

Band 1.3E2

Anlage 16

Ableitung des freien Wassergehalts des aufgehaldeten
Rückstands als Eingangsparameter der
Haldenwasserbilanz

Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Hattorf (Haldenerweiterung Hattorf) – Phase 2

Ableitung des freien Wassergehalts des aufgehaldeten Rückstands als Eingangsparameter der Haldenwasserbilanz

Vorhabenträger:

K+S Minerals and Agriculture GmbH
Werk Werra, Standort Hattorf
Hattorfer Straße
36269 Philippsthal



Verfasser:

Christian Artschwager
Hanka Poppitz
Abteilung Umwelt- und Genehmigungsverfahren
K+S Minerals and Agriculture GmbH
Werk Werra
Hattorfer Straße
36269 Philippsthal



Christian Artschwager



Hanka Poppitz

Impressum

Fassung vom 01.06.2021

Ansprechpartner: Hanka Poppitz

Telefon: 06620 79 2046

Fax: 06620 79 4004

E-Mail: hanka.poppitz@k-plus-s.com

Web: www.kpluss.com



Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|-----------|
| 1. Anlass | 4 |
| 2. Begriffsdefinitionen | 4 |
| 3. Zusammensetzung des aufgehaldeten Rückstands und relevante Prozesse nach Ablagerung | 6 |
| 4. Betrachtungen von IBeWa zum Haftwassergehalt von Haldenmaterialien (Anlage 2) | 9 |
| 5. Ableitung des freien Wassergehalts zur Berücksichtigung in der Haldenwasserbilanz | 10 |
| 6. Abgleich mit Ergebnissen der Haldenbohrungen Hattorf und Wintershall | 11 |
| 7. Unterlagen | 15 |
| 8. Anlagen..... | 15 |

1. Anlass

Ein relevanter Eingangsparameter zur Ermittlung des Haldenwasseranfalls und der Restinfiltration ist der aufhaltungsbedingte Beitrag aus der anhaftenden Feuchte des Rückstands (restfeuchtebedingter Haldenwasseranfall). In der Vergangenheit wurde im Genehmigungsverfahren zur Haldenerweiterung Hattorf ein freier Wassergehalt von 3,5 % berücksichtigt. Im Rahmen des Genehmigungsverfahrens für die Haldenerweiterung Wintershall wurde im Sinne eines konservativen Ansatzes das freie Wasser in Höhe der Restfeuchte des Rückstands von rd. 4 % ohne Berücksichtigung des Haftwassers angesetzt, und der Restinfiltration im Anschüttungsbereich der Erweiterung an die Bestandshalde zugeschlagen.

Um denjenigen für die Haldenwasserbilanz relevanten Anteil der Restfeuchte zu ermitteln, der als freier Wassergehalt in die Berechnungen eingeht, und die vorgenannten Betrachtungen weiter zu konkretisieren, wurden, wie bereits im RBP WI-27/12, Bd. 1.1, Anhang 2, angekündigt, ergänzende Analysen und Betrachtungen vorgenommen. Diese basieren einerseits auf den im Rahmen der Haldenbohrungen an den Standorten Hattorf und Wintershall gewonnenen Daten, welche durch die IBeWa Ingenieurpartnerschaft für Bergbau, Wasser und Deponietechnik (Im Folgenden: IBeWa) im Hinblick auf das Retardationsvermögen des Rückstands ausgewertet wurden, und andererseits auf der verbesserten Datenlage, die sich aus der regelmäßigen Messung der Restfeuchte des frischen Rückstands mittels Karl-Fischer-Titration gem. NB 4.2.1.5 des PFB vom 10.09.2020 (34 HEF 76 d 40-11-325-34/496) ergibt. Eine vergleichbare regelmäßige Messung findet parallel seit November 2020 auch am Standort Hattorf statt. Im Ergebnis dieser ergänzenden Betrachtungen wurde der freie Wassergehalt als Eingangsparameter der Haldenwasserbilanz abgeleitet. Die Herleitung wird nachfolgend dargelegt.

2. Begriffsdefinitionen

Nachfolgende Begrifflichkeiten finden in dieser Unterlage im Zusammenhang mit der Ermittlung des freien Wassergehalts Anwendung. Weitergehende Definitionen und Erläuterungen enthält das Glossar in Anlage 2.

| | |
|--|--|
| Haftwasser (-gehalt) w_{HW} | Anteil des im Porenraum enthaltenen Wassers (H_2O), das unter Luftdruckbedingungen (Atmosphärischer Druck) gegen die Schwerkraft gehalten wird (nicht entwässerbarer, mobiler Anteil), adsorptiv und/oder kapillar gebunden Bestimmungsmethode Wassergehalt: Karl-Fischer-Titration (Methode K+S 0785.02) |
| Freies Wasser/ freier Wassergehalt (w_{FW}) | Entwässerbarer (mobiler) Anteil des im Porenraum enthaltenen Wassers. Bilanzwirksamer Parameter der Haldenwasserbilanz. Ermittelt als Differenz aus Porenwasser↑- und Haftwassergehalt↑: $w_{FW} = w_{WW} - w_{HW}$ |

| | |
|--------------------------|---|
| Porenwasser (w_w) | <p>Gesamtes im Porenraum der Rückstände enthaltenes Wasser, Summe aus Haftwasser↑ und freiem Wasser/Wassergehalt↑. Das Wasser ist nicht chemisch gebunden.</p> <p>Bestimmungsmethode: Karl-Fischer-Titration (Methode K+S 0785.02)</p> <p>Synonyme: Wassergehalt, Wassergehalt nach Karl Fischer (s. Anlage 1), in-situ-Wassergehalt (w_{ow}; = Porenwassergehalte, ermittelt an Bohrkernmaterial der Haldenbohrungen)</p> |
| Restfeuchte | <p>Wassergehalt der Rückstandsströme bei Aufhaltung, in der betrieblichen Praxis i.d.R. bestimmt durch Trocknung bei 105°C. Aufgrund der methodenbedingten teilweisen Freisetzung von Kristallwasser während der Trocknung ist die Angabe nicht geeignet als Eingangsparameter der Haldenwasserbilanz (vgl. auch Tabelle 1); daher erfolgten ergänzende Bestimmungen des Porenwassergehalts↑ mittels Karl-Fischer-Titration.</p> <p>Die Restfeuchte der Rückstände (ermittelt durch Trocknung bei 105°C) beträgt an den Standorten Hattorf und Wintershall rd. 4 - 6 Ma.-%. Für den Standort Wintershall besteht gemäß des planfestgestellten RBP 27/12 als Bestandteil des Vorsorge- und Schutzkonzeptes im Hinblick auf Schüttausläufer die Vorgabe, Rückstände mit einer Restfeuchte von > 7°Ma.-% ausschließlich auf dem Haldentop aufzubringen und nicht über die Flanke abzuwerfen. Daher wird die Restfeuchte kontinuierlich überwacht.</p> |
| Kristallwasser | <p>Mineralogisch in den Rückstand eingebundenes Wasser. Unterscheidung zwischen schwach gebundenem (z.B. an Glaubersalz) und stark gebundenem Kristallwasser (z.B. an Kieserit). Ersteres wird unter Analysebedingungen bereits bei Trocknung bei 105°C freigesetzt, weshalb diese Methode zur Bestimmung des Porenwassergehalts ungeeignet ist. Stark gebundenes Kristallwasser wird erst bei der Glühverlustbestimmung bei 55°C erfasst.</p> <p>Der Kristallwasseranteil wird als Differenz aus Gesamtwasser↑ und Porenwassergehalt↑ ermittelt.</p> |
| Gesamtwasser (-gehalt) | <p>Summe aus Porenwasser↑ und Kristallwasser↑. Bestimmung durch Trocknung bei 550°C (Glühverlustbestimmung).</p> |

Hinweis: In Band 3.17 bzw. 3.15 der Antragsunterlagen zur Haldenerweiterung Hattorf und Wintershall wird, von der hier vorgenommenen Definition abweichend, zwischen Glühverlust und Gesamtwassergehalt unterschieden, wobei ersterer sich auf die Feuchtmasse bezieht und letzterer auf die Trockenmasse umgerechnet wurde.

Alle Angaben erfolgen hier, sofern nicht anders angegeben, zur Vergleichbarkeit in Masse-% (Ma.-%) mit Bezug auf die Feuchtmasse der Originalsubstanz. Es handelt sich dabei jeweils um H₂O. Im Rückstand liegt die anhaftende Feuchte in der Regel jedoch als Lösung vor, was über einen Aufsalzungsfaktor separat in der Haldenwasserbilanz berücksichtigt ist.

3. Zusammensetzung des aufgehaldeten Rückstands und relevante Prozesse nach Ablagerung

Abbildung 1 zeigt die mineralogische Zusammensetzung der Rückstände zur Aufhaldung auf den Halden Hattorf und Wintershall. Mit Ausnahme des Kieserits sowie des am Standort Hattorf in geringer Menge vorhandenen Carnallits umfasst der frische Rückstand keine kristallwasserhaltigen Phasen. Der trockene ESTA-Rückstand wird zur Vermeidung der Staubbildung bei Aufhaldung an beiden Standorten angefeuchtet; die Rückstände aus der Nassaufbereitung verfügen aufbereitungsbedingt jeweils über eine Restfeuchte.

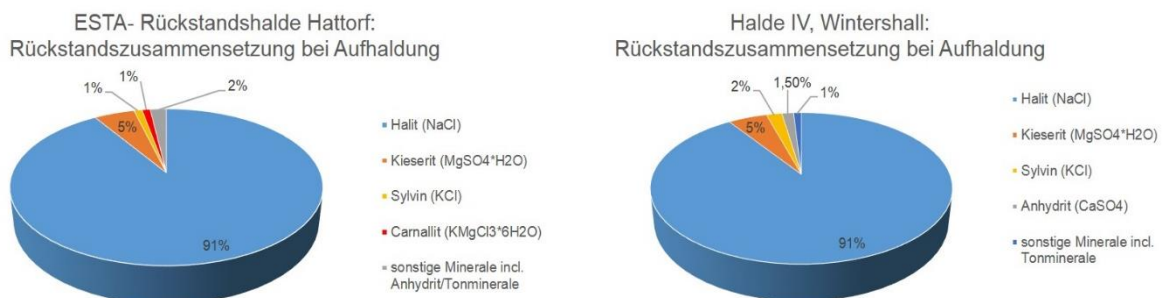


Abbildung 1 mineralogische Rückstandszusammensetzung der Standorte Hattorf und Wintershall zur Aufhaldung auf der ESTA-Halde Hattorf und der Halde IV, Wintershall (Quelle: /1/, /2/).

Seit Herbst 2020 erfolgt zweimal wöchentlich die Bestimmung des Porenwassergehalts ($w_{W, \text{Abwurf}}$) an Proben des frisch geschütteten Rückstandsmaterials der Halden Hattorf und Wintershall mittels Karl-Fischer-Titration; am Standort Wintershall gem. NB 4.2.1.3. Aus den Daten in Anhang 1 ergibt sich ein Mittelwert des Porenwassergehalts von 4,8 Ma.-% für Hattorf (3,4 - 6,8 Ma.-%; N= 38) und 5,3 Ma.-% für Wintershall (4,1 - 6,5 Ma.-%; N = 57). In Summe über beide Standorte ergibt sich ein Mittelwert von 5,1 Ma.-% (3,4 – 6,8%; N= 95). Für die Betrachtungen im Rahmen der Haldenwasserbilanzierung wird ein ganzzahliger Wert von 5 Ma.-% angesetzt.

Eine ergänzende, exemplarisch durchgeführte Bestimmung des Gesamtwassergehaltes am 28.04.2021 an den Rückstandsproben beider Standorte ergab die in Tabelle 1 dargestellten Werte (siehe Anlage 3). Anhand der Daten kann durch Differenzbildung aus den Ergebnissen zu Gesamtwasser und Porenwasser aus der Ermittlung des Glühverlustes und der Karl-Fischer-Titration ein Kristallwassergehalt der Rückstände von 1,7 Ma.-% (HA) bzw. 1,8 Ma.-% (WI) ermittelt werden. Der Rückstand enthält gem. Abbildung 1 u.a. rd. 5% hydratisierungsfähigen Kieserit. Aus der einschlägigen Literatur und früheren Untersuchungen ist bekannt, dass die Hydratisierung des Kieserits (in Abhängigkeit von dessen Aufschlussgrad) sehr schnell ablaufen kann, und ggf. bereits im Zeitraum zwischen Probenahme und Feuchtebestimmung bzw. im Zuge der Probenvorbereitung für Laboranalysen erfolgt. Dies kann zur Überschätzung des Kristallwassergehalts der frischen Rückstände am Abwurf führen (Bildung von Hexahydrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) oder Epsomit ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) unter Einbindung von Wasser).

Tabelle 1 Ergebnisse der exemplarischen Glühverlustbestimmung sowie der Karl-Fischer-Titration und Trocknung bei 105°C am 28.04.2021, Angaben in Ma.-%

| Standort | Porenwasser | Poren- und anteilig Kristallwasser | Gesamtwasser | Kristallwasser |
|--|--|---|--|---|
| | Karl-Fischer- Titration K+S 0785.02* | Trocknung 105°C (DIN EN 12880 (S2a)) | Glühverlustbestimmung/ Trocknung 550°C (K+S 0087.05) | berechnet (Differenz Gesamtwasser – Porenwasser) |
| BG | 0,1 Ma.-% | 0,1 Ma.-% | 0,1 Ma.-% | [-] |
| Hattorf, Abwurf | 4,4 | 5,3 | 6,1 | 1,7 |
| Wintershall, Abwurf¹ | 6,1 | 6,5 | 7,9 | 1,8 |

Nach Ablagerung der Rückstände finden gemäß /2/ folgende Prozesse im Rückstand statt:

- Rekristallisation des Rückstands unter der Einwirkung der anhaftenden Feuchte (Zeitverfestigung, Bildung fester Krusten, maßgeblich in den ersten Tagen nach Ablagerung),
- Chemische Alteration, d.h. Hydratisierung von Anhydrit und Kieserit (Einbindung von Kristallwasser) sowie Bildung von kristallwasserhaltigen Sekundärphasen unter dem Einfluss der anhaftenden Feuchte sowie ggf. zudringender Niederschläge (z.B. Astrakanit ($\text{Na}_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), Kainit ($\text{KMg}(\text{Cl}|\text{SO}_4) \cdot 2,75\text{H}_2\text{O}$), Schönit ($\text{K}_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) oder Leonit ($\text{K}_2\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)),
- Lösungsprozesse und Ausbildung bevorzugter Wegsamkeiten in Folge der Niederschlagseinwirkung,
- Entstehung eines oberflächennahen Bereichs, der durch intensive Lösung an Wertstoff-Restgehalten selektiv abgereichert ist, und an dessen Oberfläche sich schwer- und unlösliche Phasen anreichern,
- Umlagerungsprozesse entlang der Sickerstrecken sowie Fällung von (ggf. kristallwasserhaltigen) Mineralphasen bei Wechsel der Umgebungsbedingungen, was zu einem Verschluss von Wegsamkeiten führen kann,

¹Maßgeblich ist der aus Anlage 3 entnommene Wert „mit Befeuchtung“, da er den Wert nach erfolgter Befeuchtung unmittelbar am Abwurf des Absetzers repräsentiert.

- Setzungs- und Kompaktionsprozesse des Rückstands unter Eigenlast, und damit einhergehend eine Verringerung des Porenvolumens,
- Gravitativer Austrag des Porenwassers, sofern das Rückhaltevermögen des Rückstands überschritten ist.

Die vorgenannten Prozesse finden zeitgleich statt und beeinflussen sich gegenseitig. Im Hinblick auf die Entwicklung des Porenwassergehalts des Rückstands kann der Ablauf der Alterationsprozesse grundsätzlich wie folgt beschrieben werden (vgl. auch Kap. 6): Der Rückstand wird mit einem Porenwassergehalt ($w_{W,Abwurf}$) von 5 % aufgehaldet. Mit der Aufhaldung setzen die Rekristallisation, die chemische Alteration und die Kompaktion des Rückstands ein; gleichzeitig beginnen sich unter Niederschlagseinfluss von der Oberfläche her bevorzugte Wegsamkeiten auszubilden. Der oberflächennahe Rückstand wird dabei besonders intensiv durch Lösungsprozesse beeinflusst, und der Kieserit bzw. seine Hydrate oder neu gebildeten Sekundärphasen werden dort direkt aufgelöst, so dass oberflächennah der Gesamtwassergehalt hauptsächlich durch das Porenwasser bestimmt wird. Es bilden sich durch die Auflösung miteinander verbundene Grobporen, durch die das Wasser rasch abfließen kann. Aufgrund der zeitgleichen Kompaktion des Rückstands, die zu einer mit der Tiefe zunehmenden Dichte und annähernd konturparallelen Dichtezonierung sowie abnehmenden Porosität und Permeabilität innerhalb der Halde führt, werden die in die Halde eindringenden Wässer nach außen abgeleitet. Es bildet sich ein intensiv durchströmter Mantelbereich und eine Übergangszone, in der vereinzelte Wegsamkeiten bestehen. Die Bereiche, die durch eine rasche Übersättigung nicht oder nur kurzzeitig mit dem Niederschlag in Kontakt kommen, sind dagegen maßgeblich durch die Kompaktion und die chemischen Wechselwirkungen geprägt, hier entstehen kristallwasserhaltige Sekundärphasen, die mangels lösungswirksamen Niederschlag erhalten bleiben. Die Porosität der Bereiche im Haldeninneren wird durch die Kompaktion verringert und z.T. durch die Sekundärphasen verschlossen. In Abhängigkeit vom Retardationsvermögen des Rückstands verbleibt ein Teil der anhaftenden Feuchte als Haftwasser im Porenraum, der Rest fließt, der Schwerkraft folgend, ab, sofern Wegsamkeiten vorhanden sind.

Die vorgenannten Prozesse haben folglich in verschiedener Weise Auswirkungen auf den Porenwassergehalt innerhalb des Rückstands. Maßgeblich für dessen Veränderung mit zunehmender Ablagerungsdauer und damit für die Ableitung der Eingangsdaten der Haldenwasserbilanz ist das Retardationsvermögen des Rückstands. Zwar führt auch die Wechselwirkung zwischen Porenraum und Rückstand in Form der Einbindung von Porenwasser durch Hydratisierung und Bildung von Sekundärphasen zu einer Reduzierung des Porenwassergehalts, da diese jedoch zum jetzigen Zeitpunkt nicht eindeutig quantifizierbar ist, wird sie im Rahmen der Betrachtungen zur Haldenwasserbilanz außer Acht gelassen. Es werden

zur Beschreibung des Retardationsvermögens des Rückstands ausschließlich die Prozesse im Porenraum in den Fokus genommen. Das nachfolgend dargestellte Retardationsvermögen kann daher als konservative Annahme bei der Aufstellung der Haldenwasserbilanz betrachtet werden.

4. Betrachtungen von IBeWa zum Haftwassergehalt von Haldenmaterialien (Anlage 2)

Die in Anlage 2 dargestellten Ausführungen zum Haftwassergehalt von Haldenmaterialien nehmen die Prozesse innerhalb des Porenraums des Rückstands in den Blick. Ziel ist die Ermittlung des Haftwassergehalts, der als Teil des Porenwassers im Porenraum des Rückstands gegen die Schwerkraft gehalten wird und somit nicht bilanzwirksam ist.

Die zu Grunde liegenden Untersuchungen waren bereits im Rahmen der 2013/14 niedergebrachten Haldenbohrungen an den Standorten Hattorf und Wintershall erfolgt und die Ergebnisse für den Standort Wintershall sind in /2/ enthalten. Die damaligen Untersuchungsergebnisse wurden in 2021 im Hinblick auf die hiesige Fragestellung durch die IBeWa ausgewertet. Die angewandte Methodik und die Ergebnisse im Einzelnen sind Anlage 2 zu entnehmen.

Maßgeblich für die nachfolgenden Ausführungen ist die Abbildung 4-1 der Anlage 2, die hier zur besseren Übersicht als Abbildung 2 wiedergegeben wird.

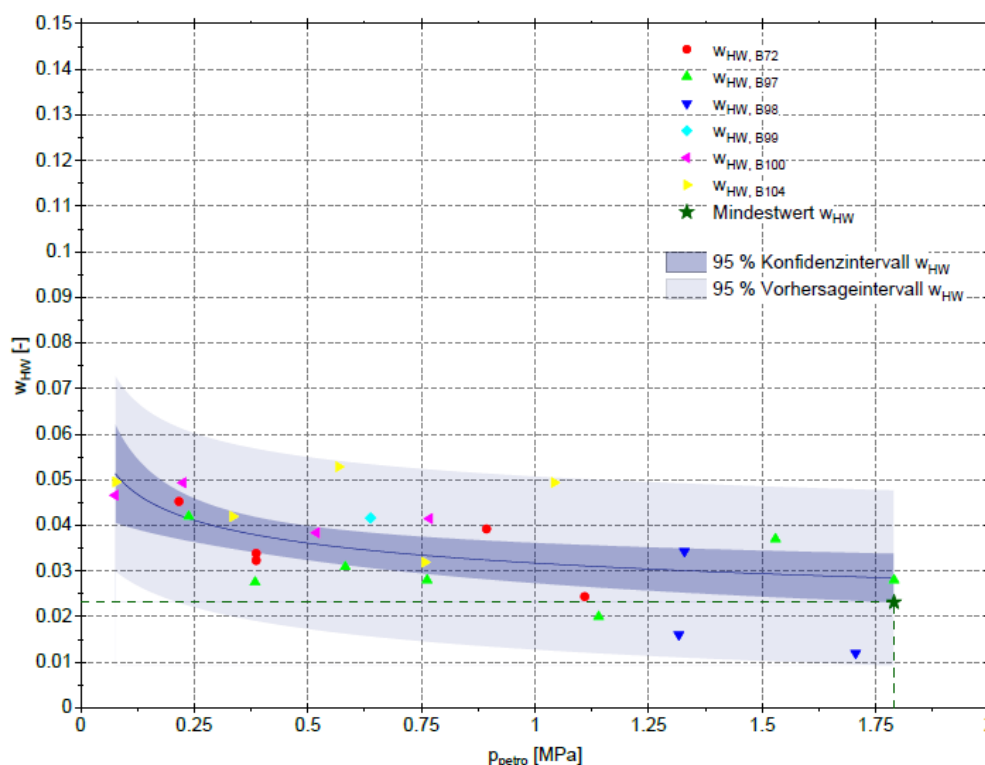


Abbildung 2 **Abbildung 4-1 aus Anlage 2 (IBeWa (2021:15)):** Darstellung der ermittelten Haftwassergehalte in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck.

Die hier dargestellten, versuchstechnisch ermittelten Haftwassergehalte in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck zeigen eine Reduzierung mit zunehmender Teufe. Maßgeblich für die hier in Rede stehende Frage nach dem Retardationsvermögen des Rückstands und dem bilanzwirksamen freien Wassergehalt ist das Material im abgelagerten Zustand nach erfolgter Kompaktion, da, wie vorstehend erläutert, der Porenraum durch die Kompaktionsprozesse verkleinert wird, und die Alterationsprozesse innerhalb des Rückstands dort weitestgehend abgelaufen sein dürften (vgl. dazu auch Abbildung 5). Mit zunehmendem Druck deutet sich in der Grafik eine asymptotische Annäherung des Haftwassergehalts an einen Wert zwischen 0,025 und 0,030 an (siehe Abbildung 2). Der asymptotische Verlauf ist über die endliche Kompaktion des Rückstands und die im Bohrlochtiefsten der Haldenbohrungen bereits erreichten Dichten von $> 1,9 \text{ g/cm}^3$ bis maximal $2,1 \text{ g/cm}^3$ theoretisch begründbar.

Um eine Überschätzung des Haftwassergehalts innerhalb des Rückstands zu vermeiden, wird aus den Messwerten ein Mindestwert des Haftwassergehalts anhand der unteren Grenze des Konfidenzintervalls abgeleitet. Dieser liegt bei 0,023, entsprechend 2,3 Ma.-% (IBeWa (2021: 16)) und gilt für einen petrostatischen Druck der Überdeckung bis rd. 1,79 MPa.

Ergänzend erfolgt in Anlage 2 ein Abgleich zwischen initialem Wassergehalt am Anfang der Untersuchungen zur Lösungspemeabilität (d.h. vor Aufsättigung des Probenkörpers) und dem Haftwassergehalt (w_{HW}) am Ende der Untersuchungen. Dieser repräsentiert den maximal möglichen Haftwassergehalt der untersuchten Probe. Dessen Ergebnisse sind in Abbildung 4-3 der Anlage 2 dargestellt. Die festgestellte Erhöhung der Haftwassergehalte gegenüber dem initialen Wassergehalt „bedeutet, dass die Proben unter in situ-Bedingungen nicht bzw. nur teil-/zeitweise durch den Sickerprozess im Haldenkörper beeinflusst wurden“ (IBeWa (2021: 18)). Eine Ausnahme bildet der Einzelwert aus B98/2013-HA in einer Teufe von rd. 9 m, der als Ausreißer gewertet wird und im niederschlagsbeeinflussten Haldenmantelbereich zu verorten ist.

5. Ableitung des freien Wassergehalts zur Berücksichtigung in der Haldenwasserbilanz

Wie eingangs dargestellt, liegt der **Porenwassergehalt bei Aufhaldung ($w_{\text{W, Abwurf}}$)** im Mittel aller Beprobungen beider Standorte bei rd. **5,0 Ma.-%**. Dieser Wert wird den Haldenwasserbilanzen beider Standorte zu Grunde gelegt.

Auf der Grundlage der vorstehend vorgestellten Ergebnisse von IBeWa (2021), die als untere Grenze der Haftwassergehalte einen Mindestwert von 0,023 entsprechend 2,3 Ma.-% angeben, wird der **Haftwassergehalt (w_{HW})** für die weiteren Betrachtungen zum Wasserhaushalt konservativ zu **2,0 Ma.-%** angesetzt.

Wie vorstehend ausgeführt, ist die Annahme eines Haftwassergehalts von 2,0 Ma.-% konservativ im Hinblick auf das Retardationsverhalten des Rückstands, da einerseits in den Versuchen teils deutlich höhere Haftwassergehalte nachgewiesen wurden, und andererseits die Wechselwirkung zwischen Porenraum und Feststoff (Einbindung von Kristallwasser) gänzlich außer Acht bleibt. Zusätzlich wird der von IBeWa (2021) konservativ ausgewiesene Mindestwert auf 2,0 Ma.-% abgerundet.

Somit ergibt sich ein **bilanzwirksamer freier Wassergehalt von $w_{fW} = 3,0$ Ma.-%** zur Verwendung in den weiteren Betrachtungen.

6. Abgleich mit Ergebnissen der Haldenbohrungen Hattorf und Wintershall

Im Zuge des Behördentermins am 21.04.2021 zu der hier gegenständlichen Thematik war ein Abgleich der Ergebnisse zum Haftwassergehalt mit den Ergebnissen der Haldenbohrungen Hattorf und Wintershall, konkret der teufenabhängigen Veränderungen der Wassergehalte aus Anlage 7.3 zu /1/ bzw. 8.3 zu /2/, gefordert worden. Dieser Forderung kommen wir mit nachfolgenden Erläuterungen nach.

Begleitend zu den Haldenbohrungen wurden an 249, über die Kernmärsche verteilten Proben Bestimmungen des Poren- und Gesamtwassergehalts durchgeführt. Davon liegen 113 Proben im Teufenbereich unterhalb 45 m. Ergänzend erfolgten auch Wassergehaltsbestimmungen durch Trocknung bei verschiedenen Temperaturen zum Vergleich mit vorliegenden betrieblichen Analysen. Es liegt demnach ein umfangreicher Datenfundus aus den Haldenbohrungen zur Bewertung der Strömungs-/ Retardationsprozesse im Haldenkörper vor. Wie vorstehend erläutert, ist die Differenz aus Gesamtwassergehalt und Porenwassergehalt ein Maß für den Kristallwassergehalt der Proben. Eine Zusammenstellung aller Ergebnisse der Bestimmung des Porenwassergehalts aus den Haldenbohrungen zeigt Abbildung 5-1 der Anlage 2.

Im Kontext der vorstehend vorgestellten Ergebnisse der IBeWa (2021) werden die daraus ersichtlichen Erkenntnisse exemplarisch anhand der nachfolgenden Abbildungen für Bohrung B99/2013 HA erläutert:

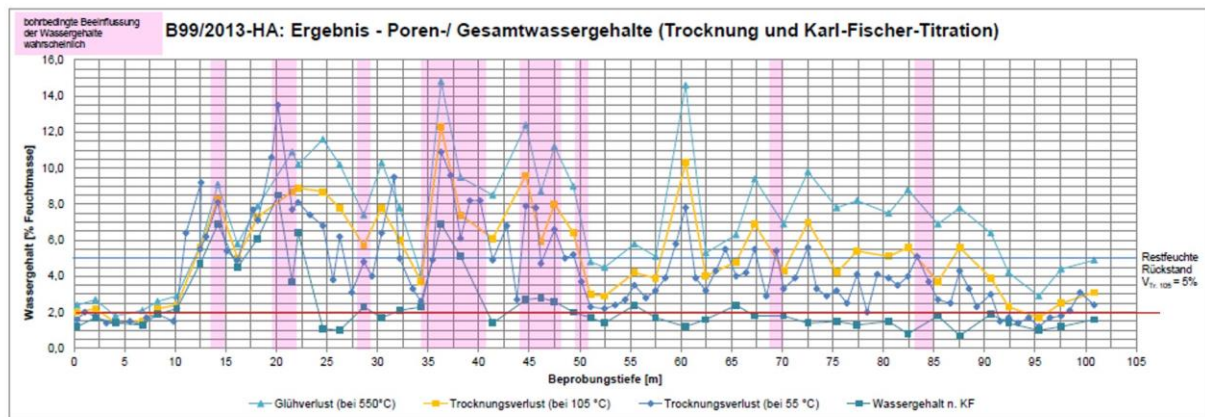


Abbildung 3 Ergebnisse der Wassergehaltsbestimmungen an Proben der Bohrung B99/2013-HA im Tiefenverlauf. Auszug aus Anlage 7.3 zu /1/.

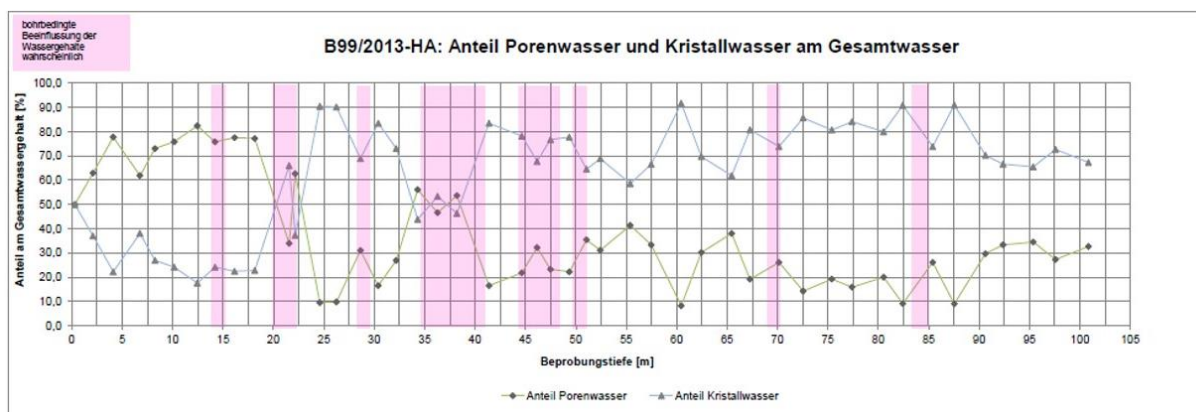


Abbildung 4 Anteile von Poren- und Kristallwasser, ermittelt anhand der Wassergehaltsbestimmungen an Proben der Bohrung B99/2013-HA im Tiefenverlauf. Auszug aus Anlage 7.3 zu /1/.

Die Porenwassergehalte (Abbildung 3, türkise Marker) liegen oberflächennah im Bereich von rd. 2 Ma.-%. Zur Tiefe hin schwanken die Werte im intensiv lösungsbeeinflussten Bereich des Haldenmantels zwischen rd. 10 und 40 m Teufe stark und liegen dann unterhalb von 45 m Teufe wiederum im Bereich von rd. 2 Ma.-% und teilweise darunter. Die geringen Porenwassergehalte im oberflächennahen Bereich bis rd. 10 m bei gleichzeitig geringem Gesamtwassergehalt markieren den vorstehend angesprochenen selektiv an Wertstoffrestgehalten verarmten Randbereich der Bohrung, der über rd. 17 Jahre dem Niederschlagsgeschehen ausgesetzt war (Tabelle 2-1 zu /1/). Ausweislich der Ergebnisse der chemischen und mineralogischen Untersuchungen (Anlage 7.4 und 8.3 zu /1/) besteht dieser Bereich aus Halit (NaCl) mit Beimengungen von Calciumsulfaten (bereits ganz oder teilweise zu Gips ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) hydratisierter Anhydrit(CaSO_4)), also einem Rückstand mit nur geringem Kristallwassergehalt und Hydratisierungspotential. Anhydrit und Gips reichern sich im Zuge der Lösungsprozesse gemeinsam mit anderen schwer- und unlöslichen Bestandteilen oberflächennah an. In diesem

Bereich dominieren lösungsbedingt weite Grobporen mit einem geringen Retardationspotential (siehe Abbildung 5, linkes Bild), durch die eindringendes Niederschlagswasser schnell abfließt. Der Bereich unterhalb von rd. 40 m Teufe zeigt wiederum Porenwassergehalte von unter bzw. um 2,0 Ma.-% an, d.h. die Werte sind ebenfalls gegenüber dem Wassergehalt bei Aufhaldung von rd. 5,0 Ma.-% reduziert. Im Unterschied zum randnahen Bereich liegen hier jedoch gleichzeitig hohe Gesamtwassergehalte vor (im Diagramm Abbildung 3: „Glühverlust (550°C)“), mit einem entsprechend hohen Anteil an Kristallwasser (siehe Abbildung 4). Verglichen mit dem exemplarisch ermittelten Gehalt von 6,1 Ma.-% (Tabelle 1) liegen die Werte in weiten Teufenbereichen höher. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen der chemischen und mineralogischen Untersuchungen und der Abbildung 5, rechtes Bild, ist für diesen Bereich auf hohe Kristallwassergehalte zu schließen, die wiederum auf die Bildung von Sekundärphasen (v.a. Kainit) zurückgeführt werden. Maßgeblich für die Porenwassergehalte, die unterhalb des von IBeWa ausgewiesenen Mindestwertes von 2,3 Masse-% liegen, sind daher die chemische Wechselwirkung zwischen Porenwasser und Rückstand und die eingangs beschriebenen Alterationsprozesse. Ein Teil des ehemals enthaltenen Porenwassers wurde als Kristallwasser im Zuge der Mineralreaktionen eingebunden. In diesem Kontext wird auch verständlich, warum in Abbildung 4-1 der Anlage 2 einzelne Werte unterhalb des ausgewiesenen Mindestwertes des Haftwassergehaltes liegen. Für diese, sämtlich im Haldenkern liegenden Werte ist davon auszugehen, dass sie aufgrund der mächtigen Überdeckung und fehlender Wegsamkeiten keinem Niederschlagseinfluss unterlagen. Die IBeWa kommt in ihrer Auswertung zu dem gleichen Schluss in Bezug auf den Vergleich der in situ-Wassergehalte (w_{ow}) in den Haldenbohrungen mit den Ergebnissen der Haftwasserversuche (w_{hw}): „Die in situ-Wassergehalte w_{ow} liegen größtenteils unter dem Mindestwert des Haftwassergehaltes von $w_{hw\ min} = 0,023$. Dies ist, ausgehend von den höheren Rückstandswassergehalten beim Abwurf, nur über die Einbindung der Wassergehaltsdifferenzen in kristallwasserhaltige Phasen zu erklären“ (IBEWA (2021:26). In Bezug auf die Abbildung 3 ist ferner festzuhalten, dass in dem Bereich um rd. 95 m Teufe mit geringem Gesamtwasser- und Porenwassergehalten ausweislich der Kristalloptik noch hydratisierungsfähiger Kieserit zur Verfügung steht, so dass davon auszugehen ist, dass hier der Porenwassergehalt bereits bei Einbau zu gering für eine vollständige Hydratisierung des Kieserits war (siehe Anlage 7.4.2 zu /1/). Zusätzlich zum Retardationspotential im Porenraum besteht hier noch weiteres Hydratisierungspotential, d.h. Retardationspotential durch Einbindung in kristallwasserhaltige Phasen.

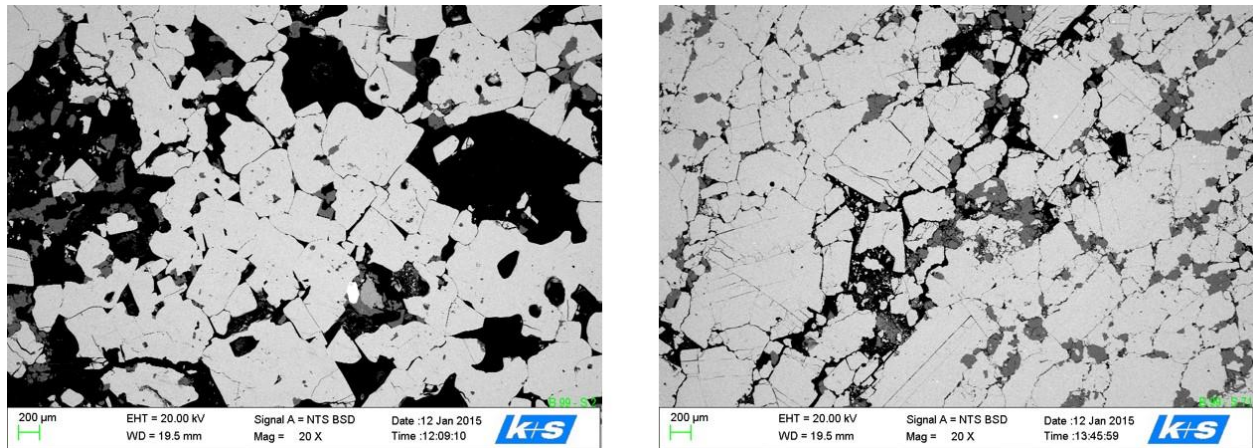


Abbildung 5 REM-Aufnahmen von Dünnschliffen der Bohrung B99/2013-HA, jeweils 20fache Vergrößerung (Quelle: Poppitz, 2021). Porenraum ist schwarz dargestellt, in hellem Grau der Hauptbestandteil Halit; dunklere Graustufen: Nebengemengteile (links Anhydrit/Gips, rechts überw. Kainit). Links: Teufenbereich 2 m, intensiv lösungsbeeinflusster Bereich, dominiert von weiten Grobporen > 50µm; rechts: Teufenbereich 71 m, Rückstand stark kompaktiert, dominiert von Meso- und Mikroporen, mit zahlreichen Sekundärkristallisationen). Im mittleren Bereich des rechten Bildes liegt eine Schüttfläche / ehemalige Haldenoberfläche. Die ehemals vorhandene Wegsamkeit ist weitgehend durch Sekundärkristallationen verschlossen. Die Wirkung der Schüttfläche ist zudem selbst auf dieser Mikroebene offenbar lokal begrenzt.

In Übereinstimmung mit den Beobachtungen der IBeWa ist nach /1/ davon auszugehen, dass diese Bereiche unterhalb von rd. 40 m Teufe in der Bohrung B99/2013 HA keinem Niederschlagseinfluss unterlagen (Überdeckung, Verschluss von Wegsamkeiten durch Kristallisationen). So stellt IBeWa (2021: 21) den Zusammenhang zwischen der Reduzierung bevorzugter Wegsamkeiten und einer steigenden Überdeckung her und verweist ergänzend auf einen möglichen Einfluss der Konnektivität der Poren auf die Permeabilität. Zusammenfassend heißt es dort: „Die Reduzierung der Porosität (Abbildung 4-4) und der Permeabilität (Abbildung 4-5) werden als wesentliche Ursachen für die Reduzierung der in situ angetroffenen Wassergehalte und der ermittelten Haftwassergehalte mit zunehmendem petrostatischen Druck angesehen“. Dies wird durch die Gefügebilder in Abbildung 5 bestätigt.

7. Unterlagen

- /1/ Artschwager et al. (2014): Haldenkörperbohrung am Standort Hattorf. Band 3.17 der Antragsunterlagen „Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Hattorf (Haldenerweiterung Hattorf). RBP 04/09-HA, Fassung 05/2018. Philippsthal.
- /2/ Artschwager et al. (2018): Haldenkörperverhalten – Auswertung der Haldenkörperbohrung am Standort Wintershall unter Einbeziehung der Ergebnisse für den Standort Hattorf. Band 3.15 der Antragsunterlagen „Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Wintershall (Haldenerweiterung Wintershall).

8. Anlagen

- Anlage 1 Ergebnisse der Wassergehaltsbestimmung von Haldenrückstand
 Anlage 1a: Standort Hattorf (Nov. 2020 – April 2021)
 Anlage 1b: Standort Wintershall (Sept. 2020 – April 2021)
- Anlage 2 IBeWa (2021): Haftwassergehalt von Haldenmaterialien - Zusammenstellung vorliegender Erfahrungen für die Halden Hattorf und Wintershall. Freiberg
- Anlage 3 Prüfberichte AFZ vom 28.04.2021 (Rückstand Hattorf und Wintershall)

Anlage 1

Ergebnisse der Wassergehaltsbestimmung von
Haldenrückstand

Anlage 1a: Standort Hattorf (Nov. 2020 – April 2021)

Anlage 1b: Standort Wintershall (Sept. 2020 – April 2021)

Anlage 1a

Rückstände Halde HA (Abwurf)

| | |
|---------------|--------------|
| Prüfverfahren | K+S 0785.02* |
| Einheit | % |
| BG | 0,1 |
| | |
| Mittelwert | 4,8 |
| Median | 4,8 |
| Std.Abw. | 0,7 |
| RSD% | 14,9 |

| Probenahme- datum | Prüfauftrags- nummer | Wassergehalt nach Karl-Fischer |
|----------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 11.11.2020 | 204495 | 6,8 |
| 12.11.2020 | 204509 | 4,5 |
| 18.11.2020 | 204585 | 4,6 |
| 19.11.2020 | 204598 | 4,6 |
| 25.11.2020 | 204669 | 4,9 |
| 26.11.2020 | 204700 | 3,4 |
| 03.12.2020 | 204777 | 4,9 |
| 09.12.2020 | 204907 | 4,7 |
| 10.12.2020 | 204915 | 4,8 |
| 16.12.2020 | 204977 | 4,2 |
| 17.12.2020 | 204989 | 5,1 |
| 23.12.2020 | 205024 | 5,1 |
| 06.01.2021 | 210066 | 5,4 |
| 07.01.2021 | 210081 | 4,8 |
| 13.01.2021 | 210186 | 5,6 |
| 14.01.2021 | 210205 | 5,3 |
| 27.01.2021 | 210356 | 4,7 |
| 28.01.2021 | 210379 | 4,5 |
| 03.02.2021 | 210491 | 4,7 |
| 04.02.2021 | 210508 | 4,6 |
| 10.02.2021 | 210574 | 5,1 |
| 11.02.2021 | 210584 | 6,0 |
| 17.02.2021 | 210660 | 5,2 |
| 18.02.2021 | 210672 | 5,1 |
| 25.02.2021 | 210749 | 6,3 |
| 03.03.2021 | 210828 | 4,9 |
| 04.03.2021 | 210851 | 4,8 |
| 11.03.2021 | 211020 | 3,8 |
| 18.03.2021 | 211122 | 5,0 |
| 24.03.2021 | 211203 | 3,6 |
| 25.03.2021 | 211220 | 4,4 |
| 31.03.2021 | 211312 | 3,6 |

Rückstände Halde HA (Abwurf)

| | |
|---------------|--------------|
| Prüfverfahren | K+S 0785.02* |
| Einheit | % |
| BG | 0,1 |
| | |
| Mittelwert | 4,8 |
| Median | 4,8 |
| Std.Abw. | 0,7 |
| RSD% | 14,9 |

| Probenahme- datum | Prüfauftrags- nummer | Wassergehalt nach Karl-Fischer |
|----------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 01.04.2021 | 211326 | 5,4 |
| 07.04.2021 | 211371 | 4,1 |
| 14.04.2021 | 211458 | 4,1 |
| 15.04.2021 | 211475 | 4,4 |
| 22.04.2021 | 211618 | 5,9 |
| 28.04.2021 | 211728 | 4,4 |

Anlage 1b

Rückstände Halde 4 WI, Abwurf Pylonband

| | |
|---------------|--------------|
| Prüfverfahren | K+S 0785.02* |
| Einheit | % |
| BG | 0,1 |
| | |
| Mittelwert | 5,3 |
| Median | 5,2 |
| Std.Abw. | 0,5 |
| RSD% | 9,8 |

| Probenahme- datum | Prüfauftrags- nummer | Wassergehalt nach Karl-Fischer |
|----------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 16.09.2020 | 203667 | 4,9 |
| 17.09.2020 | 203679 | 4,6 |
| 23.09.2020 | 203760 | 4,2 |
| 24.09.2020 | 203767 | 5,9 |
| 30.09.2020 | 203867 | 4,7 |
| 01.10.2020 | 203886 | 4,7 |
| 07.10.2020 | 203988 | 4,1 |
| 08.10.2020 | 203998 | 5,0 |
| 14.10.2020 | 204080 | 5,3 |
| 15.10.2020 | 204092 | 4,8 |
| 21.10.2020 | 204138 | 5,2 |
| 22.10.2020 | 204159 | 5,1 |
| 28.10.2020 | 204240 | 4,6 |
| 29.10.2020 | 204265 | 5,1 |
| 04.11.2020 | 204341 | 5,2 |
| 05.11.2020 | 204369 | 5,4 |
| 11.11.2020 | 204494 | 4,7 |
| 12.11.2020 | 204508 | 4,7 |
| 18.11.2020 | 204584 | 4,6 |
| 19.11.2020 | 204597 | 5,6 |
| 25.11.2020 | 204668 | 5,1 |
| 26.11.2020 | 204699 | 5,2 |
| 02.12.2020 | 204776 | 6,2 |
| 03.12.2020 | 204797 | 5,5 |
| 09.12.2020 | 204906 | 5,5 |
| 10.12.2020 | 204914 | 6,0 |
| 16.12.2020 | 204976 | 5,7 |
| 17.12.2020 | 204987 | 5,2 |
| 06.01.2021 | 210065 | 5,6 |
| 07.01.2021 | 210080 | 4,9 |
| 13.01.2021 | 210185 | 5,6 |
| 14.01.2021 | 210204 | 6,1 |
| 20.01.2021 | 210284 | 5,1 |
| 21.01.2021 | 210301 | 4,9 |
| 28.01.2021 | 210385 | 6,5 |
| 03.02.2021 | 210490 | 4,9 |

Rückstände Halde 4 WI, Abwurf Pylonband

| | |
|---------------|--------------|
| Prüfverfahren | K+S 0785.02* |
| Einheit | % |
| BG | 0,1 |
| | |
| Mittelwert | 5,3 |
| Median | 5,2 |
| Std.Abw. | 0,5 |
| RSD% | 9,8 |

| Probenahme- datum | Prüfauftrags- nummer | Wassergehalt nach Karl-Fischer |
|----------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 04.02.2021 | 210493 | 4,7 |
| 17.02.2021 | 210661 | 6,1 |
| 18.02.2021 | 210673 | 5,7 |
| 24.02.2021 | 210742 | 4,9 |
| 25.02.2021 | 210750 | 5,1 |
| 03.03.2021 | 210829 | 4,9 |
| 04.03.2021 | 210852 | 4,8 |
| 10.03.2021 | 210959 | 5,1 |
| 11.03.2021 | 211019 | 5,6 |
| 17.03.2021 | 211105 | 5,5 |
| 18.03.2021 | 211121 | 5,6 |
| 24.03.2021 | 211202 | 5,2 |
| 25.03.2021 | 211219 | 5,4 |
| 31.03.2021 | 211309 | 5,4 |
| 01.04.2021 | 211325 | 5,5 |
| 07.04.2021 | 211370 | 5,7 |
| 14.04.2021 | 211457 | 5,6 |
| 15.04.2021 | 211476 | 5,2 |
| 21.04.2021 | 211590 | 6,1 |
| 22.04.2021 | 211617 | 5,9 |
| 28.04.2021 | 211727 | 6,1 |

Anlage 2

IBeWa (2021): Haftwassergehalt von Haldenmaterialien –
Zusammenstellung vorliegender Erfahrungen für die Halden
Hattorf und Wintershall. Freiberg

Haftwassergehalt von Haldenmaterialien - Zusammenstellung vorliegender Erfahrungen für die Halden Hattorf und Wintershall

Im Auftrag der: **K+S Minerals and Agriculture GmbH**
Werk Werra Standort Hattorf
Hattorfer Straße
36267 Philippsthal

Bestellung-Nr.: 6702533141, 11.02.2021

Ausgeführt durch: **Ingenieurpartnerschaft für Bergbau, Wasser und
Deponietechnik, Wilsnack & Partner**
Meissner Ring 10
09599 Freiberg / Sachsen

Freiberg, 01.06.2021

IBeWa - Ingenieurpartnerschaft für Bergbau, Wasser und Deponietechnik, Wilsnack & Partner
Meißner Ring 10 · 09599 Freiberg / Sachsen
Tel.: +49 - 3731 – 20735-0 · Fax: +49 - 3731 – 20735-25 · Homepage: www.ibewa.de · E-mail: th.wilsnack@ibewa.de

***IBeWa - Ingenieurpartnerschaft
für Bergbau, Wasser- und Deponietechnik***
Wilsnack & Partner



**IBeWa - Ingenieurpartnerschaft für Bergbau, Wasser und Deponietechnik
Wilsnack und Partner**

Bearbeiter: Frau BSc. L. Raebiger
Herr Dr.-Ing. Th. Wilsnack

A handwritten signature in blue ink, reading 'Wilsnack', is written over a horizontal dotted line.

Dr.-Ing. Th. Wilsnack

Freiberg, 01.06.2021

Bestellung: 6702533141, 11.02.2021

Haftwassergehalt von Haldenmaterialien - Zusammenstellung vorliegender Erfahrungen für die Halden Hattorf und Wintershall

Inhalt

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Aufgabenstellung | 5 |
| 2 | Standorte..... | 6 |
| 3 | Untersuchungen | 8 |
| 3.1 | Untersuchungsprogramm..... | 8 |
| 3.2 | Wassergehalt / Lösungsgehalt / Haftwassergehalt / Haftlösungsgehalt / Haftlösungssättigung..... | 8 |
| 3.2.1 | Begriffserläuterung..... | 8 |
| 3.2.2 | Untersuchungen zum Haftwassergehalt..... | 10 |
| 3.3 | Petrostatischer Druck der Überdeckung..... | 11 |
| 4 | Ergebnisse | 14 |
| 4.1 | Einleitende Erläuterungen..... | 14 |
| 4.2 | Haftwassergehalt und Haftlösungssättigung | 14 |
| 4.3 | Retardation von Flüssigkeit im Porenraum..... | 17 |
| 4.3.1 | Retardation bezüglich initialem Wassergehalt des Rückstandes im Haldenkörper..... | 17 |
| 4.3.2 | Retardation bezüglich Wassergehalt des Rückstandes bei Aufhaldung..... | 19 |
| 4.4 | Porenraumsättigung und effektive Permeabilität | 19 |
| 5 | Prozesstheoretische Einordnung | 23 |
| 6 | Verzeichnisse..... | 28 |
| 6.1 | Quellen/Literatur | 28 |
| 6.2 | Glossar | 28 |
| 6.3 | Tabellen..... | 30 |
| 6.4 | Abbildungen..... | 30 |
| 6.5 | Variablen | 31 |
| 6.6 | Indizes | 31 |
| 6.7 | Abkürzungen..... | 32 |

Anlagen

| | | |
|-----------------|--|-----------|
| Anlage 1 | Prozessvorstellungen zu den Strömungsprozessen im porösen Haldenmaterial - Zweiphasenströmung | 33 |
| Anlage 2 | Lage der Untersuchungsbohrungen | 34 |
| Anlage 2.1 | Halde Hattorf..... | 34 |
| Anlage 2.1.1 | Vertikalbohrung B97/2013 HA [7] | 34 |
| Anlage 2.1.2 | Vertikalbohrung B98/2013 HA [7] | 35 |
| Anlage 2.1.3 | Horizontalbohrung B99/2013 HA [7] | 35 |
| Anlage 2.1.4 | Horizontalbohrung B100/2013 HA [7] | 36 |
| Anlage 2.1.5 | Horizontalbohrung B104/2013 HA [7] | 36 |
| Anlage 2.2 | Halde Wintershall..... | 37 |
| Anlage 2.2.1 | Horizontalbohrung B72/2014 WI [6]..... | 37 |
| Anlage 3 | Ergebnisdarstellungen | 38 |
| Anlage 3.1 | Ganglinien Probenmassen..... | 38 |
| Anlage 3.2 | Massenänderung $m(t)/m_0$ | 38 |
| Anlage 3.3 | Ganglinien Haftwassergehalte | 39 |
| Anlage 3.4 | Ganglinien Haftlösungssättigungen..... | 39 |
| Anlage 3.5 | Initiale Wassergehalte - in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$ | 40 |

1 Aufgabenstellung

Im Zusammenhang mit der vorbereitenden Planung der Haldenerweiterung der Halden Hattorf und Wintershall wurden durch die K+S Minerals and Agriculture GmbH (vormals K+S KALI GmbH, kurz: K+S) horizontale und vertikale Bohrungen in die Körper der bereits bestehenden Halden gestoßen. Zielstellungen dieser Bohrungen waren die Ermittlung von Materialparametern zur Beschreibung des strömungstechnisch wirksamen Aufbaus, die Beurteilung strömungstechnischer Prozesse sowie die Ermittlung strömungstechnischer, geochemisch/mineralogischer und geotechnischer Parameter für die Haldenkörper. Damit stellen die Untersuchungen einen wesentlichen Baustein für die Erstellung und Beurteilung des Wasserhaushalts der Halden und die Beurteilung der Auswirkungen auf die Schutzgüter im Zusammenhang mit der geplanten Haldenerweiterung dar.

Ausgehend von diesen Zielstellungen wurden an Kernproben aus vertikal und horizontal geteufte Bohrungen in die Haldenkörper laborative Untersuchungen zu den nachfolgend genannten strömungstechnischen Eigenschaften durchgeführt:

- effektive Porosität der bergfeuchten Kernproben,
- effektive Gaspermeabilität der bergfeuchten Kernproben,
- Lösungspermeabilität der aufgesättigten Kernproben,
- Haftlösungsgehalt/Haftwassergehalt der Kernproben nach dem Versuch zur Ermittlung der Lösungspermeabilität,
- Quecksilberporosimetrie zur Ermittlung der Porengrößenverteilung und der Porosität.

Die Untersuchungen und Ergebnisse für die beiden Haldenstandorte sind in den nachfolgend genannten Ergebnisberichten dargestellt:

Rahmenbetriebsplan WI-27/12 „Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Wintershall (Haldenerweiterung Wintershall)“, Fassung 06/2019, Band 3.15 Haldenkörperverhalten - Auswertung der Haldenkörperbohrung am Standort Wintershall unter Einbeziehung der Ergebnisse für den Standort Hattorf

Rahmenbetriebsplan HA-04/09 „Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Hattorf (Haldenerweiterung Hattorf)“, Fassung 05/2018, Band 3.17 Haldenkörperbohrungen am Standort Hattorf – Ergebnisbericht

Die Zusammenführung der in den 2 Berichten dokumentierten Untersuchungen und Ergebnisse zum Haftwassergehalt/Haftlösungsgehalt und der Haftlösungssättigung des Porenraumes für die Kernproben aus den Bohrungen in die Haldenkörper in Hattorf und Wintershall ist Gegenstand dieses Berichtes. Hintergrund hierfür ist, dass K+S im Rahmen von Bilanzbetrachtungen für Auswirkungsprognosen angeben muss, welcher Anteil des Haldenwassers im Porenraum des Rückstands gravitativ entwässert, d.h. bilanzwirksam wird, und welcher gegen die Gravitation durch Retardationsvorgänge im Rückstand fixiert wird. Zur besseren Einordnung der Ergebnisse und Aussagen zu der Themenstellung in den Parameterkanon des Auftraggebers erfolgt die Angabe und Diskussion des Haftlösungsgehaltes w_{HL} als Haftwassergehalt w_{HW} (siehe Glossar).

Bei der Berechnung und Beurteilung der auf das Porenvolumen bezogenen Sättigung mit Porenlösung ist die Berücksichtigung des Einflusses der Mineralisation auf das Volumen der Porenlösung zwingend erforderlich. Daher wird in den Betrachtungen und Schlussfolgerungen zur Porenraumsättigung mit Flüssigkeit immer die Haftlösungssättigung S_{HL} verwendet.

Im Rahmen der nachfolgenden Erläuterungen werden die Ergebnisse der Untersuchungen für beide Halden zusammengeführt, dargestellt und diskutiert. Für die Details zu den einzelnen Proben wird auf die genannten Berichte verwiesen.

2 Standorte

Am Standort Hattorf des Werkes Werra der K+S Minerals and Agriculture GmbH wurden für die Ermittlung der strömungstechnischen und stofflichen Eigenschaften und Gegebenheiten der ESTA-Rückstandshalde Hattorf und zur Verbesserung des Prozessverständnisses zu den Strömungsprozessen im Haldenkörper zwei Vertikal- (B97/2013 HA und B98/2013 HA) und drei Horizontalbohrungen (B99/2013 HA, B100/2013 HA und B104/2013 HA)¹ mit folgenden Endtiefen (Bohrmeter) niedergebracht [8].

- B 97/2013 HA (Vertikalbohrung, Endteufe 100 m)
- B 98/2013 HA (Vertikalbohrung, Endteufe 102 m)
- B 99/2013 HA (Horizontalbohrung, Endteufe 101 m)
- B 100/2013 HA (Horizontalbohrung, Endteufe 100 m)
- B 104/2013 HA (Horizontalbohrung, Endteufe 117 m).

Die Bohrungen wurden als Rotationskernbohrung mit Luftspülung im Seilkernverfahren geteuft. Der Bohrdurchmesser lag bei 146 mm. Die durchgehend entnommenen Kernproben wurden mit einem Durchmesser von 101 mm gewonnen. Die Arbeiten erfolgten im Zeitraum vom 16.10.2013 bis 24.01.2014 [4]. Eine Übersicht zur Lage der Bohrungen wird in Anlage 2.1 gegeben.

Im Zusammenhang mit der vorbereitenden Planung der Haldenerweiterung der Halde Wintershall wurde durch die K+S KALI GmbH die Horizontalbohrung B72/2014 WI gestoßen. Wie am Standort Hattorf diente auch diese Bohrung der Ermittlung der strömungstechnischen und stofflichen Materialparameter des abgelagerten Haldenmaterials, der Beschreibung des strömungstechnisch wirkenden Aufbaus und der Beurteilung der strömungstechnischen Prozesse im Haldenkörper. Die Bohrung wurde ebenfalls als Rotationskernbohrung mit Luftspülung im Seilkernverfahren bis auf eine Teufe von 130,8 m mit einem Ansteigen von 5,9° gestoßen [5]. Eine Übersicht zur Lage der Bohrung wird in Anlage 2.2 gegeben.

Für beide Halden bildeten die gewonnenen Parameter und der Erkenntniszuwachs einen wesentlichen Baustein für die Erstellung und Beurteilung des Wasserhaushalts der Halden und der Auswirkungen auf die Schutzgüter im Zusammenhang mit den geplanten Haldenerweiterungen.

Für diese Beurteilung der Wasserbilanz des Haldenmaterials, ist die betrachtete Ausgangssituation bestimmend. Folgende Zustände sollten unterschieden werden:

1. der Wassergehalt beim Abwurf des Rückstands - $w_{W, \text{Abwurf}}$,
2. der sich über die Lagerungsdauer unter dem Einfluss der zufließenden Niederschlagswässer und der Gleichgewichtseinstellung zur Atmosphäre in situ einstellende Wassergehalt des Rückstands – w_{0W} .

Der unter 1 genannte Wassergehalt beim Abwurf ergibt sich im technologischen Ablauf durch den Wassergehalt des Rückstandes bei der Aufhaltung.

Ein Eindruck zur Größenordnung dieses über Karl-Fischer-Titration ermittelten Wassergehaltes beim Aufhalten von Rückständen auf den Halden Hattorf und Wintershall im Zeitraum August 2020 bis April 2021 wird in Abbildung 2-1 gegeben. In der Grafik sind für die exponentielle Regression der Stichproben das Konfidenzintervall und das Vorhersageintervall für eine Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha=5\%$ mit dargestellt. Für die vorliegenden Daten beider Standorte wurde der Mittelwert mit $0,051 \pm 0,006$ ($0,034 - 0,068$, $N=95$)² ermittelt. Für die Mittelwertbildung wurde der scheinbar zeitabhängige Trend der Wassergehalte in dem beurteilbaren Zeitraum vernachlässigt. Dies muss gegebenenfalls durch zusätzliche Daten über eine längere Monitoringdauer überprüft werden.

¹ in den nachfolgenden Erläuterungen werden nur die Kurzbezeichnungen der Bohrungen ohne Jahresangabe und Standortkürzel verwendet

² Angabe erfolgt mit: Mittelwert \pm Standardfehler (Minimalwert – Maximalwert, Anzahl der Einzelwerte) – Darstellung wird in dieser Weise, wenn möglich, für alle weiteren Parameterangaben angewendet

Es besteht eine Unsicherheit, inwiefern die aktuell für die beiden Halden gewonnenen Wassergehalte der Rückstände beim Abwurf auf die frühere Ablagerung von Rückständen auf den Halden Hattorf und Wintershall übertragbar sind. Da für die über die Haldenbohrungen beprobten Rückstände keine Wassergehalte beim Abwurf aus Karl-Fischer-Titrationsen vorliegen, werden die Ergebnisse der aktuellen Untersuchungen (Abbildung 2-1) als Diskussionsgrundlage für die nachfolgenden Erläuterungen und Beurteilungen der an den Probenmaterial ermittelten Haftwassergehalte verwendet.

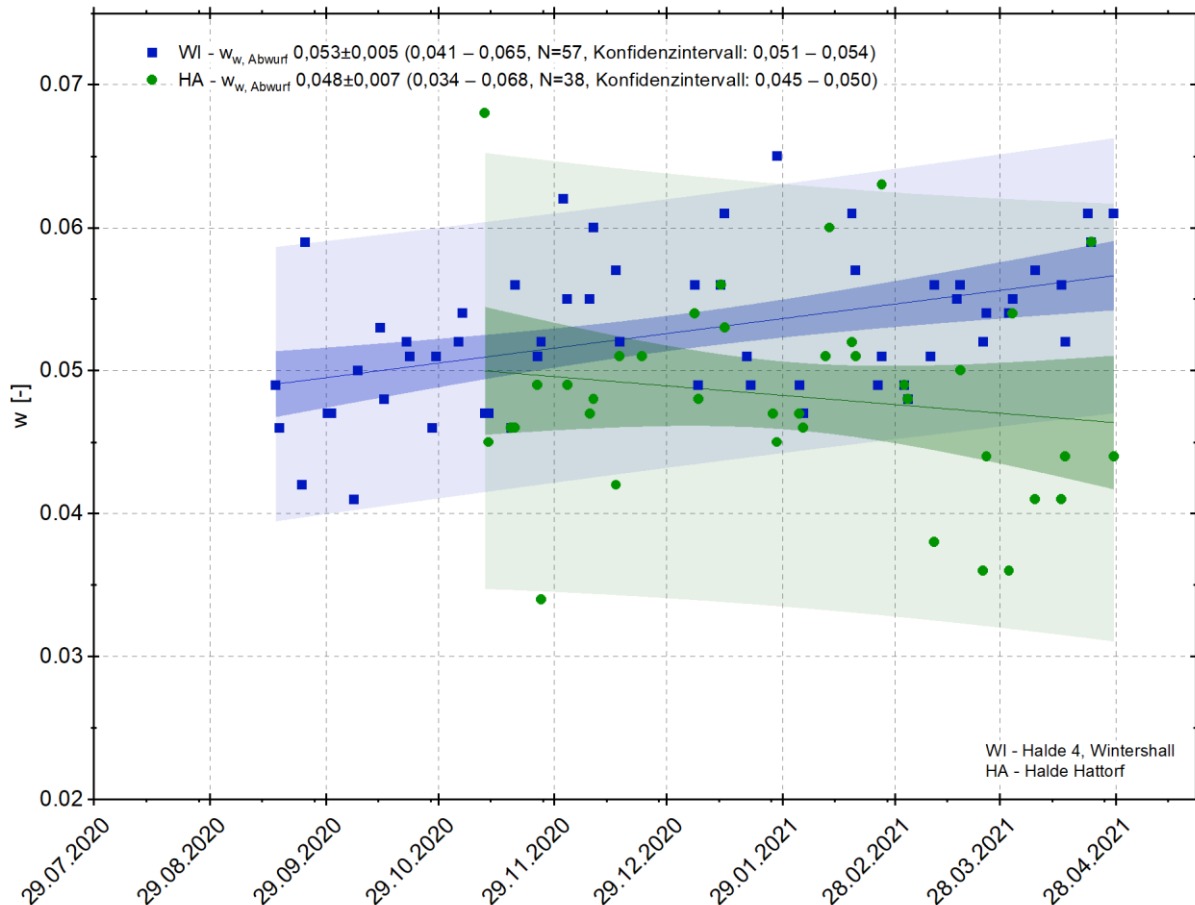


Abbildung 2-1 Wassergehalt w_w , Abwurf bei Aufhaldung auf den Halden Hattorf und Wintershall im Zeitraum August 2020 bis April 2021 [11] mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$

Der oben unter Punkt 2 genannte Zustand kennzeichnet den sich über die Lagerungsdauer im Rückstand in situ einstellenden Wassergehalt. Ausgehend vom Wassergehalt beim Abwurf und der Schütthistorie stellt sich dieser langfristig in Abhängigkeit vom gravitativen Abstrom aus dem Rückstand, dem Zutritt von Wässern aus dem Niederschlag über die Oberfläche des Haldenkörpers in den Rückstand und der Gleichgewichtseinstellung zwischen dem Rückstand und der Atmosphäre ein.

Dieser Wassergehalt (Punkt 2) entspricht dem Wassergehalt der gewonnenen Kernproben. Die an den Kernproben ermittelten Wassergehalte stellen quasi eine „Momentaufnahme“ über die in situ in den Halden bestehende Situation der Wassergehaltsverteilung dar. Diese ist das integrale Ergebnis der voran genannten Vorgaben und Prozesse – Aufhaldung/Aufhaldungshistorie, Niederschlagszutritt, Gleichgewichtseinstellung zur Atmosphäre. In der Wassergehaltsverteilung steckt damit die gesamte Prozesshistorie für den jeweils durch die Bohrung erschlossenen Haldenabschnitt. Dies ist eine überaus wichtige Quelle an Kenntnissen und Informationen über den Haldenkörper und stellt einen sehr wichtigen Baustein zum Verständnis der Strömungsprozesse in den Haldenkörpern und der Beurteilung des sich daraus ergebenden Wasserhaushaltes dar.

Der Wassergehalt unter Punkt 2 ist gleichzeitig der Ausgangspunkt aller Untersuchungen an den Kernproben zu den strömungstechnischen Eigenschaften und zur Ermittlung des Haftwassergehaltes. Daher wird dieser Wassergehalt nachfolgend als initialer Wassergehalt der Untersuchungen w_{0W} bezeichnet. Zur Verdeutlichung der Zugehörigkeit der Ergebnisse zu den in situ bestehenden Ablagerungsbedingungen wird im nachfolgenden Text an einzelnen Stellen auch der Begriff in situ Wassergehalt verwendet.

3 Untersuchungen

3.1 Untersuchungsprogramm

Die Untersuchungen wurden an Kernproben mit einem Durchmesser von ca. 100 mm und einer Länge von ca. 100 mm durchgeführt. Die Proben wurden aus den Linern der Kernentnahme aus den Bohrungen gewonnen. Eine ausführliche Erläuterung zu dem untersuchten Kernmaterial wird in den Untersuchungsberichten [2] und [3] gegeben.

Zu dem Kernmaterial wurde durch den Auftraggeber eine umfassende Probenübersicht mit Angabe der Teufenbereiche, der durchzuführenden Untersuchungen und eine Übersicht der bereits vorliegenden Materialparameter (Dichten und Flüssigkeitsgehalte) zur Verfügung gestellt [6].

An den Proben wurden Untersuchungen zur Bestimmung folgender Parameter durchgeführt:

- effektive Porosität n_{eff}
- Haftwassergehalt w_{HW} ,
- Haftlösungsgehalt w_{HL} ,
- Haftlösungssättigung S_{HL} ,
- Porengrößenverteilung – Quecksilberporosimetrie,
- Permeabilität k
 - effektive Gaspermeabilität k_{eff} der bergfeuchten Kernproben,
 - Lösungsporepermeabilität k_L der aufgesättigten Kernproben.

Der Haftwassergehalt, der Haftlösungsgehalt und die Haftlösungssättigung werden im nachfolgenden Kapitel 3.2 näher erläutert. Zu den weiteren genannten Parametern werden Erläuterungen im Glossar des Berichtes im Kapitel 6.2 gegeben.

Im Mittelpunkt der nachfolgenden Erläuterungen steht die Darstellung der Untersuchungen und Ergebnisse zum Haftwassergehalt des porösen Materials und der sich daraus ergebenden Haftlösungssättigung im Porenraum.

Die weiteren Ergebnisse aus den Untersuchungen an dem Kernmaterial werden, wenn diese für die Ermittlung und Beurteilung des Haftwassergehaltes und der Haftlösungssättigung erforderlich sind, genannt.

3.2 Wassergehalt / Lösungsgehalt / Haftwassergehalt / Haftlösungsgehalt / Haftlösungssättigung

3.2.1 Begriffserläuterung

Für den aufgehaldeten Rückstand kann der Gehalt an Wasser in den chemisch im Kristallgitter der unterschiedlichen Salzminerale gebundenen Anteil (Hydratwasser) und das im Porenraum enthaltene, chemisch nicht gebundene Wasser unterschieden werden. Die aussagekräftige quantitative Ermittlung und Unterscheidung der einzelnen Wasseranteile stellt eine methodische Herausforderung dar. In den nachfolgenden Erläuterungen wird ausschließlich der chemisch nicht gebundene Wassergehalt im Porenraum des aufgehaldeten Rückstands betrachtet. Dieser wurde und wird durch das K+S-Forschungsinstitut über Karl-Fischer-Titration, Prüfverfahren K+S 0785.02, ermittelt.

Der Wassergehalt w_W wird als Masse des Wassers in der untersuchten Probe, bezogen auf die Feuchtmasse des untersuchten Feststoffes der Probe, angegeben (Glossar, Kapitel 6.2, Gleichung (4)).

Der Wassergehalt bei der Aufhaltung $w_{w, \text{Abwurf}}$ ergibt sich aus dem Aufbereitungsprozess und dem Anfeuchten des trockenen Rückstandsstroms aus der ESTA®-Anlage sowie Änderungen entlang des Transportweges und des Ablagerungsvorgangs infolge der klimatischen Bedingungen, wie Verdunstung oder Niederschlag.

Nach der Aufhaltung wird das Wasser im Porenraum des Rückstands, in einem Wechselspiel von Materialeigenschaften, Benetzungsverhalten der Salzlösung und den veränderlichen thermodynamischen Bedingungen, als Haftwasser im Porenraum verbleiben (Retardation) und/oder der nicht zurückgehaltene Anteil gravitativ bedingt abströmen (Strömungsprozess).

Der Haftwassergehalt w_{HW} ist ein Maß für das unter Luftdruckbedingungen gegen die Gravitation gehaltene Wasser in dem porösen Rückstand. Ursache dieser Wassereinbindung in einer porösen Struktur sind die Kapillarkräfte, die sich, in Abhängigkeit von der Porengrößenverteilung des Porensystems, den Benetzungseigenschaften der Flüssigkeit, den Druckbedingungen (Luftdruck, hydrostatischer Druck), der sich im Ergebnis der mineralogischen Zusammensetzung ergebenden Gleichgewichtsfeuchte in der Gasphase über dem Material sowie der relativen Luftfeuchte im Porenraum, in dem Phasensystem Gas-Flüssigkeit-Feststoff einstellen.

Die sich ergebende Differenz zwischen dem Wassergehalt des aufgehalteten Rückstandes und dem Haftwassergehalt ist ein Maß für den nach der Ablagerung einsetzenden Strömungsprozess (bei einer positiven Differenz) oder das Retardationsvermögen des abgelagerten Rückstandes gegenüber zutretendem Wasser aus dem Niederschlag oder der Gleichgewichtseinstellung zur Luftfeuchte der Atmosphäre (bei einer negativen Differenz, s. Anlage 3.5).

Die Diskussion eines Wassergehaltes oder eines Haftwassergehaltes für den aufgehalteten Salzlückstand stellt lediglich eine theoretische Vereinfachung dar. Unter realen Bedingungen ist von einer Mineralisation des Wassers im Ergebnis der Auflösung von Salzmineralen im Kontakt zu dem Wasser auszugehen. Die räumlich und zeitlich variabel anzusehende Zusammensetzung und die sich daraus ergebende Dichte und Mineralisation des sich ergebenden Salzwassers (Salzlösung) resultiert aus der zeitabhängig veränderlichen mineralogischen Zusammensetzung des Rückstandes. Zur besseren Verständlichkeit und Übersicht wird nachfolgend der Begriff Salzlösung als Synonym für mineralisiertes Wasser oder Salzwasser verwendet. Die chemische Zusammensetzung und die sich daraus ergebende Dichte der Salzlösung sind bestimmend für:

- die Lösungs- und Kristallisationsprozesse entlang des Strömungsweges,
- den hydrostatischen Druck der Salzlösung als bestimmenden, treibenden Parameter für den Strömungsprozess in dem abgelagerten Rückstand,
- den petrostatischen Druck des Rückstandes im Ergebnis der Gewichtskraft des feuchten Rückstandes,
- das Volumen der Salzlösung im Porenraum und die sich daraus ergebende Porenraumsättigung.

Vor dem Hintergrund der gegebenen Erläuterungen stellt der sich für die Salzlösung ergebende Salzlösungsgehalt w_L und auch der Haftlösungsgehalt w_{HL} in dem Rückstand einen wesentlichen Parameter zur Beschreibung der Strömungsprozesse und die Beurteilung des Wasserhaushaltes in einem Haldenkörper dar.

In Abweichung zum Wassergehalt wird der Salzlösungsgehalt als Masse der Salzlösung, bezogen auf die korrigierte Trockenmasse $m_{s,t}^*$ des untersuchten Feststoffes, berechnet (Glossar, Kapitel 6.2, Gleichung (6)). Die Korrektur der Trockenmasse (Glossar, Kapitel 6.2, Gleichung (7)) berücksichtigt die Veränderung der Trockenmasse des Feststoffes durch die im Ergebnis der Trocknung aus der Salzlösung ausgefallenen Feststoffkomponenten.

Der Salzlösungsgehalt oder der Haftlösungsgehalt können unter Berücksichtigung der Mineralisation C_L und der Dichte ρ_L der Salzlösung nach den nachfolgenden Gleichungen auch aus dem Wassergehalt w_w oder dem Haftwassergehalt w_{HW} berechnet werden:

$$w_L = \frac{w_w}{\left(1 - \frac{C_L}{\rho_L}\right) \cdot (1 - w_w)} \quad (1)$$

$$w_{HL} = \frac{w_{HW}}{\left(1 - \frac{c_L}{\rho_L}\right) \cdot (1 - w_{HW})} \quad (2)$$

Die Unterscheidung in einen feuchtmassebezogenen Wassergehalt w_W und einen auf die korrigierte Trockenmasse bezogenen Lösungsgehalt w_L macht einen gewissenhaften Umgang mit den Parameterbezeichnungen erforderlich. Die auf den ersten Blick scheinbar unnötige Differenzierung der Bezugsmassen ergibt sich aus folgenden Umständen:

Der Wassergehalt ist eine im begleitenden Charakterisierungs- und Qualitätsüberwachungsprozess über unterschiedliche Methoden leicht zu bestimmende Größe, für die bereits ein großer Erfahrungsstand vorliegt. Während bei der Trocknungsmethode, abhängig von der Temperatur, neben dem Wasser im Porenraum auch anteilig Kristallwasser erfasst wird, ist dies bei der Karl-Fischer-Titration methodisch bedingt ausgeschlossen. Daher wird diese Methode zur Ermittlung des Wassergehaltes für die Beurteilung von Retardations- und Strömungsprozessen verwendet.

Die Ermittlung des Wassergehaltes ist immer die Grundlage der Ermittlung des Salzlösungsgehaltes, wobei für die Beurteilung der Aussagekraft des Wassergehaltes immer die Trocknungsmethodik zu berücksichtigen ist (Einfluss von kristallgebundenem Wasser auf den ermittelten Wassergehalt).

Der Lösungsgehalt ist in seiner Aussagekraft bestimmend für die Berechnung und Beurteilung von Drücken, Porenraumsättigungen und Auskristallisationsmassen. Für strömungstechnische und wasserhaushaltliche Betrachtungen zu einem Haldenkörper ist daher der Lösungsgehalt zwingend erforderlich. Die Berechnung des Lösungsgehaltes aus dem Wassergehalt setzt jedoch die repräsentative Kenntnis der Lösungsdichte und der Gesamtmineralisation für die betrachteten Temperaturbedingungen voraus. Dies macht zusätzliche Untersuchungen und Berechnungen erforderlich.

Zur Einordnung der Ergebnisse aus den hier dokumentierten Untersuchungen in den Kenntnisstand und die in den Planungsunterlagen dokumentierten Parameter wird, wenn es für die Aussagen und die Ergebnisdarstellung geeignet ist, nachfolgend der Wassergehalt und der Haftwassergehalt verwendet.

Auf der Grundlage der totalen Porosität n und der korrigierten Trockenrohddichte ρ_d^* des aufgehalteten Rückstandes kann nach der Gleichung (10) im Glossar, Kapitel 6.2, für den Lösungsgehalt¹ die Porenraumsättigung mit Flüssigkeit berechnet werden.

3.2.2 Untersuchungen zum Haftwassergehalt

An den Kernproben aus den Halden erfolgte die Ermittlung des Haftwassergehaltes im Anschluss an die Lösungspermeabilitätsuntersuchungen.

Für die Lösungspermeabilitätsuntersuchung an den Kernproben wurden hoch mineralisierte Salzlösungen verwendet. Diese wurden über die Auflösung von Feststoffen, d.h. einer Gleichgewichtseinstellung zu Feststoffen aus der unmittelbaren Umgebung der untersuchten Proben, hergestellt. Dieser Vorgehensweise liegt die Annahme zu Grunde, dass sich, im Ergebnis des Strömungsprozesses von der Haldenoberfläche, auf einem kurzen vertikalen Strömungsweg (wenige Meter, wasserhaushaltlich/hydrologisch relevante Schicht an der Haldenoberfläche) das Niederschlagswasser durch Lösungsvorgänge gegenüber dem Feststoff aufgesättigt hat. Für die zu untersuchenden Kernproben wird daher ein chemisches Gleichgewicht zwischen Porenlösung und Feststoff unterstellt.

Für jede Kernprobe der Permeabilitätsuntersuchungen erfolgte daher die Herstellung einer Gleichgewichtslösung aus Kernmaterial aus der unmittelbaren Nähe zum untersuchten Probenkörper. Dazu wurde eine hinreichende Masse Kernmaterial aus der Umgebung des gewonnenen Kernstückes in warmem Leitungswasser gelöst und mit dem verbleibenden Bodensatz des nicht aufgelösten Salzes gelagert. Die Lösungen können daher als chemisch gesättigt gegenüber dem Feststoff

¹ aufgrund des Volumenunterschiedes für Wasser und Salzlösung ist für die Berechnung der volumenbezogenen Sättigung die Verwendung des Salzlösungsgehaltes erforderlich

der untersuchten Probe aus dem Kernbereich angesehen werden. Es wurden jeweils ca. 5 l Versuchslösung gewonnen.

Für die Lösungen wurde gravimetrisch die Dichte und mit dem Kugelfallviskosimeter Lovis 2000 ME Microviskosimeter der Firma Anton Paar die dynamische Viskosität ermittelt.

Dichte (20°C): $1,212 \pm 0,010 \text{ g/cm}^3$ (1,128-1,292 g/cm³, N= 18)

dynamische Viskosität (20 °C): $2,1 \pm 0,1 \text{ mPas}$ (1,4-2,7 mPas, N= 15)

Der im Ergebnis der Durchströmung mit gesättigter Salzlösung¹ erreichte Wassergehalt bzw. die daraus resultierende Porenraumsättigung mit Salzlösung beschreibt den laborativ erreichbaren, maximalen Flüssigkeitsgehalt (maximale Sättigung) in dem Rückstand. Dieser wird als repräsentativ für den maximalen Wassergehalt im Ablagerungszustand angesehen und daher den Versuchen zur Ermittlung des Haftwassergehaltes als Ausgangszustand zu Grunde gelegt.

Grundkonzept des Versuches zur Ermittlung des Haftwassergehaltes ist die Einstellung von thermodynamischen Bedingungen, die vergleichbar zu den Lagerungsbedingungen im Haldenkörper sind. Die Einstellung des Haftwassergehaltes ist das Ergebnis der Gleichgewichtseinstellung zwischen der Gewichtskraft der Flüssigkeit und den Kapillarkräften im Porenraum unter den Luftdruck- und Luftfeuchtebedingungen in der Porenatmosphäre.

Um diese Bedingungen im Versuch abzubilden, wurden die Proben in einem gasdicht verschlossenen Exsikkator über der Gleichgewichtslösung des Materials gelagert und die Massenentwicklung der Probenkörper zeitabhängig überwacht.

Für diese Versuchsbedingungen wird davon ausgegangen, dass sich über der Gleichgewichtslösung des Feststoffes, die sich auch natürlich im Haldenkörper ergebende Gleichgewichtsfeuchte in der Gasphase einstellt. Eine verfälschende Trocknung des Materials über die Versuchsdauer kann unter diesen Bedingungen weitgehend ausgeschlossen werden. Der Masseverlust der Proben und der sich damit ändernde Haftwassergehalt werden unter diesen Bedingungen maßgeblich auf den gravitativen Austrag von Porenlösung zurückgeführt. Die thermodynamischen Versuchsbedingungen bei $23 \pm 3^\circ\text{C}$ und Luftdruck entsprechen annähernd der thermodynamischen Situation im Porenraum des Haldenmaterials².

In der Anlage zu diesem Bericht sind folgende Ergebnisse der Versuche in einer Übersicht dargestellt:

Anlage 3.1: Ganglinien der Probenmasse

Anlage 3.2: Ganglinien der relativen Massenänderung $m(t)/m_0$

Anlage 3.3: Ganglinien der Haftwassergehalte

Anlage 3.4: Ganglinien der Haftlösungssättigung

Die Haftwasserversuche bis zur Einstellung des konstanten Wassergehaltes – Haftwassergehalt – wurden von IBeWa durchgeführt. Nach Abschluss der Untersuchungen an den einzelnen Probenkörpern wurde durch das K+S-Forschungsinstitut der Wassergehalt nach Karl-Fischer-Titration (Prüfverfahren K+S 0785.02), der Glühverlust bei 550°C (DIN EN 12879 (S3a)) und der Gesamtwassergehalt (DIN EN 12879 (S3)) ermittelt und zur Verfügung gestellt [7].

3.3 Petrostatischer Druck der Überdeckung

Die Dichte und die Porosität sowie die daraus resultierenden strömungstechnischen Eigenschaften des untersuchten Kernmaterials aus unterschiedlichen Bohrlochteufen der vertikal und horizontal gestoßenen Bohrungen werden maßgeblich von der Auflast der überlagernden Mächtigkeit des Rückstandes (Überdeckung) bestimmt. Der daraus resultierende petrostatische Druck bewirkt eine Verdichtung des im Ausgangszustand locker geschütteten Rückstandsmaterials, eine Zunahme

¹ die verwendete Versuchslösung wurde aus benachbarten Kernmaterial der untersuchten Probe hergestellt und parametrisiert, siehe Erläuterungen unten

² Ergebnisse der Temperatur-Logs in den Bohrungen: Halde Hattorf ca. 15°C bis ca. 26°C, Halde Wintershall ca. 16°C bis ca. 23°C; die niedrigen Temperaturen treten vor allem im Randbereich oberhalb von rd. 40 m Teufe auf

der Dichte und eine Veränderung der daraus resultierenden Eigenschaften Porosität und Permeabilität mit zunehmender Überdeckung.

Für die vergleichende Darstellung der Ergebnisse für die Kernproben aus den horizontal und den vertikal gestoßenen Bohrungen ist daher eine Berücksichtigung der Auflast der Überdeckung erforderlich. Ein direkter Vergleich der Untersuchungsergebnisse für horizontal und vertikal gestoßene Bohrungen in Abhängigkeit von der Bohrlochteufe ist nicht sinnvoll, da, im Unterschied zu den vertikalen Bohrungen, für die horizontal gestoßenen Bohrungen (B72/2014 WI, B99/2013 HA, B100/2013 HA und B104/2013 HA) die Bohrlochteufe nicht der Überdeckung entspricht. Für die horizontal gestoßenen Bohrungen wird die Überdeckung durch die Haldenkontur (Anlage 2) über dem Bohrlochverlauf bestimmt.

Für die Schaffung einer Vergleichbarkeit der Ergebnisse aus den Horizontal- und Vertikalbohrungen, wurde eine Regressionsfunktion für die Berechnung der integralen Dichteänderung abhängig von der Mächtigkeit der Überdeckung auf der Grundlage der vorliegenden Ergebnisse für die Vertikalbohrungen B97 und B98 ermittelt.

Die über die vertikale Teufe für das Kernmaterial aus den Bohrungen B97 und B98 ermittelten korrigierten Trockenrohdichten ρ_d^* sind in Abbildung 2-2 als Funktion der Bohrlochteufe dargestellt. Die Ergebnisse weisen eine Erhöhung der korrigierten Trockenrohdichte von ca. 1250 kg/m³ auf ca. 2000 kg/m³ über die Teufe nach. Die Regressionsfunktion, einschließlich des Konfidenzintervalls und des Vorhersageintervalls¹ (Irrtumswahrscheinlichkeit $\alpha=5\%$), für die vorliegenden korrigierten Trockenrohdichten für die zwei Bohrungen ist ebenfalls in Abbildung 2-2 in Abhängigkeit von der Bohrlochteufe (Funktionen in Brauntönen) dargestellt.

Die an den Kernproben von der K+S teufenabhängig ermittelten initialen² Lösungsgehalte w_{0L} liegen im Wertebereich von 0,010-0,108 (N= 58) mit einem Median bei 0,030³. Diese sind ebenfalls in Abbildung 2-2 mit den Einzelwerten für die Bohrungen B97 und B98 und der sich ergebenden Regressionsfunktion (Funktionen in Grüntönen) in Abhängigkeit von der Bohrlochteufe dargestellt.

Die über die Teufe wirksame Auflast der Überdeckung ergibt sich jeweils aus der integralen Dichte des Rückstandes oberhalb der betrachteten diskreten Teufe der untersuchten Probe. Dies macht es erforderlich, die Dichteänderung über die Teufe bzw. die sich über die Teufe ergebende integrale Dichte des überdeckenden Materials zu ermitteln. Dazu wurde die Regressionsfunktion der korrigierten Trockenrohdichte über die Teufe integriert – braune Scatter und Funktionen in Abbildung 2-2. Die sich ergebende integrierte Funktion der korrigierten Trockendichte ist in Abbildung 2-2 als gestrichelte grüne Funktion dargestellt.

Für die Berechnung des petrostatischen Druckes der Überdeckung in einer diskreten Teufe ist die Kenntnis der integrierten Feuchtdichte des überdeckenden Materials erforderlich. Um diese zu ermitteln, wurden die vorliegenden Lösungsgehalte der Kernproben aus den Bohrungen B97 und B98 verwendet. Die verwendeten Einzeldaten und die dafür ermittelte Regressionsfunktion sind in Abbildung 2-2 als grüne Scatter und Funktionen dargestellt.

Unter Verwendung der Regressionsfunktion für die Lösungsgehalte wurde teufenbezogen die integrierte Trockenrohdichte auf eine integrierte Feuchtdichte umgerechnet - blaue Funktion in Abbildung 2-2.

Der sich für die abgeschätzte Verteilung der Feuchtdichte ergebende teufenabhängige petrostatische Druck ist in Abbildung 2-2 in der lila Funktion dargestellt.

Auf der Grundlage des dargestellten Zusammenhanges und der beschreibenden Funktionen werden in den nachfolgenden Grafiken für alle Bohrungen die Ergebnisse in Abhängigkeit vom pet-

¹ Konfidenzintervall: Das Konfidenzintervall beschreibt die Unsicherheit für die Irrtumswahrscheinlichkeit (häufig angesetzter Wert 5 %) des auf Basis der vorhandenen, streuenden Stichprobe bestimmten Erwartungswertes bzw. Werteverlaufs vom theoretischen wirklichen Wert bzw. Werteverlauf.

Vorhersageintervall/Prognoseintervall: Das Vorhersageintervall beschreibt die Unsicherheit für die Irrtumswahrscheinlichkeit (häufig angesetzter Wert 5 %) des auf Basis von zukünftigen und ebenso streuender Stichproben bestimmten Erwartungswertes bzw. Werteverlaufs vom theoretischen wirklichen Wert bzw. Werteverlauf.

² nachfolgend verwendet als Synonym für den Ausgangswert des Parameters vor nachfolgenden Laboruntersuchungen; ermittelt an quasi ungestörten Kernproben und repräsentativ für den Zustand in der Halde entlang der Bohrspur

³ für Stichproben, die eine Abhängigkeit von einem Parameter zeigen, erfolgt in diesem Text die Angabe des Medians, des Wertebereiches und der Anzahl der Einzelwerte

rostatischen Druck des überlagernden Haldenmaterials / der Überdeckung dargestellt. Diese Vorgehensweise ermöglicht die vergleichende Beurteilung für die Ergebnisse der vertikalen und horizontalen Bohrungen auf der Basis der vergleichenden Darstellung in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck der Überdeckung. In diesem Zusammenhang ist für die vertikalen Bohrungen der Begriff Überdeckung ein Synonym für die Teufe.

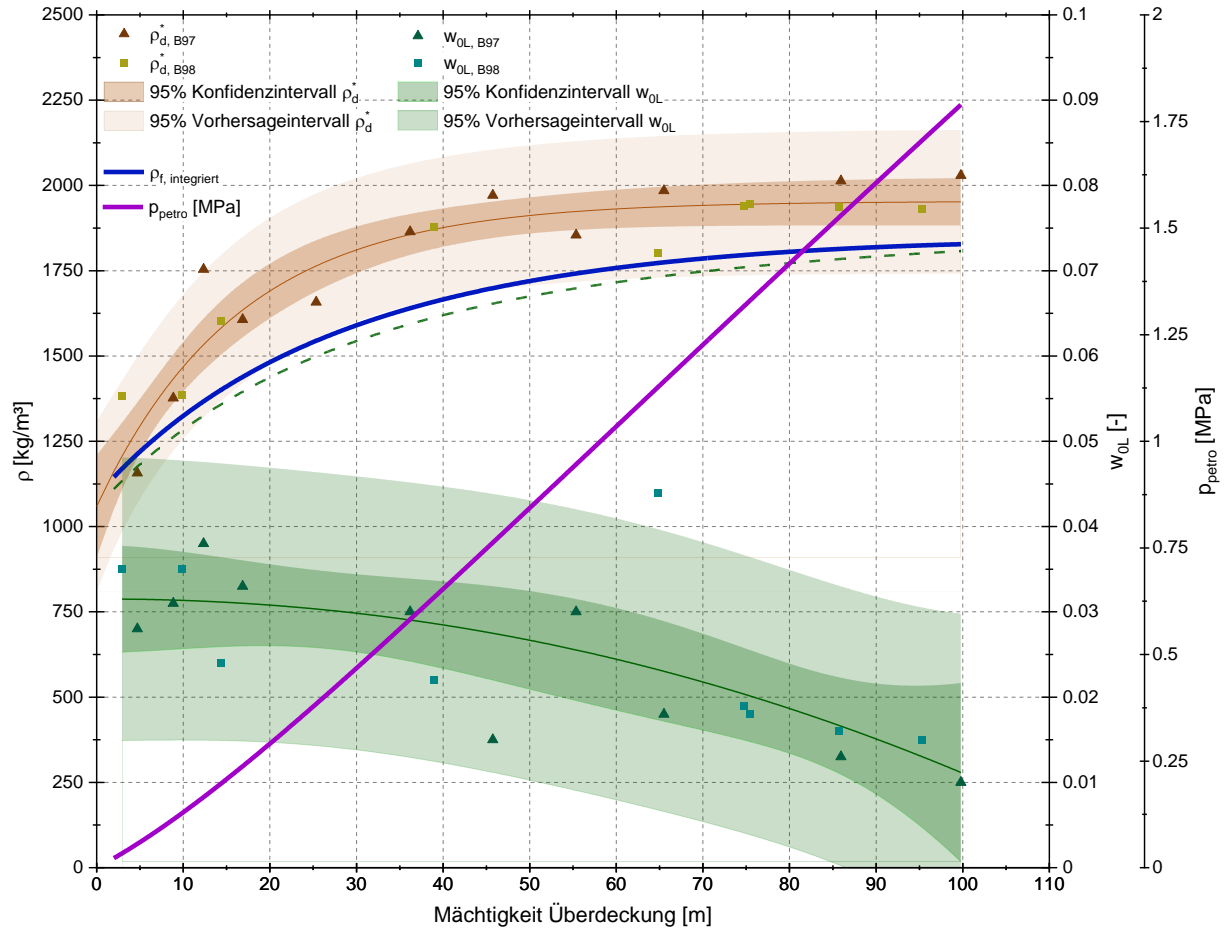


Abbildung 2-2 Korrigierte Trockenrohdichte (ρ_d^*), Lösungsgehalt des Kernmaterials (w_{0L}), integrierte, korrigierte Feucht- und Trockenrohdichte sowie petrostatischer Druckverlauf in Abhängigkeit von der Teufe/ Mächtigkeit der Überdeckung für die Vertikalbohrungen B97 und B98 [6]

Für die Berechnung des petrostatischen Druckes der Überdeckungen der Horizontalbohrungen (B72, B99, B100 und B104) im Bereich der Probennahmeteufen der untersuchten Kernproben wurde aus den Profilschnitten zur Lage der Bohrungen in Anlage 2 die Überdeckung an den einzelnen Probennahmepunkten abgegriffen. Unter Verwendung der in Abbildung 2-2 dargestellten Zusammenhänge wurde für die ermittelten Überdeckungen der petrostatische Druck an den Probennahmepunkten berechnet und den vergleichenden Darstellungen der Ergebnisse aus allen Bohrungen im weiteren Bericht zugrunde gelegt.

Die Berechnung des petrostatischen Druckes für die Vertikalbohrungen B97 und B98 erfolgte in gleicher Weise auf der Basis der Teufe (entspricht Überdeckung) der Probennahmepunkte der untersuchten Kernproben.

4 Ergebnisse

4.1 Einleitende Erläuterungen

In die Auswertung und Darstellung der Ergebnisse fließen teilweise Untersuchungsergebnisse von K+S KALI GmbH an Kernproben aus benachbarten Kernabschnitten mit ein. Dies betrifft in erster Linie die korrigierten Rein- und Trockenrohdichten ρ_s^1 , ρ_d^* und die Flüssigkeitsgehalte (Gesamtfeuchte, initialer Lösungsgehalt rechnerisch ermittelt über Karl-Fischer-Titration w_{0L}). Die Parameter wurden aus [6] entnommen. Grundlage dieser Übertragung der Ergebnisse ist die Annahme, dass die Proben der Dichte- und Flüssigkeitsgehaltsuntersuchungen in gleicher Weise beprobt, behandelt und gelagert wurden.

Die den Parametern zu Grunde liegenden Bestimmungsmethoden und Berechnungsansätze wurden im Vorfeld der Untersuchungen abgestimmt.

In den nachfolgenden Erläuterungen werden, wenn möglich, die ermittelten Parameter als Mittelwert mit Standardfehler², Wertebereich und Anzahl der Einzelergebnisse N angegeben. Sollte aufgrund einer funktionalen Abhängigkeit der Parameter von anderen Größen eine Mittelwertbildung nicht möglich sein, erfolgt nur die Angabe des Medians und des Wertebereiches.

In den nachfolgenden grafischen Darstellungen der ermittelten Parameter in Abhängigkeit von unabhängigen Größen (zum Beispiel petrostatischer Druck, Porosität) wird, wie bereits in Abbildung 2-2, das Konfidenzintervall und das Vorhersageintervall der Stichprobe für eine Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha=5\%$ angegeben.

Zur Gewährleistung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse für die Kernproben aus den horizontalen und vertikalen Bohrungen erfolgt die Ergebnisdarstellung in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck des überdeckenden Haldenmaterials – siehe Erläuterungen im Abschnitt 3.2.

4.2 Haftwassergehalt und Haftlösungssättigung

Die Untersuchungen zum Haftwassergehalt w_{HW} der Haldenmaterialien, entsprechend dem im Abschnitt 3.2 beschriebenen Versuchskonzept, wurden nur an den Proben der Lösungspermeabilitätsuntersuchungen durchgeführt.

Im Ergebnis der Lösungspermeabilitätsuntersuchungen ist davon auszugehen, dass die Probenkörper im Bereich der strömungswirksamen Wegsamkeiten aufgesättigt sind. Die Anfangssättigungen in der Darstellung der Sättigungsganglinien für die durchgeführten Versuche in Anlage 3.4 zeigen, dass die vollständige Sättigung des Porenraumes mit Flüssigkeit in den Permeabilitätsuntersuchungen mit Salzlösungen nicht erreicht wurde. Dies bestätigt die Vermutung, dass die Strömungsprozesse in dem Haldenmaterial entlang lokaler, höher permeabler Bereiche und Wegsamkeiten erfolgt. Inwiefern eine weitere Aufsättigung der Proben im Permeabilitätsversuch möglich gewesen wäre, kann nicht beurteilt werden. Nach dem Erreichen eines stationären Strömungsvorgangs wurden die Permeabilitätsversuche beendet. Die unvollständige Sättigung der Proben im Ausgangszustand hat für die nachfolgenden Untersuchungen und Auswertungen der Wassergehalte keine Auswirkungen, da die Bezugzustände initialer Wassergehalt der Kernproben bei Anlieferung (w_{0W}) und Haftwassergehalt (w_{HW}) ausgewertet werden.

Für eine Übersicht sind die Massenganglinien aller Versuche zur Ermittlung des Haftwassergehaltes w_{HW} in Anlage 3.1 in Abhängigkeit von der Versuchsdauer dargestellt. Zur besseren Verdeutlichung der zeitabhängigen Änderung der Probenmassen sind in Anlage 3.2 die zeitabhängige Änderung der Probenmassen als relative Änderungen – zeitabhängig veränderliche Masse dividiert durch Ausgangsmasse, $m(t)/m_0$ – dargestellt.

Die Ganglinien des sich zeitabhängig einstellenden Haftlösungsgehaltes aller Versuche sind in Anlage 3.3 dargestellt. Für eine Reihe von Messungen kam es über den Versuchsverlauf, entgegen

¹ Wassergehalt n. KF

² $\sigma(\bar{x}) = \frac{\sigma}{\sqrt{N}}$

der physikalisch begründbaren Massenreduzierung durch den gravitativen Abstrom von Salzlösung aus den Proben, zu einem Anstieg der Probenmasse und damit des Haftlösungsgehaltes. Für einzelne Versuche wurde keine Einstellung einer konstanten Masse über den Versuchsverlauf ermittelt.

Für die nachfolgende Ergebnisdarstellung wurden die ermittelten Haftwassergehalte und Haftlösungssättigungen aller Versuche berücksichtigt. Für eine konservative¹ Beurteilung wurden in den nachfolgenden Graphiken und Interpretationen jeweils die Minima der in den Versuchen ermittelten Haftwassergehalte berücksichtigt.

Tabelle 1 Haftwassergehalte und Haftlösungssättigungen aller Versuche

| Parameter | Einheit | Median und Wertebereich für alle Versuchsergebnisse |
|-----------------------------------|---------|---|
| Haftwassergehalt (w_{HW}) | [-] | 0,038 (0,012-0,086, N= 27) |
| Haftlösungssättigung (S_{HL}) | [-] | 0,487 (0,272-0,744, N= 27) |

Eine Übersicht aller ermittelten Haftwassergehalte wird in Abbildung 4-1 in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck der Überdeckung gegeben. Aus der Gesamtzahl der durchgeführten Versuche ergeben sich im Untersuchungsbereich mit petrostatischen Überdeckungsdrücken bis rd. 1,79 MPa Haftwassergehalte im Wertebereich von 0,012-0,086 (N= 27).

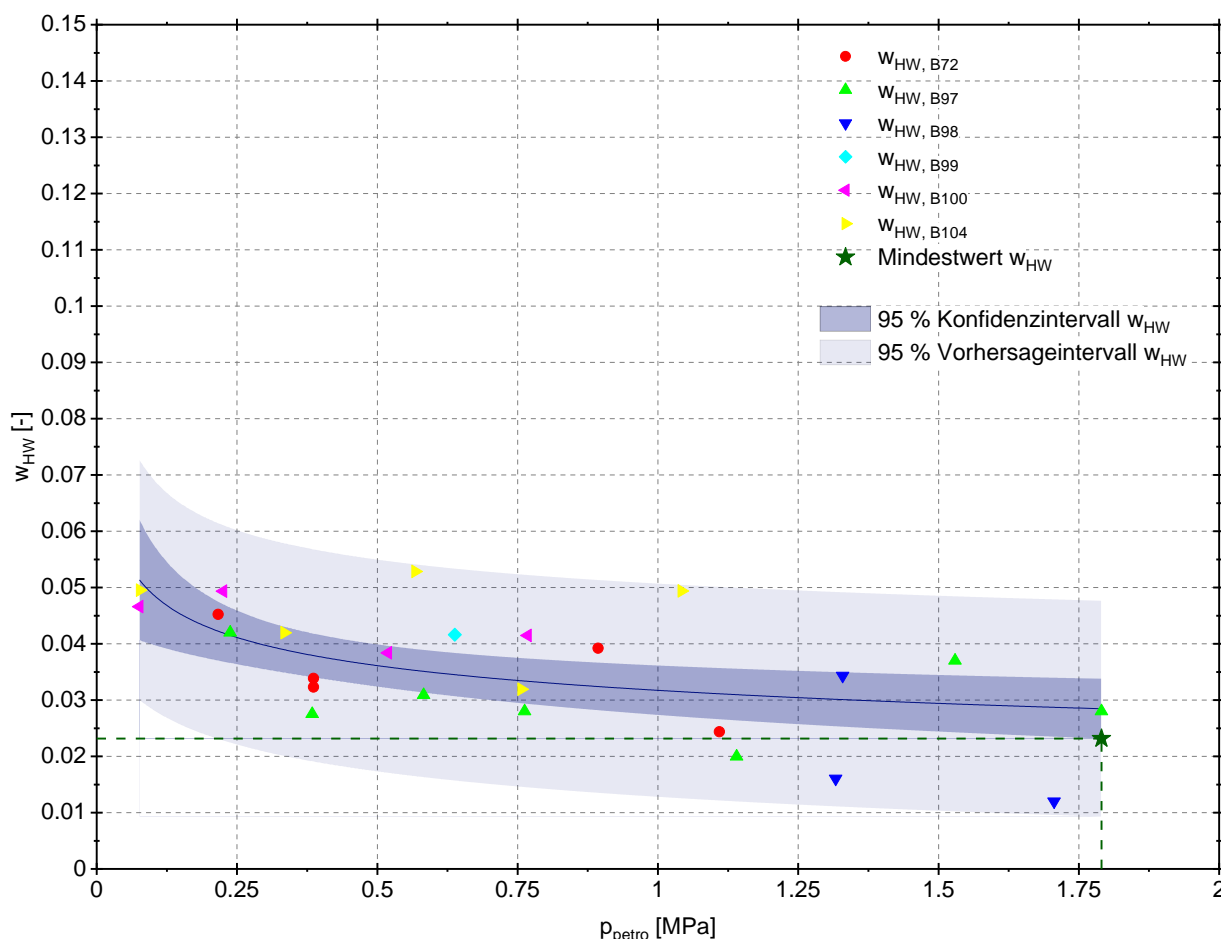


Abbildung 4-1 Haftwassergehalt in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck – alle Ergebnisse mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$

Aus der Darstellung der Haftwassergehalte in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck in Abbildung 4-1 ergibt sich eine Reduzierung des Haftwassergehaltes mit steigender Überdeckung. Dazu

¹ Vermeidung einer Überbewertung des Rückhaltes von Haftwasser im Porenraum

wird erläuternd im Zusammenhang mit der Bewertung der Porenraumsättigung zu den Haftwassergehalten im Kapitel 4.4 eingegangen.

Das Konfidenzintervall der Regressionsfunktion sagt aus, dass mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % das Ergebnis der Regressionsfunktion für einen zu beurteilenden petrostatischen Druck innerhalb dieses Intervalls liegen wird. Ausgehend von diesem Parameterstand scheint es gerechtfertigt, für den hier betrachteten Bereich des petrostatischen Druckes, die untere Schranke des Konfidenzintervalls als Maß für die aus den Messwerten abgeleitete untere Grenze des Haftwassergehaltes des Rückstandes anzusehen. Als Mindestwert ergibt sich ein Haftwassergehalt von 0,023 bei einem petrostatischen Druck von ca. 1,79 MPa - in Abbildung 4-1 als grüner Stern dargestellt. Im Sinne der Vermeidung einer Überschätzung des Rückhaltes von Salzlösung durch die Porenstruktur und die darin wirkenden Kapillarkräfte in dem Rückstand stellt dieser Mindestwert des Konfidenzintervalls, aus Sicht der Bearbeiter, eine hinreichend konservative Annahme für den Haftwassergehalt für den hier betrachteten Bereich des petrostatischen Druckes bzw. der Überdeckung dar.

Zusätzlich zu den gegebenen Erläuterungen zu den Haftwassergehalten ergeben sich aus den Versuchsbeobachtungen unter Berücksichtigung der weiteren Parameterkenntnis folgende Schlussfolgerungen:

Für 11 Proben wurde im Verlauf des Versuches zur Ermittlung des Haftwassergehaltes eine Erhöhung der Probenmasse nachgewiesen. Von diesen 11 Proben erreichen 5 über den Versuchsverlauf eine konstante Masse. Als Ursache des Massenzuwachses wird die Hydratation von Mineralphasen (z.B. Kieserit, Anhydrit und/oder Natriumsulfathydrate) bei der Lagerung über der Gleichgewichtslösung des jeweiligen Haldenmaterials vermutet. Bei einem Hydratationsvermögen von z.B. Kieserit von ca. $0,78 \text{ g}_{\text{Wasser}}/\text{g}_{\text{Kieserit}}$ kann dies (oder eine ähnliche Hydratationsreaktion) als Ursache des Massenzuwachses angesehen werden.

Gleichzeitig deutet dies darauf hin, dass die Proben im Ausgangszustand keine zusätzliche Feuchte, die zu einer Hydratation geführt hätte, enthalten haben. Woraus abgeleitet werden kann, dass diese Proben im Ausgangszustand nicht im Kontakt zu Sickerlösungen standen bzw. nicht von diesen durchströmt wurden.

Von den Proben mit einem Massenzuwachs wurden sieben Proben aus den horizontalen Bohrungen B72 (3 Proben), B100 (1 Probe) und B104 (4 Proben) gewonnen. Nur eine einzelne Probe aus der Bohrung B98 zeigte den Effekt für Probenmaterial aus einer Vertikalbohrung bei einer Teufe von ca. 75,4 m. Der überwiegend für die Proben aus horizontal gestoßenen Bohrungen beobachtete Effekt wird auf die Teufenlage nahe der Haldenbasis bzw. die größere Überdeckung zurückgeführt. Es wird vermutet, dass zum Zeitpunkt der Probennahme das beprobte Material im Ausgangszustand Kieserit enthielt. Bei einem Hydratationsvermögen von ca. $0,78 \text{ g}_{\text{Wasser}}/\text{g}_{\text{Kieserit}}$ könnte dies (oder eine ähnliche Hydratationsreaktion) als Ursache des Massenzuwachses angesehen werden.

Diese Vermutung wird bestätigt durch die Ergebnisse der K+S KALI GmbH zur mineralogischen Zusammensetzung des Rückstands (vgl. Haldenerweiterung Hattorf, Band 3.17., Anl. 7.4 und Haldenerweiterung Wintershall, Band 3.15, Anl. 8.4). Demnach finden Mineralumwandlungen im gesamten Haldenkörper statt. Dies wird durch die beobachteten kristallwasserhaltigen Sekundärphasen, wie Epsomit oder Astrakanit, in den Kernproben der Bohrungen auf den Halden Hattorf und Wintershall bestätigt. Das einzelne Ergebnis für eine Probe aus einer vertikalen Bohrung bei einer Teufe von ca. 75,4 m unterstützt die Vermutung, dass auch diese Proben im Ausgangszustand keine zusätzliche Feuchte, die zu einer Hydratation geführt hätte, enthalten haben.

Für die Proben mit einer Erhöhung der Probenmasse über die Versuchsdauer wurde der kleinste Haftwassergehalt im Versuchsverlauf in der Beurteilung und der Ergebnisdarstellung berücksichtigt.

4.3 Retardation von Flüssigkeit im Porenraum

4.3.1 Retardation bezüglich initialem Wassergehalt des Rückstandes im Haldenkörper

Für die im Rahmen der Laboruntersuchungen verwendeten Kernproben wird der Ausgangswassergehalt durch die individuelle Situation in dem jeweiligen Probenahmebereich der Kernproben bestimmt. Dieser initiale Wassergehalt w_{0W} wurde aus den Untersuchungsergebnissen der K+S an den Kernproben als teufengewichteter Mittelwert der Wassergehalte an unmittelbar benachbarten Kernabschnitten abgeschätzt.

Für eine quantitative Beurteilung des Speichervermögens des Haldenmaterials und die Wasserhaushaltsbilanz ist das Verhältnis von initialem Wassergehalt am Anfang der Untersuchungen w_{0W} (entspricht dem in situ-Wassergehalt des Rückstandes) und dem sich einstellendem Haftwassergehalt w_{HW} eine maßgebende Größe. Allgemein lassen sich aus dem Verhältniswert die folgenden Interpretationen ableiten:

- $w_{HW}/w_{0W} > 1$: – Im Ergebnis der Aufsättigung, des Lösungspermeabilitätsversuches und des Haftwasserversuches besitzt das Material einen höheren Wassergehalt gegenüber dem initialen Wassergehalt. Der Rückstand besitzt damit im Probenbereich ein Speicher- bzw. Retardationsvermögen gegenüber einem Sickerprozess im Haldenkörper.
- $w_{HW}/w_{0W} \approx 1$: – Der versuchstechnisch ermittelte Haftwassergehalt der Probenkörper ist im Ergebnis der Aufsättigung, des Lösungspermeabilitätsversuches und des Haftwasserversuches nahezu unverändert und entspricht dem initialen Wassergehalt des Rückstandes. Dies deutet darauf hin, dass die Proben im Ausgangszustand bereits einen Wassergehalt enthielten, der dem Haftwassergehalt entspricht. Die Haldenbereiche, aus denen die Proben gewonnen wurden, besitzen damit kein Speicher- bzw. Retardationsvermögen gegenüber einem Sickerwasserprozess im Haldenkörper. Es wird vermutet, dass es sich bei diesen Proben um höher permeable Bereiche handelt, die sich im Gleichgewicht zum Sickerprozess im Haldenkörper befinden.
- $w_{HW}/w_{0W} < 1$: – Nach Abschluss der Aufsättigung, des Lösungspermeabilitätsversuches und des Haftwasserversuches ist der Wassergehalt geringer als vor der Aufsättigung im Verlauf der Lösungspermeabilitätsuntersuchungen. Der Haftwassergehalt ist damit kleiner als der initiale Wassergehalt. Dies deutet darauf hin, dass der Beprobungsbereich in der Halde stärker durchströmt wurde. Abgesehen von einem Einfluss von Niederschlagsereignissen auf oberflächennahe Proben kann dies auch ein Hinweis auf Probenkörper im Hangenden von gering permeablen und stauend wirkenden Schichten sein.

Zur Verdeutlichung der Relation ist in Abbildung 4-2 der Haftwassergehalt in Abhängigkeit vom initialen Wassergehalt für die untersuchten Proben dargestellt. Zur Orientierung ist die Gleichheitslinie, gestrichelte grüne Linie, in der Grafik mit dargestellt. Die Lage der Haftwassergehalte der überwiegenden Anzahl der Probenkörper oberhalb der Gleichheitslinie verdeutlicht eine Aufnahme, Retardation von Wasser.

Für eine einzelne Probe aus einer Teufe von ca. 8,0 m (100_WMD8, petrostatischer Druck ca. 0,08 MPa) wurde am Ende des Haftwasserversuches, im Vergleich zum initialen Wassergehalt von 0,060, eine Reduzierung auf 0,050 ermittelt. Dies deutet darauf hin, dass für die Probe im Ausgangszustand, bei der Beprobung, ein Ungleichgewicht zwischen Porenraumsättigung mit Salzlösung und kapillar bewirktem Speichervermögen bestanden hat. Im Verlauf des Haftwasserversuches wird dieses Gleichgewicht bei einem geringeren Haftwassergehalt eingestellt. Es ist nicht auszuschließen, dass es durch die Veränderung der Porenstruktur in Folge der Wechselwirkungen zwischen der Versuchslösung und dem Feststoff zu einer Reduzierung des Haftwassergehaltes gekommen ist (Reduzierung der integralen kapillaren Wirkung des gesamten Porenraumes).

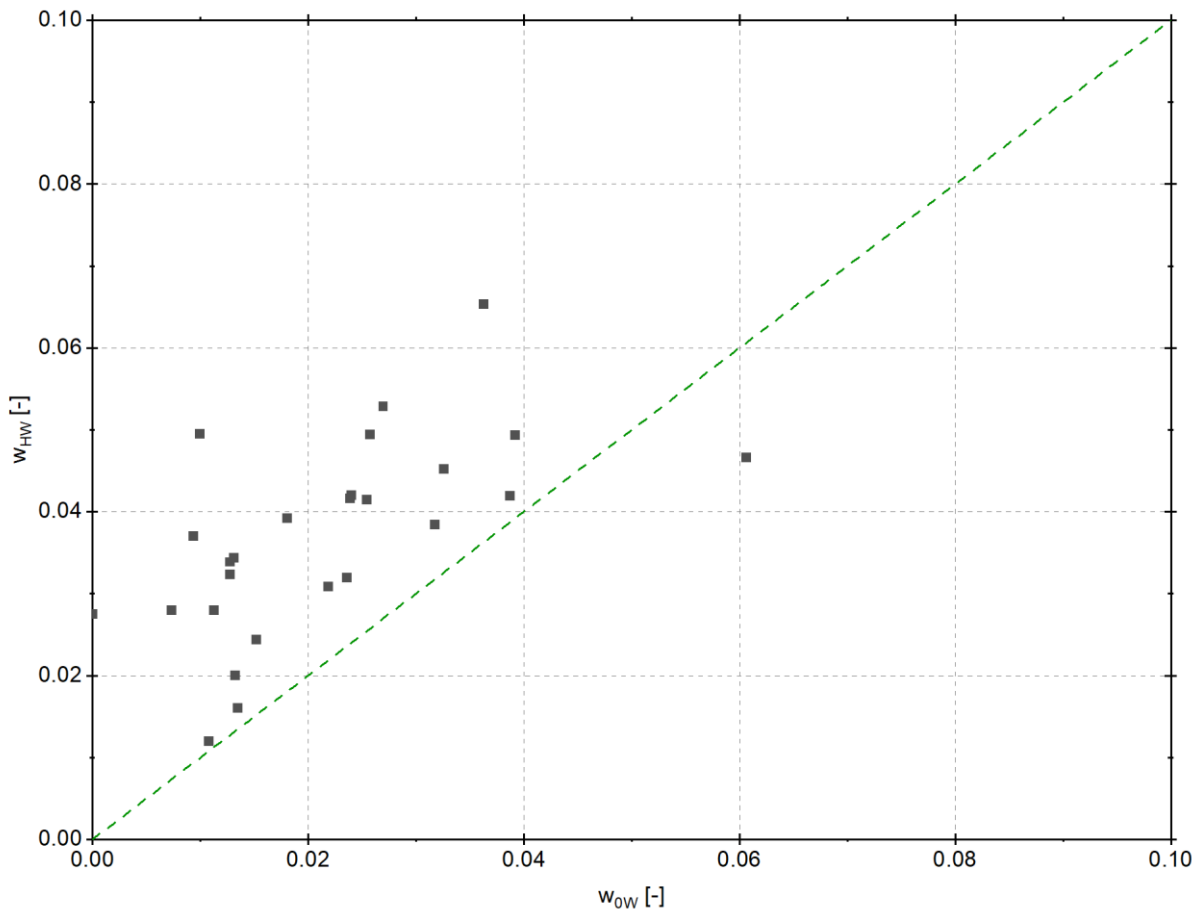


Abbildung 4-2 Haftwassergehalt w_{HW} in Abhängigkeit vom initialen Wassergehalt w_{OW}

Für eine quantitative Beurteilung von initialem Wassergehalt am Anfang der Untersuchungen w_{OW} und dem sich einstellendem Haftwassergehalt w_{HW} ist in Abbildung 4-3 das Verhältnis der beiden Größen in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck der Überdeckung dargestellt. Abgesehen von dem bereits zur Abbildung 4-2 beschriebenen Ausreißer bei einem petrostatischen Druck von ca. 0,08 MPa kommt es für alle Proben zu einer Erhöhung des Wassergehaltes mit Verhältniswerten $w_{HW}/w_{OW} > 1$. Dies bedeutet, dass die Proben unter in situ-Bedingungen nicht bzw. nur teil-/ zeitweise durch den Sickerprozess im Haldenkörper beeinflusst wurden.

Die Verhältniswerte w_{HW}/w_{OW} (Bereich $> 1,0$) schwanken zwischen 1,1 und 3,9, wobei die größte Streuung des Wertebereichs bei petrostatischen Drücken ab 1,4...1,5 MPa vorliegt. Bei der Beurteilung dieses Wertebereiches und der Streuung, sind die folgenden Aspekte zu berücksichtigen:

- die stoffliche und geotechnische Heterogenität des Materials in der Halde,
- die Variabilität der mineralogischen Zusammensetzung im Maßstab der Porenstrukturen,
- die bergtechnische Situation in den Bohrungen im Ergebnis des Teufprozesses,
- die Probennahme, die Probenlagerung und den Probentransport,
- die Lage und Historie der beprobten Bereiche in den Haldenkörpern (u.a. Offenlagerungszeiten, Abstand zu Haldenböschung, Überdeckung)
- die Bedingungen des angewendeten Versuchskonzeptes - Probenmasse, Probenvolumen, Lagerrelation der Proben für unterschiedliche Untersuchungen, Versuchsmethodik.

Unter Berücksichtigung dieser Einflussgrößen vermitteln die Verhältniswerte einen Eindruck zur Größenordnung des Speichervermögens des Haldenmaterials. Aufgrund der Streuung und der begrenzten Anzahl an Wertepaaren wird eine Verallgemeinerung der Daten durch Mittelung als nicht zulässig angesehen.

Das generelle Verhältnis von initialem Wassergehalt zum Haftwassergehalt wird besser durch die Gegenüberstellung der Regressionen und Konfidenzintervalle der beiden Parameter in Anlage 3.5 deutlich. Die Graphik zeigt, dass, unabhängig vom petrostatischen Druck, das Konfidenzintervall für die Haftwassergehalte über dem Konfidenzintervall der initialen Wassergehalte liegt. Für die Regressionsfunktionen ergibt sich für den beurteilbaren Bereich des petrostatischen Druckes eine Differenz von mindestens 0,01.

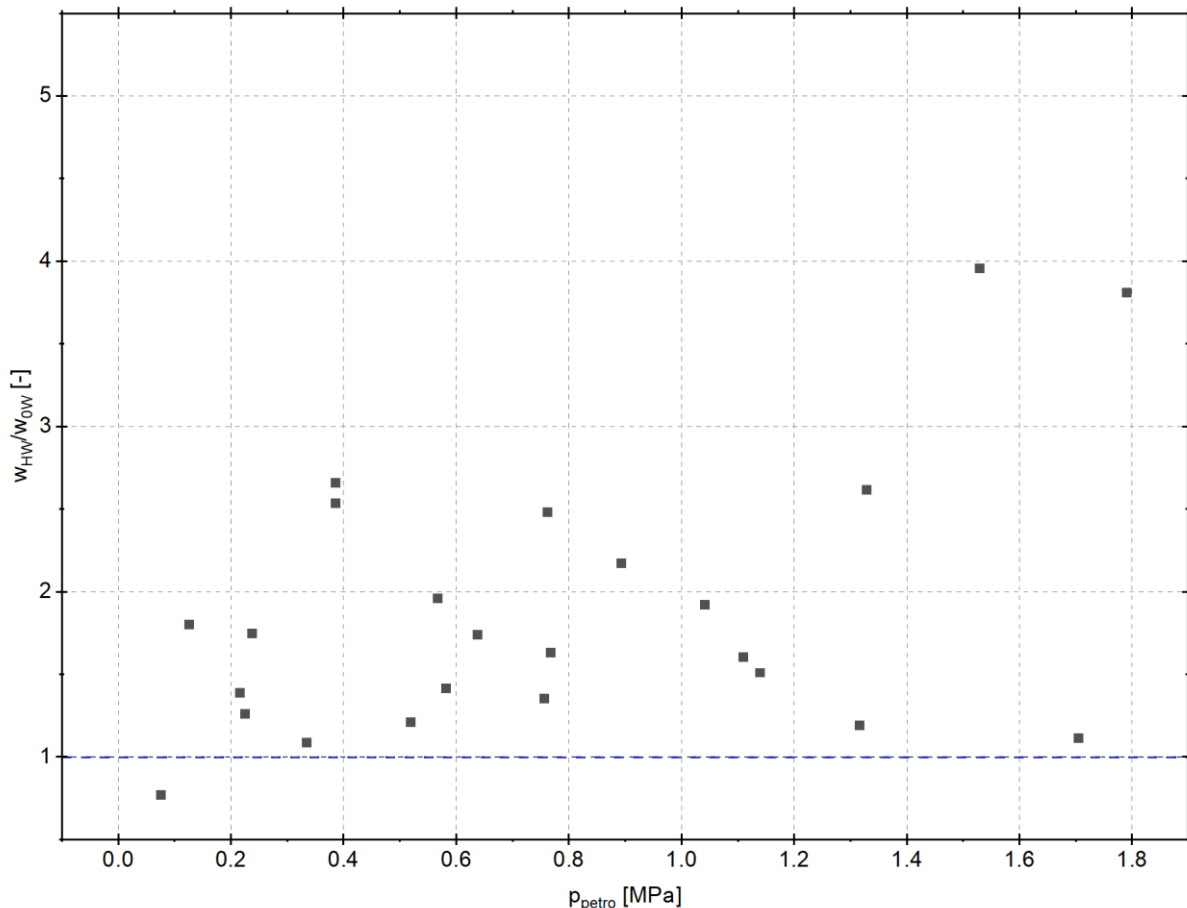


Abbildung 4-3 Verhältnis Haftwassergehalt w_{HW} zum initialen Wassergehalt am Anfang des Versuches w_{OW}

4.3.2 Retardation bezüglich Wassergehalt des Rückstandes bei Aufhaltung

Die in Abbildung 2-1 dargestellten Wassergehalte bei Abwurf für die Stichproben der Halden Hattorf und Wintershall, sind im Wesentlichen größer als die Werte bzw. das Konfidenzintervall der Regressionskurve der Haftwassergehalte in Abbildung 4-1.

Werden mögliche chemisch-mineralogische Einbindungseffekte über die Hydratation von Mineralphasen nicht berücksichtigt, ergibt sich für den im Kapitel 4.2, Abbildung 4-1 abgeleiteten Mindestwert des Haftwassergehaltes von 0,023 für einen petrostatischen Druck von 1,79 MPa, ein für die Auswirkungsprognose bilanzrelevanter Abstrom von Wasser in der Größenordnung von ca. 0,02 bis 0,03 für die Halde Hattorf und ca. 0,02 bis 0,04 für die Halde Wintershall.

4.4 Porenraumsättigung und effektive Permeabilität

Die sich für den Haftwassergehalt ergebende Porenraumsättigung mit Salzlösung bestimmt die effektive Permeabilität für die Strömung von Flüssigkeit – siehe Anlage 1. Mit zunehmender Sättigung erhöht sich die effektive Permeabilität für die Flüssigkeitsströmung.

Die Berechnung der Sättigung erfolgte auf der Grundlage der totalen Porosität¹ n_t und der Haftlösungsgehalte. Die totalen Porositäten wurden auf der Grundlage der probenbezogen ermittelten Trockenrohdichten (Median 1,84 g/cm³ (1,16-2,03 g/cm³, N= 61)) und der Reindichten ($2,13 \pm 0,01$ g/cm³ (2,04-2,19 g/cm³, N= 54)) berechnet.

Der Zusammenhang zwischen dem Haftwassergehalt und der Porenraumsättigung wird von der Porosität und der Mineralisation der Porenlösung bestimmt. Um die strömungstechnische Bedeutung des Haftwassergehaltes zu beurteilen, wurden in Abbildung 4-4 die Porositäten und die sich ergebenden Sättigungen gemeinsam in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck der Überdeckung dargestellt.

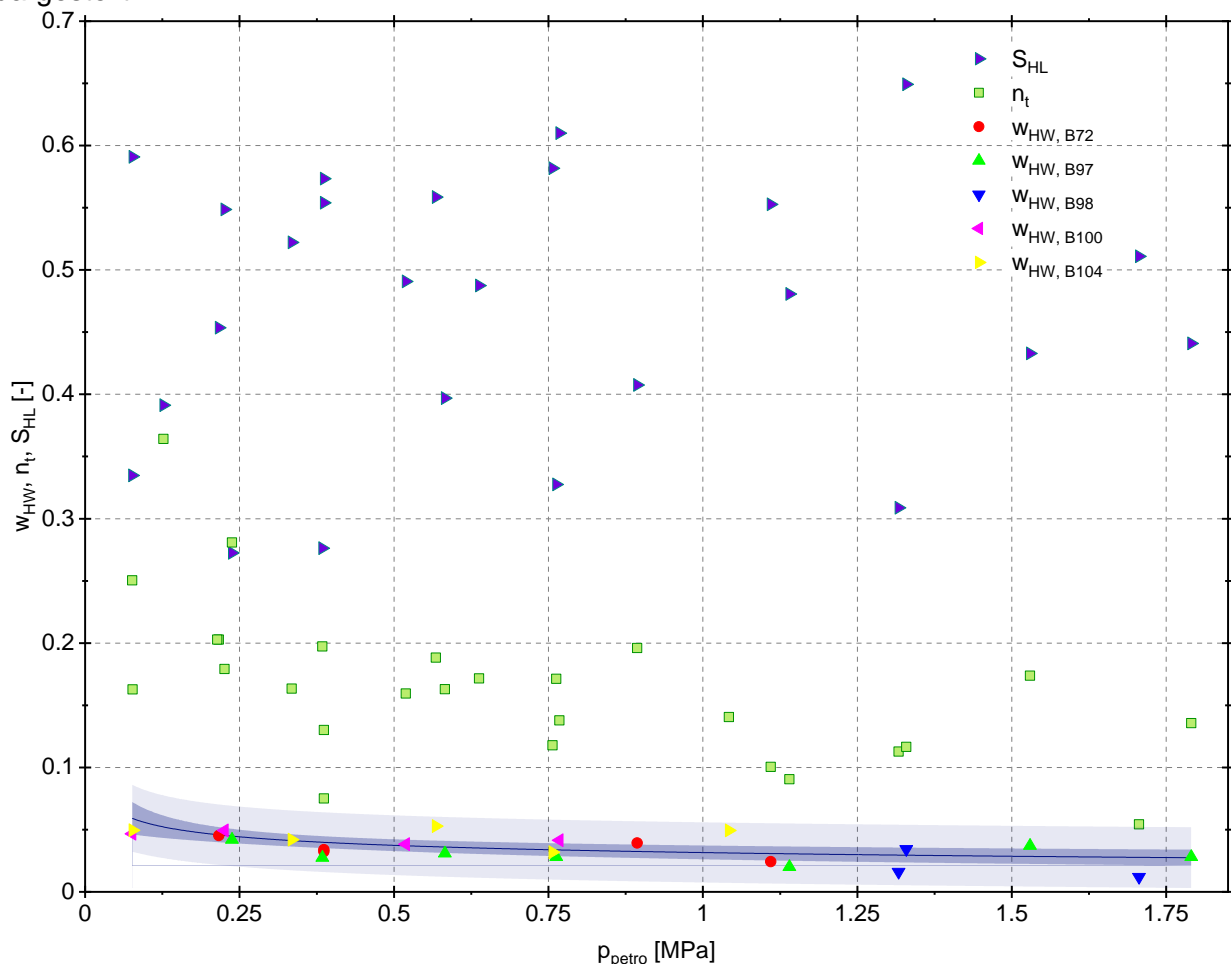


Abbildung 4-4 Haftwassergehalt (w_{HW}), totale Porosität (n_t) und Haftlösungssättigung (S_{HL}) in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck – Haftwassergehalte aller Versuche mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$

Die Einzeldaten der Porosität weisen die erwartete Reduzierung mit steigender Überdeckung nach. Die aus dem Haftwassergehalt und der Porosität resultierende Porenraumsättigung mit Salzlösung weist einen Wertebereich von 0,27 bis 0,65 nach. Ein Trend der Sättigung in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck oder von der Porosität kann aus den Daten nicht abgeleitet werden. Dies ist ungewöhnlich, da für die Reduzierung der Porosität von einer Erhöhung der kapillaren Retardation und einer Erhöhung der Sättigung auszugehen wäre. Dies kann aus den vorliegenden Daten nicht abgeleitet werden.

In diesem Zusammenhang ist zu berücksichtigen, dass die Berechnung der Sättigung die Ergebnisse der Untersuchungen zur Reindichte, Trockenrohdichte, Wassergehalt und Salzlösungsdichte zusammenführt. Diese werden an unterschiedlichen Proben mit unterschiedlichen Abmessungen/Massen und daraus resultierender unterschiedlicher Repräsentanz ermittelt. Die sich daraus

¹ ermittelt unter Verwendung der durch das K+S Forschungsinstitut über Karl-Fischer-Titration ermittelten Wassergehalte [7] und der an benachbarten Proben ermittelten Reindichten

ergebende Unschärfe und die im Kapitel 4.3.1 genannten Aspekte werden als wesentliche Ursache für die Streuung der Sättigungen vermutet.

Als mögliche Ursache für die Reduzierung des Haftwassergehaltes mit größer werdender Überdeckung wird die Zunahme von bevorzugten Wegsamkeiten in dem Material mit steigender Porosität bei abnehmendem petrostatischen Druck vermutet. Die Erfahrungen aus den Lösungspereabilitätsuntersuchungen zeigen, an Hand der auch nach längerer Versuchsdauer nicht erreichten vollständigen Aufsättigung des Materials, dass die Flüssigkeitsströmung an lokale Wegsamkeiten in den Probenkörpern gebunden ist. Für höhere Porositäten ist von der Ausbildung einer größeren Anzahl entsprechender Wegsamkeiten in den durchströmten Probenkörpern auszugehen. Dadurch werden größere Volumenanteile der Probenkörper durch den Strömungsprozess erschlossen und wirksam für den Haftwassergehalt. Nach Erfahrungen der Bearbeiter würde eine solche Erklärung auch den Beobachtungen der Situation in den Haldenkörpern entsprechen.

Möglicherweise nimmt auch die Vernetzung der Poren bzw. die Konnektivität des Porengefüges Einfluss auf den Haftwassergehalt. In diesem Zusammenhang sind ebenfalls die im mikroskopischen Maßstab ablaufenden chemischen Wechselwirkungen zwischen Lösung und Feststoff und die daraus resultierenden Lösungs- und Kristallisationsprozesse zu betrachten. Für die als chemisch gegenüber NaCl als gesättigt anzusehenden Lösungen sind lokale Nichtgleichgewichte gegenüber anderen, leichter löslichen Salzmineralen im Kontakt zum Feststoff kaum auszuschließen, so dass Auswirkungen auf das Porengefüge und/oder die Verbindungen zwischen den Poren sowie den Strömungsprozess der Lösung in dem Porengefüge (Aufsättigung des Porenraumes) anzunehmen sind.

Das Ergebnis stimmt recht gut mit den Erfahrungen für Untersuchungen an den Haldenmaterialien für die Neuhalde Siegfried-Gießen bei unterschiedlichen Trockenrohdichten überein. Auch für diese Proben wurden für geringere Dichten und höhere Porositäten größere Haftwassergehalte ermittelt.

Die Reduzierung der Porosität (Abbildung 4-4) und, in der Folge, der effektiven Flüssigkeitspermeabilität des Haldenmaterials mit zunehmender Teufe bzw. zunehmender Auflast der Überdeckung führt zu einer Verlangsamung des Sickerprozesses im Haldenkörper. Zur Verdeutlichung der Änderung der Permeabilität in Abhängigkeit von der Überdeckung bzw. dem petrostatischen Druck sind in Abbildung 4-5 die Lösungspereabilitäten für die Bohrungen am Standort Hattorf in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck dargestellt. Die Daten weisen eine Reduzierung der Permeabilität von der Größenordnung $1\text{E-}11\text{ m}^2$ an der Haldenoberfläche bis auf eine Größenordnung von $1\text{E-}16\text{ m}^2$ bei einem petrostatischen Druck von 1,8 MPa nach.

Bedingt durch die Versuchsmethodik der Ermittlung der Lösungspereabilität an weitgehend gesättigten Kernproben stellen die dargestellten Ergebnisse Maximalwerte der Permeabilität dar. Im realen Haldenkörper ist, entsprechend den vorliegenden Kenntnissen zur in situ vorliegenden Porenraumsättigung mit Flüssigkeit in den Kernproben aus den Bohrungen in die Rückstandshalde Hattorf - siehe Abbildung 4-4 und Abbildung 4-6 - von ungesättigten Bedingungen auszugehen. Unter Berücksichtigung der Erläuterungen zur effektiven Permeabilität in Anlage 1 ist für die in situ Bedingungen von einer geringeren Lösungspereabilität des aufgehaldeten Rückstandes auszugehen.

Die Reduzierung der Porosität (Abbildung 4-4) und der Permeabilität (Abbildung 4-5) werden als wesentliche Ursachen für die Reduzierung der in situ angetroffenen Wassergehalte und der ermittelten Haftwassergehalte mit zunehmendem petrostatischen Druck angesehen.

Für das vorliegende Verständnis der Strömungsprozesse in den Haldenkörpern führen die Kenntnisse zu den Permeabilitäten sowie zu den in situ vorliegenden Wassergehalten (Abbildung 5-1) und Sättigungen (Abbildung 4-6) zu der begründeten Vermutung, dass die Auswirkungen der Versickerung von Niederschlagswasser an der Haldenoberfläche in dem Bereich >45 m Überdeckung nicht nachzuweisen sind bzw. die in diesem Teufenbereich gewonnenen Proben bis zum Zeitpunkt der Probennahme nicht erreicht haben.

Wird der aktuell ermittelte Wassergehalt der auf den Halden Hattorf und Wintershall abgelagerten Rückstände laut Abbildung 2-1 der Beurteilung zugrunde gelegt, ergibt sich die Schlussfolgerung, dass der initiale Wassergehalt des für die Untersuchungen beprobten Materials und die ermittelten

Haftwassergehalte geringer sind als der Wassergehalt bei Abwurf/Einbau. Wird davon ausgegangen, dass dieses Verhältnis beim Einbau der in den Halden beprobten Rückstände in gleicher Weise bestand ergeben sich aus den vorliegenden Kenntnissen folgende Erklärungen:

- der Wassergehalt oberhalb des ermittelten Mindestwertes von 0,023 (Abbildung 4-1) ist gravitativ abgeflossen,
- für Überdeckung größer ca. 45 m bzw. petrostatische Drücke > 0,75 MPa ist der Anteil des Wassergehaltes/die Differenz zwischen den Erfahrungswerten für den unter in situ Bedingungen vorliegenden Wassergehalt (Median 0,018, Abbildung 5-1) und dem Mindestwert des Haftwassergehaltes von 0,023 durch chemisch-mineralogische Prozesse in Hydratphasen gebunden,
- die Auswirkungen der Versickerung von Niederschlagswasser an der Haldenoberfläche für Überdeckungen größer ca. 45 m bzw. petrostatische Drücke > 0,75 MPa können nicht nachgewiesen werden, da diese den beprobten Teufenbereich bis zum Zeitpunkt der Probennahme nicht erreicht haben.

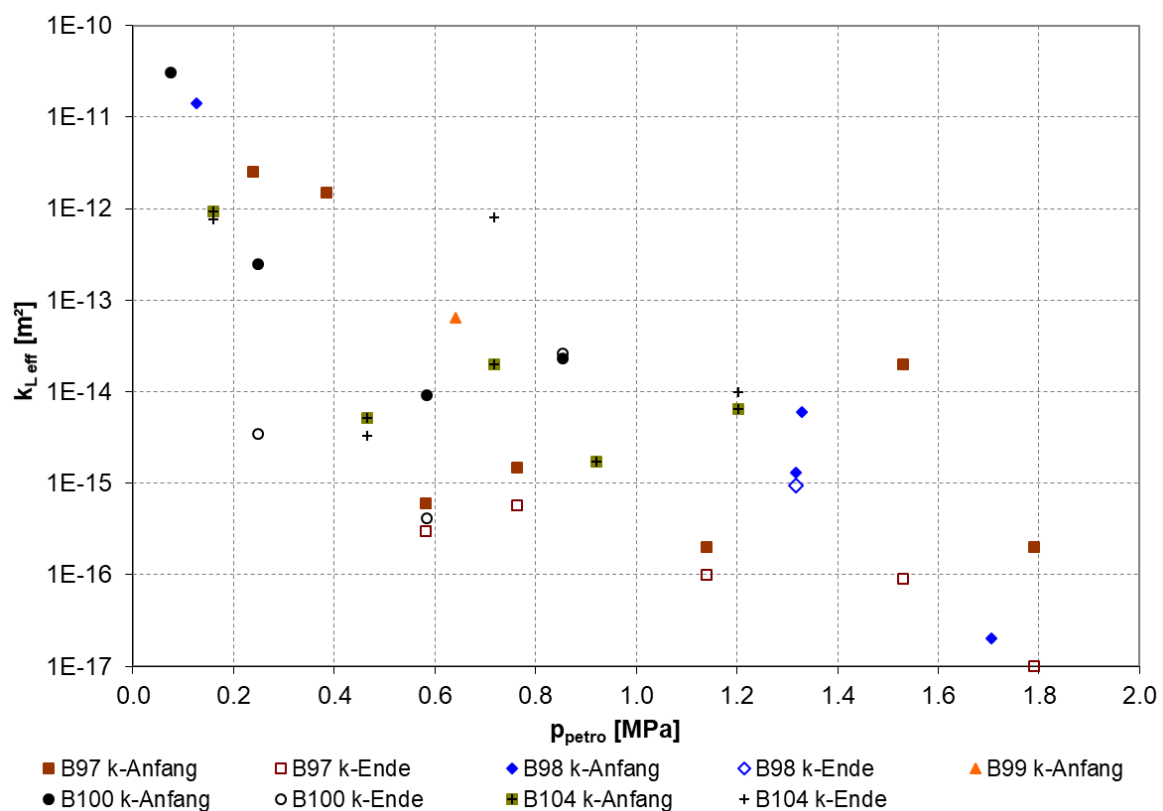


Abbildung 4-5 Effektive Salzlösungspermeabilität in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck, Halde Hattorf (B97, B98 = Vertikalbohrungen, B99, 100, 104 = Horizontalbohrungen)¹

¹ k-Anfang – Permeabilität bei Versuchsbeginn; k-Ende - Permeabilität am Versuchsende

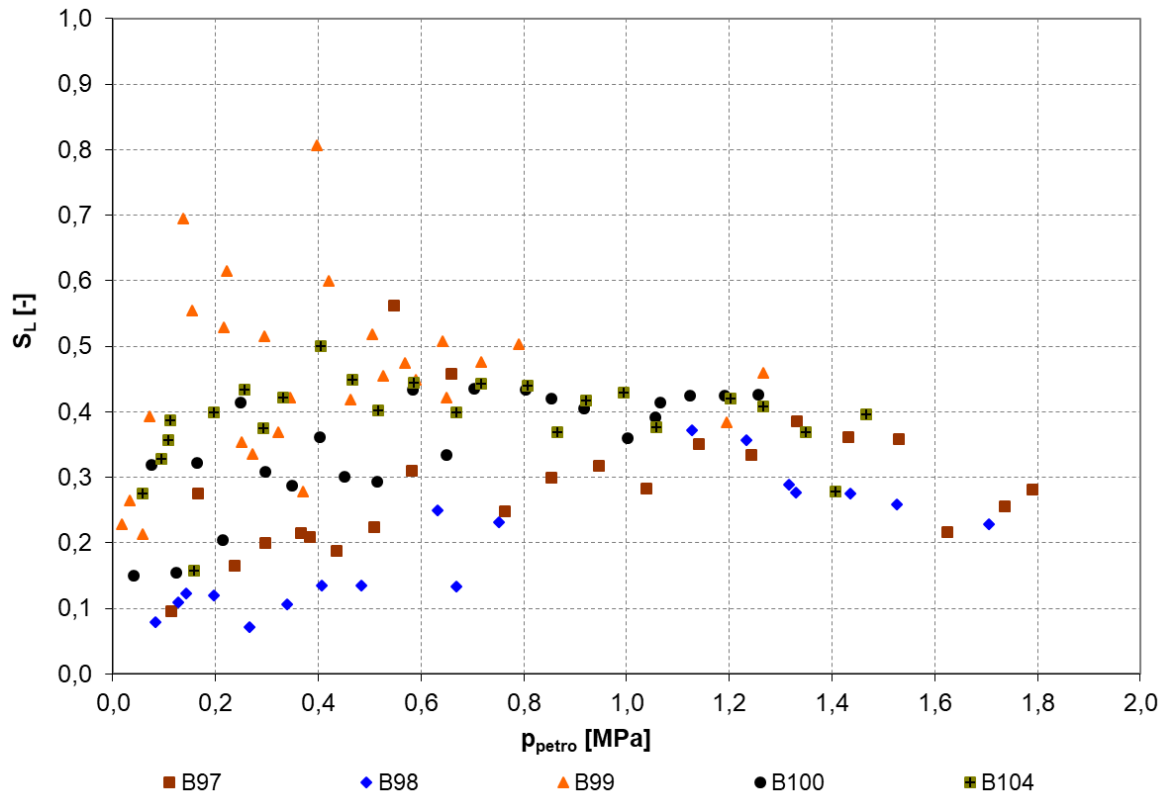


Abbildung 4-6 Porenraumsättigung mit Salzlösung in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck der Überdeckung, Halde Hattorf (B97, B98 = Vertikalbohrungen, B99, 100, 104 = Horizontalbohrungen)

5 Prozesstheoretische Einordnung

Der Rückstand aus der Kalisalzauflösung ist frisch nach dem Abwurf eine ungesättigte Lockermaterialschüttung. Aktuelle Monitoringergebnisse zum Wassergehalt des im Zeitraum 08/2020-04/2021 auf den Halden Hattorf und Wintershall aufgehaldeten Rückstandes weisen Wassergehalte von $0,048 \pm 0,007$ ($0,034 - 0,068$, $N=38$) für Hattorf und $0,053 \pm 0,005$ ($0,041 - 0,065$, $N=57$) für Wintershall nach - Abbildung 2-1. Die Wassergehalte wurden über Karl-Fischer-Titration ermittelt und können daher als chemisch nicht gebundenes Porenwasser angesehen werden.

Nach der Ablagerung kommt es zu einer auflastbedingten Kompaktion des Materials (Verdichtung des Rückstands unter der Wirkung der Eigenlast aus der Überdeckung). Die daraus resultierende teufenabhängige Porositäts- und Porengrößenverteilung bestimmen das Kapillardruckverhalten und die absolute Permeabilität des aufgehaldeten Rückstandes. Unter der Wirkung der Kapillardruckverteilung des Porengefüges ergibt sich für den Wassergehalt es aufgehaldeten Rückstandes beim Abwurf ein nur zum Teil mit Flüssigkeit erfüllter Porenraum des geschütteten Materials. Diese ungesättigten Bedingungen im Porenraum des Haldenmaterials bleiben dauerhaft erhalten. Die vorliegenden Erkundungsergebnisse weisen dies für die untersuchten Haldenbereiche auch im Porenraum des mit verschiedener Intensität kompaktierten Haldenkörpers nach - Abbildung 4-6. Für diese Sättigungsbedingungen unterliegen alle Strömungsprozesse - Flüssigkeiten und Gase - den Gesetzmäßigkeiten der Zweiphasenströmung (Anlage 1).

In dem durch den Schüttprozess entstehenden Körper kommt es zum temporären gravitativen Abfluss des nicht durch das Porengefüge und den darin wirkenden kapillaren Kräften zurückgehaltenen Wassers. Das Auftreten und die Auswirkungen dieses gravitativen Abfließens werden vom Schüttverlauf, der Lage im Haldenkörper und den strömungstechnischen Eigenschaften im Liegenden bestimmt. Teile des als Haftwasser im Porengefüge gebundenen Wassers werden durch chemisch-mineralogische Prozesse unter Atmosphäreneinfluss in Hydratphasen gebunden. Die Kapillarkräfte bewirken, dass diese Kristallisationsprozesse in den Zwickeln zwischen den Partikeln

beginnen und zu einem Verwachsen führen können. Dies führt langfristig zu einer weiteren Reduzierung des Wassergehaltes. Neben der gravitativen Verdichtung unter der Wirkung der Auflast führen diese Kristallisationsprozesse zu einer Veränderung der mechanischen und strömungstechnischen Eigenschaften des Haldenmaterials.

Der für den oberflächennahen Bereich des geschütteten Haldenkörpers einsetzende Einfluss der Niederschläge erhöht den Wassergehalt und beeinflusst das Porengefüge. In Abhängigkeit vom Verhältnis der horizontalen und vertikalen effektiven Permeabilität in Abhängigkeit von der Flüssigkeitssättigung des Porenraumes (effektive Permeabilität –Anlage 1) des geschütteten Materials kommt es zu lateralen und vertikalen Strömungsprozessen. In Abhängigkeit vom Zeitregime der hydrologischen Prozesse an der Haldenoberfläche (815 l/(m²a) für die Halde Hattorf [9] und 790 l/(m²a) für die Halde Wintershall [10]) müssen diese Auswirkungen standortbezogen unter Berücksichtigung des Schüttvorgangs, der Haldengeometrie und der Permeabilitätssituation im betrachteten Haldenbereich beurteilt werden. Der Zutritt von Niederschlagswässern mit einem hohen Verlösepotenzial nimmt langfristig Einfluss auf die Dichte, die Porosität und die Porengrößenverteilung sowie die daran gebundenen strömungstechnisch relevanten Eigenschaften - Kapillardruckverteilung, Sättigungsverteilung, absolute und effektive Permeabilitäten.

Der Haftwassergehalt oder die Haftlösungssättigung sind bestimmende Eigenschaften für die Retardation und die Strömung von Porenlösung in einem Haldenkörper. Beide Parameter sind das Ergebnis der Porenstruktur, der Porengrößenverteilung und des daraus resultierenden Kapillardruckverhaltes.

Zur Ermittlung des Retardationsvermögens des aufgehaldeten Materials gegenüber der anhaftenden Salzlösung sowie zutretender Wässer wurden an Kernproben aus unterschiedlichen Teufen aus 6 Bohrungen (5 Bohrungen Halde Hattorf, 1 Bohrung Halde Wintershall) Untersuchungen zur Ermittlung des Haftwassergehaltes durchgeführt [2], [3].

Im Ergebnis können folgende allgemeinen Schlussfolgerungen abgeleitet werden:

- Mit zunehmender Überdeckung reduziert sich der Haftwassergehalt der untersuchten Kernproben. Gleichzeitig nehmen die totale Porosität und die Permeabilität ab.
Theoretisch würde bei einer Reduzierung der Porosität eine Zunahme der Kapillarwirkung und ein erhöhtes Speichervermögen mit erhöhtem Haftwassergehalt erwartet werden. Die mit den Untersuchungsergebnissen nachgewiesene Reduzierung des Haftwassergehaltes für zunehmende Überdeckungen bzw. höhere petrostatischen Drücke wird auf die reduzierte Porosität und Permeabilität zurückgeführt. Die Änderung des Wassergehaltes im Porengefüge wird stärker durch die Porositätsänderung und die Permeabilitätsbedingungen als durch die Änderungen des Porengefüges und die daran gebundenen Kapillarkräfte bestimmt.
Aufgrund der Abhängigkeit vom petrostatischen Druck wird der Haftwassergehalt nicht als Mittelwert sondern als Median mit 0,038 bei einem Wertebereich von 0,012-0,086 (N= 27) angegeben. Dies entspricht für die Haftlösungssättigung aller untersuchten Proben einem Median von 0,487 bei einem Wertebereich von 0,272-0,744 (N= 27).
- Mit Ausnahme von einem einzelnen Ergebnis kann für alle untersuchten Kernproben von einem Haftwassergehalt ausgegangen werden, der größer als der initiale Wassergehalt bei der Probennahme ist. Für diese Situation kann eine Beeinflussung des in situ vorliegenden Porenwassergehaltes durch den Zustrom von Wässern aus dem Niederschlag weitgehend ausgeschlossen bzw. nicht nachgewiesen werden. Daraus ergibt sich generell ein Retardationsvermögen des in situ vorliegenden Materials gegenüber zutretenden Flüssigkeiten (z.B. Niederschlag, Gleichgewichtsfeuchte). Der Volumenanteil der Retardation wird bestimmt vom initialen Wassergehalt des Materials und liegt in der Größenordnung von mindestens 0,01 (Anlage 3.5).
- Bei der haldenbezogenen Beurteilung des Retardationsvermögens gegenüber Wasser müssen die Kompaktion des Rückstandsmaterials unter der Wirkung der Auflast sowie die daraus resultierende Reduzierung der Porosität und Permeabilität berücksichtigt werden. Für einen petrostatischen Druck der Überdeckung bis ca. 1,79 MPa ergibt sich für die untere Grenze des

Konfidenzintervalls der Regressionsfunktion für die ermittelten Haftwassergehalte ein Mindestwert von 0,023. Für den betrachteten Bereich des petrostatischen Druckes bzw. der Überdeckung wird dieser als plausibel für die Quantifizierung des mindestens zu erwartenden, langfristigen Retardationsvermögens des Rückstandes gegenüber Porenwasser angesehen. Für geringere Überdeckungen ist von einem größeren Retardationsvermögen, einem höheren Haftwassergehalt auszugehen. Der angegebene Mindestwert ist vor diesem Hintergrund als konservativ anzusehen.

- Für 5 Kernproben aus unterschiedlichen Teufen wurde ein Anstieg des Haftwassergehaltes über die Versuchsdauer ermittelt. Es wird vermutet, dass die Massenzunahme auf Hydratationsprozesse in Abhängigkeit von der mineralogischen Zusammensetzung des Rückstandes zurückzuführen ist. Entsprechende Prozesse wurden im Ergebnis von mineralogischen Untersuchungen an Kernmaterial aus den Halden Hattorf und Wintershall beobachtet [4], [8]. Im Ergebnis wird geschlussfolgert, das materialabhängig von zusätzlichen Retardationsprozessen gegenüber Salzlösungen auszugehen ist.
- Das Haldenmaterial kann in jedem Fall als ungesättigte Porenstruktur angesehen werden. Die Höhe der Porenraumsättigung mit Salzlösung wird vom Salzlösungsgehalt, im Maximum vom Lösungsgehalt beim Einbau, bestimmt. Dies hat zur Folge, dass alle Strömungsprozesse als Zweiphasenströmung zu betrachten sind (Anlage 1). Die effektive Permeabilität des Materials gegenüber Flüssigkeit wird maßgeblich von der Sättigung im Porenraum bestimmt und wird mit abnehmender Sättigung kleiner. Dies muss bei der Beurteilung von Strömungs- und Stofftransportprozessen im Zeitregime der hydrologischen Prozesse für die Beurteilung des Wasserhaushaltes in den Haldenkörpern berücksichtigt werden.

Das DARCY-Gesetz, in seiner Grundform für die einphasige Strömung in einem mit dem strömenden Fluid gesättigten Porenraum, gilt für diese Bedingungen nicht. Um diese „Hürde“ zu umgehen, wird vielfach argumentiert, dass die Anwendung des Geltungsbereiches des DARCY-Gesetzes und die Verwendung der absoluten Permeabilität (intrinsische Permeabilität bei $S=1$ - Anlage 1) zu einer konservativen Einschätzung der zu beurteilenden Prozesse führt. Für die repräsentative bilanztechnische Beurteilung des Wasserhaushaltes ist dieser vereinfachte Ansatz jedoch nicht gerechtfertigt. Dieser kann für die Bedingungen einer Salzhalde mit den oben genannten Zusammenhängen und Wechselwirkungen zu einer erheblichen Fehlbeurteilung der Strömungsprozesse und einer Überschätzung der Auswirkungen auf die Umwelt führen.

- Die Kenntnisse zu den Permeabilitäts- und Sättigungsbedingungen in den Haldenkörpern und die Feststellung, dass die initialen, in situ angetroffenen Wassergehalte kleiner sind, als die Haftwassergehalte (mit einer Ausnahme), führen zu der begründeten Vermutung, dass die Auswirkungen der Versickerung von Niederschlagswasser an der Haldenoberfläche in dem Teufenbereich nicht nachzuweisen sind bzw. die beprobten Teufenbereiche bis zum Zeitpunkt der Probennahme nicht erreicht haben.

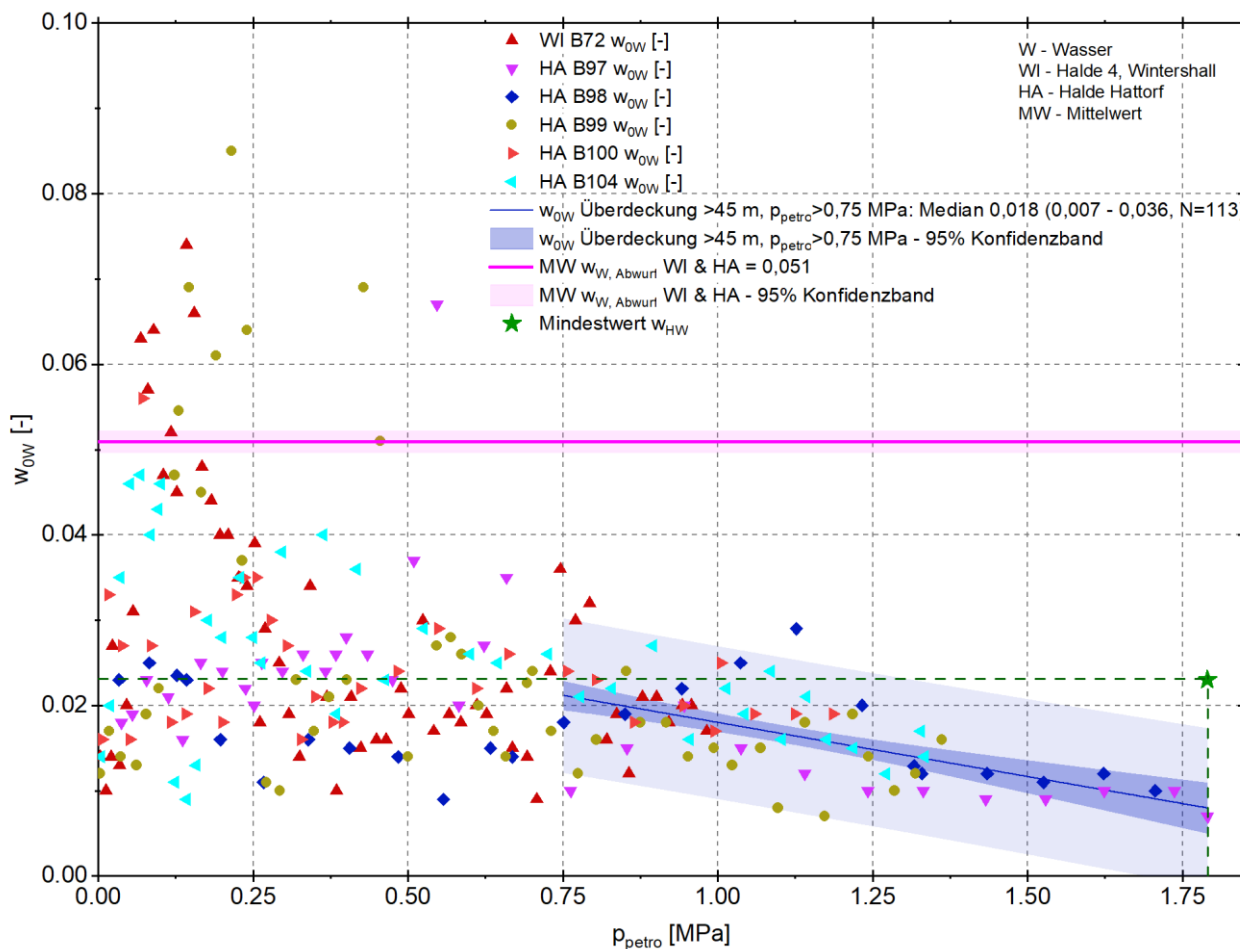
Werden alle an Kernproben ermittelten Wassergehalte aus [4] und [8] in eine vergleichende Betrachtung mit den Untersuchungen zum Haftwassergehalt und den Wassergehalten im Rückstand beim Abwurf einbezogen (Abbildung 5-1), können die folgenden Schlussfolgerungen getroffen werden:

- Die initialen Wassergehalte (w_{ow}) aus [4] und [8], welche als repräsentativ für die in situ vorliegenden Wassergehalte in den Haldenkörpern angesehen werden, sind in Abbildung 5-1 in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck dargestellt. Ergänzend wurden in der Grafik der Mindestwert der Haftwassergehalte von 0,023 für einen petrostatischen Druck bis 1,79 MPa (wird als zulässig für die nachfolgende abschätzende Beurteilung betrachtet) und der Mittelwert des Wassergehaltes von 0,051 gemäß den Erläuterungen in Abschnitt 2 (mit Konfidenzintervall des Mittelwertes) beim Abwurf für die Standorte Hattorf und Wintershall dargestellt.

- Für die Ergebnisse bis zu einem petrostatischen Druck von $\leq 0,75$ MPa, entspricht einer Überdeckung von ≤ 45 m Mächtigkeit, zeigt sich eine deutliche Streuung der in situ-Wassergehalte. Im weiteren Verlauf ($> 0,75$ MPa, > 45 m Überdeckung) reduziert sich die Streuung der Ergebnisse. Die für diesen Bereich in Abbildung 5-1 dargestellte lineare Regression (mit Konfidenz- und Vorhersageintervall für $\alpha=5$ %) lässt auf nahezu konstante Wassergehalte bzw. nur eine geringfügige Reduzierung des in situ-Wassergehaltes mit steigendem petrostatischen Druck schließen. Für diesen Bereich der Überdeckungsmächtigkeit ergibt sich bei einem Median von 0,018 ein Wertebereich des in situ-Wassergehaltes von 0,007 – 0,036, $N=113$.

Aus diesen Kenntnissen kann abgeleitet werden:

- In Haldenkörpern mit einer Überdeckung > 45 m kam es nach dem Abwurf nicht zu einer Erhöhung der initialen, in situ-Wassergehalte. Die Ergebnisse der Wassergehaltsuntersuchungen an den Bohrkernen lassen darauf schließen, dass diese Haldenintervalle nicht am Strömungsprozess beteiligt sind, der im Haldenkörper durch eintretenden Niederschlag initiiert wird, bzw. noch nicht von diesem erreicht wurden.
 - Als Maß für den gravitativen Abfluss des nicht durch Retardation infolge kapillaren Rückhalts gebundenen Wassers, ist die Differenz zwischen $w_{w, \text{Abwurf}}$ und w_{HW} zu bewerten.
 - Die in situ-Wassergehalte w_{0W} liegen größtenteils unter dem Mindestwert des Haftwassergehaltes von $w_{HW \min} = 0,023$. Dies ist, ausgehend von den höheren Rückstandswassergehalten beim Abwurf, nur über die Einbindung der Wassergehaltsdifferenzen in kristallwasserhaltige Phasen zu erklären. Die Differenz $w_{HW \min}$ zu w_{0W} belegt ein Retardationspotential über die gesamte Teufe in der Größenordnung von ca. 0,01 – siehe Anlage 3.5.
- Im Haldenrandbereich bis zu einem petrostatischen Druck von ca. 0,75 MPa bzw. einer Überdeckung von ca. 45 m reicht die Spanne der in situ-Wassergehalte von 0,009 bis 0,085, woraus sich die folgenden Bewertungen ableiten:
 - Der Wertebereich der in situ-Wassergehalte übersteigt die Obergrenzen der Einbauwassergehalte für die Standorte Hattorf und Wintershall (Abbildung 2-1). Dies ist Folge der Versickerungsprozesse von Niederschlägen von der Haldenoberfläche.
 - Nahezu in allen Bohrungen sind, im Vergleich zum Mindestwert des Haftwassergehaltes, kleinräumig größere als auch kleinere in situ-Wassergehalte vorhanden. Daraus folgen Verhältniswerte w_{HW}/w_{0W} kleiner und größer 1, die für einen gravitativen Abfluss (< 1) oder die Retardation von Sickerwasser (> 1) stehen. Diese wechselhaften Verhältnisse und die Heterogenität der Eigenschaftsverteilung sprechen, wie bereits in Abschnitt 4.2 ausgeführt, für das Vorhandensein bevorzugter Wegsamkeiten.

Abbildung 5-1 In situ Wassergehalt (w_{OW}) in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck

mit linearer Regression + Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$ für die Wassergehalte für Überdeckungen >45 m bzw. einem petrostatischen Druck >0,75 MPa

mit Mittelwert + 95 % Konfidenzintervall der aktuell auf den Halden WI und HA eingebauten Rückstände laut Abbildung 2-1- W_W , Abwurf=0,051

mit Mindestwert des Haftwassergehaltes an der unteren Grenze des 95 % Konfidenzintervall bei $p_{petro} = 1,79$ MPa

6 Verzeichnisse

6.1 Quellen/Literatur

- [1] DIN 18130-1 (1989): Bestimmung des Wasserdurchlässigkeitsbeiwertes. Deutsche Norm, 11/1989
- [2] IBeWa (2013): Durchführung von Laborversuchen zur Kennzeichnung der strömungstechnischen Eigenschaften von Kernproben aus Haldenkörperbohrungen an der ESTA-Rückstandshalde Hattorf. IBeWa-Ingenieurpartnerschaft im Auftrag der K+S KALI GmbH, Werra Standort Hattorf, Bestellung-Nr. 6701016398/0009/62M vom 21.11.2013
- [3] IBeWa (2014): Durchführung von Laborversuchen zur Kennzeichnung der strömungstechnischen Eigenschaften von Kernproben aus einer Haldenkörperbohrung an der Halde IV, Werk Werra, Standort Wintershall. IBeWa im Auftrag der K+S KALI GmbH, Werra Standort Hattorf, Bestellung-Nr. 6701179812/0009/62M vom 09.10.2014
- [4] K+S (2014): Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Hattorf (Haldenerweiterung Hattorf) Band 3.17 der Antragsunterlage Haldenkörperbohrungen am Standort Hattorf – Ergebnisbericht, K+S KALI GmbH, Werk Werra Standort Hattorf, 03.06.2014
- [5] K+S (2015): 150122_200_Längenschnitt B 72_2014_040315.pdf, K+S KALI GmbH, 04.03.2015
- [6] K+S (2015): Ergebnisübersicht. Datei: B72WI_B97-B104HA_Daten K+S FI_IBEWA-eff Por.xlsx, Mail Herr Ch. Artschwager, K+S KALI GmbH, 02.03.2015
- [7] K+S (2015): Prüfbericht Nr. 152692 / 90010562 / Haldenproben ex WI, übersendet von Fa. IBeWa am 29.10.2015. K+S-Forschungsinstitut, 16.11.2015
- [8] K+S (2018): Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Wintershall (Haldenerweiterung Wintershall) Band 3.15 der Antragsunterlage Haldenkörperverhalten – Auswertung der Haldenkörperbohrung am Standort Wintershall unter Einbeziehung der Ergebnisse für den Standort Hattorf, K+S KALI GmbH, Werk Werra Standort Wintershall, 29.03.2018
- [9] K+S (2021): Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Hattorf, RBP 04/09-HA (2021) Band 1.3 Haldenwasserbilanz, K+S KALI GmbH, Werk Werra Standort Hattorf
- [10] K+S (2019): Nachhaltiges Rückstandsmanagement am Standort Wintershall (Haldenerweiterung Wintershall) Band 1.3 Haldenwasserbilanz, K+S KALI GmbH, Werk Werra Standort Wintershall
- [11] K+S (2021): Wassergehalte der Rückstände für die Halde 4 Wintershall und die Halde Hattorf für den Zeitraum 08/2020-04/2021. K+S Minerals und Agriculture, Dateien: 20210503_Übersicht_Wassergehalt_Rückstandshalde_WI Stand 30.04.2021.xlsx, 20210503_Übersicht_Wassergehalt_Rückstandshalde_HA Stand 30.04.2021.xlsx, 03.05.2021
- [12] Luckner, L.; Schestakow, W.M. (1986): Migrationsprozesse im Boden- und Grundwasserbereich. Leipzig: Dt. Verl. für Grundstoffindustrie

6.2 Glossar

| | |
|---|---|
| <i>Phase</i> | mit anderen Fluiden nicht mischbares Fluid – Wasser, Öl, Gas |
| <i>effektive Porosität (durchströmbare Porosität)</i> | <p>am Strömungsprozess beteiligter Porenraum</p> $n_{\text{eff}} = n - n_x - n_{\text{HL}} \quad (3)$ <p> n_{eff} - effektive Porosität [-] n - totale Porosität [-] n_x - geschlossene Porosität („Tot“-Porosität) [-] n_{HL} - Haftlösungsporosität [-] </p> |
| <i>Wassergehalt</i> | <p>chemisch nicht gebundener Wasseranteil in dem abgelagerten Rückstand</p> $w_W = \frac{m_W}{m_{s,f}} \quad (4)$ <p> w_W - Wassergehalt [-] m_W - Masse Wasser [kg] $m_{s,f}$ - Feuchtmasse Feststoff [kg] </p> |
| <i>Lösungsgehalt / Flüssigkeitsgehalt</i> | <p>Masse Lösung in einem Feststoff ohne chemisch gebundenes Wasser; der Lösungsgehalt wird in der Praxis mit unterschiedlichen Bezugsmassen des Feststoffes angegeben:</p> <p>1. Bezogen auf Trockenmasse nach Trocknungsversuch, ohne Korrektur der Trockenmasse bezüglich der aus der Porenlösung ausgefallenen Salze</p> $w_L = \frac{m_L}{m_{s,t}} \quad (5)$ <p> w_L - Lösungsgehalt [-] m_L - Masse Lösung [kg] </p> |

| | |
|---|--|
| | <p>m_{st} - Trockenmasse Feststoff (nicht korrigiert) [kg]</p> <p>2. Bezogen auf die korrigierte Trockenmasse; Korrektur der Masse um den in der Porenlösung enthaltenen Salzgehalt</p> <p>Bei der Ermittlung des Salzlösungsgehaltes sind die angewendete Trocknungsmethodik und die dabei auftretenden thermodynamischen Bedingungen zu berücksichtigen</p> $w_L^* = \frac{m_L}{m_{s,t}^*} \quad (6)$ <p>w_L^* - Haftlösungsgehalt (korrigiert) [-]</p> <p>m_L - Masse Haftlösung [kg]</p> <p>m_{st}^* - Trockenmasse Feststoff, korrigiert [kg]</p> <p>Trockenmassekorrektur:</p> $m_{st}^* = \frac{m_{st} \cdot \rho_L - m_{sf} \cdot C_L}{\rho_L - C_L} \quad (7)$ <p>m_{st}^* - Trockenmasse Feststoff, korrigiert [kg]</p> <p>m_{st} - Trockenmasse des Feststoffs [kg]</p> <p>m_{sf} - Feuchtmasse des Feststoffs [kg]</p> <p>ρ_L - Lösungsdichte [kg/m³]</p> <p>C_L - Gesamtmineralisation der Lösung [kg/m³]</p> |
| Haftwasser/ Haftlösung | <p>im Porenraum einer ungesättigten Probe adsorptiv und/ oder kapillar bei Luftdruckbedingungen gegen die Schwerkraft gehaltene/ fixierte Flüssigkeit (z.B. Wasser oder mineralisiertes Wasser – Salzlösung).</p> <p>In der Rückstandshalde liegt die Flüssigkeit als salzhaltige Haftlösung vor. Der Aufsalzungsfaktor ist abhängig von der für den Untersuchungs-/ Probenbereich bestimmten Flüssigkeitsdichte (diese wiederum abhängig von der Gesamtmineralisation und der Temperatur). Gemessene Haftwassergehalte werden deshalb dichtekorrigiert.</p> <p>Im Prüfbericht des K+S Analytik- und Forschungszentrums ausgewiesenes Haftwasser entspricht dem Porenwasser (Bestimmung durch Karl-Fischer-Titration).</p> |
| Haftwassergehalt | <p>spezifischer Wassergehalt - durch Kapillarkräfte im Porengefüge gebundener Gehalt an Porenwasser ohne Mineralisation</p> $w_{HW} = \frac{m_{HW}}{m_{sf}} \quad (8)$ <p>w_{HW} - Haftwassergehalt [-]</p> <p>m_{HW} - Masse Haftwasser [kg]</p> <p>m_{sf} - Feuchtmasse Feststoff [kg]</p> |
| Haftlösungsgehalt | <p>spezifischer Lösungsgehalt - durch Kapillarkräfte im Porengefüge gebundener Gehalt an mineralisierter Porenlösung</p> $w_{HL} = \frac{m_{HL}}{m_{s,t}^*} \quad (9)$ <p>w_{HL}^* - Haftlösungsgehalt (korrigiert) [-]</p> <p>m_{HL} - Masse Haftlösung [kg]</p> <p>m_{st}^* - Trockenmasse Feststoff, korrigiert [kg]</p> |
| Lösungssättigung / Flüssigkeitssättigung | <p>Volumen Porenflüssigkeit bezogen auf das Porenvolumen; für die Berechnung der Sättigung wird grundsätzlich der auf die korrigierte Trockenmasse bezogene Lösungsgehalt verwendet.</p> $S_L = \frac{V_L}{V_P} = \frac{w_L^* \cdot m_{s,t}^*}{\rho_L \cdot V_P} = \frac{w_L^* \cdot \rho_d^*}{\rho_L \cdot n} \quad (10)$ <p>S_L - Lösungssättigung [-]</p> <p>V_L - Lösungsvolumen [m³]</p> <p>V_P - Porenvolumen [m³]</p> <p>ρ_L - Lösungsdichte [kg/m³]</p> <p>ρ_d^* - korrigierte Trockenrohddichte [g/cm³]</p> |
| initiale Lösungssättigung | <p>flüssigkeitsgefüllter Porenraum (Sättigung) für den initialen Haftlösungsgehalt</p> <p>S_{0L}</p> |

| | |
|---|--|
| <i>Feuchtdichte</i> | Verhältnis von Feuchtmasse zu Volumen der gesamten, feuchten Probe (Probe im Rohzustand). Ermittelt durch Ausmessen und Wiegen der Probe oder Tauchwägung. Symbol ρ , Angabe in $[\text{g}/\text{cm}^3]$. Synonyme: Feuchtdichte, Schüttdichte |
| <i>Porenwasser/ Porenlösung</i> | gesamte, im Porenraum enthaltene Flüssigkeit (z.B. Wasser oder mineralisiertes Wasser – Salzlösung). Summe aus freiem (entwässerbaren) und anhaftendem (nicht entwässerbaren) Anteil (\rightarrow Haftwasser/ -lösung) Das Porenwasser wurde durch das K+S-Analytik- und Forschungszentrum durch Karl-Fischer-Titration bestimmt und in Prüfberichten unter „Wassergehalt“ ausgewiesen. In der Rückstandshalde liegt die Flüssigkeit als salzhaltige Porenlösung vor. Der Aufsalzungsfaktor ist abhängig von der für den Untersuchungs-/ Probenbereich bestimmten Gesamtmineralisation und der Flüssigkeitsdichte. Angaben zum Wasser- bzw. Salzlösungsgehalt stellen das Verhältnis von Wasser- bzw. Salzlösungsmasse zur Trockenmasse einer Probe dar, wobei im Salzlösungsgehalt die Dichte und die Gesamtmineralisation der Salzlösung, d.h. des Haldenwassers, berücksichtigt wurde (Dichtekorrektur). Der Begriff „Haftwasser“ wird häufig synonym für Porenwasser verwendet; es handelt sich dabei um den durch Ofentrocknung bei niedrigen Temperaturen und ggf. Korrektur um Kristallwassergehalte ermittelten Wassergehalt. |
| <i>Rückstandsfeuchte</i> | Ermittelt durch Ofentrocknung bei 105°C . Die Rückstandsfeuchte umfasst das \rightarrow Porenwasser sowie das \rightarrow schwach gebundene Kristallwasser. In neueren Untersuchungen erfolgte eine Bestimmung der Rückstandsfeuchte bei 55°C oder 60°C , um Kristallwasserfreisetzung zu vermeiden. Auch durch Trocknung bei niedrigen Temperaturen gelingt dies jedoch nur teilweise. Synonym: Trocknungsverlust 105°C ($V_{\text{tr}105}$) bzw. Trocknungsverlust 55°C ($V_{\text{tr}55}$). Der Gehalt wird bezogen auf die Feuchtmasse / Ausgangsmasse der Probe angegeben. |
| <i>totale Porosität (Gesamtporosität)</i> | luftegefüllter Porenraum in einer trockenen Porenstruktur $n = \frac{V_P}{V_{\text{ges}}} = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \quad (11)$ n - totale Porosität [-] V_P - Porenvolumen $[\text{m}^3]$ V_{ges} - Gesamtvolumen der trockenen Probe [-] ρ_d - Trockenrohddichte $[\text{kg}/\text{m}^3]$ ρ_s - Reindichte $[\text{kg}/\text{m}^3]$ |
| <i>Trockenrohddichte</i> | Quotient aus der Trockenmasse einer Probe und ihrem Volumen (Symbol ρ_d^* , Angabe in $[\text{g}/\text{cm}^3]$). $\rho_d^* = \frac{\rho}{1 + (w_L^*/100)} \quad (12)$ Berechnet aus der gemessenen Feuchtdichte und dem Lösungsgehalt: ρ_d^* korrigierte Trockenrohddichte $[\text{g}/\text{cm}^3]$ ρ Feuchtdichte $[\text{g}/\text{cm}^3]$ w_L^* korrigierter Lösungsgehalt [%] |
| <i>Reindichte</i> | Verhältnis von Masse zu Volumen der festen Bestandteile der Probe. Die Reindichtebestimmung muss die Auswirkungen der vorher erforderlichen Trocknung auf die untersuchte Masse berücksichtigen. Bestimmung im Heliumpyknometer. ρ_s - Reindichte $[\text{kg}/\text{m}^3]$ |

6.3 Tabellen

| | |
|-----------|---|
| Tabelle 1 | Haftwassergehalte und Haftlösungssättigungen aller Versuche15 |
|-----------|---|

6.4 Abbildungen

| | |
|---------------|--|
| Abbildung 2-1 | Wassergehalt w_w , Abwurf bei Aufhaldung auf den Halden Hattorf und Wintershall im Zeitraum August 2020 bis April 2021 [11] mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$7 |
| Abbildung 2-2 | Korrigierte Trockenrohddichte (ρ_d^*), Lösungsgehalt des Kernmaterials (w_{OL}), integrierte, korrigierte Feucht- und Trockenrohddichte sowie petrostatischer |

| | | |
|-----------------|--|----|
| | Druckverlauf in Abhängigkeit von der Teufe/ Mächtigkeit der Überdeckung für die Vertikalbohrungen B97 und B98 [6]..... | 13 |
| Abbildung 4-1 | Haftwassergehalt in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck – alle Ergebnisse mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$ | 15 |
| Abbildung 4-2 | Haftwassergehalt w_{HW} in Abhängigkeit vom initialen Wassergehalt w_{0W} | 18 |
| Abbildung 4-3 | Verhältnis Haftwassergehalt w_{HW} zum initialen Wassergehalt am Anfang des Versuches w_{0W} | 19 |
| Abbildung 4-4 | Haftwassergehalt (w_{HW}), totale Porosität (n_t) und Haftlösungssättigung (S_{HL}) in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck – Haftwassergehalte aller Versuche mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$ | 20 |
| Abbildung 4-5 | Effektive Salzlösungspermeabilität in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck, Halde Hattorf (B97, B98 = Vertikalbohrungen, B99, 100, 104 = Horizontalbohrungen)..... | 22 |
| Abbildung 4-6 | Porenraumsättigung mit Salzlösung in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck der Überdeckung, Halde Hattorf (B97, B98 = Vertikalbohrungen, B99, 100, 104 = Horizontalbohrungen)..... | 23 |
| Abbildung 5-1 | In situ Wassergehalt (w_{0W}) in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck..... | 27 |
| Abbildung A 1-2 | Relative Permeabilität in Abhängigkeit von der Sättigung des Porenraumes mit Lösung (nach[13])..... | 33 |

6.5 Variablen

| | | |
|------------|--|----------------------|
| \bar{p} | mittlerer Druck | [Pa] |
| ρ | Dichte | [kg/m ³] |
| C | Mineralisation | [kg/m ³] |
| g | Erdbeschleunigung 9,81 m/s ² | [m/s ²] |
| k | Permeabilität | [m ²] |
| m | Masse | [kg] |
| n | totale Porosität | [-] |
| S | Sättigung | [-] |
| u | fiktive Geschwindigkeit (Darcy-Geschwindigkeit) | [m/s] |
| V | Volumen | [m ³] |
| w | Flüssigkeitsgehalt (Masse Flüssigkeit / Masse Feststoff) | [-] |
| x | individuelle Bezeichnung eines Parameters | [variabel] |
| ΔH | hydraulisch wirksame Druckhöhe | [m] |
| ΔL | Länge Strömungsweg | [m] |
| α | Irrtumswahrscheinlichkeit | [%] |
| η | dynamische Viskosität Flüssigkeit | [Pas] |
| σ | Grenzflächenspannung | [N/m] |
| φ | Benetzungswinkel | [°] |
| σ | Standardfehler arithmetischer Mittelwert | [-] |
| \bar{x} | arithmetischer Mittelwert | [variabel] |
| N | Anzahl Einzelwerte | [-] |

6.6 Indizes

| | |
|-----|---|
| * | korrigiert bezüglich Masse der in der Porenflüssigkeit gelösten Komponenten |
| 0 | initial |
| a | Luft (air) |
| abs | absolut |
| C | Komponenten |
| cap | Kapillar- |
| d | Index Rohdichte |
| eff | effektiv |
| f | feucht |
| F | Fluid |
| ges | gesamt |
| G | Gas |
| H | Haft- |
| i | ein (in) |
| KF | Karl-Fischer-Titration |



L Porenflüssigkeit, Lösung
o aus (out)
P Poren
rel relativ
S Feststoff
s Index Reindichte
t trocken
W Wasser

6.7 Abkürzungen

HA Hattorf
WI Wintershall

Anlage 1 Prozessvorstellungen zu den Strömungsprozessen im porösen Haldenmaterial - Zweiphasenströmung

Die Strömung einer flüssigen und einer gasförmigen Phase in einer ungesättigten Porenstruktur wird bestimmt durch die Phasenverteilung im Porenraum. Der Prozess gehorcht den Gesetzmäßigkeiten der Zweiphasenströmung. Diese werden maßgeblich bestimmt durch die effektive Phasenpermeabilität in Abhängigkeit von der Porenraumsättigung mit Flüssigkeit. Das Permeabilitätsverhalten wird durch das Konzept der relativen Phasenpermeabilität laut Gleichung (13) beschrieben.

$$k_{\text{rel,Phase}} = \left(\frac{k_{\text{eff,Phase}}}{k_{\text{abs}}} \right) \quad (13)$$

$k_{\text{rel, Phase}}$ - relative Phasenpermeabilität [-]

$k_{\text{eff,Phase}}$ - effektive Phasenpermeabilität; in der Regel in Abhängigkeit von der Porenraumsättigung der flüssigen Phase S_L [m²]

k_{abs} - absolute Permeabilität [m²]

Entsprechend Gleichung (13) beruht das Konzept der relativen Permeabilität auf der Normierung der effektiven Phasenpermeabilität bei verschiedenen Porenraumsättigungen der flüssigen Phase auf die absolute Permeabilität des Materials. Abbildung A 1-2 gibt eine schematische Übersicht dieses Zusammenhangs. Dieser wird bestimmt von der Porengrößenverteilung, dem Porengefüge (Porenform, Porenverbindungen, Tortuosität), den Benetzungseigenschaften der strömenden Fluide (Grenzflächenspannung, Benetzungswinkel) und dem daraus resultierenden Kapillardruck.

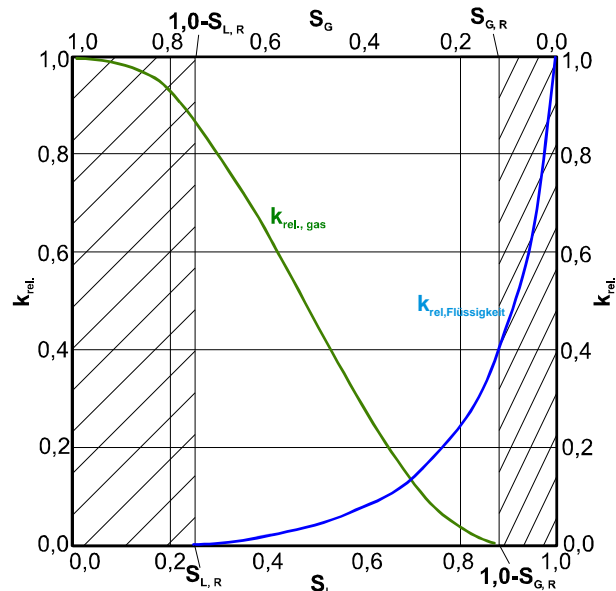


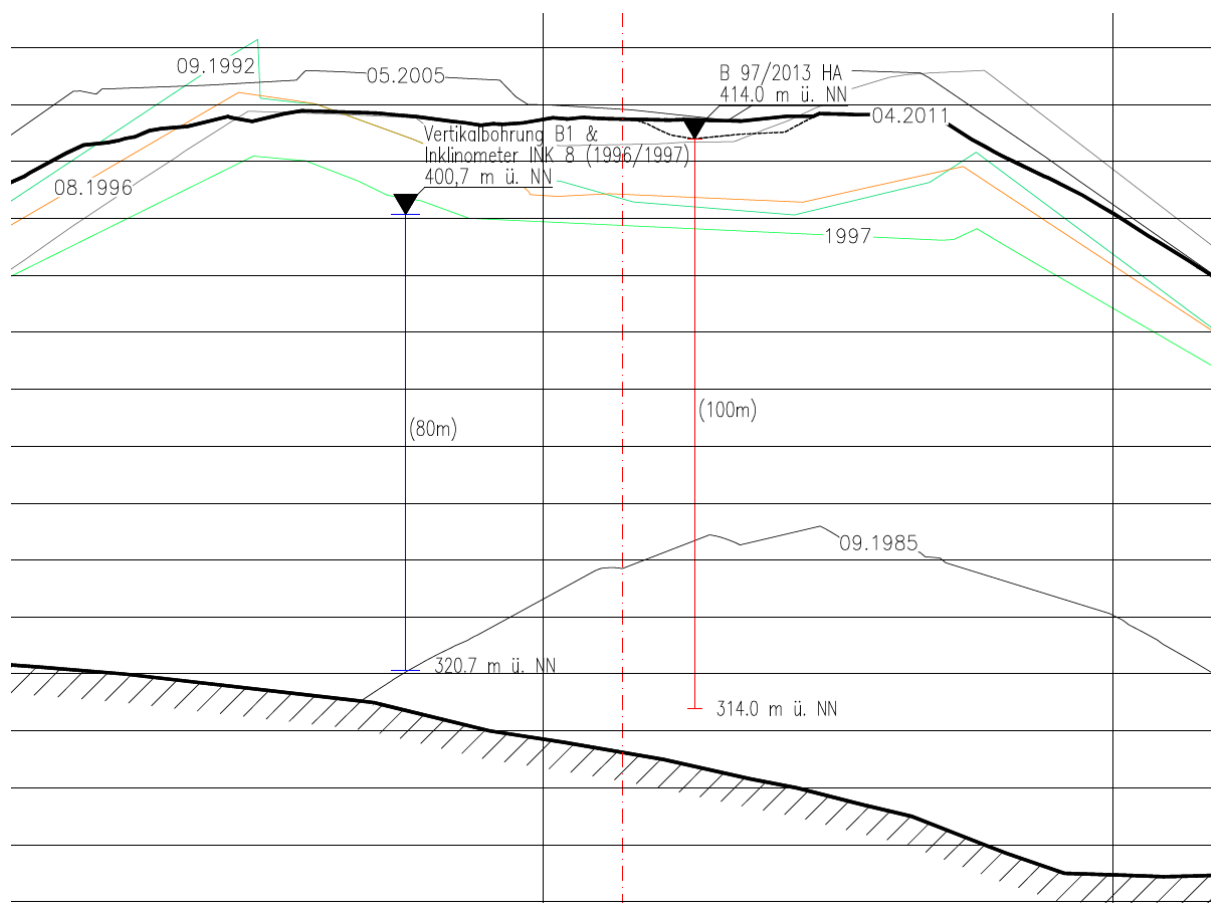
Abbildung A 1-2 Relative Permeabilität in Abhängigkeit von der Sättigung des Porenraumes mit Lösung (nach [12])

| | | |
|----------|-----------------------------|-----|
| S_L | – Flüssigkeitssättigung | [-] |
| S_{LR} | – Restflüssigkeitssättigung | [-] |
| S_G | – Gassättigung | [-] |
| S_{GR} | – Restgassättigung | [-] |

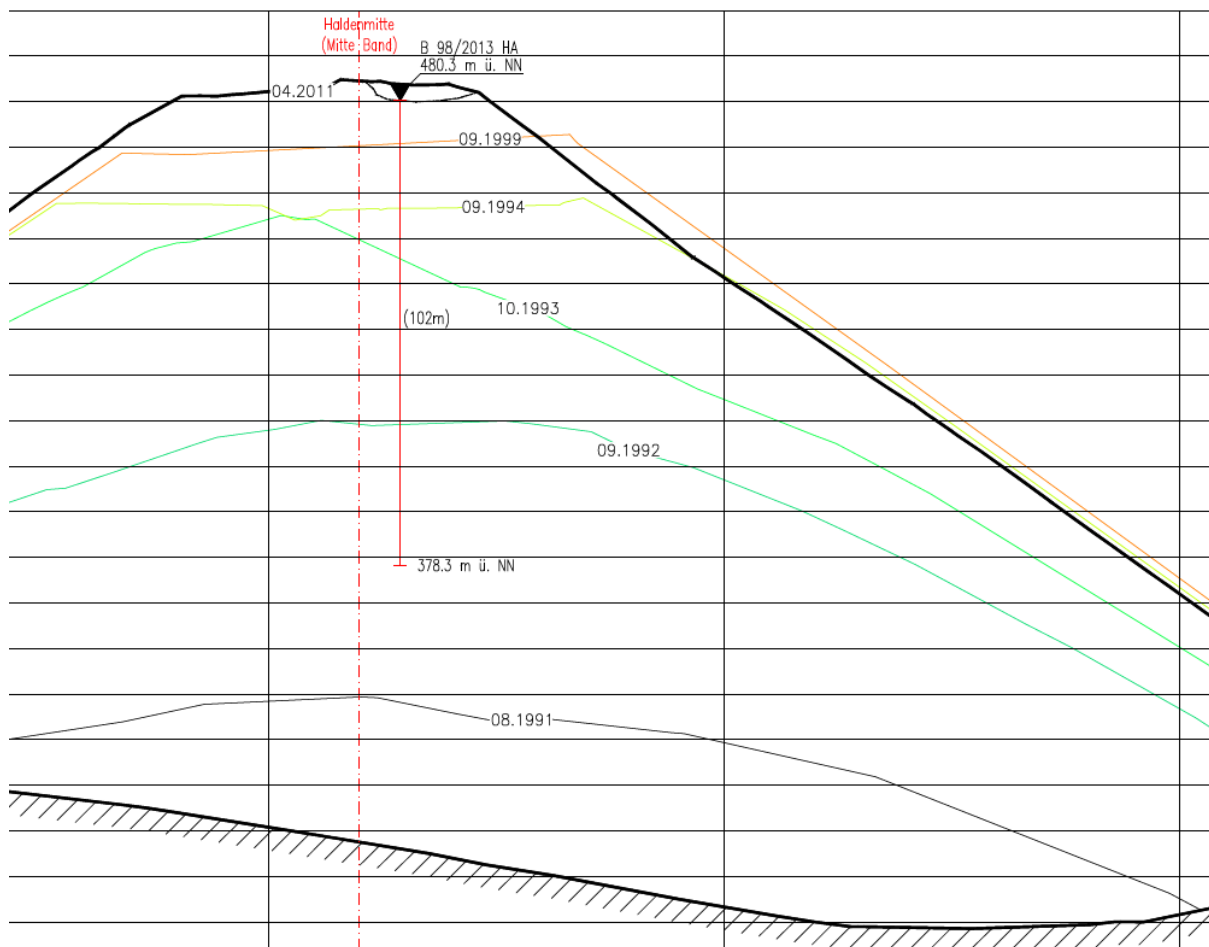
Anlage 2 Lage der Untersuchungsbohrungen

Anlage 2.1 Halde Hattorf

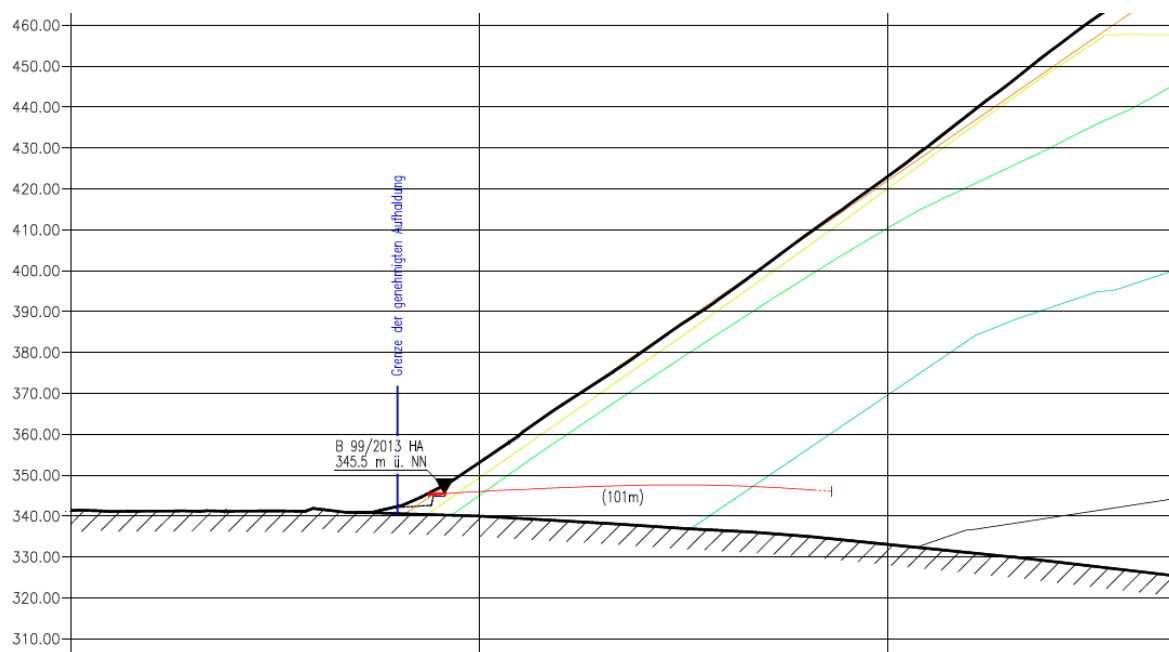
Anlage 2.1.1 Vertikalbohrung B97/2013 HA [6]



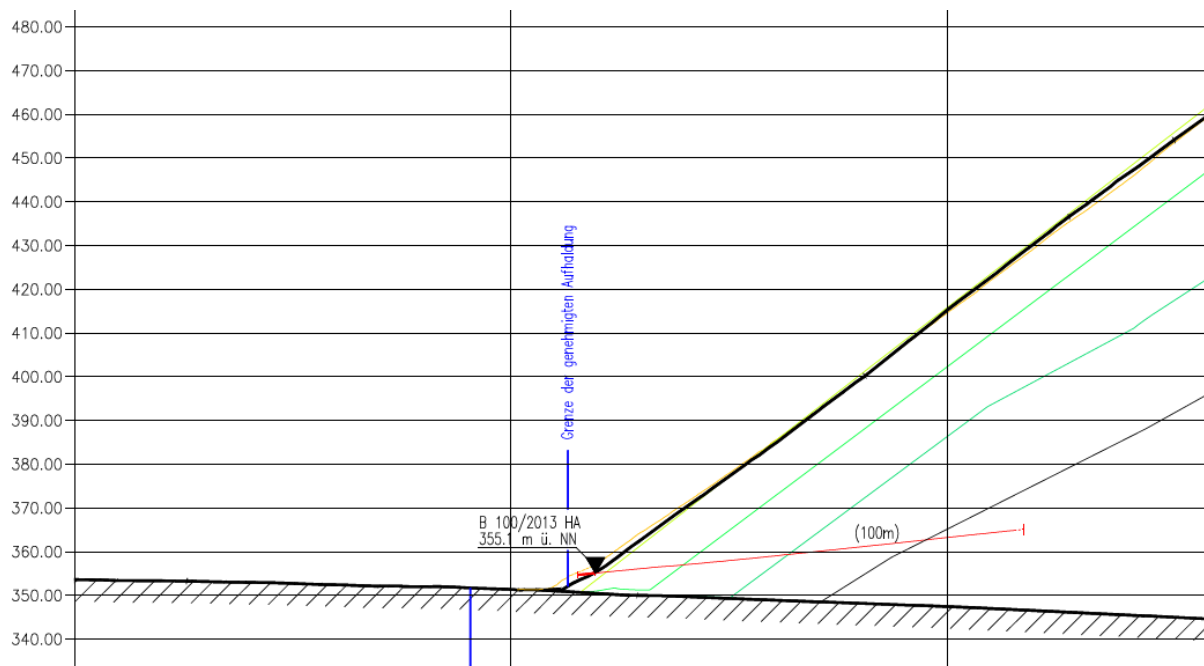
Anlage 2.1.2 Vertikalbohrung B98/2013 HA [6]



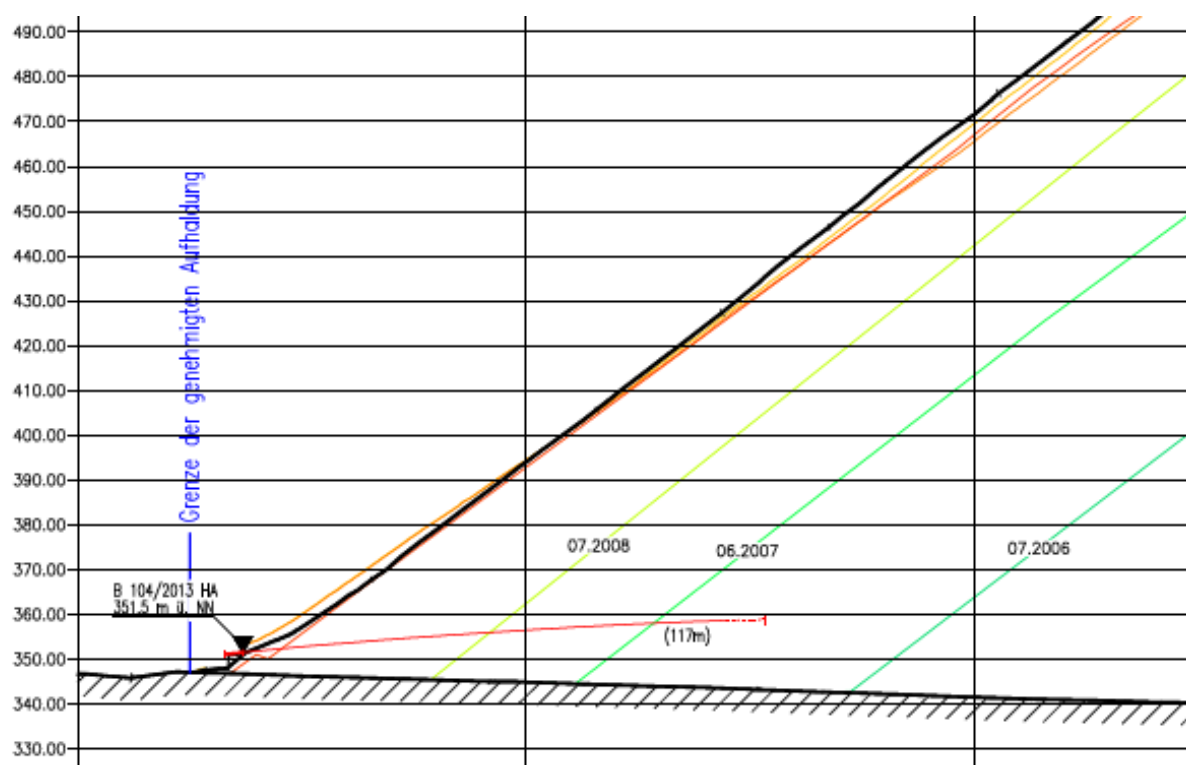
Anlage 2.1.3 Horizontalbohrung B99/2013 HA [6]



Anlage 2.1.4 Horizontalbohrung B100/2013 HA [6]

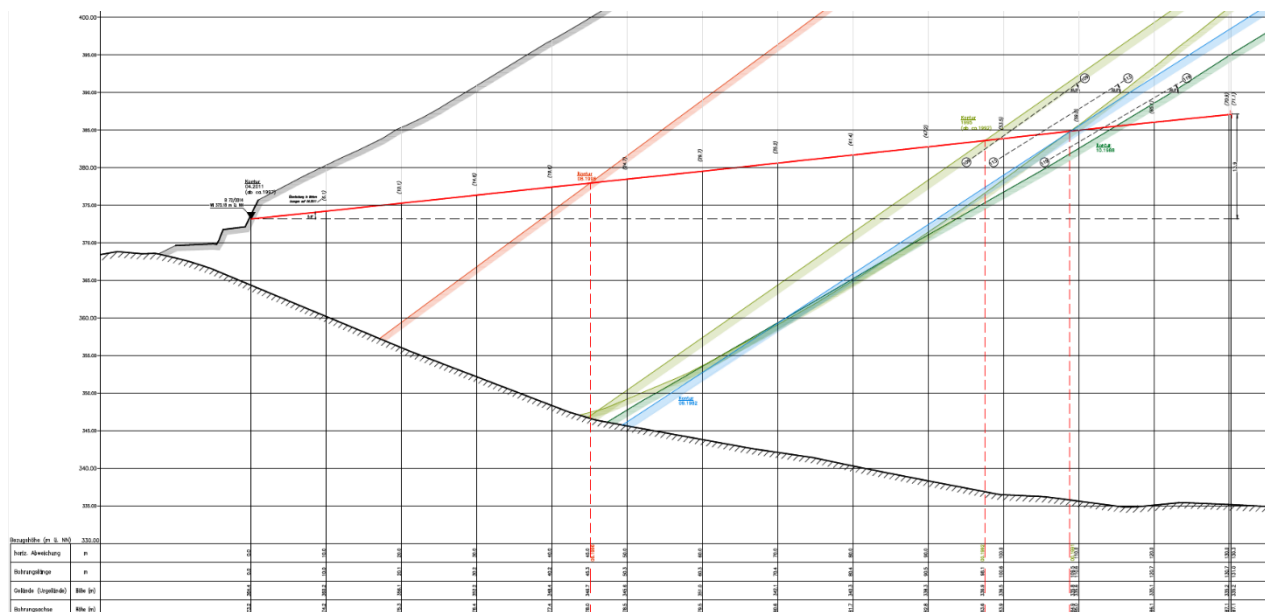


Anlage 2.1.5 Horizontalbohrung B104/2013 HA [6]



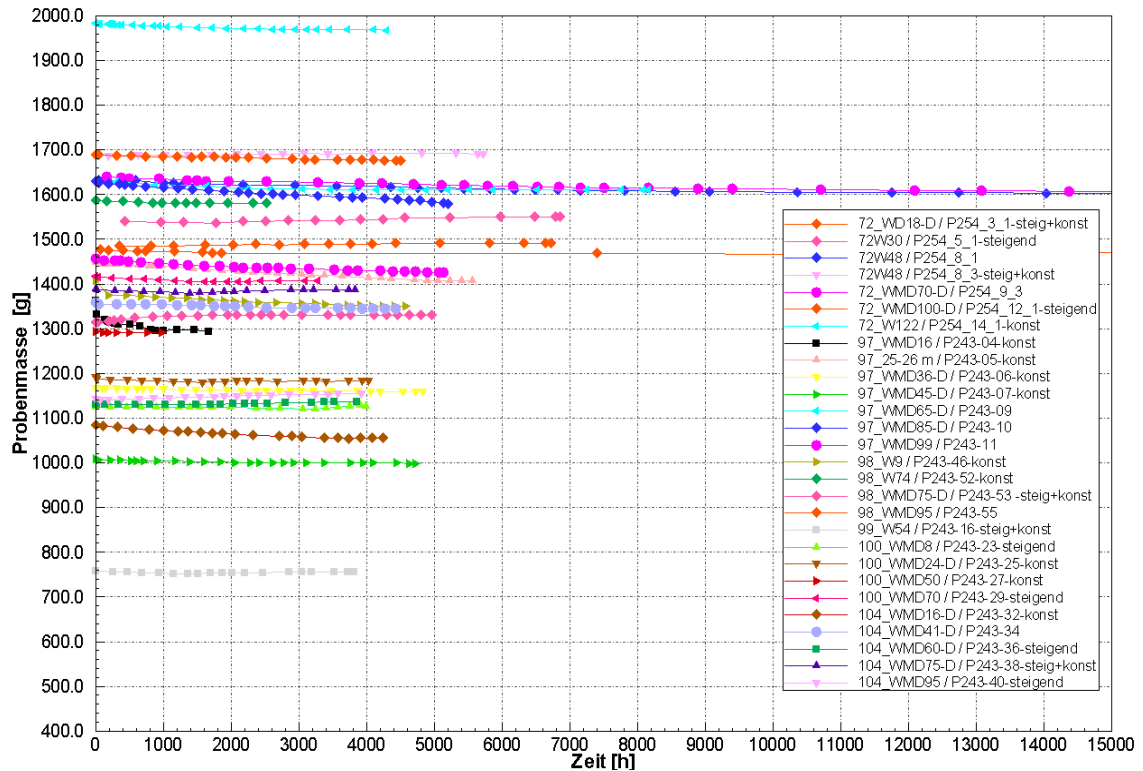
Anlage 2.2 Halde Wintershall

Anlage 2.2.1 Horizontalbohrung B72/2014 WI [5]

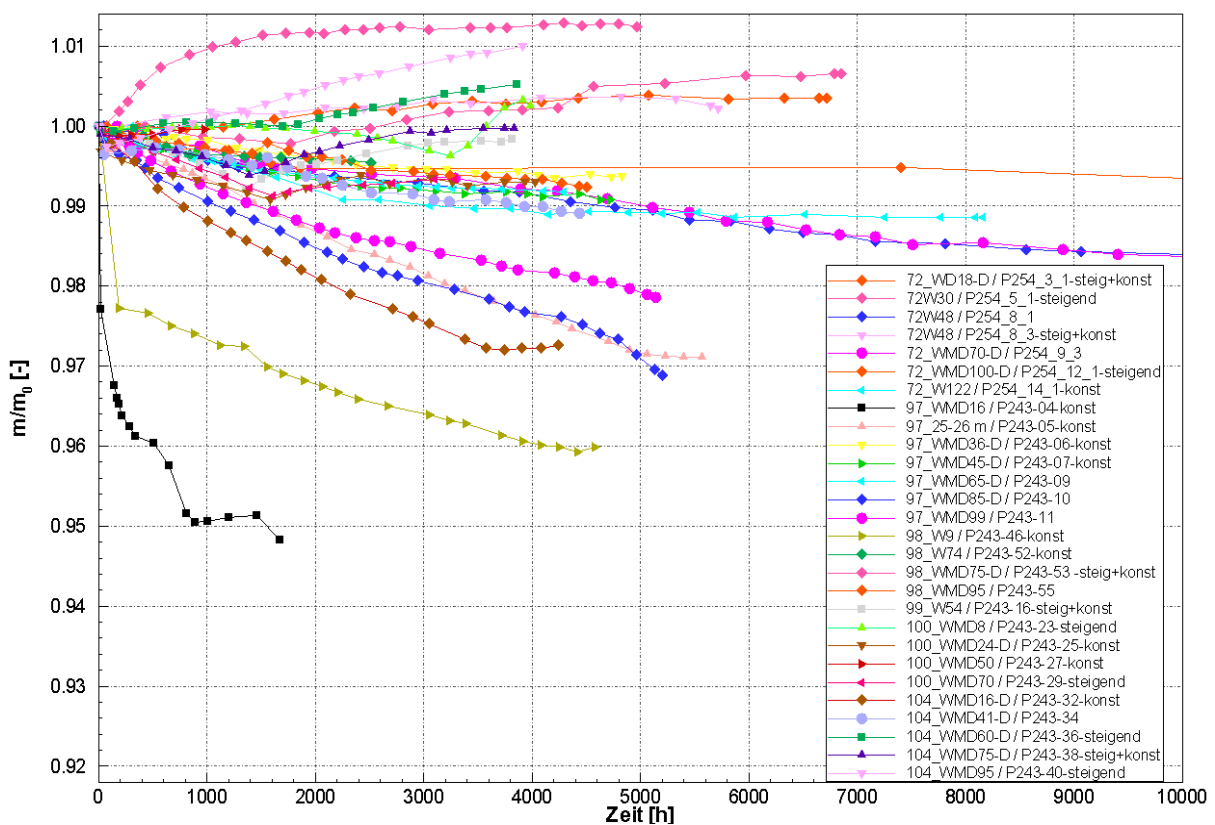


Anlage 3 Ergebnisdarstellungen

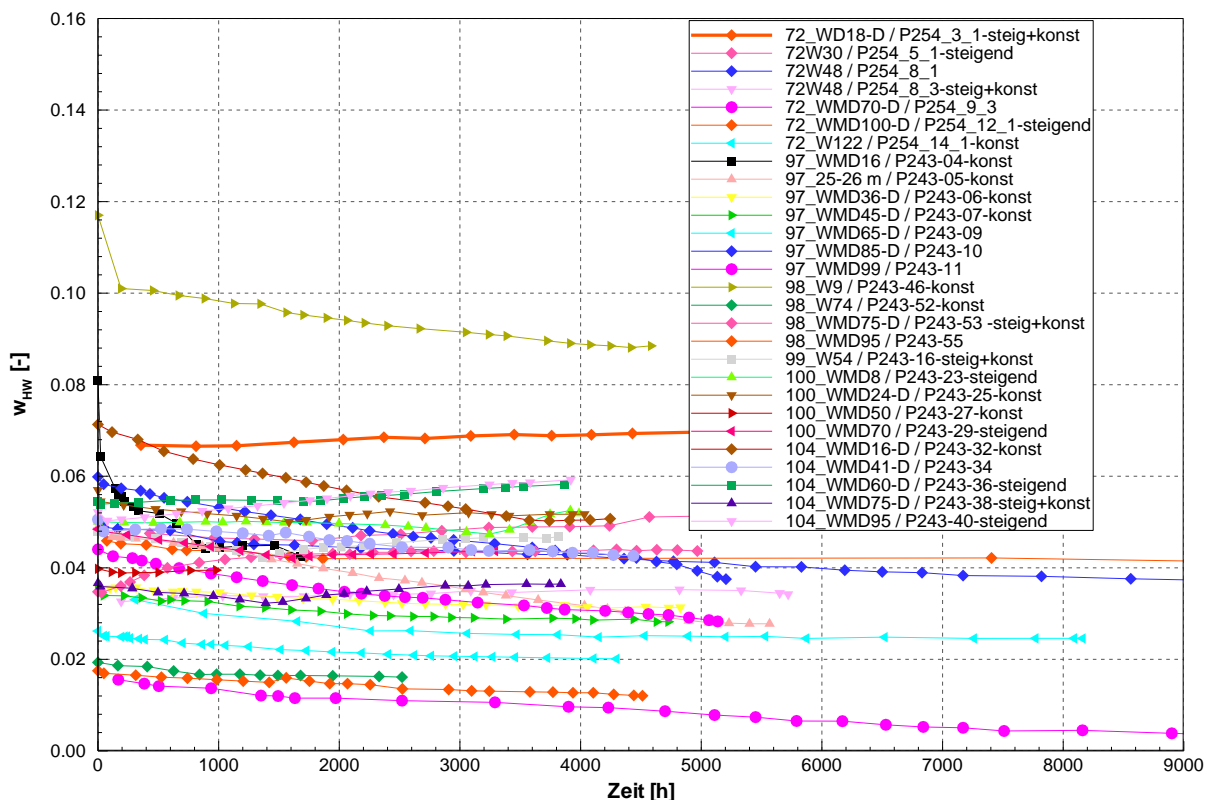
Anlage 3.1 Ganglinien Probenmassen



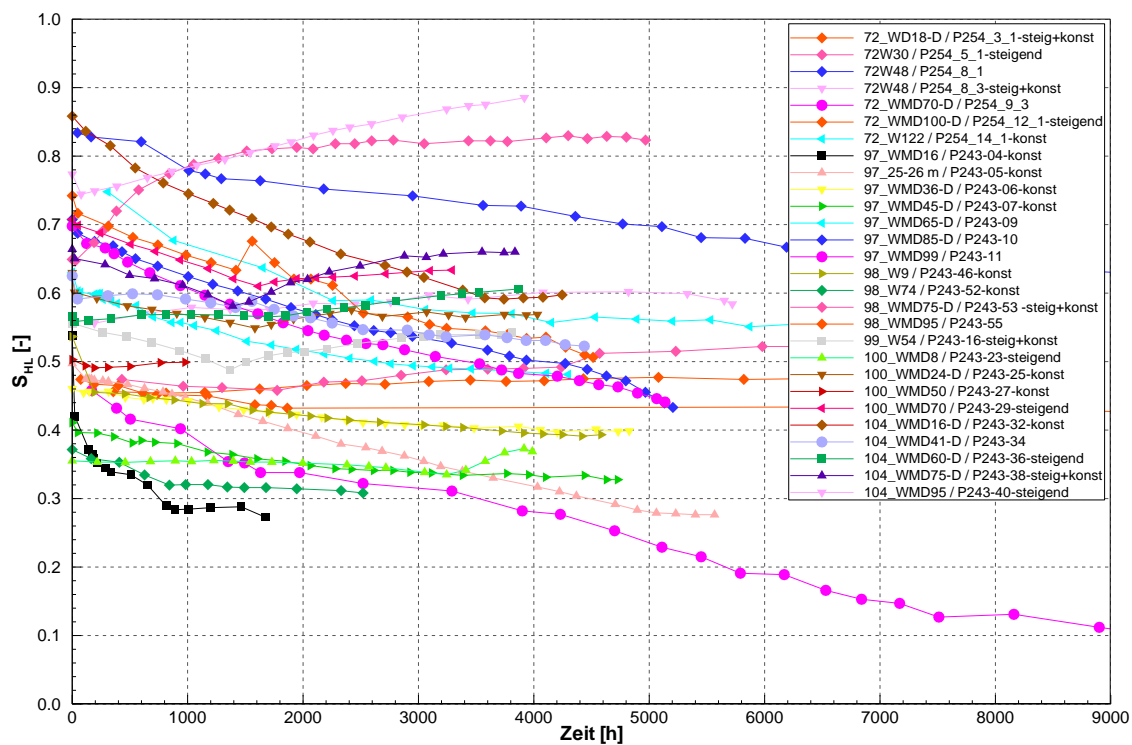
Anlage 3.2 Massenänderung $m(t)/m_0$



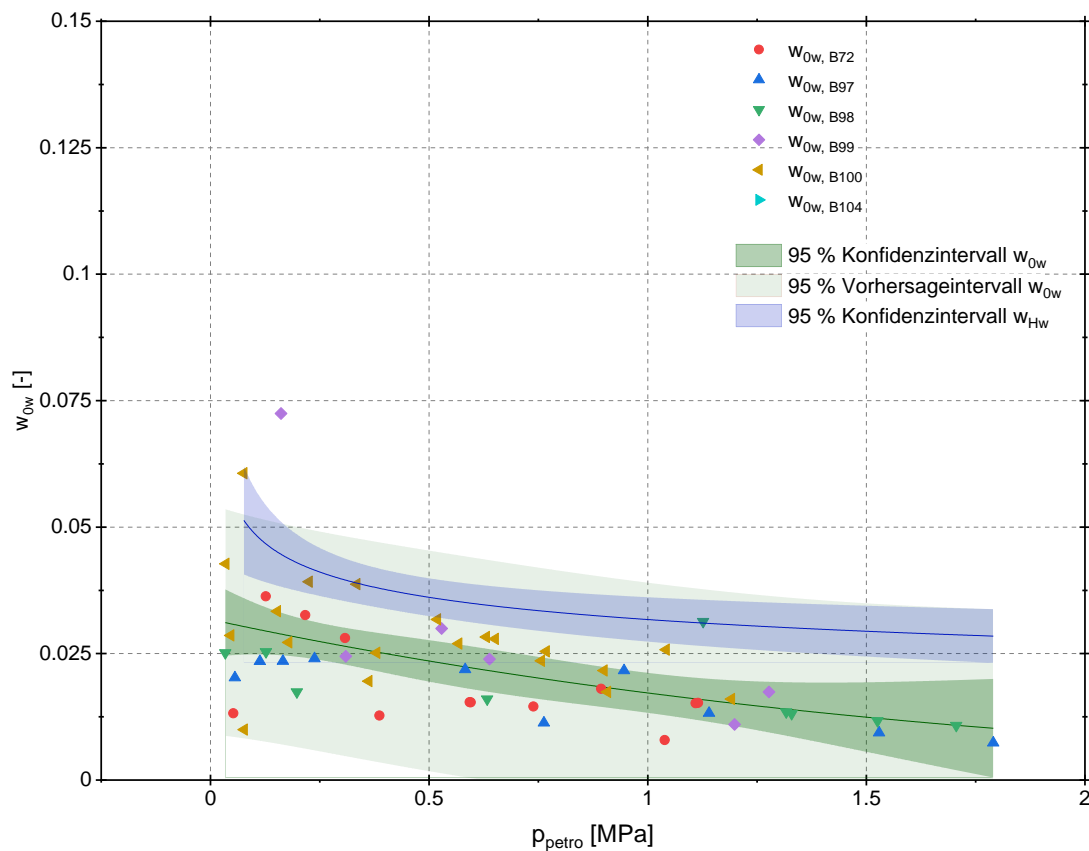
Anlage 3.3 Ganglinien Haftwassergehalte



Anlage 3.4 Ganglinien Haftlösungssättigungen



Anlage 3.5 Initiale Wassergehalte - in Abhängigkeit vom petrostatischen Druck mit Konfidenzintervall und Vorhersageintervall für $\alpha=5\%$



Anlage 3

Prüfberichte AFZ vom 28.04.2021
(Rückstand Hattorf und Wintershall)

K+S Minerals and Agriculture GmbH

Werk Werra, Standort Hattorf
WEHA_FH - Herr Ingo Werner
Hattorfer Straße

36269 Philippsthal

Untereibitzbach, 29.04.2021

Bearbeiter: Andrea Schneider

Verteiler:

WE_U/U_HFV Beate Böhme

WE_U/U_G Sandra Pacholke

WE_U/U_GGt Christian Artschwager

Auftragsdaten:

| | | | | | |
|------------------------|---|---------------|-------------------------|----------------|--|
| Auftraggeber | Ingo Werner | | | | |
| Prüfgegenstand | Rückstand Halde HA 28.04.2021 | | | | |
| Projekt: | AFZ-0010 | Kostenstelle: | | Statistik-Nr.: | |
| Probeneingang: | 28.04.2021 | Prüfzeitraum: | 30.04.2021 - 29.04.2021 | | |
| Probenahme: | durch Auftraggeber, Messergebnisse beziehen sich auf die Probe wie erhalten | | | | |
| Hinweise zur Analytik: | | | | | |



Dr. Sebastian Eckert, stellvtr. Leiter Zentrallabor

Freigabe, elektronische Unterschrift vom: 29.04.2021, 12:55:27

Messergebnisse beziehen sich auf die Prüfgegenstände. Der Prüfbericht besteht ggf. aus mehreren Seiten und dazugehörigen Anlagen. Anlagen sind im Einzelnen aufgeführt. Der Prüfbericht hat nur im Gesamten Gültigkeit. Auszugsweise Vervielfältigung des Prüfberichts nur mit schriftlicher Genehmigung der K+S Aktiengesellschaft, K+S Analytik- und Forschungszentrum. Wenn nicht anders vereinbart, werden die Rückstellproben vier Wochen nach Zusendung des Prüfberichtes verworfen bzw. dem Auftraggeber zur Entsorgung zurückgeschickt.

| Prüfparameter | 28.04.2021 | | BG | Einheit | Prüfverfahren |
|--------------------------------|------------|--|-----|---------|-------------------------|
| - | | | | | |
| Wassergehalt nach Karl-Fischer | 4,4 | | 0,1 | % | K+S 0785.02* |
| Trocknungsverlust (bei 55 °C) | 4,7 | | 0,1 | % | DIN EN 12880 (S 2a) A)* |
| Trocknungsverlust (bei 105 °C) | 5,3 | | 0,1 | % | DIN EN 12880 (S2a) |
| Glühverlust (bei 550 °C) | 6,1 | | 0,1 | % | K+S 0087.05* |

A): in Anlehnung; *: nicht akkr. Verfahren; **: Unterauftragsvergabe; ***: Fremdvergabe; nb: nicht bestimmt; BG: Bestimmungsgrenze

K+S Aktiengesellschaft, K+S Analytik- und Forschungszentrum

Zum Salzberg 4, 36414 Unterbreizbach, Telefon: +49 6620.79-4700, Fax: +49 6620.79-4791, www.k-plus-s.com

Aufsichtsratsvorsitzender: Dr. Andreas Kreimeyer, Vorstand: Dr. Burkhard Lohr (Vors.), Thorsten Boeckers, Holger Riemensperger, Mark Roberts

Sitz der Gesellschaft: Kassel . Registergericht: Kassel (HRB 2669)

K+S Minerals and Agriculture GmbH
Werk Werra, Standort Wintershall
WEWI_FP_1_2 - Herr Sascha Mötzing
In der Aue 1
36266 Heringen/Werra

Untereibitzbach, 29.04.2021

Bearbeiter: Andrea Schneider

Verteiler:
WEWI_FPL_H Susann Leser
WE_U/U_H Hanka Poppitz
WE_U/U_G Sandra Pacholke

Auftragsdaten:

| | | | | | |
|--|---|---------------|-------------------------|----------------|--|
| Auftraggeber | Sascha Mötzing | | | | |
| Prüfgegenstand | Rückstände Halde WI 28.04.2021 | | | | |
| Projekt: | AFZ-0010 | Kostenstelle: | | Statistik-Nr.: | |
| Probeneingang: | 28.04.2021 | Prüfzeitraum: | 28.04.2021 - 29.04.2021 | | |
| Probenahme: | durch Auftraggeber, Messergebnisse beziehen sich auf die Probe wie erhalten | | | | |
| Hinweise zur Analytik: Anlage: Probenahmeprotokoll Halde WI | | | | | |



Dr. Sebastian Eckert, stellvtr. Leiter Zentrallabor
Freigabe, elektronische Unterschrift vom: 29.04.2021, 12:55:39

Messergebnisse beziehen sich auf die Prüfgegenstände. Der Prüfbericht besteht ggf. aus mehreren Seiten und dazugehörigen Anlagen. Anlagen sind im Einzelnen aufgeführt. Der Prüfbericht hat nur im Gesamten Gültigkeit. Auszugsweise Vervielfältigung des Prüfberichts nur mit schriftlicher Genehmigung der K+S Aktiengesellschaft, K+S Analytik- und Forschungszentrum. Wenn nicht anders vereinbart, werden die Rückstellproben vier Wochen nach Zusendung des Prüfberichtes verworfen bzw. dem Auftraggeber zur Entsorgung zurückgeschickt.

| Prüfparameter | 28.04.2021 ohne Befeuchtung | 28.04.2021 mit Befeuchtung | BG | Einheit | Prüfverfahren |
|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-----|---------|-------------------------|
| - | | | | | |
| Wassergehalt nach Karl-Fischer | 5,8 | 6,1 | 0,1 | % | K+S 0785.02* |
| Trocknungsverlust (bei 55 °C) | 5,3 | 5,8 | 0,1 | % | DIN EN 12880 (S 2a) A)* |
| Trocknungsverlust (bei 105 °C) | 5,5 | 6,5 | 0,1 | % | DIN EN 12880 (S2a) |
| Glühverlust (bei 550 °C) | 7,0 | 7,9 | 0,1 | % | K+S 0087.05* |

A): in Anlehnung; *: nicht akkr. Verfahren; **: Unterauftragsvergabe; ***: Fremdvergabe; nb: nicht bestimmt; BG: Bestimmungsgrenze

K+S Aktiengesellschaft, K+S Analytik- und Forschungszentrum

Zum Salzberg 4, 36414 Unterbreizbach, Telefon: +49 6620.79-4700, Fax: +49 6620.79-4791, www.k-plus-s.com

Aufsichtsratsvorsitzender: Dr. Andreas Kreimeyer, Vorstand: Dr. Burkhard Lohr (Vors.), Thorsten Boeckers, Holger Riemensperger, Mark Roberts

Sitz der Gesellschaft: Kassel . Registergericht: Kassel (HRB 2669)

Probenahmeprotokoll (in Anlehnung an LAGA PN 98)

Betreiber/Betrieb: K+S Minerals and Agriculture GmbH, Standort Wintershall / WEWI_FP_1_2
Ort / Straße: 36266 Heringen, In der Aue 1

Probenahme

1 Veranlassung: Eigenkontrolluntersuchungen gemäß Rahmenbetriebsplan RP Kassel
2 Probenart / Ort: Haldenrückstand WI nach Bandabwurf / Aufschüttung auf dem Haldenplateau
3 Materialherkunft: Werk Werra, Standort Wintershall, Rückstände aus der Produktion
Flotation: 43,4 %, Lösebetrieb: 24,9 %, ESTA: 36,0 %.....
4 Verfahren: Auf das Haldenplateau wird mittels rücklaufendem Reversierband des Pylons ein Haufwerk von ca. 2-3 t geschüttet. Aus dem frischen Haufwerk werden umseitig in verschiedenen Höhen 10 Teilproben (jeweils ca. 500 g) mittels Kunststoffschaufel entnommen und in einem Curtec-Fass zur Mischprobe vereinigt. Das Fass wird luftdicht verschlossen und zeitnah dem Labor zur Analyse übergeben.
(Qualifizierte Stichprobe)

5 Datum / Uhrzeit: Probenahme Haufwerk am 28.04.2021, um 06:55 Uhr

6 Witterung: (X) trocken () leichter Regen () Regen ()

7 Probenbezeichnung(en): Haldenrückstand WI, Probe 1 (Datum/Uhrzeit, siehe Punkt 5)
() ohne (X) mit Schurrenspülung Abwurf Haldenband 1
.....

8 Bemerkungen:
.....
.....

9 Probenehmer: V.Schade V. Schade WEWI_FPL_H
Name (Druckbuchstaben) Unterschrift Abteilung

Beprobung Haldenrückstand Standort Wintershall

Probenahmeprotokoll (in Anlehnung an LAGA PN 98)

Betreiber/Betrieb: K+S Minerals and Agriculture GmbH, Standort Wintershall / WEWI_FP_1_2
Ort / Straße: 36266 Heringen, In der Aue 1

Probenahme

1 Veranlassung: Eigenkontrolluntersuchungen gemäß Rahmenbetriebsplan RP Kassel
2 Probenart / Ort: Haldenrückstand WI nach Bandabwurf / Aufschüttung auf dem Haldenplateau
3 Materialherkunft: Werk Werra, Standort Wintershall, Rückstände aus der Produktion
Flotation: 43,1 %, Lösebetrieb: 25,5 %, ESTA: 35,8 %.....
4 Verfahren: Auf das Haldenplateau wird mittels rücklaufendem Reversierband des Pylons ein Haufwerk von ca. 2-3 t geschüttet. Aus dem frischen Haufwerk werden umseitig in verschiedenen Höhen 10 Teilproben (jeweils ca. 500 g) mittels Kunststoffschaufel entnommen und in einem Curtec-Fass zur Mischprobe vereinigt. Das Fass wird luftdicht verschlossen und zeitnah dem Labor zur Analyse übergeben.
(Qualifizierte Stichprobe)

5 Datum / Uhrzeit: Probenahme Haufwerk am 28.04.2021, um 06:35 Uhr

6 Witterung: (X) trocken () leichter Regen () Regen ()

7 Probenbezeichnung(en): Haldenrückstand WI, Probe 1 (Datum/Uhrzeit, siehe Punkt 5)
(X) ohne () mit Schurrenspülung Abwurf Haldenband 1
.....

8 Bemerkungen:
.....
.....

9 Probenehmer: V.Schade V. Schade WEWI_FPL_H
Name (Druckbuchstaben) Unterschrift Abteilung