



21 Aktenzeichen: P 32 14 242.0
22 Anmeldetag: 17. 4. 82
43 Offenlegungstag: 20. 10. 83

71 Anmelder:
Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, 7500
Karlsruhe, DE

72 Erfinder:
Dippel, Theodor, Dr., 7514
Eggenstein-Leopoldshafen, DE; Loida, Andreas, Dr.,
7513 Stutensee, DE

54 **Verfahren zur Verbesserung der für eine Langzeitlagerung erforderlichen Eigenschaften von Verfestigungen radioaktiver Abfälle**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der für eine Langzeitlagerung erforderlichen Eigenschaften von Verfestigungen radioaktiver Abfälle, die aus kompakten Blöcken in Transport- bzw. Endlagerbehälter bestehen, wobei die kompakten Blöcke aus vorgefertigten, radioaktive Stoffe enthaltenden, keramischen Tabletten und einer diese kontinuierlich umgebenden inaktiven, im Endzustand festen Matrix hergestellt werden. Die kompakten, porenarmen und mechanisch stabilen Verfestigungsblöcke sollen sowohl strahlenbeständig, wärmebeständig und auch beständig gegen Auslaugung der inkorporierten Radionuklide sein, als auch frei von Rissen, insbesondere an den Grenzflächen der die radioaktiven Stoffe enthaltenden keramischen Tabletten mit der kontinuierlichen Matrix. Die keramischen Tabletten sollen, selbst bei direkter Berührung untereinander, innerhalb der kontinuierlichen Matrix unversehrt erhalten bleiben. Dies wird dadurch erreicht, daß man

- a) als Matrixmaterial Glaspulver und/oder ein Gemisch oxidisch-mineralischer, nicht-toniger Stoffe verwendet,
 - b) die keramischen Tabletten und das Matrix-Material entweder einzeln nacheinander oder in kurzer Durchmischung gemeinsam in einen Behälter unter gleichzeitigem Verdichten durch Vibrieren einfüllt bzw. einrüttelt,
 - c) das so erhaltene, verdichtete Gemisch auf eine Temperatur im Bereich von 1423 K bis 1523 K erhitzt, bei dieser Temperatur eine bis drei Stunden hält und schließlich langsam auf Raumtemperatur abkühlt.
- (32 14 242)

Kernforschungszentrum
Karlsruhe GmbH
ANR 1 002 597

Karlsruhe, 16.04.1982
PLA 8226 Gl/hr

Patentansprüche:

- 1.) Verfahren zur Verbesserung der für eine Langzeitlagerung erforderlichen Eigenschaften von Verfestigungen radioaktiver Abfälle, die aus kompakten Blöcken in Transport- bzw. Endlagerbehältern bestehen, wobei die kompakten Blöcke aus vorgefertigten, radioaktive Stoffe enthaltenden, keramischen Tabletten und einer diese kontinuierlich umgebenden inaktiven, im Endzustand festen Matrix hergestellt werden, dadurch gekennzeichnet, daß man
 - a) als Matrixmaterial Glaspulver und/oder ein Gemisch oxidisch-mineralischer, nicht-toniger Stoffe verwendet,
 - b) die keramischen Tabletten und das Matrixmaterial entweder einzeln nacheinander oder in guter Durchmischung gemeinsam in einen Behälter unter gleichzeitigem Verdichten durch Vibrieren einfüllt bzw. einrüttelt,
 - c) das so erhaltene, verdichtete Gemisch auf eine Temperatur im Bereich von 1423 K bis 1523 K erhitzt, bei dieser Temperatur eine bis drei Stunden hält und schließlich langsam auf Raumtemperatur abkühlt.

- 2 -

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Glaspulver ein Pulver aus einem Alkali-borosilikatglas mit höchster chemischer Resistenz und einem Transformationsbereich zwischen 840 K und 1370 K und mit einer Teilchengrößenverteilung von 50 Gew.-% $< 10 \mu\text{m}$ und 50 Gew.-% $\geq 10 \mu\text{m}$, jedoch 99 Gew.-% $< 63 \mu\text{m}$ verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als oxidisch-mineralische Matrix ein Gemisch aus SiO_2 (50 bis 70 Gew.-%), Al_2O_3 (15 bis 35 Gew.-%) und MgO (10 bis 30 Gew.-%) verwendet wird.

- 3 -

3214242

-3-

Kernforschungszentrum
Karlsruhe GmbH
ANR 1 002 597

Karlsruhe, 16.04.1982
PLA 8226 Gl/hr

Verfahren zur Verbesserung der für
eine Langzeitlagerung erforderlichen
Eigenschaften von Verfestigungen
radioaktiver Abfälle.

- 1 -

-4-

Beschreibung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der für eine Langzeitlagerung erforderlichen Eigenschaften von Verfestigungen radioaktiver Abfälle, die aus kompakten Blöcken in Transport- bzw. Endlagerbehältern bestehen, wobei die kompakten Blöcke aus vorgefertigten, radioaktive Stoffe enthaltenden, keramischen Tabletten und einer diese kontinuierlich umgebenden inaktiven, im Endzustand festen Matrix hergestellt werden.

Radioaktive Abfälle müssen für die Endlagerung konditioniert werden, d.h. sie müssen mit Hilfe von Matrix-Materialien in Verfestigungsprodukte überführt werden. Solche Verfestigungsprodukte sollen eine hohe Resistenz gegen die Auslaugung der radioaktiven Stoffe durch wässrige Lösungen besitzen. Bei mittel- und hochradioaktiven und/oder Aktiniden enthaltenden, wässrigen Abfallkonzentraten oder von in Wasser oder Säuren aufgeschlammten feinkörnigen, festen Abfällen oder Schlämmen werden deshalb unter anderem keramische Matrix-Materialien verwendet. Die radioaktiven Abfälle werden mit diesen Matrix-Materialien gemischt, geformt und zu mechanisch stabilen Körpern gesintert. Aus Gründen der Verarbeitbarkeit keramischer Stoffe hat man als Form für die keramischen Verfestigungsprodukte die Tablettenform gewählt. Grundsätzlich können die so konditionierten radioaktiven Abfälle in geeigneten Behältern in das Endlager eingelagert werden. Es existieren jedoch hierbei einige beachtliche Nachteile:

- 5 -

- Bei Beschädigung des Transports- bzw. Endlagerbehälters könnten die Tabletten verstreut werden. Es besteht dadurch eine stark erhöhte Kontaminationsgefahr.
- Die Schüttungen von Tabletten besitzen eine sehr große Oberfläche. Im Falle des Zutritts von Flüssigkeit, beispielsweise von Wasser oder von wässriger Salz-Lösung, ist die Auslaugung radioaktiver Stoffe je Zeiteinheit relativ hoch.
- Die Wärmeableitung aus der Tablettenschüttung ist begrenzt.

Diese Nachteile kann man vermeiden, wenn man Schüttungen aus den keramischen Tabletten, deren Einzel-Volumen im Milliliterbereich liegt, mit Hilfe eines Füll- bzw. Bindemittels zu kompakten und mechanisch stabilen Blöcken verfestigt. Das Volumen dieser Blöcke liegt im Literbereich. Dieses Füll- bzw. Bindemittel wird im folgenden kontinuierliche Matrix genannt.

Aus der DE-PS 27 26 087 ist ein Verfahren zur Verfestigung solcher radioaktiver Abfälle bekannt geworden, das folgende Verfahrensschritte umfaßt:

- a) Einstellen der Abfallkonzentration oder der Aufschlämmungen auf einen Wassergehalt im Bereich zwischen 40 und 80 Gew.-%, auf einen Feststoffgehalt, dessen Metallionen- und/oder Metalloxid-Anteil zwischen 10 und 30 Gew.-% des zu bildenden

- 6 -

Konzentrates B ausmacht, durch Eindampfen und Einstellen des pH-Wertes von B zwischen 5 und 10 mit bekannten Mitteln,

- b) Verkneten des aus a) erhaltenen Konzentrates B mit einer geringen Menge Zement enthaltenden tonigen Substanz oder einer solchen tonigen Substanz mit einem die Alkalien- oder Erdalkalien-Flüchtigkeit sowie die Flüchtigkeit von sich zersetzenden Anionen aus der Gruppe Sulfat-, Phosphat-, Molybdat- und Uranat-Ionen unterdrückenden Zusatz im Gewichts-Verhältnissbereich Konzentrat B zu toniger Substanz von 1 : 1 bis 2 : 1,
- c) Herstellen von Formkörpern aus der aus b) erhaltenen Knetmasse,
- d) Wärmebehandeln der Formkörper, umfassend Trocknen bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und 150°C, Kalzinieren bei Temperaturen bis 800°C und anschließendes Brennen zu praktisch unlöslichen Mineralphasen bei Temperaturen zwischen 800 und 1400°C, und
- e) allseitiges Umschließen der aus gebrannten Mineralphasen bestehenden Formkörper selbst oder des aus diesen durch Zerkleinern hergestellten Splitts im Korngrößenbereich 1 bis 10 mm mit einer dichten, kontinuierlichen keramischen oder metallischen Matrix.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß bei der Verwendung mindestens einer tonigen Substanz, z.B. aus der Gruppe

- 7.

der Töpfertone, der Porzellanmischungen oder der Kaoline, und einer Zementsorte als kontinuierliche Matrix, insbesondere dann, wenn sie zu einer gebrannten Keramik verarbeitet worden war, das Verfestigungsprodukt nicht die gewünschten Eigenschaften aufwies. Bisher konnte kein toniges Material mit oder ohne Zementzusatz gefunden werden, das im gesinterten Zustand zumindest einen Wärmeausdehnungskoeffizienten besitzt, der dem der keramischen Tabletten sehr ähnlich ist und das während des Brennens gleichmäßig und dicht auf die keramischen Tabletten aufschumpft, so daß man lediglich von weitreichenden Rissen durchgezogene Verfestigungsblöcke erhielt. Die Risse ermöglichten den Zutritt von Flüssigkeiten in das Innere. Die mechanische Stabilität der Blöcke war zudem begrenzt.

Diese Nachteile ließen sich auch durch die Anwendung einer Heißpreßtechnik nicht ausnahmslos überwinden. Im Gegensatz zu Mischungen partikulärer Körper, die sich mit dieser Technik in optimaler Weise verdichten und sintern lassen, ist die Möglichkeit der Verdichtung bei Mischungen aus sinterfähigen, tonigen oder keramischen Pulvern und keramischen Tabletten begrenzt. Die Grenze der Verdichtung ist dann erreicht, wenn sich die keramischen Tabletten gegenseitig berühren und abstützen. Von diesem Zustand ab wirkt der Druck nicht mehr auf das sich in den Zwischenräumen befindliche keramische Pulver. Es sintert dann praktisch druckfrei, d.h. es verdichtet sich nur durch das durch den Sinterprozeß ausgelöste Schrumpfen. Somit sind gleiche oder ähnliche Ergebnisse wie beim

- 8 -

oben genannten drucklosen Sintern zu erwarten. Versucht man über die genannte Grenze hinaus zu verdichten, so führt dies unvermeidbar zu einer Zertrümmerung der keramischen Tabletten. Da bei den üblichen Sintertemperaturen das keramische Matrixmaterial keineswegs so stark plastisch fließt, daß es die entstandenen Bruckstücke allseitig bedecken kann, bleiben die Druckflächen praktisch offen. Ein Vorteil der Einbettung der keramischen Tabletten in eine Matrix, nämlich die Verringerung der der Auslaugung zugänglichen Oberfläche der keramischen Tabletten bei Beschädigung des Transport- bzw. Endlagerbehälters, ist damit aufgehoben. Eine weitergehende Verdichtung als oben beschrieben, ohne die Gefahr, die keramischen Tabletten zu zertrümmern, läßt sich erreichen, wenn durch ein hohes Mischungsverhältnis von keramischem Pulver zu keramischen Tabletten sichergestellt ist, daß sich in verdichtetem Zustand stets Matrix-Material zwischen den keramischen Tabletten befindet. Unabhängig davon, ob dieser Zustand unter den Bedingungen des Arbeitens mit hochradioaktiven Stoffen mit hinreichender Sicherheit erreicht werden kann, besteht hier der Nachteil, daß das Volumen des Behälters, das den Block mit den verfestigten Tabletten aufnimmt, in bezug auf die Tabletten nicht optimal genutzt werden kann, da durch das Matrix-Material die Tabletten "auf Abstand" gehalten werden müssen. Damit verbunden ist die Tatsache, daß unvermeidbar teures Endlagervolumen mit inaktiven Stoffen belegt werden muß.

- 8 -

- 3 -

Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Verfestigung von radioaktive Stoffe enthaltenden keramischen Tabletten mit einem kontinuierlichen Matrix-Material zu kompakten, porenarmen und mechanisch stabilen Verfestigungsblöcken zu schaffen, bei welchem die entstehenden Abfall-Matrix-Endprodukte sowohl strahlenbeständig, wärmebeständig und auch beständig gegen Auslaugung der inkorporierten Radionuklide sind, als auch frei von Rissen, insbesondere an den Grenzflächen der die radioaktiven Stoffe enthaltenden keramischen Tabletten mit der kontinuierlichen Matrix. Mit dem Verfahren sollen Verfestigungsprodukte hergestellt werden können, bei welchen die keramischen Tabletten, selbst bei direkter Berührung untereinander, innerhalb der kontinuierlichen Matrix unversehrt erhalten bleiben, d.h. es soll die bei den Produkten nach den zum Stande der Technik gehörigen Verfahren auftretende Gefahr vermieden werden, daß die sich beim Mischen mit der kontinuierlichen Matrix berührenden keramischen Tabletten im nachfolgenden Preß- und Sinterschritt beschädigt bzw. zerbrochen oder zerbröselt werden.

Die Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man

- a) als Matrixmaterial Glaspulver und/oder ein Gemisch oxidisch-mineralischer, nicht-toniger Stoffe verwendet,
- b) die keramischen Tabletten und das Matrix-Material entweder einzeln nacheinander oder in guter Durchmischung gemeinsam in einen

- 10 -

Behälter unter gleichzeitigem Verdichten durch Vibrieren einfüllt bzw. einrüttelt,

- c) das so erhaltene, verdichtete Gemisch auf eine Temperatur im Bereich von 1423 K bis 1523 K erhitzt, bei dieser Temperatur eine bis drei Stunden hält und schließlich langsam auf Raumtemperatur abkühlt.

Als Glaspulver wird ein Pulver aus einem Alkali-borosilikatglas mit höchster chemischer Resistenz und einem Transformationsbereich zwischen 840 K und 1370 K und mit einer Teilchengrößenverteilung von 50 Gew.-% $< 10 \mu\text{m}$ und 50 Gew.-% $\geq 10 \mu\text{m}$, jedoch 99 Gew.-% $< 63 \mu\text{m}$ verwendet. In einer anderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird als oxidisch-mineralische Matrix ein Gemisch aus SiO_2 (50 bis 70 Gew.-%), Al_2O_3 (15 bis 35 Gew.-%) und MgO (10 bis 30 Gew.-%) verwendet.

Die im erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung der kompakten Blöcke verwendbaren Matrix-Materialien sind in Wasser- und Salz-Laugen nur in äußerst geringem Umfang löslich. Die genannten Matrix-Materialien umschließen die einzelnen Tabletten allseitig. Das direkte Berühren der Tabletten ist dann unschädlich, im Vergleich zu dem entsprechenden Zustand bei Verfestigungsblöcken, die nach einem zum Stande der Technik gehörigen Verfahren hergestellt worden sind, wenn die Berührungsstellen so vollständig wie diese es zulassen von der kontinuierlichen Matrix

- M -

umschlossen sind.

Als für den oben genannten Zweck brauchbares Glaspulver wurde ein Alkaliborosilikatglas der Firma Schott (Deutschland), das unter der Firmenummer 2877 käuflich erwerbbar ist, gefunden. Seine ungefähre Zusammensetzung ist:

SiO_2 mehr als 70 Gew.-%, B_2O_3 weniger als 10 Gew.-%, Al_2O_3 weniger als 10 Gew.-% und Na_2O weniger als 10 Gew.-%.

Bei der Verwendung von Glaspulver werden die keramischen Tabletten zusammen mit Glaspulver auf z.B. 1473 K erhitzt und 2 h bei dieser Temperatur gehalten. Die hierbei brauchbaren Temperaturen liegen in dem Bereich zwischen ca. 1423 K und 1523 K. Danach wird langsam auf Raumtemperatur abgekühlt (mit einer Abkühlrate von ca. $0,5^\circ\text{C}/\text{min.}$). Das Glaspulver schmilzt zu einem gleichmäßigen Glasfluß zusammen, der in erstarrtem Zustand die Tabletten umhüllt und miteinander verbindet. Die Qualität des Blockes hängt von der Qualität der Vermischung von Tabletten und Glaspulver ab, sowie auch von der Art des verwendeten Glases selbst. Folgende Verfahrensweisen stellen die erforderliche Qualität der Mischung sicher:

- Einfüllen der Tabletten in den Tiegel, Verdichten der Schüttung durch Vibrieren, Einfüllen des frei fließenden Glaspulvers unter Vibrieren.

- 12 -

- Mischen von Tabletten und Glaspulver außerhalb des Tiegels und gemeinsame Einfüllung der Mischung, Verdichten durch Vibrieren oder Pressen.

- Getrenntes, gleichmäßiges Einfüllen von Tabletten und Glaspulver unter Vibrieren. Das Einvibrieren kann auch unter Vakuum erfolgen.

In allen drei Fällen werden die gegenüber der Schüttdichte des Glaspulvers spezifisch schwereren keramischen Tabletten so verdichtet, daß das Behältervolumen in bezug auf die keramischen Tabletten voll ausgenutzt wird.

Die so eingebrachte Mischung kann vor oder während des Niederschmelzens mit Glaspulver überschichtet werden. Auf diese Weise bildet sich eine tablettenfreie Deckschicht aus Glas. Das verwendete Glas ist ein Alkaliborosilikatglas mit höchster chemischer Resistenz. Sein Transformationsbereich liegt bei 840 K bis 1370 K. Seine Viskosität ist 10^4 Pa sec bei 1373 K. Mit diesem Glas können keramische Tabletten, die die oben genannten radioaktiven Abfälle einzeln oder im Gemisch enthalten, bzw. als Mischung der die jeweiligen radioaktiven Abfälle einzeln enthaltenden keramischen Tabletten verfestigt werden.

Versuche mit anderen Borosilikatgläsern, wie sie z.B. bisher für die Verfestigung hochradioaktiver, flüssiger Abfälle benutzt wurden (A), oder sogenannte Lötgläser (B), zeigten, daß diese Glasarten als Ma-

-13-

trix-Material nicht geeignet sind. Blöcke aus erstgenanntem Glas (A) sind nicht rißfrei zu tempern; letztere Gläser (B) neigen dazu, mit den keramischen Tabletten zu reagieren.

Tabletten mit einer niedrigeren Dichte als die der Glasschmelze steigen in der Glasschmelze nach oben. Mit Hilfe eines Niederhalters, der bis unter die Glasoberfläche eintaucht, wird die Entmischung von Tabletten und Glasschmelze verhindert. Als Material für die Schmelztiegel und die Niederhalter eignen sich vor allem oxidische und andere Keramiken, u.U. auch Graphit. Die Schmelztiegel können ferner als Kokille gebaut sein, aus der sich der Block entformen läßt. Erforderlichenfalls kann der Block auf diesem Weg in einen für die Zwischen- oder Endlagerung zweckmäßigeren Behälter umgesetzt werden.

Statt der Glasmatrix kann zur Herstellung eines Blockes auch eine mineralische Matrix benutzt werden. Sie läßt sich aus einem Gemisch von SiO_2 (50 - 70 %), Al_2O_3 (15- 35 %) und MgO (10- 30 %) herstellen. Am zweckmäßigsten wird die Zusammensetzung SiO_2 51,4 Gew.-%, Al_2O_3 34,8 Gew.-% und MgO 13,8 Gew.-% gewählt. Diese entspricht dem alumosilikatischen Mineral Cordiorit. Zur Verbesserung der Sinterfähigkeit kann noch anderes silikatisches Material, wie z.B. Kalifeldspat, in Mengen von 5 bis 20 Gew.-% zugesetzt werden. Die Pulvereigenschaften der Ausgangsstoffe sind so gewählt, daß sie ohne Bindemittel mit den keramischen Tabletten bei ca. 1573 K gesintert werden können. Dazu wird das Gemisch aus den

- 14 -

o.g. Oxiden und den keramischen Tabletten, wie oben beschrieben, in den Sintertiegel eingebracht. Die Sinterkörper sind poren- und rißfrei. Die brauchbaren Sintertemperaturen liegen in dem Bereich zwischen ca. 1523 K und 1623 K.

Das Matrix-Material kann vor der Mischung mit den Tabletten speziell vorbehandelt und aufbereitet sein, z.B. vorgemischt, nachgemahlen, granuliert und/oder wärmebehandelt, um seine Verarbeitbarkeit zu optimieren.

Das Volumenverhältnis Tabletten zu kontinuierlicher Matrix beträgt vorteilhafterweise bei:

Glasmatrix:	ca. 0,8
Oxidisch-mineralischer Matrix:	ca. 0,5

Mit der Erfindung werden folgende Vorteile erreicht:

- Anstelle loser Schüttung von keramischen Tabletten mit den oben genannten radioaktiven Abfällen kommen kompakte Blöcke zum Transport bzw. zur Endlagerung. Damit ist das Verstreuen der Tabletten bei einer Beschädigung der Transport- bzw. Lagerbehälter ausgeschlossen.
- Die keramischen Tabletten mit den oben genannten radioaktiven Abfällen sind mit einer fast aktivitätsfreien Glas- oder Mineralschicht überzogen. Dadurch wird kurzzeitig der Angriff wäßriger Lösungen auf das radioaktive Verfestigungsprodukt in einem Störfall verhindert; langfristig wird der Angriff erheblich verzögert.

- 15 -

- Im Falle der Beschädigung des Blocks sind nur die in der Bruchfläche freiliegenden Flächen der keramischen Tabletten dem Angriff wäßriger Lösungen ausgesetzt, anstelle der gesamten Tablettenoberfläche im Falle einer Tablettenschüttung.
- Durch die gewählte Art des Einfüllens wird eine optimale Nutzung des Behältervolumens in bezug auf die keramischen Tabletten erreicht.
- Die Wärmeableitung aus den kompakten Blöcken ist durch das Matrix-Material erhöht.

Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren zu kompakten Blöcken zu verfestigenden keramischen Tabletten können folgende Zusammensetzung aufweisen:

- a) Al_2O_3 (57,6 - 69,6 Gew.-%) + SiO_2 (10,4 - 22,4 Gew.-%) + Radioaktiver Abfall (20 Gew.-%),
vorzugsweise $\text{Al}_2\text{O}_3 : (\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2) = 0,72 - 0,87$;
- b) Kaolin (55,0 - 70,0 Gew.-%) + Bentonit (15,0 - 25 Gew.-%) + Radioaktiver Abfall (5- 25 Gew.-%),
vorzugsweise: Kaolin 60 % + Bentonit 20 % +
Radioaktiver Abfall 20 Gew.-%
Bentonitsorte: Kärlicher Bentonit;
- c) Feldspat (20 Gew.-%) + Quarz (20 Gew.-%) + Kaolin (40 Gew.-%) + Radioaktiver Abfall (20 Gew.-%).

- 16 -

Im folgenden wird die Erfindung anhand zweier Durchführungsbeispiele näher erläutert.

Beispiel 1:

Glas-Matrix

Es wurden ca. 120 Keramiktabletten (mit 20 Gew.-% Feedklärschlamm; Tabletten-Volumen ca. 4 ml) gemeinsam mit Glaspulver (Schott-Nr. 2877) in einen keramischen Tiegel (Volumen ca. 1,2 l) unter Vibrieren eingefüllt. Der so vorbereitete Tiegel wurde in einen Sinter-Ofen gestellt und in 3 Stunden auf 1473 K aufgeheizt. Nach einer Haltezeit von ca. 1 h bei 1473 K wurde Glaspulver nachgefüllt, um die entstandenen Hohlräume zu füllen. Dann wurde für ca. 0,5 h die Temperatur auf 1503 K erhöht. Danach wurde der Tiegel im Ofen mit ca. 0,5^oC/min. auf Raumtemperatur abgekühlt.

Ergebnis:

Es wurde ein kompakter, praktisch hohlraumfreier und rißfreier Block erhalten; in dem die Keramiktabletten vollständig und unzertrümmert in der Glasmatrix eingebettet waren, wie Schliffbilder aufzeigten.

Beispiel 2:

Oxidisch-mineralische Matrix:

Es wurden mehrere Keramiktabletten (mit 20 Gew.-%

- 17 -

Feedklärschlamm; Tabletten-Volumen ca. 2,5 ml) gemeinsam mit dem keramischen Rohmaterial (Zusammensetzung wie Cordiorit, zusätzlich 12 Gew.-% Kalifeldspat) und Vibrieren in einen keramischen Tiegel eingefüllt (Volumen ca. 0,1 l). Der so vorbereitete Tiegel wurde in einen Sinter-Ofen gestellt und in 3 h auf 1573 K aufgeheizt und bei dieser Temperatur weitere 2 h gehalten. Danach wurde der Tiegel im Ofen mit ca. 1°C/min. auf Raumtemperatur abgekühlt.

Ergebnis:

Es wurde ein kompakter, riß- und porenfreier keramischer Block erhalten, in dem die Keramiktabletten vollständig und unzertrümmert in der Matrix enthalten waren. Die Schrumpfung des Blockes während des Sinterns betrug ca. 35 Vol.-%.