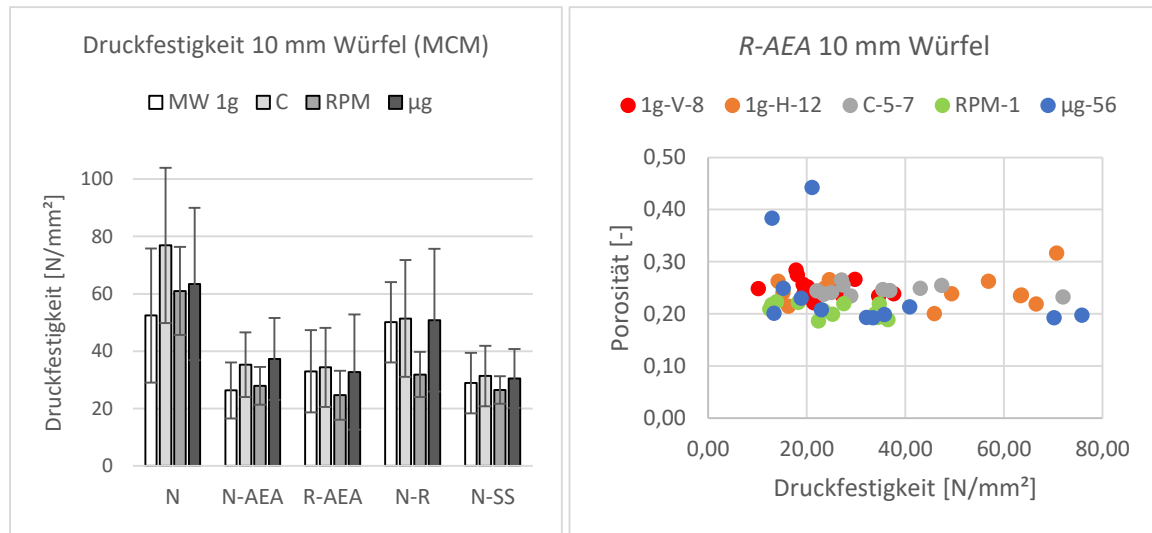


Abb. 87: Druckfestigkeiten aller 10 mm Würfel (Mittelwerte mit Standardabweichung, links), Druckfestigkeiten der Würfel von *R-AEA* mit Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach Locher [59], rechts).

Für die Mischungen *N-SS*, *N-R* und *R-AEA* waren im Mittel die Druckfestigkeiten der *1g*, *C* und *µg*-Proben ähnlich, so dass eine tendenzielle Übereinstimmung mit den Ergebnissen für die 30 mm Zylinder zu erkennen ist (siehe Abb. 87). Die *RPM* Proben dieser Mischungen wiesen geringere Festigkeiten als die anderen Probenarten auf.

Bei der Mischung *N-R* lagen die Porosität und Druckfestigkeit der unterschiedlichen Probenarten mit Ausnahme der *µg*-Proben im gleichen Bereich (siehe Abb. 88). Die Werte der *µg*-Proben waren sehr unterschiedlich. Bei drei *µg*-Würfeln mit sehr hoher Porosität wurden niedrige Festigkeiten festgestellt, während die restlichen Würfel im Mittel die niedrigste Porosität von allen Probenarten aufwiesen. Die zugehörigen Druckfestigkeiten dieser Würfel waren ähnlich wie die der *1g*- und *C*-Proben.

Bei der Mischung *R-AEA* war ein Zusammenhang zwischen Druckfestigkeit und Porosität für die Würfel der verschiedenen Probenarten nicht klar erkennbar (siehe Abb. 88). Die größten Streuungen sowohl für die Festigkeit als auch die Porosität wiesen die *µg*-Proben auf. Bis auf zwei Würfel mit sehr hohen Werten, war die Porosität bei den *µg*-Proben niedriger als bei den anderen Probenarten. Die Festigkeiten der *µg*-, *1g*- und *C*-Proben waren dagegen im gleichen Bereich. Die höchste Festigkeit von allen geprüften Würfeln der Mischung *R-AEA* wies ein *µg*-Würfel auf.

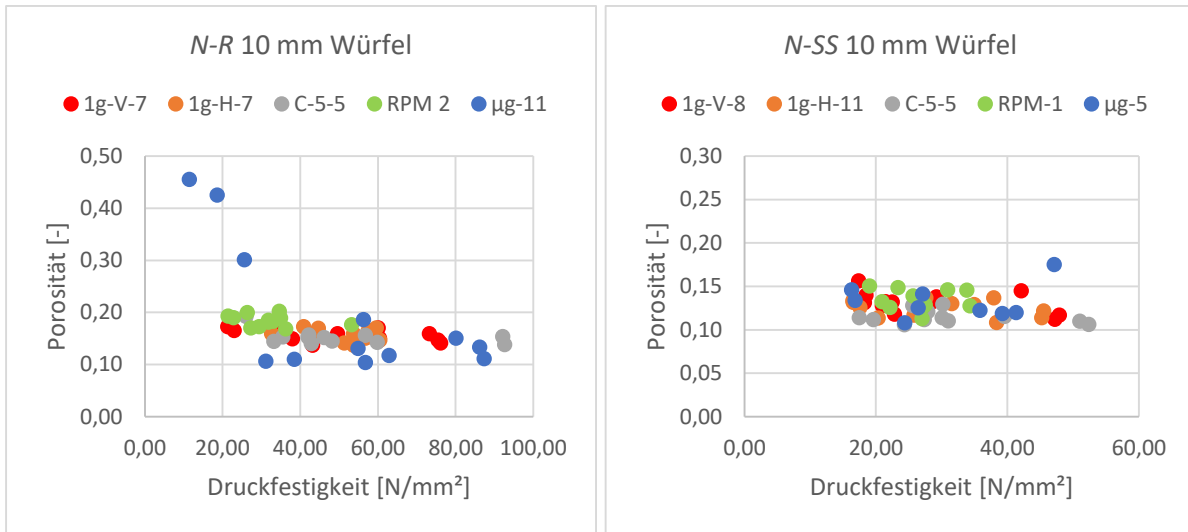


Abb. 88: Druckfestigkeiten der 10 mm Würfel von *N-R* (links) und *N-SS* (rechts) unter Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach *Locher* [59]).

Bei der Mischung *N* waren die Mittelwerte der Druckfestigkeiten der 10 mm Würfel am höchsten von allen Mischungen. Die Werte der *RPM* und μg -Proben waren fast gleich, die der *Ig*-Proben niedriger und die der *C*-Proben höher als die der μg -Proben (siehe Abb. 87). Bei differenzierter Betrachtung der Einzelwerte unter Berücksichtigung der Porosität lassen sich die Ergebnisse der μg -Probe in zwei Gruppen einteilen (siehe Abb. 89). Fünf Würfel zeigten hohe Festigkeiten (MW $90,59 \pm 12,48$ N/mm²) bei niedriger Porosität (MW $0,16 \pm 0,02$), während die restlichen Würfel niedrige Festigkeiten (MW $40,77 \pm 6,27$ N/mm²) bei hoher Porosität (MW $0,28 \pm 0,02$) aufwiesen. Bei der *Ig-V*-Probe können die Ergebnisse ebenfalls in zwei Festigkeitsgruppen gegliedert werden: die Würfel 1, 4, 6, 10, 11, 12 mit MW $76,33 \pm 3,82$ N/mm² und die restlichen Würfel mit MW $30,55 \pm 8,92$ N/mm². Allerdings war die Porosität beider Gruppen identisch (MW $0,15 \pm 0,01$) und auch die Positionen der Würfel in der Zylinderprobe lassen keine Systematik erkennen (Würfel oben: 1, 4, 7, 10, Mitte: 2, 5, 8, 11, unten: 3, 6, 9, 12), anhand derer die Unterschiede zu erklären wären. Beim Vergleich der Ergebnisse der einzelnen Gruppen der μg - mit denen der *Ig-V*-Probe sind höhere Festigkeiten für die μg -Probe festzustellen, obwohl die Porosität zum Teil erheblich größer ist. Bei den *Ig-H*-, *C*- und *RPM* Würfeln sind auch unter Berücksichtigung der Porosität keine Ursachen für die Streuungen der Festigkeitsergebnisse zu erkennen.

Bei der Mischung *N-AEA* wurden zusätzlich 2 Zylinder (*Ig-H* und *Ig-V*) zu Würfeln geschnitten, da beim Schneiden der ersten *Ig*-Zylinder einige Würfel brachen. Der Mittelwert der *Ig*-Proben von *N-AEA* resultierte daher aus 4 Proben mit insgesamt 42 Würfeln. Bei 3 Proben (*Ig-V-10*, *Ig-H-8*, *Ig-H-12*) war der Mittelwert mit $22,78 \pm 9,25$ N/mm² fast gleich, während die Würfel der Probe *Ig-V-7* eine durchschnittliche Festigkeit von $36,99 \pm 13,57$ N/mm² bei ähnlicher Porosität aufwiesen. Die Ergebnisse der μg -Proben zeigten hohe Abweichungen und wiesen im Mittel eine Festigkeit von $37,32 \pm 14,30$ N/mm² auf. Dies entsprach den Festigkeiten der *C*-Proben sowie der Probe *Ig-V-7*. Die Porosität der μg -Proben war jedoch im Mittel mit $0,21 \pm 0,03$ geringer (MW *C* $0,25 \pm 0,04$, MW *Ig-V-7* $0,28 \pm 0,04$).

Die *RPM* Proben hatten die gleiche Porosität (MW $0,21 \pm 0,03$) aber etwas kleinere Druckfestigkeiten (MW $27,93 \pm 6,56$ N/mm²). Aus den Ergebnissen lässt sich wie zuvor erkennen, dass die Wirkung des LP-Bildners in Mikrogravitationsumgebung signifikant geringer ist.

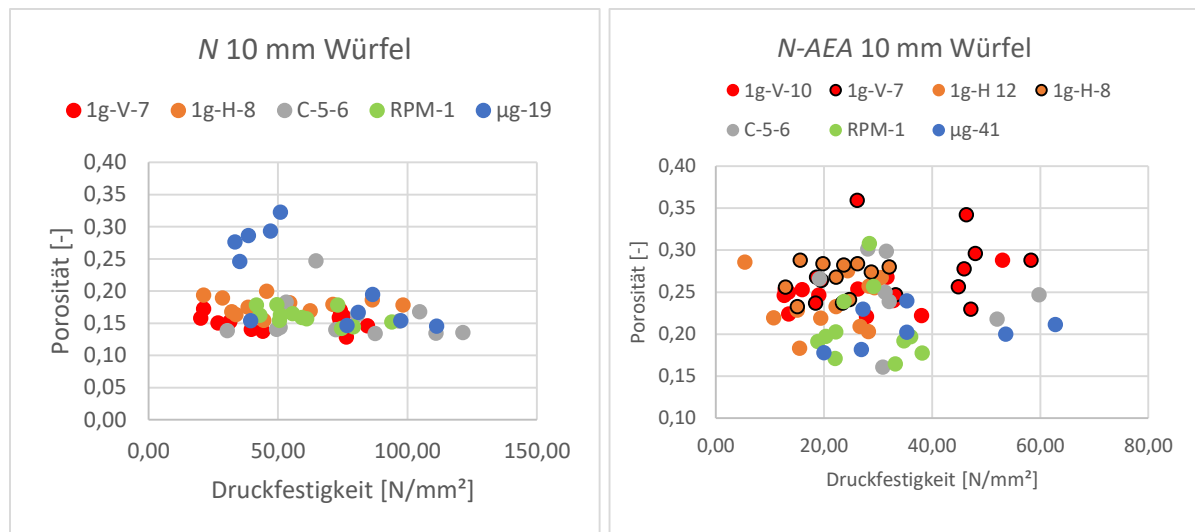


Abb. 89: Druckfestigkeiten der 10 mm Würfel von *N* (links) und *N-AEA* (rechts) unter Berücksichtigung der Porosität (Berechnung nach *Locher* [59]).

8.11 Zusammenfassung der Versuchsergebnisse

Die Ergebnisse aller untersuchten Proben aus dem *MCM* werden für die verschiedenen Probenotypen jeder Mischung einzeln tabellarisch dargestellt.

Tab. 34: Zusammenfassung der Ergebnisse für die *MCM* Proben der Mischung *N*

Mischung N	Kit 6		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	1,874	1,863	1,869	1,840	1,827	1,510	1,687
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,174			2,114	
Porosität	gesamt	[%]	14,68	16,38	15,53	15,37	15,94	28,41	26,02
	CT	[%]	1,42	4,50	2,96	3,30	3,03	19,96	19,96
	MIP	[%]			17,63			19,70	
	LP Ausz.	[%]			1,17	2,84	3,56	19,90	
	LP Ausz. d < 2	[%]			0,96	1,74	2,16	1,89	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,934	3,793	3,704	3,935	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			28559	26667	25339	28356	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	95,13	65,27	80,20	61,73	59,02	31,87	42,44
	Würfel	[N/mm ²]	53,44	51,44	52,44	76,91	61,01	63,41	

Tab. 35: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung R

Mischung R	Kit 10		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	15,076	17,134	16,105	16,927	19,489	22,194	17,706
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,127	2,096	2,130	2,042	
Porosität	gesamt	[%]	15,08	17,13	16,10	16,93	19,49	22,19	17,71
	CT	[%]	2,43	2,64	2,569	3,98	6,72	4,92	4,92
	MIP	[%]			16,37			19,71	
	LP Ausz.	[%]			2,648	2,95	5,48	6,84	
	LP Ausz. d < 2	[%]			2,380	2,54	3,08	2,57	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,8927	3,7676	3,8461	3,7953	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			26683	25597	26420	25301	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	107,39	100,99	104,19	51,27	51,32	55,67	84,54
	Würfel	[N/mm ²]			keine Würfel hergestellt/geprüft				

Tab. 36: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung R-AEA

Mischung R-AEA	Kit 18		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	1,631	1,638	1,634	1,587	1,681	1,663	1,663
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,132			2,109	
Porosität	gesamt	[%]	23,80	23,46	23,63	23,57	21,17	21,14	21,14
	CT	[%]	4,87	4,84	4,853	1,63	3,18	8,68	6,10
	MIP	[%]			25,68			20,09	
	LP Ausz.	[%]			9,184	7,80	8,68	7,93	
	LP Ausz. d < 2	[%]			6,500	6,69	7,00	7,25	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,4933	3,6187	3,7282		
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			19190	19730	21830	23591	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	51,51	55,06	53,29	55,99	65,78	66,75	75,87
	Würfel	[N/mm ²]	23,43	42,53	32,98	34,36	24,65	32,75	

Tab. 37: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung N-AEA

Mischung N-AEA	Kit 13		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	1,708	1,671	1,690	1,672	1,705	1,519	1,601
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,197			2,137	
Porosität	gesamt	[%]	22,78	24,90	23,84	23,90	22,39	28,91	25,10
	CT	[%]	3,02	5,32	4,55	4,99	2,03	19,80	7,12
	MIP	[%]			23,63			20,24	
	LP Ausz.	[%]			9,78	12,31	9,98	22,04	
	LP Ausz. d < 2	[%]			8,04	9,35	8,48	6,37	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,6405	3,622	3,5847	3,7316	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			24244	23207	21887	25361	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	52,35	47,69	50,02	54,53	36,01	32,72	44,08
	Würfel	[N/mm ²]	30,88	21,79	26,33	35,30	27,93	37,32	

Tab. 38: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung N-SP

Mischung N-SP	Kit 20		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	2,069	2,040	2,055	1,700	1,302	1,964	2,038
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,329	2,290	2,265	2,194	
Porosität	gesamt	[%]	11,53	11,53	11,53	26,71	44,08	10,50	10,50
	CT	[%]	2,15	4,65	3,82	13,53	24,85	8,40	5,42
	MIP	[%]			19,20			14,68	
	LP Ausz.	[%]			0,69	3,47	12,30	16,56	
	LP Ausz. d < 2	[%]			0,69	0,21	0,55	1,80	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,7027	3,9815	3,8991	4,067	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			26823	32776	29936	33136	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	138,21	116,68	127,44	16,24	13,14	103,72	153,33
	Würfel	[N/mm ²]			keine Würfel hergestellt/geprüft				

Tab. 39: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung N-R-SP

Mischung N-R-SP	Kit 16		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	2,195	2,229	2,212	2,143	1,972	2,058	2,186
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,500			2,411	
Porosität	gesamt	[%]	14,90	20,08	17,49	23,06	23,78	13,76	13,76
	CT	[%]	4,05	6,81	5,43	12,32	8,87	5,97	5,97
	MIP	[%]			20,90			19,66	
	LP Ausz.	[%]			8,93	3,37	14,31	9,80	
	LP Ausz. d < 2	[%]			8,11	0,87	8,23	7,17	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,8998	4,1804	4,0973	4,2278	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			31816	36355	33783	35366	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	81,66	84,49	82,72	38,82	42,62	75,10	89,25
	Würfel	[N/mm ²]			keine Würfel hergestellt/geprüft				

Tab. 40: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung N-R

Mischung N-R	Kit 3		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	µg	µg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	2,224	2,225	2,224	2,203	2,124	2,150	2,224
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,413	2,406	2,374	2,312	
Porosität	gesamt	[%]	16,98	14,81	15,90	16,10	18,47	18,20	18,20
	CT	[%]	3,31	3,31	3,31	3,52	4,60	5,95	5,95
	MIP	[%]			17,25			19,01	
	LP Ausz.	[%]			2,57	2,91	6,06	3,38	
	LP Ausz. d < 2	[%]			2,15	2,32	3,11	2,21	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			3,8141	3,9166	3,6813	4,0174	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			31114	31908	27656	33508	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	74,29	58,00	66,15	78,09	63,30	62,63	65,17
	Würfel	[N/mm ²]	51,27	48,91	50,09	51,42	31,86	50,76	

Tab. 41: Zusammenfassung der Ergebnisse für die MCM Proben der Mischung N-SS

Mischung N-SS	Kit 2		1g-V	1g-H	MW 1g	C	RPM	μg	μg*
Rohdichte	30 mm Zyl.	[g/cm ³]	2,220	2,211	2,215	2,167	2,073	1,907	2,220
Skelettdichte	Helium-Pyk.	[g/cm ³]			2,412			2,282	
Porosität	gesamt	[%]	12,73	14,68	13,70	13,07	15,77	19,85	15,34
	CT	[%]	1,91	3,17	2,54	3,06	6,56	13,22	5,08
	MIP	[%]			12,70			17,84	
	LP Ausz.	[%]			8,43	7,12	35,22	9,12	
	LP Ausz. d < 2	[%]			4,31	4,96	6,78	4,71	
Schallgeschwindigkeit		[km/s]			4,271	4,3044	4,1486	4,1078	
Dyn. E-Modul	Ultraschall	[N/mm ²]			36910	38595	35241	33700	
Druckfestigkeit	Zylinder	[N/mm ²]	70,98	56,58	63,78	57,41	57,57	35,48	50,49
	Würfel	[N/mm ²]	28,03	29,79	28,91	31,35	26,50	30,49	

Die Schlussfolgerungen zu diesen Versuchsergebnissen werden im nächsten Kapitel erläutert.

9 Erkenntnisgewinn

Mit der entwickelten Hardware, dem *MCM*, wurde das *ISS* Experiment erfolgreich unter Gewährleistung der Sicherheit des Astronauten durchgeführt und alle 64 Betonproben konnten in Mikrogravitationsumgebung gemischt werden. Mit dem *MCM* war es erstmals möglich, Betonproben auf der *ISS* mit definierter Zylinderform und praxisorientierten Mischungsbestandteilen herzustellen. Diese μg -Proben wurden hinsichtlich der Erscheinungsform, Homogenität, Porosität und Porenkennwerte sowie der makroskopischen Druckfestigkeit untersucht. Die Eigenschaften der μg -Proben waren in hohem Maße abhängig von dem Volumen, das während der Erstarrung zur Verfügung stand und über die Kompression des *MCMs* festgelegt wurde. Bei geringer Kompression bildeten sich sehr große lokale Hohlräume, die zu einer sehr hohen Gesamtporosität und geringen Druckfestigkeit der μg -Proben führten.

Beim Vergleich von μg -Proben mit hohem Kompressionsgrad mit Proben, die unter *1g*-Schwerkraft auf der Erde im *MCM* hergestellt wurden, konnten folgende Unterschiede festgestellt werden:

1) Porosität:

Mit Ausnahme der μg -Proben mit *AEA*, wiesen die μg -Proben unter Berücksichtigung aller Porengrößenbereiche, insbesondere der großen Poren, eine höhere Porosität als die *1g*-Proben auf. Aus den Ultraschallmessungen und den Ergebnissen der Quecksilberdruckporosimetrie, entsprechend für Bereiche mit Poren mit $d \leq 100 \mu\text{m}$ bzw. ohne große Poren, zeigte sich für die μg -Proben der Mischungen mit *AEA* und *SP* eine geringere Porosität.

2) Porengrößen:

Die μg -Proben beinhalteten mehr größere Poren ($d > 2 \text{ mm}$) als die *1g*-Proben.

3) Porenverteilung:

Aufgrund der größeren Poren war die Porenverteilung über die Querschnittsflächen der μg -Proben sehr heterogen, während die *1g*-Proben aufgrund vieler, kleiner, gleichmäßig verteilter Poren eine homogene Porenverteilung aufwiesen. Über die Höhe in Längsrichtung zeigten einige *1g*-Proben aufgrund von Auftriebseffekten mehr Poren im oberen Probenbereich. Die Porenverteilung der μg -Proben war in Längsrichtung teilweise aufgrund großer Poren sehr unterschiedlich.

4) Erscheinungsbild:

Das Erscheinungsbild der komprimierten μg -Proben unterschied sich nicht wesentlich von dem der vertikal erstarrten *1g*-Proben. Einzig auf der Oberseite der *1g*-Proben waren mehr

Poren als bei den μg -Proben zu erkennen. Bei geringem Kompressionsgrad wurden bei wenigen μg -Proben Unterschiede in Form von undefinierten Strukturen oder sehr großer offener Hohlräume festgestellt.

5) Dichte:

Die Skelettdichten aller μg -Proben waren kleiner als die der $I g$ -Proben. Mit Ausnahme der Proben der Mischung $R-AEA$ waren auch die Rohdichten der untersuchten μg -Proben kleiner als die der $I g$ -Proben. Hingegen wurden bei den μg -Proben mit AEA und SP , sowie der Mischung $N-R$ im Mittel höhere Schallgeschwindigkeiten gemessen, die auf eine höhere Dichte in Bereichen ohne größere Hohlräume ($d > 2$ mm) schließen lassen.

6) Homogenität:

Die Ergebnisse der Ultraschallmessungen und der Lichtmikroskopie deuten darauf hin, dass die Verteilung der erhärteten Mischungsbestandteile der μg -Proben eine höhere Heterogenität im Vergleich zu den $I g$ -Proben aufwies.

7) Druckfestigkeit:

Die Ergebnisse der Druckfestigkeitsprüfungen zeigten häufig große Abweichungen zwischen den Werten eines Probenotyps einer Mischung, die zum Teil nicht unmittelbar auf die Porosität zurückgeführt werden konnten. Große Poren, die insbesondere bei den μg -Proben vorhanden waren, hatten einen großen Einfluss auf die Druckfestigkeit. Im Mittel waren die Druckfestigkeiten der μg -Zylinderproben geringer als die der $I g$ -Proben. Allerdings wurden die höchsten Druckfestigkeiten aller Probenotypen der Mischungen $R-AEA$ und $N-SP$ bei μg -Zylinderproben gemessen. Die Ergebnisse der Druckfestigkeitsprüfungen der 10 mm Würfel deuteten dagegen auf eine ähnliche Festigkeit der μg - und $I g$ -Proben hin.

8) Zusatzmittel:

Bei 5 von 6 Mischungen mit AEA , zeigten die μg -Proben eine höhere Rohdichte und eine geringere Porosität als die $I g$ -Proben. Daher ist davon auszugehen, dass die Wirksamkeit von LP-Bildnern in Mikrogravitationsumgebung signifikant reduziert ist. Die μg -Proben mit SP wiesen ohne Berücksichtigung großer Poren, die hauptsächlich auf die reduzierte Kompression des $MCMs$ zurückzuführen waren, eine geringere Porosität als die $I g$ -Proben auf. Bei den μg -Proben mit AEA oder SP wurden zudem im Mittel höhere Schallgeschwindigkeiten gemessen, so dass zumindest bereichsweise von einer höheren Dichte der μg -Proben ausgegangen werden kann.

Für die Simulation der Mikrogravitation auf der Erde wurde erstmals ein Klinostat und eine *Random Positioning Machine* für Betonproben verwendet. Mit beiden Simulatoren wurde die Orientierung des Schwerkraftvektors angepasst und die Partikelbewegungen im Frischbeton bis zur Erstarrung beeinflusst. Dadurch wurden die Eigenschaften des Festbetons im Vergleich zu den $I g$ -Proben wie folgt verändert:

1) Porosität:

Die Porosität der C - und RPM Proben war höher, da alle Luftblasen, auch die, die bei den $I g$ -Proben aufgrund des Auftriebs entlüfteten, in den Proben verblieben.

- 2) Porengrößen:
Die C- und *RPM* Proben beinhalteten mehr größere Poren als die *Ig*-Proben.
- 3) Porenverteilung:
Aufgrund der größeren Poren war die Porenverteilung über die Querschnittsflächen der C- und *RPM* Proben heterogen. Die Variation der Porengehalte war bei den *RPM* Proben am höchsten. Bei signifikanter Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit des Klinostaten ($\text{rpm} \geq 50$) wurden die Poren in der Rotationsachse bzw. im Probenzentrum angelagert.
- 4) Porenform:
Die Poren der C- und insbesondere der *RPM* Proben wichen zum Teil stark von einer ideellen Kugelform ab, während die Poren bei den *Ig*-Proben überwiegend wie Kugeln geformt waren.
- 5) Erscheinungsbild:
Während an den Oberseiten der *Ig*-Proben zum Teil poröse Oberflächen zu erkennen waren, wiesen die Oberflächen der C- und *RPM* Proben nur sehr wenige Poren auf. Bei wenigen C- und *RPM* Proben waren große offene Hohlstellen oder schlierenhafte Muster sichtbar.
- 6) Homogenität und Dichte:
Die Ergebnisse der Ultraschallmessungen und der Lichtmikroskopie zeigten, dass die Verteilung der erhärteten Mischungsbestandteile der C-Proben tendenziell eine höhere Homogenität aufwies, während die Variation bei den *RPM* Proben höher als bei den *Ig*-Proben war. Bei hohen Rotationsgeschwindigkeit des Klinostaten ($\text{rpm} \geq 50$) wurden die Mischungsbestandteile ähnlich wie bei Schleuderbetonstützen am Probenrand homogen verdichtet.
- 7) Druckfestigkeit:
Die Druckfestigkeiten der C- und *RPM* Proben waren bei Betrachtung der Mittelwerte ähnlich, teilweise zeigten die C-Proben geringfügig höhere Festigkeiten als die *RPM* Proben. Bei den 30 mm langen Zylinderproben mit *AEA* konnten für die C-Proben und zum Teil für die *RPM* Proben höhere Druckfestigkeiten als für die *Ig*-Proben ermittelt werden. Bei den anderen Mischungen waren die Druckfestigkeiten der *Ig*-Proben überwiegend höher.
Die Werte der 10 mm Würfelproben der C-Proben waren gleich oder höher als die der *Ig*-Proben, die der *RPM* Proben dagegen überwiegend niedriger.
- 8) Zusatzmittel:
Durch das Fließmittel wurde die Viskosität des Frischbetons stark reduziert, so dass sehr schnelle Partikelbewegungen im Frischbeton stattfanden. Durch die Rotation und Beschleunigung der Simulatoren wurden die Luftblasen zu wenigen großen Luftblasen zusammengefügt. Die Porosität und Druckfestigkeit der *AEA* Probentypen unterschieden sich kaum. Jedoch war für die C- und *RPM* Proben im Vergleich zu den *Ig*-Proben tendenziell die Porosität niedriger und die Druckfestigkeit geringfügig höher.
- 9) Wirkungsgrad:
Desto niedriger die Viskosität des Frischbetons einer Mischung war, desto größer wurden die Betoneigenschaften im Vergleich zu denen der *Ig*-Proben verändert.

Die Klinostatrotation bewirkt eine gleichmäßige, durch die Rotationsgeschwindigkeit steuerbare Veränderung der Anordnung der Mischungsbestandteile. Dagegen werden die Betoneigenschaften durch die *RPM* zufällig beeinflusst und die Ergebnisse zeigen teilweise größere Streuungen. Beim Vergleich der Auswirkungen durch die simulierte Mikrogravitation mit der realen Mikrogravitation lassen sich in den zuvor aufgeführten Bereichen sehr viele Übereinstimmungen feststellen (siehe Tab. 42).

Tab. 42: Vergleich der Simulationsergebnisse der C- und *RPM* Proben mit den μg -Proben (*MCM*)

Eigenschaften	C und <i>RPM</i> im Vergleich zu μg
Porosität	ähnlich / etwas geringer
Porengrößen	ähnlich / etwas kleiner
Porenverteilung	ähnlich
Porenform	undefiniert statt rund
Erscheinungsbild	ähnlich
Rohdichte	ähnlich (mit <i>SP</i> geringer)
Skelettdichte	höher
Verteilung der Mischungsbestandteile	C etwas homogener / <i>RPM</i> ähnlich
Schallgeschwindigkeit	etwas geringer
Druckfestigkeit (Zylinder)	ähnlich (mit <i>SP</i> geringer)
Druckfestigkeit (Würfel)	C ähnlich / <i>RPM</i> geringer

nur komprimierte μg -Proben betrachtet

Für die Proben mit *AEA*, aber auch für die Mischung *R* zeigen sich sehr gute, übereinstimmende Simulationsergebnisse. Bei den Mischungen *N-SS* und *N-R* sind die Unterschiede zwischen den μg - und *Ig*-Proben gering und daher kritisch hinsichtlich einer Bewertung der Simulationsergebnisse zu sehen. Ein Einfluss der Mikrogravitation auf den Verbundbereich zwischen Zementstein und Gesteinskörnung war bisher nicht feststellbar. Da keine μg -Probe der Mischung *N* vollständig komprimiert wurde, besteht eine Unsicherheit, ob die μg -Proben dieser Mischung repräsentativ für die Analyse von Mikrogravitationseffekten sind. Bei den Mischungen mit *SP* sind grundsätzlich die wenigsten deckungsgleichen Ergebnisse zwischen simulierter und realer Mikrogravitation festzustellen.

Bei den Ergebnissen insbesondere der μg -Proben ist zu beachten, dass die Anzahl der (komprimierten) Proben gering war und die Datenbasis aufgrund der unvermeidbaren Streuungen in der Betontechnologie einen großen Ergebnisbereich enthält.

Im Vergleich zu den Versuchsergebnissen aus dem *MICS* Projekt [45] war festzustellen, dass zum einen aufgrund der definierten, komprimierten Probekörperform durch die Anwendung des *MCMs* und zum anderen aufgrund der Auswahl von praxisorientierten Mischungszusammensetzungen, die Unterschiede zwischen den μg - und *Ig*-Proben teilweise gering waren und insbesondere die Porosität nicht pauschal durch die Mikrogravitation erhöht sein muss.

Entscheidend für die Qualität von Betonproben, die in Mikrogravitation gemischt werden, ist der Herstellungsmechanismus. Zum einen müssen die Mischungsbestandteile möglichst homogen verteilt werden, da nach dem Mischen die durch Diffusion gesteuerten Partikelbewegungen gering sind. Zum anderen müssen die Luftblasen reduziert und große lokale Hohlräume vermieden werden. Gelingt dies, ist davon auszugehen, dass Betonmischungen mit gleich hoher Qualität wie in $1g$ -Umgebung auch in Mikrogravitation hergestellt werden können.

10 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden die Eigenschaften von Betonproben von 8 verschiedenen Mischungen, die im Rahmen des *MASON* Projekts in Mikrogravitation auf der *ISS* hergestellt wurden, untersucht und mit Proben gleicher Zusammensetzung von der Erde verglichen. Es wurden 2 Zementleimmischungen (*N*, *R*), 2 Mischungen mit Luftporenbildner (*N-AEA*, *R-AEA*), 2 Mischungen mit Fließmittel (*N-SP*, *N-R-SP*) und 2 Mischungen mit Gesteinskörnung (*N-SS* mit Normsand, einem Quarzsand und *N-R* mit *EAC-IA* Regolith, einem Mondgesteinsimulat) betrachtet. Zusätzlich zu den unter Normalschwere auf der Erde hergestellten Proben wurden ein Klinostat und eine *Random Positioning Machine* eingesetzt, um Proben unter simulierter Mikrogravitation erstarren zu lassen. Diese Instrumente wurden bereits für viele medizinische oder biologische Versuche verwendet und zeigten übereinstimmende Simulationsergebnisse im Vergleich zu realer Mikrogravitation. Da es zuvor nur vereinzelte Anwendungen dieser Geräte in den Materialwissenschaften gab, musste ein geeigneter Versuchsaufbau entwickelt und eine zutreffende Rotationsgeschwindigkeit für Betonproben hergeleitet werden. Über umfangreiche Frischbetonuntersuchungen wurden die komplexen rheologischen Eigenschaften der *MASON* Mischungen untersucht und die optimalen Einstellungen für die Simulation von Mikrogravitation abgeschätzt.

Als Probekörperform wurden Zylinder mit 30 mm Durchmesser und ca. 50 mm Länge verwendet. Um diese Probekörper auf der *ISS* herstellen zu können, musste eine spezielle Hardware, der *MASON Concrete Mixer*, entwickelt werden, um die betontechnologischen und sicherheitstechnischen Anforderungen zu erfüllen. Die Betonzylinder wurden im Februar 2022 vom deutschen *ESA*-Astronauten *Matthias Maurer* auf der *ISS* mit dem *MCM* erfolgreich gemischt. Die Probekörper konnten über 6 Monate in Mikrogravitation aushärten und wurden im November 2022 dem *MASON* Projektteam übergeben.

Die Festbetonproben wurden hinsichtlich des Erscheinungsbilds, der Porosität und der Porenkennwerte, der Homogenität der Bestandteile und der Druckfestigkeit untersucht. Für die Porenanalyse wurden verschiedene Messverfahren, wie CT-Scans, Ultraschallmessungen, Luftporenauszählung, Quecksilberdruckporosimetrie und Helium-Pyknometrie, eingesetzt, um die Porenkennwerte von wenigen Nanometern bis zum Zentimeterbereich erfassen zu können. Die Druckfestigkeiten wurden mit klassischen, zerstörenden Kompressionstest sowohl an den Zylinderproben als auch an kleinen Würfelproben mit 10 mm Kantenlänge, die aus ausgewählten Zylinderproben geschnitten wurden, ermittelt. Die Zusammensetzung der erhärteten Mischungsbestandteile wurde mit Ultraschallmessungen und mikroskopischer Analyse untersucht.

Die Eigenschaften der μg -Proben waren abhängig von dem Kompressionsgrad des *MCMs*. Bei reduzierter oder fehlender Kompression verteilte sich der Frischbeton in Mikrogravitation auf ein zu großes Volumen, so dass große lokale Hohlstellen und in Ausnahmefällen undefinierte Strukturen entstanden. Die komprimierten μg -Proben der Mischungen ohne Zusatzmittel wiesen unter Berücksichtigung aller Porengrößen eine höhere Porosität, tendenziell größere Poren mit heterogener Verteilung, eine geringere Roh- und Skelettdichte sowie überwiegend geringere Druckfestigkeiten für die Zylinderprobekörper im Vergleich zu den *Ig*-Proben auf. Die Ergebnisse der Druckfestigkeitsprüfungen zeigten teilweise große Unterschiede, die nur zum Teil auf die zugehörige Porosität zurückgeführt werden konnten. Eine Erklärung könnten die größeren Poren der μg -Proben sein, die bei gleicher Porosität einen größeren Einfluss auf die Druckfestigkeit haben als viele kleine Poren. Die Druckfestigkeiten der Würfelproben wiesen hohe Streuungen auf, im Mittel waren die Druckfestigkeiten der μg - und *Ig*-Proben ähnlich.

Für die Proben von Mischungen mit Fließmittel gelten unter Berücksichtigung aller Porengrößen die gleichen Zusammenhänge wie im vorherigen Abschnitt erläutert. Unter Vernachlässigung der großen Poren, die teilweise aufgrund der reduzierten Kompression des *MCMs* entstanden waren, war die Porosität der μg -Proben teilweise kleiner als die der *Ig*-Proben. Zudem wurde die höchste Druckfestigkeit aller bisher untersuchten Proben bei einer μg -Probe der Mischung *N-SP* festgestellt.

Der Luftporenbildner zeigte in Mikrogravitation eine erheblich reduzierte Wirksamkeit als unter Normalschwere. Die μg -Proben der Mischungen *N-AEA* und *R-AEA* wiesen teilweise die gleiche Porosität wie die μg -Proben der Mischungen *N* und *R* auf. Daher war die Porosität der μg -Proben überwiegend geringer und die Druckfestigkeit zum Teil höher als die der *Ig*-Proben.

Die Proben, die unter simulierter Mikrogravitation mit dem Klinostaten und der *RPM* hergestellt wurden, wiesen größtenteils ähnliche Eigenschaften auf. Die Proben mit Fließmittel waren sehr porös, da sich einzelne sehr große Hohlräume bildeten, die zudem zu sehr niedrigen Druckfestigkeiten führten. Für die anderen Mischungen wurden bessere Simulationsergebnisse erzielt. Die Eigenschaften der *C*- und *RPM* Proben lagen überwiegend im Bereich zwischen denen der *Ig*- und μg -Proben.

Die betrachteten 8 *MASON* Mischungen wurden bisher im makroskopischen Bereich untersucht. Die verbliebenen Probenbruchstücke sollten mikroskopisch mit dem Rasterelektronenmikroskop, der Elektronenrückstreubeugung und der Röntgendiffraktion analysiert werden, um weitere Aufschlüsse über die Beschaffenheit der Hydratationsprodukte, die mögliche Heterogenität der Zusammensetzung und Dichte des Zementsteins, den Mikroluftporengehalt sowie die Ursachen der unterschiedlichen Skelettdichten zu erhalten.

Desweiteren sind die *C*- und *RPM* Proben noch vollständig auszuwerten, insbesondere die *MIP* und *CT* Messungen. Die Auswertungsalgorithmen für die Luftporenauszählung und der *CT*-Scans bieten noch Optimierungspotenzial, um die Porenkennwerte ganzheitlich untersuchen und vergleichen zu können.

Zudem sind die verbliebenen 12 *MASON* Mischungen in gleicher Weise zu untersuchen, um die gewonnenen Erkenntnisse zu verifizieren und ggfs. neuartige Ergebnisse für diese Grundlagenforschung festzustellen.

Weitere Untersuchungen zur Simulation der Schwerelosigkeit insbesondere für die *RPM*, die bisher nur in einer Einstellungsvariante verwendet wurde, sind erforderlich, um die Simulationsergebnisse zu verbessern. Im Hinblick auf Konstruktionen auf dem Mond wäre die Simulation von reduzierter Schwerkraft mit dem Klinostaten und der *RPM* für Betonproben von besonderer Bedeutung.

Zudem wären Untersuchungen von Frischbetoneigenschaften in Mikrogravitation insbesondere im Hinblick auf die Kalibrierung der Simulation mit dem Klinostaten oder der *RPM* von hoher Relevanz.

Das *MCM* Design sollte zudem optimiert werden, so dass für eine erneute Anwendung auf der *ISS* oder auf der Mondoberfläche, sichergestellt wird, dass alle Probekörper mit vollständiger Kompression hergestellt werden können.

Da der Mischungsmechanismus entscheidend für die Betonqualität in Mikrogravitation ist, sollte der Fokus zukünftiger Forschungen auf der Optimierung des Mischprozesses, der Mischungszusammensetzungen und der Verdichtung liegen.

11 Literaturverzeichnis

- [1] Schmitt, H. H. (2005) *Lunar sourcebook – A user’s guide to the moon*. Houston, Texas: Lunar and Planetary Institute.
- [2] Chow, P. Y.; Lin, T. Y. (1989) *Structural Engineer’s Concept of Lunar Structures* in: Journal of Aerospace Engineering 2, H. 1, S. 1–9. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0893-1321\(1989\)2:1\(1\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0893-1321(1989)2:1(1))
- [3] Benaroya, H. (1994) *Reliability of structures for the moon* in: Structural Safety 15, 1-2, S. 67–84. [https://doi.org/10.1016/0167-4730\(94\)90053-1](https://doi.org/10.1016/0167-4730(94)90053-1)
- [4] Ruess, F.; Schaenzlin, J.; Benaroya, H. (2006) *Structural Design of a Lunar Habitat* in: Journal of Aerospace Engineering 19, H. 3, S. 133–157. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0893-1321\(2006\)19:3\(133\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0893-1321(2006)19:3(133))
- [5] National Aeronautics and Space Administration (2020) *NASA’s Lunar Exploration Program Overview*.
- [6] Benaroya, H. (2017) *Lunar habitats: A brief overview of issues and concepts* in: REACH 7-8, S. 14–33. <https://doi.org/10.1016/j.reach.2018.08.002>
- [7] Naser, M. Z. (2019) *Extraterrestrial construction materials* in: Progress in Materials Science 105, S. 100577. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100577>
- [8] Clinton, R. G.; Edmunson, J. E.; Effinger, M. R.; Pickett C.C.; Fiske, M. R.; Ballard, J.; Jensen, E.; Yashar M.; Morris, M.; Ciardullo, C.; Pailes-Friedman, R.; Shulman, H.; Otte, Q. (2022) *NASA’s Moon-to-Mars Planetary Autonomous Construction Technology Project: Overview and Status*. 73rd International Astronautical Congress.
- [9] Benaroya, H. (2022) *The evolution of lunar habitat concepts* in: International Journal of Space Structures 37, H. 3, S. 187–195. <https://doi.org/10.1177/09560599221119103>
- [10] Jaumann, R.; Köhler, U.; Sohl, F.; Tirsch, D.; Pieth, S. (2018) *Expedition zu fremden Welten*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- [11] NASA (2023) *Mars Facts Sheet* [online]. <https://nssdc.gsfc.nasa.gov/planetary/factsheet/marsfact.html> [Zugriff am: 26. Jul. 2023].

- [12] Cesaretti, G.; Dini, E.; Kestelier, X. de; Colla, V.; Pambaguian, L. (2014) *Building components for an outpost on the Lunar soil by means of a novel 3D printing technology* in: *Acta Astronautica* 93, S. 430–450. <https://doi.org/10.1016/j.actastro.2013.07.034>
- [13] Crawford, I. A.; Anand, M.; Cockell, C. S.; Falcke, H.; Green, D. A.; Jaumann, R.; Wieczorek, M. A. (2012) *Back to the Moon: The scientific rationale for resuming lunar surface exploration* in: *Planetary and Space Science* 74, H. 1, S. 3–14. <https://doi.org/10.1016/j.pss.2012.06.002>
- [14] Collins, P. J.; Edmunson, J.; Fiske, M.; Radlińska, A. (2022) *Materials characterization of various lunar regolith simulants for use in geopolymer lunar concrete* in: *Advances in Space Research* 69, H. 11, S. 3941–3951. <https://doi.org/10.1016/j.asr.2022.03.012>
- [15] Müller, J.; Welsch, T.; Tell, K.; Rattenbacher, B.; Sperl, M. (2023) *MASON: Betonerhärtung in Schwerelosigkeit – Simulationen mit dem Klinostaten* in: *Beton- und Stahlbetonbau* 118, H. 6, S. 406–416. <https://doi.org/10.1002/best.202300017>
- [16] Neves, J. M.; Ramanathan, S.; Suraneni, P.; Grugel, R.; Radlińska, A. (2020) *Characterization, mechanical properties, and microstructural development of lunar regolith simulant-portland cement blended mixtures* in: *Construction and Building Materials* 258, S. 120315. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120315>
- [17] Lin, T. D.; Love, H.; Stark D. (1986) *Physical Properties of Concrete made with Apollo 16 Lunar Soil Sample* in: 2nd Conference on Lunar Bases and Space Activities, S. 483–487.
- [18] El Ghoraiby, M.; Park, H.; Manzari, M. T. (2020) *Physical and Mechanical Properties of Ottawa F65 Sand* in: Kutter, B. L.; Manzari, M. T.; Zeghal, M. [Hrsg.] *Model Tests and Numerical Simulations of Liquefaction and Lateral Spreading*. Cham: Springer International Publishing, S. 45–67.
- [19] Lin, T. D.; Senseney, J. A.; Arp, L. D.; Lindbergh, C. (1989) *Concrete Lunar Base Investigation* in: *Journal of Aerospace Engineering* 2, H. 1, S. 10–19. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0893-1321\(1989\)2:1\(10\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0893-1321(1989)2:1(10))
- [20] Cullingford, H. S.; Keller, M. D. (1986) *Lunar Concrete for Construction* in: 2nd Conference on Lunar Bases and Space Activities, S. 497–499.
- [21] Benaroya, H. (2002) *An Overview of Lunar Base Structures: Past and Future* in: *AIAA Space Architecture Symposium*. Houston, Texas. Reston, Virginia: American Institute of Aeronautics and Astronautics.
- [22] Happel, J. A. (1993) *Indigenous Materials for Lunar Construction* in: *ASME Applied Mechanics Reviews*, 46 (6), S. 313–325.
- [23] Roberts, A. D.; Whittall, D. R.; Breitling, R.; Takano, E.; Blaker, J. J.; Hay, S.; Scrutton, N. S. (2021) *Blood, sweat, and tears: extraterrestrial regolith biocomposites with in vivo binders* in: *Materials today*. Bio 12, p. 100136. <https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2021.100136>

- [24] Roberts, A. D.; Scrutton, N. S. (2023) *StarCrete: A starch-based biocomposite for off-world construction* in: Open Engineering 13, H. 1. <https://doi.org/10.1515/eng-2022-0390>
- [25] Reches, Y. (2019) *Concrete on Mars: Options, challenges, and solutions for binder-based construction on the Red Planet* in: Cement and Concrete Composites 104, S. 103349. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103349>
- [26] Karl, D.; Cannon, K. M.; Gurlo, A. (2022) *Review of space resources processing for Mars missions: Martian simulants, regolith bonding concepts and additive manufacturing* in: Open Ceramics 9, S. 100216. <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2021.100216>
- [27] Fateri, M.; Meurisse, A.; Sperl, M.; Urbina, D.; Madakashira, H. K.; Govindaraj, S.; Gancet, J.; Imhof, B.; Hoheneder, W.; Waclavicek, R.; Preisinger, C.; Podreka, E.; Mohamed, M. P.; Weiss, P. (2019) *Solar Sintering for Lunar Additive Manufacturing* in: Journal of Aerospace Engineering 32, H. 6. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)AS.1943-5525.0001093](https://doi.org/10.1061/(ASCE)AS.1943-5525.0001093)
- [28] Zhang, T.; Chao, C.; Yao, Z.; Xu, K.; Zhang, W.; Ding, X.; Liu, S.; Zhao, Z.; An, Y.; Wang, B.; Yu, S.; Wang, B.; Chen, H. (2021) *The technology of lunar regolith environment construction on Earth* in: Acta Astronautica 178, S. 216–232. <https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2020.08.039>
- [29] Bury, M. A.; Blakely, J. R.; Jalbert L. B., Mustaikis II S. (1994) *Concrete and Mortar Research Aboard the NASA Space Shuttle* in: Concrete International 16, H. 9, S. 42–46.
- [30] Bury, M. A.; Jalbert L. B., Mustaikis II S. (1995) *Taking Concrete to the Outer Limits* in: Concrete Construction.
- [31] Frann Goldsmith; Frances L. Mosier [Hrsg.] (1995) *1995 Shuttle Small Payloads Symposium – Proceedings of a Symposium Held at Camden Yards, Baltimore, Maryland, September 25-28, 1995*. National Aeronautics and Space Administration.
- [32] Radlińska, A.; Collins, P. J. (11.12.2020) *MICS Microgravity Investigation of Cement Solidification*. MASON/MICS Workshop 1.
- [33] Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt [Hrsg.] (2015) *Parabelflüge*. Bonn.
- [34] Meier, M. R.; Sarigaphuti, M.; Sainamthip, P.; Plank, J. (2015) *Early hydration of Portland cement studied under microgravity conditions* in: Construction and Building Materials 93, S. 877–883. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.05.074>
- [35] Meier, M. R.; Rinkenburger, A.; Plank, J. (2016) *Impact of different types of polycarboxylate superplasticisers on spontaneous crystallisation of ettringite* in: Advances in Cement Research 28, H. 5, S. 310–319. <https://doi.org/10.1680/jadcr.15.00114>
- [36] Plank, J.; Meier, M. R. (2017) *Zementchemie in der Schwerelosigkeit* in: Nachrichten aus der Chemie 65, H. 4, S. 422–426. <https://doi.org/10.1002/nadc.20174058704>
- [37] Lei, L.; Meier, M. R.; Rinkenburger, A.; Zheng, B.; Fu, L.; Plank, J. (2016) *Early Hydration of Portland Cement Admixed with Polycarboxylates Studied Under Terrestrial and Microgravity*

- Conditions* in: Journal of Advanced Concrete Technology 14, H. 3, S. 102–107.
<https://doi.org/10.3151/jact.14.102>
- [38] Meier, M. R.; Plank, J. (2016) *Crystal growth of $[Ca_3Al(OH)_6 \cdot 12H_2O]_2 \cdot (SO_4)_3 \cdot 2H_2O$ (ettringite) under microgravity: On the impact of anionicity of polycarboxylate comb polymers* in: Journal of Crystal Growth 446, S. 92–102. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.04.049>
- [39] Liu, X. Y. (2001) *Effect of microgravity on Ca mineral crystallization and implications for osteoporosis in space* in: Applied Physics Letters 79, H. 21, S. 3539–3541.
<https://doi.org/10.1063/1.1415047>
- [40] Lundager Madsen, H. E.; Christensson, F.; Chernov, A. A.; Polyak, L. E.; Suvorova, E. I. (1995) *Crystallization of calcium phosphate in microgravity* in: Advances in Space Research 16, H. 8, S. 65–68. [https://doi.org/10.1016/0273-1177\(95\)00272-G](https://doi.org/10.1016/0273-1177(95)00272-G)
- [41] Benz, K. W.; Dold, P. (2002) *Crystal growth under microgravity: present results and future prospects towards the International Space Station* in: Journal of Crystal Growth 237–239, S. 1638–1645. [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(01\)02358-2](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(01)02358-2)
- [42] Fontana, P.; Schefer, J.; Pettit, D. (2011) *Characterization of sodium chloride crystals grown in microgravity* in: Journal of Crystal Growth 324, H. 1, S. 207–211.
<https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2011.04.001>
- [43] NASA European Space Agency astronaut Alexander Gerst works on the MICS experiment aboard the International Space Station. [online]. https://www.nasa.gov/mission_pages/station/research/news/concrete-advantage-for-space-explorers-mics-iss.
- [44] Radlińska, A.; Collins, P. J. (28.05.2021) *MICS The influence of Variable Gravity on the Microstructural Development of Tricalcium Silicate Pastes*. MASON/MICS Workshop 2.
- [45] Moraes Neves, J.; Collins, P. J.; Wilkerson, R. P.; Grugel, R. N.; Radlińska, A. (2019) *Microgravity Effect on Microstructural Development of Tri-calcium Silicate (C3S) Paste* in: Frontiers in Materials 6. <https://doi.org/10.3389/fmats.2019.00083>
- [46] Collins, P. J.; Grugel, R. N.; Radlińska, A. (2021) *Hydration of tricalcium aluminate and gypsum pastes on the International Space Station* in: Construction and Building Materials 285, S. 122919. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122919>
- [47] Collins, P. J. (2019) *Microgravity's Influence on the Hydration of Tricalcium Aluminate and Gypsum Pastes*. Pennsylvania: Master Thesis.
- [48] Collins, P. J.; Thomas, R. J.; Radlińska, A. (2023) *Influence of gravity on the micromechanical properties of portland cement and lunar regolith simulant composites* in: Cement and Concrete Research 172, S. 107232. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2023.107232>
- [49] Collins, P. J.; Edmunson, J.; Fiske, M.; Radlińska, A. (10.12.2021) *MICS Update - Geopolymer Lunar Concrete*. MASON/MICS Workshop 3.

- [50] Collins, P. J.; Radlińska, A.; Rattenbacher, B.; Schnellenbach-Held, M.; Sperl, M. (2023) *ACI Committee on Lunar Concrete Launched Following Recent Advancements from International Space Station Experiments* in: *Concrete International* 45, H. 3, S. 39–43.
- [51] NASA; ISS Research Integration Office; Koski, W. *Biopolymer Research for In-Situ Capabilities* [online]. https://www.nasa.gov/mission_pages/station/research/experiments/explorer/Investigation.html?#id=8634 [Zugriff am: 26. Jul. 2023].
- [52] Richardson, I. (2015) *Cement Chemistry*. 3. Aufl. London: ICE Publishing.
- [53] Fleischmann, F. (2014) *Ein Beitrag zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften Selbstverdichtender Betone mit dem Kugel-Messsystem*. Dissertation, Ruhr-Universität Bochum. <https://hss-opus.ub.ruhr-uni-bochum.de/opus4/frontdoor/index/index/docId/4102>.
- [54] Haist, M.; Link, J.; Nicia, D.; Leinitz, S.; Baumert, C.; Bronk, T. von; Cotardo, D.; Eslami Pirharati, M.; Fataei, S.; Garrecht, H.; Gehlen, C.; Hauschildt, I.; Ivanova, I.; Jesinghausen, S.; Klein, C.; Krauss, H.-W.; Lohaus, L.; Lowke, D.; Mazanec, O.; Pawelczyk, S.; Pott, U.; Radebe, N. W.; Riedmiller, J. J.; Schmid, H.-J.; Schmidt, W.; Secrieru, E.; Stephan, D.; Thiedeitz, M.; Wilhelm, M.; Mechtcherine, V. (2020) *Interlaboratory study on rheological properties of cement pastes and reference substances: comparability of measurements performed with different rheometers and measurement geometries* in: *Materials and Structures* 53, H. 4. <https://doi.org/10.1617/s11527-020-01477-w>
- [55] Heese C. (2014) *Simulation des rheologischen Verhaltens von zementgebundenen Feinkornsystemen*. Dissertation, Technische Universität Kaiserslautern.
- [56] Krenzer, K.; Mechtcherine, V.; Palzer, U. (2019) *Simulating mixing processes of fresh concrete using the discrete element method (DEM) under consideration of water addition and changes in moisture distribution* in: *Cement and Concrete Research* 115, S. 274–282. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.05.012>
- [57] Lowke, D. (2015) *Sedimentationsverhalten und Robustheit Selbstverdichtender Betone*. Beuth Verlag GmbH. Dissertation, Technische Universität München.
- [58] Chidiac, S. E.; Maadani, O.; Razaqpur, A. G.; Mailvaganam, N. P. (2003) *Correlation of Rheological Properties to Durability and Strength of Hardened Concrete* in: *Journal of Materials in Civil Engineering* 15, H. 4, S. 391–399. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2003\)15:4\(391\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2003)15:4(391))
- [59] Locher, F. W. (2010) *Zement – Grundlagen der Herstellung und Verwendung*. Düsseldorf. Verlag Bau+Technik.
- [60] Scrivener, K. L.; Crumbie, A. K.; Laugesen, P. (2004) *The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete* in: *Interface Science* 12, H. 4, S. 411–421. <https://doi.org/10.1023/B:INTS.0000042339.92990.4c>

- [61] Hansen, S. G.; Lauridsen, J. T.; Hoang, L. C. (2018) *Experimental and statistical investigation of the compressive strength anisotropy in structural concrete* in: Cement and Concrete Research 107, S. 304–316. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.011>
- [62] Hansen, S. G.; Meinen, N. E.; Jørgensen, H. B. (2019) *Anisotropic Concrete Compressive Strength in Existing Structures* in: International Association for Bridge and Structural Engineering [Hrsg.] *20th Congress of IABSE, New York City 2019 : The Evolving Metropolis - Report*. New York, S. 2407–2413.
- [63] Hughes, B. P.; Ash, J. E. (1970) *Anisotropy and failure criteria for concrete* in: Materials and Structures 3, H. 6, S. 371–374. <https://doi.org/10.1007/BF02478760>
- [64] Kostaski, L. E.; Marangon, E.; Riera, J. D.; Keche dos Santos, F. J.; Vaucher Bandeira, M. V. (2018) *ASSESSMENT OF CONCRETE ANISOTROPY IN RELATION TO THE DIRECTION OF CASTING* in: Revista Sul-americana de Engenharia Estrutural 15, H. 2. <https://doi.org/10.5335/rsae.v15i2.7852>
- [65] Dedolph, R. R.; Dipert, M. H. (1971) *The physical basis of gravity stimulus nullification by clinostat rotation* in: Plant physiology 47, Nr. 6, pp. 756–764. <https://doi.org/10.1104/pp.47.6.756>
- [66] van Loon, J. J. (2007) *Some history and use of the random positioning machine, RPM, in gravity related research* in: Advances in Space Research 39, H. 7, S. 1161–1165. <https://doi.org/10.1016/j.asr.2007.02.016>
- [67] Herranz, R.; Anken, R.; Boonstra, J.; Braun, M.; Christianen, P. C. M.; Geest, M. de; Hauslage, J.; Hilbig, R.; Hill, R. J. A.; Lebert, M.; Medina, F. J.; Vagt, N.; Ullrich, O.; van Loon, J. J. W. A.; Hemmersbach, R. (2013) *Ground-based facilities for simulation of microgravity: organism-specific recommendations for their use, and recommended terminology* in: Astrobiology 13, Nr. 1, pp. 1–17. <https://doi.org/10.1089/ast.2012.0876>
- [68] Ferranti, F.; Del Bianco, M.; Pacelli, C. (2021) *Advantages and Limitations of Current Microgravity Platforms for Space Biology Research* in: Applied Sciences 11, H. 1, S. 68. <https://doi.org/10.3390/app11010068>
- [69] Clary, J. L.; France, C. S.; Lind, K.; Shi, R.; Alexander, J.; Richards, J. T.; Scott, R. S.; Wang, J.; Lu, X.-H.; Harrison, L. (2022) *Development of an inexpensive 3D clinostat and comparison with other microgravity simulators using Mycobacterium marinum* in: Frontiers in Space Technologies 3. <https://doi.org/10.3389/frspt.2022.1032610>
- [70] Brungs, S.; Egli, M.; Wuest, S. L.; M. Christianen, P. C.; van W. A. Loon, J. J.; Ngo Anh, T. J.; Hemmersbach, R. (2016) *Facilities for Simulation of Microgravity in the ESA Ground-Based Facility Programme* in: Microgravity Science and Technology 28, H. 3, S. 191–203. <https://doi.org/10.1007/s12217-015-9471-8>
- [71] Hauslage, J.; Abbrecht, M.; Hanke, L.; Hemmersbach, R.; Koch, C.; Hanke, W.; Kohn, F. P. M. (2016) *Cytosolic Calcium Concentration Changes in Neuronal Cells Under Clinorotation*

- and in Parabolic Flight Missions* in: *Microgravity Science and Technology* 28, H. 6, S. 633–638. <https://doi.org/10.1007/s12217-016-9520-y>
- [72] Klaus, D. M.; Todd, P.; Schatz, A. (1998) *Functional weightlessness during clinorotation of cell suspensions* in: *Advances in Space Research* 21, 8-9, pp. 1315–1318. [https://doi.org/10.1016/s0273-1177\(97\)00404-3](https://doi.org/10.1016/s0273-1177(97)00404-3)
- [73] Krause, L.; Braun, M.; Hauslage, J.; Hemmersbach, R. (2018) *Analysis of Statoliths Displacement in Chara Rhizoids for Validating the Microgravity-Simulation Quality of Clinorotation Modes* in: *Microgravity Science and Technology* 30, H. 3, S. 229–236. <https://doi.org/10.1007/s12217-017-9580-7>
- [74] Hauslage, J.; Cevik, V.; Hemmersbach, R. (2017) *Pyrocystis noctiluca represents an excellent bioassay for shear forces induced in ground-based microgravity simulators (clinostat and random positioning machine)* in: *NPJ microgravity* 3, p. 12. <https://doi.org/10.1038/s41526-017-0016-x>
- [75] Hemmersbach, R.; Strauch, S. M.; Seibt, D.; Schuber, M. (2006) *Comparative studies on gravisensitive protists on ground (2D and 3D clinostats) and in microgravity* in: *Microgravity Science and Technology* 18, 3-4, S. 257–259. <https://doi.org/10.1007/BF02870423>
- [76] Yeckel, A.; Patrick Doty, F.; Derby, J. J. (1999) *Effect of steady crucible rotation on segregation in high-pressure vertical Bridgman growth of cadmium zinc telluride* in: *Journal of Crystal Growth* 203, 1-2, S. 87–102. [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(99\)00065-2](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(99)00065-2)
- [77] Grugel, R. N.; Kim, S.; Woodward, T.; Wang, T. G. (1992) *The effect of axial crucible rotation on microstructural uniformity during horizontal directional solidification* in: *Journal of Crystal Growth* 121, H. 4, S. 599–607. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(92\)90567-3](https://doi.org/10.1016/0022-0248(92)90567-3)
- [78] Akaiwa, N.; Hardy, S. C.; Voorhees, P. W. (1991) *The effects of convection on Ostwald ripening in solid-liquid mixtures* in: *Acta Metallurgica et Materialia* 39, H. 11, S. 2931–2942. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90109-E](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90109-E)
- [79] Mezger, T. (2020) *The Rheology Handbook*. Vincentz Network.
- [80] Banfill, P. F. G. (2003) *The Rheology of Fresh Cement and Concrete – A Review*. in: Proc. 11th International Cement Chemistry Congress.
- [81] Haist, M. (2010) *Zur Rheologie und den physikalischen Wechselwirkungen bei Zementsuspensionen*. Dissertation, Universität Fridericiana zu Karlsruhe. KIT Scientific Publishing.
- [82] Helmuth, R. A. (1980) *Structure et Rhéologie des Pâtes Fraîches de Ciment* in: 7e Congrès International de la Chimie des Ciments, VI 0/1-0/15.
- [83] Lowke, D. (2018) *Thixotropy of SCC—A model describing the effect of particle packing and superplasticizer adsorption on thixotropic structural build-up of the mortar phase based on interparticle interactions* in: *Cement and Concrete Research* 104, S. 94–104. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.11.004>

- [84] Keck, H.-J. (1999) *Untersuchungen des Fließverhaltens von Zementleim anhand rheologischer Messungen*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen. Aachen: Shaker.
- [85] Bingham, E. C. (1916) *An Investigation of the Laws of Plastic Flow* in: Bulletin of the Bureau of Standards 13, S. 309–353.
- [86] Feys, D.; Wallevik, J. E.; Yahia, A.; Khayat, K. H.; Wallevik, O. H. (2013) *Extension of the Reiner–Riwlin equation to determine modified Bingham parameters measured in coaxial cylinders rheometers* in: Materials and Structures 46, 1-2, S. 289–311.
<https://doi.org/10.1617/s11527-012-9902-6>
- [87] Powers, T. C. (1968 [i.e. 1969]) *The properties of fresh concrete*. New York, Chichester: Wiley.
- [88] Tattersall, G. H.; Banfill, P. F. G. (1983) *The rheology of fresh concrete*. Boston: Pitman advanced Publishing.
- [89] vom Berg, W. (1979) *Influence of specific surface and concentration of solids upon the flow behaviour of cement pastes* in: Magazine of Concrete Research 31, H. 109, S. 211–216.
<https://doi.org/10.1680/mac.1979.31.109.211>
- [90] Rhau, M. J. (2021) *Zur Eignung von Ultrahochleistungsbeton (UHPC) als Zahnradwerkstoff*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen.
- [91] Stokes, G. G. (1851) *On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums*.
- [92] Geisenhanslüke, C. (2009) *Einfluss der Granulometrie von Feinstoffen auf die Rheologie von Feinstoffleimen*. Dissertation, Universität Kassel. Kassel University Press.
- [93] Sarabian, M.; Rosti, M. E.; Brandt, L.; Hormozi, S. (2020) *Numerical simulations of a sphere settling in simple shear flows of yield stress fluids* in: Journal of Fluid Mechanics 896.
<https://doi.org/10.1017/jfm.2020.316>
- [94] Bomble, J. (1966) *Rheologie des Frischbetons*. in: Zement-Kalk-Gips, H. 5, S. 242 - 245.
- [95] Uchikawa, H.; Uchida, S.; Hanehara, S. (1987) *Flocculation Structure of Fresh Cement Paste Determined by Sample Freezing – Back Scattered Electron Image Method* in: Cemento, H. 84, S. 3 - 22.
- [96] Zeng, X.; Lan, X.; Zhu, H.; Liu, H.; Umar, H. A.; Xie, Y.; Long, G.; Ma, C. (2020) *A Review on Bubble Stability in Fresh Concrete: Mechanisms and Main Factors* in: Materials (Basel, Switzerland) 13, Nr. 8. <https://doi.org/10.3390/ma13081820>
- [97] Benavides Damm, T.; Walther, I.; Wüest, S. L.; Sekler, J.; Egli, M. (2014) *Cell cultivation under different gravitational loads using a novel random positioning incubator* in: Biotechnology and bioengineering 111, Nr. 6, pp. 1180–1190. <https://doi.org/10.1002/bit.25179>

- [98] Wuest, S. L.; Richard, S.; Walther, I.; Furrer, R.; Anderegg, R.; Sekler, J.; Egli, M. (2014) *A Novel Microgravity Simulator Applicable for Three-Dimensional Cell Culturing* in: *Microgravity Science and Technology* 26, H. 2, S. 77–88. <https://doi.org/10.1007/s12217-014-9364-2>
- [99] Pietsch, J.; Sickmann, A.; Weber, G.; Bauer, J.; Egli, M.; Wildgruber, R.; Infanger, M.; Grimm, D. (2011) *A proteomic approach to analysing spheroid formation of two human thyroid cell lines cultured on a random positioning machine* in: *Proteomics* 11, Nr. 10, pp. 2095–2104. <https://doi.org/10.1002/pmic.201000817>
- [100] Grimm, D.; Bauer, J.; Ulbrich, C.; Westphal, K.; Wehland, M.; Infanger, M.; Aleshcheva, G.; Pietsch, J.; Ghardi, M.; Beck, M.; El-Saghire, H.; Saint-Georges, L. de; Baatout, S. (2010) *Different responsiveness of endothelial cells to vascular endothelial growth factor and basic fibroblast growth factor added to culture media under gravity and simulated microgravity* in: *Tissue engineering. Part A* 16, Nr. 5, pp. 1559–1573. <https://doi.org/10.1089/ten.TEA.2009.0524>
- [101] Wuest, S. L.; Richard, S.; Kopp, S.; Grimm, D.; Egli, M. (2015) *Simulated microgravity: critical review on the use of random positioning machines for mammalian cell culture* in: *BioMed research international* 2015, p. 971474. <https://doi.org/10.1155/2015/971474>
- [102] Wuest, S. L.; Stern, P.; Casartelli, E.; Egli, M. (2017) *Fluid Dynamics Appearing during Simulated Microgravity Using Random Positioning Machines* in: *PloS one* 12, Nr. 1, e0170826. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0170826>
- [103] Pietsch, J.; Ma, X.; Wehland, M.; Aleshcheva, G.; Schwarzwälder, A.; Segerer, J.; Birlem, M.; Horn, A.; Bauer, J.; Infanger, M.; Grimm, D. (2013) *Spheroid formation of human thyroid cancer cells in an automated culturing system during the Shenzhou-8 Space mission* in: *Biomaterials* 34, Nr. 31, pp. 7694–7705. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2013.06.054>
- [104] Rio d. Plata, R. (2023) *The Random Positioning Machine As Space Analog*. Department of Mechanical and Aerospace Engineering, Politecnico di Torino.
- [105] Glover, D. (1990) *Design Considerations for Space Flight Hardware*. NASA Technical Memorandum 102300.
- [106] (2020) *Fusion 360*, Version 2020 [Software].
- [107] Ultimaker (2020) *Ultimaker Cura*, Version 4.13.1 [Software].
- [108] European Cooperation for Space Standardization (2019) *Space product assurance - Materials, mechanical parts and processes. ECSS-Q-ST-70C Rev.2*.
- [109] Müller, J. T. I.; Rattenbacher, B.; Tell, K.; Rösch, C.; Welsch, T.; Maurer, M.; Sperl, M.; Schnellenbach-Held, M. (2023) *Space hardware for concrete sample production on ISS “MASSON concrete mixer”* in: *NPJ microgravity* 9, Nr. 1, p. 57. <https://doi.org/10.1038/s41526-023-00304-0>

- [110] CarbonForce GmbH (2020) *Carbon Plates. Technical Data Sheet*. Marktheidenfeld.
- [111] Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt *DLR School Lab* [online].
https://www.dlr.de/schoollab/en/desktopdefault.aspx/tabid-15923/25798_read-66315. [Zugriff am 06. Sep. 2023]
- [112] Sperl, M.; Tell, K.; Rattenbacher, B.; Schnellenbach-Held, M.; Müller, J.; Welsch, T.; Kant-hak, S. *Mischvorrichtung sowie Mischsystem*. DE 10 2021 128 232.2.
- [113] Henkel AG & Co. KgaA (2020) *LOCTITE® 4902. Technical Data Sheet*. Düsseldorf.
- [114] Deutsche Edelstahlwerke Specialty Steel GmbH & Co (2020) *Printdur® 4404. Technical Data Sheet*. Witten.
- [115] National Aeronautics and Space Administration (2019) *ISS Safety Requirements Document (SSP 51721) – International Space Station Program, Baseline*. Houston (TX).
- [116] National Aeronautics and Space Administration (2015) *Pressurized Payloads Interface Re-quirements Document (SSP 57000) – International Space Station Program, Revision R*. Hou-ston (TX).
- [117] ESA (2019) *Introduction to ESA Safety Review Panel (ESRP)*. Presentation ESA-TECQI-HO-015601.
- [118] Covestro AG (2018) *Makrolon® 6457. ISO Data Sheet*. Leverkusen.
- [119] Eastman Chemical Company (2019) *Eastman Tritan™ Copolyester MX731 – Technical Data Sheet*. Kingsport (TN).
- [120] Sandmeyer Steel Company (2014) *Alloy 316/316L. Specification Sheet*. Philadelphia (PA).
- [121] Air Science (2018) *Purair FLEX 30 – Portable Isolator. Technical Data Sheet*. Fort Myers (FL).
- [122] Müller, J. (2021) *Static Calculation: Hardware for Concrete Hardening Concrete Mixer*. Es-sen.
- [123] Huntsman Corporation (2015) *Araldite® 2015 Adhesive. Technical Data Sheet*. The Wood-lands (TX).
- [124] Henkel AG & Co. KgaA (2021) *OCTITE® SF 770. Technical Data Sheet*. Düsseldorf.
- [125] (2020) *DIANA FEA*, Version 10.3 [Software].
- [126] Woishnis, W. A.; Ebnesajjad, S. [Ed.] (2012) *Chemical Resistance of Thermoplastics*. Else-vier.
- [127] Ebnesajjad, S. (2016) *Effect of Chemicals on Plastics* in: *Chemical Resistance of Commodity Thermoplastics*. Elsevier, S. xxvii–xli.
- [128] *DIN EN 196-1:2016-11: Prüfverfahren für Zement - Teil 1: Bestimmung der Festigkeit; Deut-sche Fassung EN 196-1:2016*. Berlin: Beuth Verlag.

- [129] Rejeb, S. K. (1996) *Improving compressive strength of concrete by a two-step mixing method* in: *Cement and Concrete Research* 26, H. 4, S. 585–592. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(96\)00030-0](https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00030-0)
- [130] Dils, J.; Schutter, G. de; Boel, V. (2012) *Influence of mixing procedure and mixer type on fresh and hardened properties of concrete: a review* in: *Materials and Structures* 45, H. 11, S. 1673–1683. <https://doi.org/10.1617/s11527-012-9864-8>
- [131] Mazanec, O.; Lowke, D.; Schießl, P. (2010) *Mixing of high performance concrete: effect of concrete composition and mixing intensity on mixing time* in: *Materials and Structures* 43, H. 3, S. 357–365. <https://doi.org/10.1617/s11527-009-9494-y>
- [132] Juilland, P.; Kumar, A.; Gallucci, E.; Flatt, R. J.; Scrivener, K. L. (2012) *Effect of mixing on the early hydration of alite and OPC systems* in: *Cement and Concrete Research* 42, H. 9, S. 1175–1188. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.06.011>
- [133] Konecny, L.; Naqvi, S. J. (1993) *The effect of different drying techniques on the pore size distribution of blended cement mortars* in: *Cement and Concrete Research* 23, H. 5, S. 1223–1228. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(93\)90183-A](https://doi.org/10.1016/0008-8846(93)90183-A)
- [134] Scrivener, K.; Snellings, R.; Lothenbach, B. [Hrsg.] (2017) *A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials*. London: CRC Press.
- [135] Zhang, Z.; Scherer, G. W. (2021) *Physical and chemical effects of isopropanol exchange in cement-based materials* in: *Cement and Concrete Research* 145, S. 106461. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106461>
- [136] Echlin, P. (2009) *Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*. New York: Springer.
- [137] Xiao, J.; Lv, Z.; Duan, Z.; Zhang, C. (2023) *Pore structure characteristics, modulation and its effect on concrete properties: A review* in: *Construction and Building Materials* 397, S. 132430. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.132430>
- [138] Luping, T. (1986) *A study of the quantitative relationship between strength and pore-size distribution of porous materials* in: *Cement and Concrete Research* 16, H. 1, S. 87–96. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(86\)90072-4](https://doi.org/10.1016/0008-8846(86)90072-4)
- [139] Kolas, S. (1994) *Investigation of the possibility of estimating concrete strength by porosity measurements* in: *Materials and Structures* 27, H. 5, S. 265–272. <https://doi.org/10.1007/BF02473043>
- [140] Huan, C.; Zhu, C.; Liu, L.; Wang, M.; Zhao, Y.; Zhang, B.; Zhang, X. (2021) *Pore Structure Characteristics and Its Effect on Mechanical Performance of Cemented Paste Backfill* in: *Frontiers in Materials* 8. <https://doi.org/10.3389/fmats.2021.700917>
- [141] Gräf, H.; Bonzel, J. (1990) *Über den Einfluß der Porosität des erhärteten Betons auf seine Gebrauchseigenschaften* in: *beton* 40, H. 7, S. 297–302.

- [142] Setzer, M. J. (1975) *Zum Mikrogefüge des Zementsteins und dessen Einfluss auf das mechanische Verhalten des Betons* in: *Zement+Betton* 86, S. 29–34.
- [143] Anders, N. (2017) *Detection possibilities of pore structures* in: *Mauerwerk* 21, H. 5, S. 297–305. <https://doi.org/10.1002/dama.201700011>
- [144] *DIN 66137-1:2019-03: Bestimmung der Dichte fester Stoffe - Teil 1: Grundlagen*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [145] *DIN EN 12390-7:2021-01: Prüfung von Festbeton - Teil 7: Rohdichte von Festbeton; Deutsche Fassung EN 12390-7:2019 + AC:2020*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [146] Engstrand Unosson, J.; Persson, C.; Engqvist, H. (2015) *An evaluation of methods to determine the porosity of calcium phosphate cements* in: *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials* 103, Nr. 1, pp. 62–71. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.33173>
- [147] C1754 (2012) *ASTM Standard C1754/C1754M: Standard Test Method for Density and Void Content of Hardened Pervious Concrete*. USA: ASTM International.
- [148] *DIN EN 12504-4:2021-10: Prüfung von Beton in Bauwerken - Teil_4: Bestimmung der Ultraschall-Impulsgeschwindigkeit; Deutsche Fassung EN 12504-4:2021*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [149] Thomaz, W. d. A.; Miyaji, D. Y.; Possan, E. (2021) *Comparative study of dynamic and static Young's modulus of concrete containing basaltic aggregates* in: *Case Studies in Construction Materials* 15, e00645. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00645>
- [150] Benouis, A.; Grini, A. (2011) *Estimation of Concrete's Porosity by Ultrasounds* in: *Physics Procedia* 21, S. 53–58. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.10.009>
- [151] Maruyama, I.; Igarashi, G. (2014) *Cement Reaction and Resultant Physical Properties of Cement Paste* in: *Journal of Advanced Concrete Technology* 12, H. 6, S. 200–213. <https://doi.org/10.3151/jact.12.200>
- [152] Tell, K. (10.12.2021) *Characterizing Concrete with Ultrasound and Computed Tomography for MASON/ Concrete Hardening on ISS Incr. 66 / CosmicKiss*. MASON/MICS Workshop 3.
- [153] Rettinger, M.; Guhathakurta, J.; Gänz, P.; Simon, S.; Schlaich, M. (2022) *Hinter den Kulissen - Computertomographie für modulare Segmentfertigteilebrücken* in: *Beton- und Stahlbetonbau* 117, H. 5, S. 343–356. <https://doi.org/10.1002/best.202200008>
- [154] Kasperl, S.; Hiller, J.; Krumm, M. (2009) *Computed Tomography Metrology in Industrial Research and Development* in: *Materials Testing* 51, H. 6, S. 405–411. <https://doi.org/10.3139/120.110053>
- [155] (2023) *VGSTUDIO MAX*, Version 2023.3 [Software].
- [156] Giesche, H. (2006) *Mercury Porosimetry: A General (Practical) Overview* in: *Particle & Particle Systems Characterization* 23, H. 1, S. 9–19. <https://doi.org/10.1002/ppsc.200601009>

- [157] Gluth, G. J. G. (2011) *Die Porenstruktur von Zementstein und seine Eignung zur Gastrennung*. Dissertation, Technische Universität Berlin.
- [158] *DIN ISO 15901-1:2019-03, Bewertung der Porengrößenverteilung und Porosität von Feststoffen mittels Quecksilberporosimetrie und Gasadsorption - Teil 1: Quecksilberporosimetrie (ISO_15901-1:2016)*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [159] Diamond, S. (2000) *Mercury porosimetry* in: *Cement and Concrete Research* 30, H. 10, S. 1517–1525. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00370-7](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00370-7)
- [160] Zhang, Y.; Yang, B.; Yang, Z.; Ye, G. (2019) *Ink-bottle Effect and Pore Size Distribution of Cementitious Materials Identified by Pressurization Depressurization Cycling Mercury Intrusion Porosimetry* in: *Materials* (Basel, Switzerland) 12, Nr. 9. <https://doi.org/10.3390/ma12091454>
- [161] Kumar, R.; Bhattacharjee, B. (2003) *Porosity, pore size distribution and in situ strength of concrete* in: *Cement and Concrete Research* 33, H. 1, S. 155–164. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00942-0](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00942-0)
- [162] Bonzel, J.; Siebel, E. (1981) *Bestimmung von Luftporenkennwerten am Festbeton*. Betontechnischer Bericht Beton.
- [163] *DIN EN 480-11:2005-12: Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpressmörtel_- Prüfverfahren - Teil 11: Bestimmung von Luftporenkennwerten in Festbeton; Deutsche Fassung EN 480-11:2005*. Berlin: Beuth Verlag.
- [164] Ajaj, M. D. (2021) *Mikroskopische und analytische Untersuchungen von unter geringer Schwerkraft hergestellten Betonproben*. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.
- [165] Song, Y.; Zou, R.; Castaneda, D. I.; Riding, K. A.; Lange, D. A. (2017) *Advances in Measuring Air-Void Parameters in Hardened Concrete Using a Flatbed Scanner* in: *Journal of Testing and Evaluation* 45, H. 5, S. 20150424. <https://doi.org/10.1520/JTE20150424>
- [166] Macherey, D. (2022) *Untersuchungen zur Zugabe von Luftporenbildnern bei der Herstellung von Betonproben im Klinostaten*. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.
- [167] Jakobsen, U. H.; Pade, C.; Thaulow, N.; Brown, D.; Sahu, S.; Magnusson, O.; Buck, S. de; Schutter, G. de (2006) *Automated air void analysis of hardened concrete — a Round Robin study* in: *Cement and Concrete Research* 36, H. 8, S. 1444–1452. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.03.005>
- [168] Fonseca, P. C.; Scherer, G. W. (2015) *An image analysis procedure to quantify the air void system of mortar and concrete* in: *Materials and Structures* 48, H. 10, S. 3087–3098. <https://doi.org/10.1617/s11527-014-0381-9>
- [169] Wong, H. S.; Head, M. K.; Buenfeld, N. R. (2006) *Pore segmentation of cement-based materials from backscattered electron images* in: *Cement and Concrete Research* 36, H. 6, S. 1083–1090. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.10.006>

- [170] Radlinski, M.; Olek, J.; Zhang, Q.; Peterson, K.; Wang, K.; Dean, S. W. (2010) *Evaluation of the Critical Air-Void System Parameters for Freeze-Thaw Resistant Ternary Concrete Using the Manual Point-Count and the Flatbed Scanner Methods* in: Journal of ASTM International 7, H. 4, S. 102453. <https://doi.org/10.1520/JAI102453>
- [171] Luping, T.; Nilsson, L.-O. (1992) *A study of the quantitative relationship between permeability and pore size distribution of hardened cement pastes* in: Cement and Concrete Research 22, H. 4, S. 541–550. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(92\)90004-F](https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90004-F)
- [172] Zhang, M.; Yao, X.; Guan, J.; Li, L.; Wang, J.; Qing, L. (2021) *Study of Concrete Strength and Pore Structure Model Based on Grey Relation Entropy* in: Materials (Basel, Switzerland) 14, Nr. 2. <https://doi.org/10.3390/ma14020432>
- [173] *DIN EN 12390-3:2019-10: Prüfung von Festbeton - Teil 3: Druckfestigkeit von Probekörpern; Deutsche Fassung EN 12390-3:2019*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [174] *DIN EN 12504-2:2021-10: Prüfung von Beton in Bauwerken - Teil 2: Zerstörungsfreie Prüfung - Bestimmung der Rückprallzahl; Deutsche Fassung EN 12504-2:2021*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [175] *DIN ISO 6507-1:2018: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüfverfahren; Deutsche Fassung EN ISO 6507-1:2018*. Berlin: Beuth Verlag.
- [176] *DIN EN 12390-4:2020-04: Prüfung von Festbeton - Teil 4: Bestimmung der Druckfestigkeit - Anforderungen an Prüfmaschinen; Deutsche Fassung EN 12390-4:2019*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [177] Semugaza, G. (2023) *Reactivation of Hydrated Cement and Recycled Concrete Powders by Thermal Treatment for Partial Replacement of Virgin Cement*. Universität Duisburg-Essen: Dissertation.
- [178] Kadlecěk, V.; Dohnalek J. (1982) *Mikrohärteprüfung von Beton* in: Betontechnische Berichte 1982/83.
- [179] Poole, A.; Sims, I. (2016) *Concrete Petrography*. CRC Press.
- [180] Verein Deutscher Zementwerke (1965) *Mikroskopie des Zementklinkers – Bilderatlas*.
- [181] Campbell, D. H. (1999) *Microscopical Examination and Interpretation of Portland Cement and Clinker*. 2. Aufl. Skokie, Illinois: Portland Cement Association.
- [182] Çopuroğlu, O. (2016) *Revealing the Dark Side of Portlandite Clusters in Cement Paste by Circular Polarization Microscopy* in: Materials (Basel, Switzerland) 9, Nr. 3. <https://doi.org/10.3390/ma9030176>
- [183] *DIN EN 12390-1:2021-09: Prüfung von Festbeton - Teil 1: Form, Maße und andere Anforderungen für Probekörper und Formen; Deutsche Fassung EN 12390-1:2021*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.

- [184] Gierth, A. (23.11.2022) *Upcement, Druckfestigkeiten kleiner Probekörper*. Persönliche, nicht veröffentlichte Korrespondenz.
- [185] *DIN EN 12504-1:2021-02: Prüfung von Beton in Bauwerken - Teil 1: Bohrkernproben - Herstellung, Untersuchung und Prüfung der Druckfestigkeit; Deutsche Fassung EN 12504-1:2019 + AC:2020*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [186] Hoppe, J. (2021) *Herstellung und Analyse von Beton mit mondgesteinähnlicher Gesteinskörnung „EAC-1A Regolith“*. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.
- [187] Engelschön, V. S.; Eriksson, S. R.; Cowley, A.; Fateri, M.; Meurisse, A.; Kueppers, U.; Sperl, M. (2020) *EAC-1A: A novel large-volume lunar regolith simulant* in: *Scientific reports* 10, Nr. 1, p. 5473. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-62312-4>
- [188] Deutscher Ausschuss für Stahlbeton (2012) *Selbstverdichtender Beton (SVB-Richtlinie)*. Berlin: Beuth Verlag.
- [189] Nanthagopalan, P.; Haist, M.; Santhanam, M.; Müller, H. S. (2008) *Investigation on the influence of granular packing on the flow properties of cementitious suspensions* in: *Cement and Concrete Composites* 30, H. 9, S. 763–768. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.06.005>
- [190] Krieger, I. M.; Dougherty, T. J. (1959) *A Mechanism for Non-Newtonian Flow in Suspensions of Rigid Spheres* in: *Transactions of the Society of Rheology* 3, H. 1, S. 137–152. <https://doi.org/10.1122/1.548848>
- [191] Struble, L.; Sun, G.-K. (1995) *Viscosity of Portland cement paste as a function of concentration* in: *Advanced Cement Based Materials* 2, H. 2, S. 62–69. [https://doi.org/10.1016/1065-7355\(95\)90026-8](https://doi.org/10.1016/1065-7355(95)90026-8)
- [192] La Rosa, Á. de; Ruiz, G.; Castillo, E.; Moreno, R. (2021) *Calculation of Dynamic Viscosity in Concentrated Cementitious Suspensions: Probabilistic Approximation and Bayesian Analysis* in: *Materials (Basel, Switzerland)* 14, Nr. 8. <https://doi.org/10.3390/ma14081971>
- [193] Roscoe, R. (1952) *The viscosity of suspensions of rigid spheres* in: *British Journal of Applied Physics* 3, H. 8, S. 267–269. <https://doi.org/10.1088/0508-3443/3/8/306>
- [194] Mooney, M. (1951) *The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles* in: *Journal of Colloid Science* 6, H. 2, S. 162–170. [https://doi.org/10.1016/0095-8522\(51\)90036-0](https://doi.org/10.1016/0095-8522(51)90036-0)
- [195] Ferraris, C. F.; Larrard, F. de (1998) *Testing and modelling of fresh concrete rheology*.
- [196] Krenzer, K. (2017) *Entwicklung eines zustandsabhängigen DEM-Stoffmodells zur Nachbildung von Mischprozessen für Frischbeton*. Dissertation, Technische Universität Dresden.
- [197] Papo, A. (1988) *Rheological models for cement pastes* in: *Materials and Structures* 21, H. 1, S. 41–46. <https://doi.org/10.1007/BF02472527>

- [198] *DIN EN 1015-3:2007-05, Prüfverfahren für Mörtel für Mauerwerk - Teil 3: Bestimmung der Konsistenz von Frischmörtel (mit Ausbreittisch); Deutsche Fassung EN 1015-3:1999+A1:2004+A2:2006*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [199] *DIN EN 12350-6:2019-09: Prüfung von Frischbeton - Teil 6: Frischbetonrohddichte; Deutsche Fassung EN 12350-6:2019*. Berlin: Beuth Verlag.
- [200] *DIN EN 12350-7:2022-05: Prüfung von Frischbeton - Teil 7: Luftgehalt - Druckverfahren; Deutsche Fassung EN 12350-7:2019 + AC:2022*. Berlin: Beuth Verlag.
- [201] *DIN EN 196-3:2017-03: Prüfverfahren für Zement - Teil 3: Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit; Deutsche Fassung EN 196-3:2016*. Berlin: Beuth Verlag.
- [202] *DIN EN 480-2:2006-11: Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpressmörtel - Prüfverfahren - Teil 2: Bestimmung der Erstarrungszeit; Deutsche Fassung EN 480-2:2006*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [203] Roussel, N.; Coussot, P. (2005) "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: From slump to spreading flow in: *Journal of Rheology* 49, H. 3, S. 705–718.
<https://doi.org/10.1122/1.1879041>
- [204] Lootens, D.; Jousset, P.; Martinie, L.; Roussel, N.; Flatt, R. J. (2009) *Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests* in: *Cement and Concrete Research* 39, H. 5, S. 401–408. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.01.012>
- [205] Roussel, N.; Le Roy, R. (2005) *The Marsh cone: a test or a rheological apparatus?* in: *Cement and Concrete Research* 35, H. 5, S. 823–830. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.08.019>
- [206] *DIN EN 12350-9:2010-12: Prüfung von Frischbeton - Teil 9: Selbstverdichtender Beton - Auslauftrichterversuch; Deutsche Fassung EN 12350-9:2010*. Berlin: Beuth Verlag GmbH.
- [207] *DIN 53019-1:2008-09: Viskosimetrie - Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern - Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*. Berlin: Beuth Verlag.
- [208] Banfill, P.; Saunders, D. C. (1981) *On the viscometric examination of cement pastes* in: *Cement and Concrete Research* 11, H. 3, S. 363–370. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(81\)90108-3](https://doi.org/10.1016/0008-8846(81)90108-3)
- [209] Müller, C.; Empelmann, M.; Hude, F.; Adam, T. (2012) *Schleuderbetonstützen aus hochfester Bewehrung und ultrahochfestem Beton* in: *Beton- und Stahlbetonbau* 107, H. 10, S. 690–699.
<https://doi.org/10.1002/best.201200040>
- [210] (2023) *myVGL*, Version 2023.1 [Software].
- [211] Abdellah, M. (2022) *Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit des Klinostaten auf die Erstarrung von Betonproben*. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

-
- [212] Karknawi, H. (2022) *Mikroskopische und analytische Untersuchungen von unter geringer Schwerkraft hergestellten Betonproben*. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.
- [213] Bijan, A. (2022) *Untersuchungen zur Zugabe von Fließmittel bei der Herstellung von Betonproben im Klinostaten*. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.
- [214] Härdtl, R.; Bolte, G.; Tax, M.; Dienemann, W. (2003) *Verringerung des Braunverfärbungsrisikos von Betonwaren* in: *Betonwerk + Fertigteil Technik*, H. 11, S. 34–46.

Anhang

Anhang A: Mischungsbestandteile

A1 Zement

Tabelle A1: Materialeigenschaften der verwendeten Zemente

Kategorie	Beschreibung	Einheit	<i>R</i>	<i>N</i>
			CEM I 52,5 R	CEM I 42,5 N
Mechanische und physikalische Eigenschaften	Wasseranspruch	[%]	31,60	26,00
	Beginn Erstarrung	[min]	165	190
	Ende Erstarrung	[min]	210	290
	Blaine Wert	[cm ² /g]	5250	3110
	Dichte	[g/cm ³]	3,12	3,10
	Druckfestigkeit	[MPa] [2d]	44,60	27,20
Chemische Analyse	Glühverlust	[%]	1,10	1,71
	Unlösliche Bestandteile	[%]	0,60	
	CaO	[%]	66,00	64,45
	SiO ₂	[%]	22,50	22,93
	Al ₂ O ₃	[%]	3,90	3,67
	SO ₃	[%]	3,40	3,14
	Fe ₂ O ₃	[%]	1,40	1,35
	MgO	[%]	0,80	0,87
	K ₂ O	[%]	0,70	0,57
	TiO ₂	[%]	0,20	0,20
	Na ₂ O	[%]	0,20	0,23
	Mn ₂ O ₃	[%]	0,10	0,05
	P ₂ O ₅	[%]	0,10	0,15
	Cl	[%]	0,10	0,04
	Summe	[%]	101,10	99,36
Klinkerphasen	Kalkstandard	[%]	92,90	89,68
	freies CaO	[%]	0,40	
	C ₃ S	[%]	60,00	52,57
	C ₂ S	[%]	19,30	26,08
	C ₃ A	[%]	7,90	7,44
	C ₄ AF	[%]	4,30	4,11
	Na ₂ O-equivalent	[%]	0,70	0,61
Moduln	Hydraulisch Ca-M	[%]	2,30	2,31
	Silicat Si-M	[%]	4,30	4,57
	Tonerde T-M	[%]	2,80	2,72

CEM I 42,5 N *Portlandzementwerk Wittekind Hugo Miebach Söhne KG, Werk Erwitte*

CEM I 52,5 R *Heidelberg Materials AG, Werk Geseke - Milke*

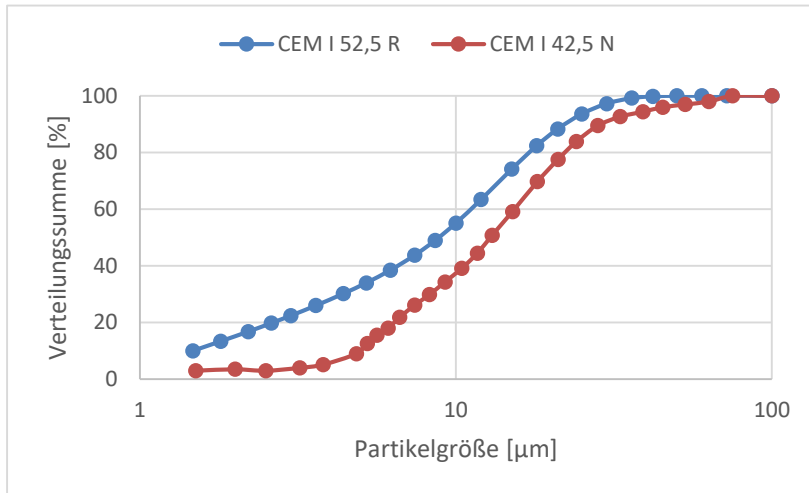


Abbildung A1: Partikelgrößenverteilungen der verwendeten Zemente.

A2 Zuschläge

Tabelle A2: Materialeigenschaften der verwendeten Zuschläge

Bezeichnung	SS Normsand	QS Quarzsand	R EAC-1A Regolith
Hersteller	NORMENSAND GmbH	Quarzwerke GmbH	Rheinische Provinzial-Basalt- u. Lavawerke GmbH & Co. oHG
Ort	Beckum	Haltern	Königswinter
Kurzbeschreibung	Quarzreiche Sande (kantig)	Quarzreiche Sande (rund)	Vulkanasche (kantig)
Korngröße [mm]	0 - 2	0 - 0,5	0 - 1
Schüttdichte [g/cm ³]	-	1,60	1,45
Korndichte [g/cm ³]	2,63	2,65	2,90

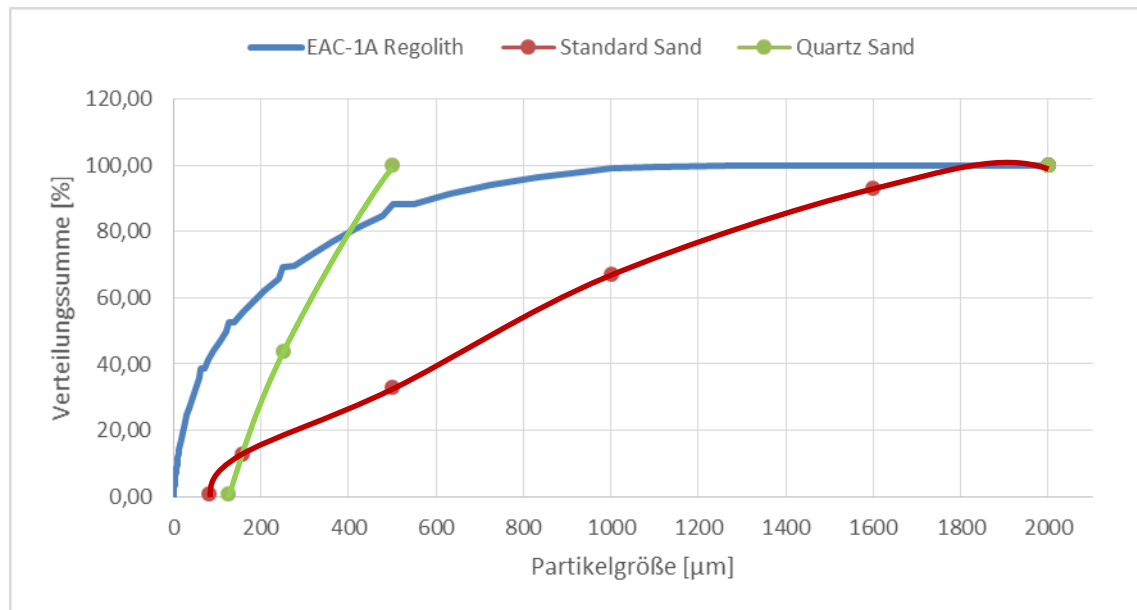


Abbildung A2: Partikelgrößenverteilungen der verwendeten Zuschläge.

A3 Zusatzmittel

Tabelle A3: Materialeigenschaften der verwendeten Zusatzmittel

Bezeichnung	SP MC-PowerFlow 5100	AEA MasterAir 102
Hersteller	MC-Bauchemie Müller GmbH & Co. KG	BASF Construction Solutions GmbH
Ort	Bottrop	Staßfurt
Kurzbeschreibung	Superplasticizer (Fließmittel) Polycarboxylatether (PCE)	Air-Entraining Agent (LP-Bildner) Sulfuric acid, mono-C12-14-alkyl esters, sodium salts
PH-Wert	5 - 7	7 - 9
Dichte	1,04 g/cm ³	1,03 g/cm ³

Anhang B: Ergänzende Fotos von Betonproben



N-SS-8

7

6

5

4



N-SS-RPM-2

C-5-5

V-8



N-AEA-43

42

41

RPM-1

C-5-5

V-7

Abbildung A3: Oben N-SS (ISS 8 bis 4), Mitte N-SS (RPM, C, V), unten N-AEA (ISS 43 bis 41, RPM, C, V).



Abbildung A4: Oben R (ISS 34 bis 32, RPM, C, V), Mitte N (ISS 20 bis 18, RPM, C, V), unten N-R (ISS 11 bis 9, RPM, C, V).

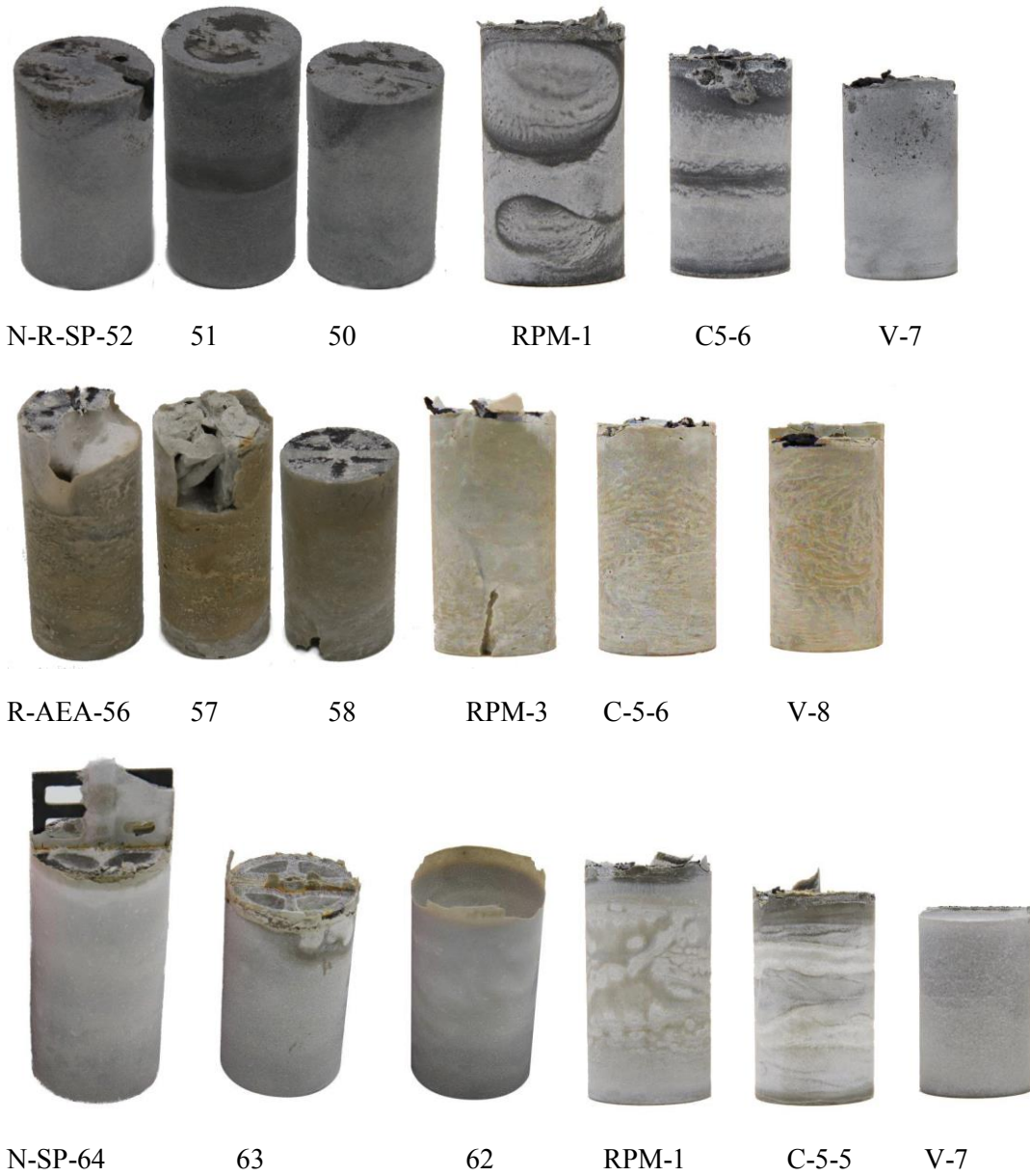


Abbildung A5: Oben N-R-SP (ISS 52 bis 50, RPM, C, V), Mitte R-AEA (ISS 56 bis 58, RPM, C, V), unten N-SP (ISS 64 bis 62, RPM, C, V).

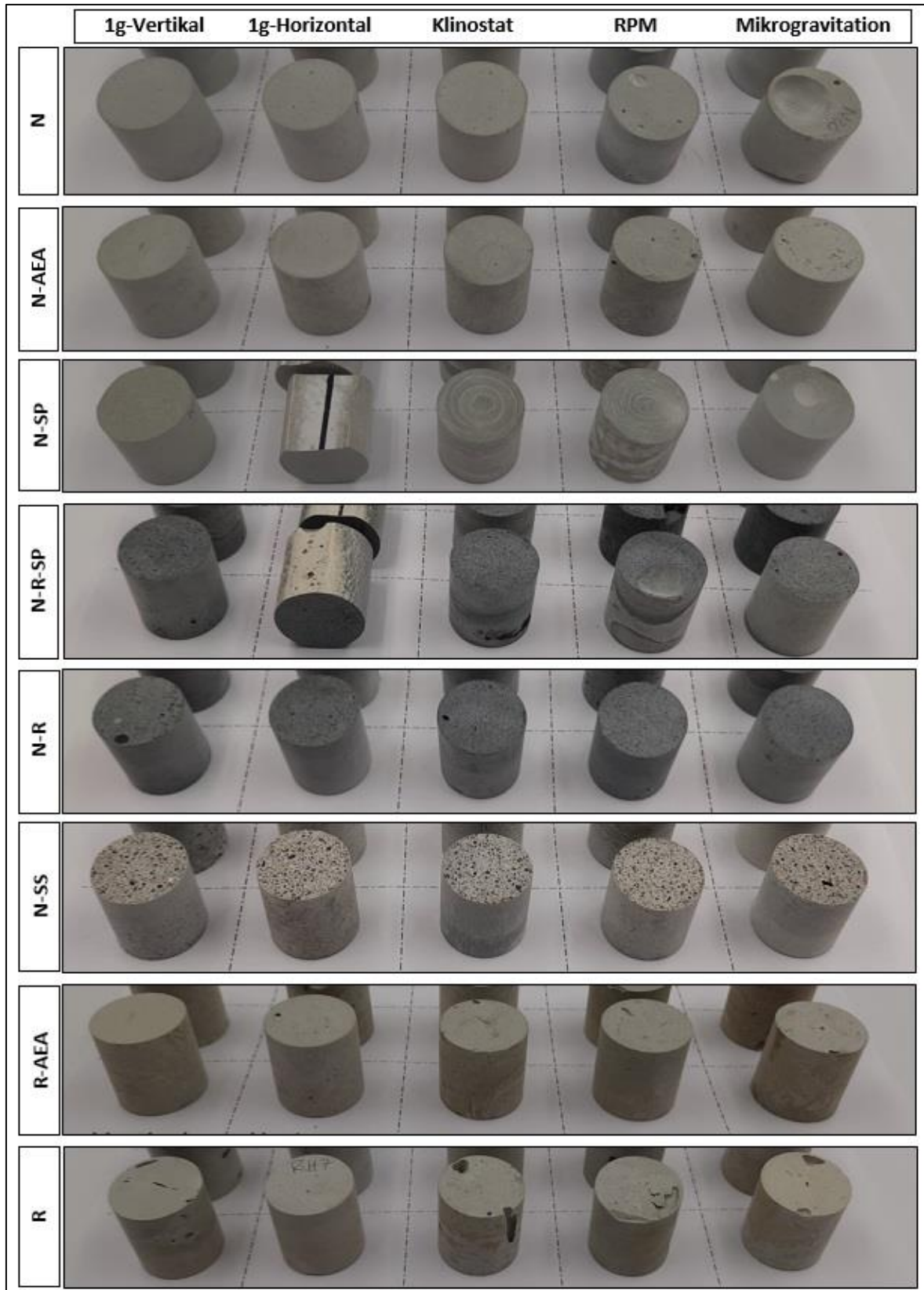


Abbildung A6: 30 mm Zylinder der verschiedenen Probestypen im Vergleich.

Anhang C: Ergänzende Ergebnisse / Diagramme

Zu Kap. 8.4 (Porosität)

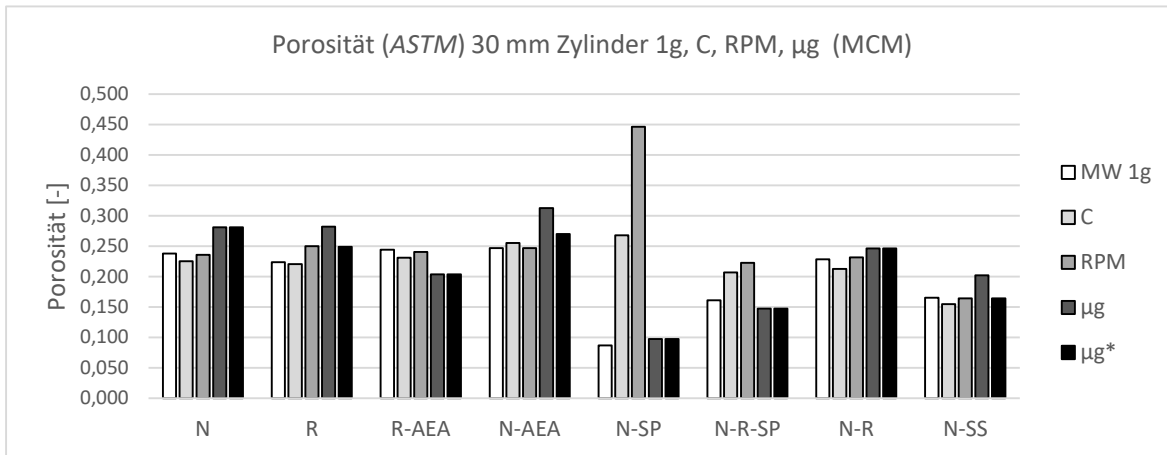


Abbildung A7: Mittelwerte der Porosität nach ASTM der 30 mm Zylinder aus dem MCM.

Zu Kap. 8.5 (Ultraschall)

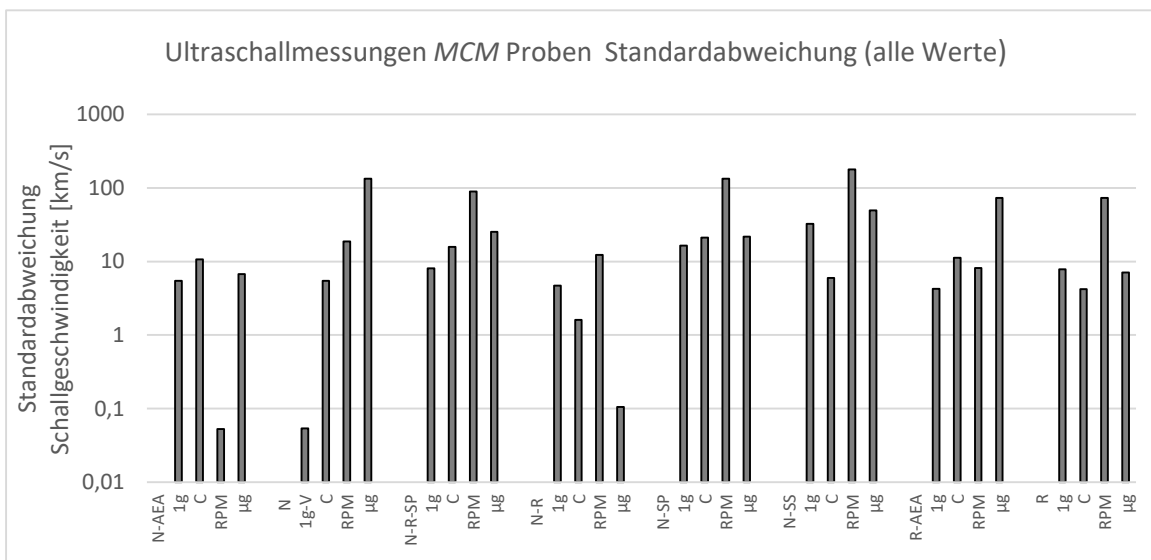


Abbildung A8: Standardabweichungen der Ultraschallmessungen für die Probentypen 1g, C, RPM und µg der 8 untersuchten Mischungen. Die Standardabweichungen wurden jeweils aus 3 Proben je Typ gebildet.

Anhang D: Veröffentlichungen

Müller, J. T. I., Welsch, T., Rattenbacher, B., Tell, K., Sperl, M.: Betonerhärtung in Schwerelosigkeit – Simulationen mit dem Klinostaten. *Beton- und Stahlbetonbau* 118 (2023), Heft 6, S. 406 – 415.

Müller, J. T. I., Rattenbacher B., Tell K., Rösch C., Welsch T., Maurer, M., Sperl M., Schnellenbach-Held, M.: Space Hardware for Concrete Sample Production on ISS „MASON Concrete Mixer”. *npj Microgravity – Nature*; <https://doi.org/10.1038/s41526-023-00304-0>

Collins, P. J., Radlińska, A., Rattenbacher, B., Schnellenbach-Held, M., Sperl, M.: ACI Committee on Lunar Concrete Launched Following Recent Advancements from International Space Station Experiments. *Concrete International*, 45(3), 2023, 39 – 43.

Schnellenbach-Held, M.; Müller, J. T. I.; Welsch, T.; Rattenbacher, B.; Tell, K.; Sperl, M.: Habitate auf Himmelskörpern? – Ein Beitrag: Betonerhärtung unter Schwerelosigkeit. In: *Berichte aus dem Konstruktiven Ingenieurbau – Festschrift zum 70. Geburtstag von Prof. Dr.-Ing. Manfred Keuser*, Universität der Bundeswehr München, 2022, S. 139 - 146.

Anhang E: Thesen

Ajaj, D. (2021) Mikroskopische und analytische Untersuchungen von unter geringer Schwerkraft hergestellten Betonproben. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Hoppe, J. (2021) Herstellung und Analyse von Beton mit mondgesteinähnlicher Gesteinskörnung „EAC-1A Regolith“. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Abdellah, M. (2022) Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit des Klinostaten auf die Erstarrung von Betonproben. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Karknawi, H. (2022) Mikroskopische und analytische Untersuchungen von unter geringer Schwerkraft hergestellten Betonproben. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Bijan, A. (2022) Untersuchungen zur Zugabe von Fließmittel bei der Herstellung von Betonproben im Klinostaten. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Macherey, D. (2022) Untersuchungen zur Zugabe von Luftporenbildner bei der Herstellung von Betonproben im Klinostaten. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Talib, M . F. (2022) Influence of gravity on the solidification and hardening of concrete. Universität Duisburg-Essen: Bachelor Thesis.

Kilic, S. (2023) Konstruktive und parametrische Optimierung additiv gefertigter Transportsicherungen für den Einsatz auf der ISS-Station. Universität Duisburg-Essen: Bachelor Thesis.

Elsadawy, A. (2023) Rheologische Messungen am Frischbeton. Universität Duisburg-Essen: Bachelor Thesis.

Ocakverdi, S. (2023) Anwendung und Eignung verschiedener Messsysteme im Betonbau. Universität Duisburg-Essen: Bachelor Thesis.

Hündgen, J. (2023) Optimierung von Beton mit mondgesteinsähnlicher Gesteinskörnung „EAC-1A Regolith“. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Al-Shargabi, O. (2023) Untersuchungen zu Luftporenkennwerten mit digitaler Bildanalyse. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.

Altubbaji, A. (2023) Untersuchungen zu Festigkeiten von Betonproben mit kleinen Abmessungen. Universität Duisburg-Essen: Master Thesis.