

Prüfung von Magnesiaestrich

DIN
272

Testing of magnesia floor screeds
 Essai de chapes de magnésie

Mit
 DIN 18 560 T 1/08.81,
 DIN 18 560 T 3/01.85
 und
 DIN 18 560 T 4/04.85
 Ersatz für Ausgabe 03.78

Maße in mm

Allgemeintoleranzen: DIN 7168 – g

1 Anwendungsbereich und Zweck

Diese Norm gilt für die Prüfung der Trockenrohdichte und der Oberflächenhärte sowie für die Bestimmung der Konsistenz, der Längenänderung und des Mischungsverhältnisses von Magnesiaestrich.

Anmerkung: Für die Prüfung sonstiger Anforderungen an Magnesiaestrich nach DIN 18 560 Teil 1 gelten DIN 18 555 Teil 1 und Teil 3.

2 Prüfung der Trockenrohdichte**2.1 Allgemeines**

Zur Feststellung der Rohdichteklasse nach DIN 18 560 Teil 1 ist die Trockenrohdichte ρ_{tr} zu bestimmen.

2.2 Probekörper

Im Rahmen der Eignungs-, Güte- und Erhärtungsprüfung sind jeweils 3 Probekörper mit den Maßen 40 mm × 40 mm × 160 mm aus der Estrichmasse herzustellen und 28 Tage im Normalklima DIN 50 014 – 20/65-2 zu lagern. Bei einer Bestätigungsprüfung sind aus dem mindestens 28 Tage alten Estrich in seiner gesamten Dicke 3 Probestücke von mindestens 100 cm² Fläche zu entnehmen, aus denen jeweils ein Probekörper mit leicht berechenbarem Volumen trocken herauszuarbeiten ist.

2.3 Durchführung

Die Probekörper sind bei 105 °C bis zur Massenkonstanz zu trocknen. Sie ist erreicht, wenn sich die Masse bei zwei im Abstand von 24 h vorgenommenen Wägungen um nicht mehr als 0,1 % ändert. Die Maße der Probekörper werden dann mit einem Meßschieber auf 0,1 mm gemessen und daraus die Volumina V errechnet. Ferner sind die Massen m durch Wägen auf 0,1 g zu bestimmen. Die Trockenrohdichte ρ_{tr} ist nach der Gleichung

$$\rho_{tr} = \frac{m}{V} \quad (1)$$

zu berechnen und die Einzelwerte sowie der arithmetische Mittelwert der 3 Probekörper jeweils auf 0,01 kg/dm³ gerundet anzugeben.

3 Prüfung der Oberflächenhärte**3.1 Probekörper**

Es sind 3 Probekörper nach Abschnitt 2.2 zu verwenden, die jeweils an 3 Stellen zu prüfen sind.

Die Bestätigungsprüfung darf auch ohne Entnahme von Probestücken am verlegten Estrich mit einem tragbaren Oberflächenhärte-Prüfgerät [1] vorgenommen werden.

3.2 Durchführung**3.2.1 Prüfung an Probekörpern**

Auf die obere, bei der Herstellung geglättete Fläche des Probekörpers ist eine polierte Stahlkugel mit einem Durchmesser $d = 10$ mm mit einer Vorlast $F_V = (10 \pm 0,1)$ N zu setzen und die Ausgangsablesung für die Messung der Eindringtiefe der Kugel vorzunehmen. Dann ist zusätzlich die Hauptlast von $F = 500$ N für eine Dauer von 3 min aufzubringen, die anschließend bis auf die Vorlast zu entlasten ist. 1 min später ist die Eindringtiefe t der Stahlkugel auf 0,01 mm zu messen. Die Oberflächenhärte H ist nach der Gleichung

$$H = \frac{F}{d \cdot \pi \cdot t} \quad (2)$$

in N/mm² zu errechnen und als arithmetischer Mittelwert aus den 3 Messungen für jeden Probekörper sowie als arithmetischer Mittelwert für alle 3 Probekörper auf 0,1 N/mm² anzugeben.

3.2.2 Prüfung am verlegten Estrich

Die Prüfung ist an 10 Stellen des Estrichs mit dem tragbaren Oberflächenhärte-Prüfgerät [1] durchzuführen. Die Oberflächenhärte ist als arithmetischer Mittelwert aus den 10 Einzelwerten auf 0,1 N/mm² anzugeben.

Der Prüfvorgang muß den in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen Bedingungen entsprechen. Die im Raum herrschende Temperatur und die relative Luftfeuchte sind festzustellen und im Prüfbericht anzugeben.

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

4 Bestimmung der Konsistenz

4.1 Probenahme

Für die Bestimmung sind aus dem Frischmörtel unmittelbar nach dem Mischen 2 Proben nach DIN 18 555 Teil 2 zu entnehmen. Die Menge jeder Probe muß mindestens dem dreifachen Volumen des Mörtelgefäßes des Eindringgerätes entsprechen.

4.2 Geräte

Es sind ein Eindringgerät entsprechend dem Bild und ein Abstreichlineal zu verwenden.

4.3 Durchführung bei Frischmörtel von steifer oder plastischer Konsistenz

An jeder Probe ist eine Bestimmung durchzuführen. Das - Mörtelgefäß ist feucht auszuwischen und bis etwa $\frac{2}{3}$ seiner Höhe mit Frischmörtel zu füllen, der dann in folgender Weise zu verdichten ist:

Der an dem Fallkegel befestigte Stampfer ist 10mal im Abstand von 2 s an der Führungsstange bis zum Anschlag hochzuziehen und auf den Frischmörtel fallenzulassen. Anschließend ist der Aufsetzring auf das Mörtelgefäß zu setzen, weiterer Frischmörtel einzufüllen und wie vorstehend, jedoch nur 5mal zu verdichten. Unmittelbar danach ist der Aufsetzring abzunehmen und der überstehende Frischmörtel mit dem Abstreichlineal bündig abzustreichen.

15 min nach der Probenahme ist die Eindringtiefe zu bestimmen. Hierzu ist der Stampfer von dem Fallkegel zu entfernen. Der Fallkegel ist an der Führungsstange bis zum Anschlag hochzuziehen und mittig auf die Oberfläche des verdichteten Frischmörtels fallenzulassen. Nach 2 s ist die Eindringtiefe des Fallkegels an der Skale der Führungsstange abzulesen. Die Einzelwerte und der arithmetische Mittelwert der Eindringtiefe bei beiden Bestimmungen sind auf 1 mm anzugeben.

4.4 Durchführung bei Frischmörtel von weicher Konsistenz

An jeder Probe ist eine Bestimmung durchzuführen. Das - Mörtelgefäß ist bis zum oberen Rand mit Frischmörtel zu füllen und ohne Verdichtung mit dem Abstreichlineal bündig abzustreichen.

Die Eindringtiefe ist 15 min nach der Probenahme zu bestimmen. Hierzu ist der Fallkegel mit der Führungsstange mittig auf die Oberfläche des Frischmörtels herabzulassen. Sobald die Spitze des Fallkegels die Oberfläche berührt, ist die Führungsstange loszulassen. Der Fallkegel dringt durch sein Eigengewicht in den Frischmörtel ein und die Eindringtiefe ist 2 s nach dem Loslassen der Führungsstange an ihrer Skale abzulesen. Die Einzelwerte und der arithmetische Mittelwert von beiden Bestimmungen sind auf 1 mm anzugeben, ferner ist im Prüfbericht anzugeben, daß die Bestimmungen ohne Fallstrecke durchgeführt wurden.

Wenn der Fallkegel innerhalb von 2 s nach dem Loslassen der Führungsstange bis zum Boden des Mörtelgefäßes durchdringt, ist unmittelbar danach mit der Restprobe des Frischmörtels eine zusätzliche Bestimmung der Konsistenz nach DIN 18 555 Teil 2 durchzuführen.

5 Bestimmung der Längenänderung (Quellen und Schwinden)

Die Bestimmung ist sinngemäß nach DIN 273 Teil 1, jedoch mit folgenden Änderungen durchzuführen:

- Zur Herstellung der Probekörper ist Frischmörtel in der für den Estrich vorgesehenen Zusammensetzung zu verwenden.
- Die Messungen sind bei einem Alter der Probekörper von 3, 7, 14 und 28 Tagen vorzunehmen. Deutet der Verlauf der Längenänderung darauf hin, daß nach 28 Tagen noch mit wesentlichen Längenänderungen zu rechnen ist, müssen so lange weitere Messungen vorgenommen werden, bis die Änderungen im Abstand von 7 Tagen nicht mehr als $\pm 0,2\%$ betragen.

6 Bestimmung des Mischungsverhältnisses von Magnesiumoxid zu Gesamtfüllstoff und von Magnesiumchlorid zu Magnesiumoxid

(siehe auch Anhang A)

6.1 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Anzahl der für die chemische Untersuchung zu entnehmenden Proben sowie die Auswahl der Entnahmestellen sind unter Berücksichtigung der Gegebenheiten im Einzelfall festzulegen. Die Proben aus dem erhärteten Estrich müssen trocken, z. B. mit einer Trennscheibe, herausgearbeitet werden. Sie müssen zusammenhängend sein und den ganzen Querschnitt der betreffenden Schicht erfassen. Bei mehrschichtigen Estrichen ist die Probe getrennt nach Schichten zu entnehmen. Für die chemische Untersuchung ist eine Durchschnittsprobe von etwa 250 g erforderlich.

Der Durchschnittsprobe wird eine Teilprobe von mindestens 100 g entnommen. An der Ober- und/oder Unterseite des Prüfguts anhaftendes Fremdmaterial, z. B. Beschichtungen, Betonteile, ist gegebenenfalls zu entfernen. Etwa 50 g davon werden für die Bestimmung des Trocknungsverlustes grob zerkleinert und unverzüglich nach Abschnitt 6.4 weiterbehandelt. Die restliche, für die quantitative Bestimmung der in Abschnitt 6.3, Aufzählungen c) bis f), genannten Bestandteile bestimmte Durchschnittsprobe ist vor der weiteren Aufbereitung etwa 3 Tage bei Normalklima DIN 50 014 - 20/65-2 zu lagern. Die Probe wird vollständig auf einen Durchgang durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 1 mm nach DIN 4188 Teil 1 zerkleinert. Sofern in der Probe Füllstoffe mit größerem Korn als 1 mm vorliegen, werden diese soweit als möglich abgetrennt, gewogen, gesondert weiter zerkleinert und danach der übrigen Probe zugemischt. Um Klimaeinwirkungen auf die Probe zu vermeiden, ist die Probenaufbereitung möglichst zügig vorzunehmen. Die gut homogenisierte Probe wird in einer Glas- oder Kunststoffflasche luftdicht verschlossen aufbewahrt.

6.2 Allgemeines zur chemischen Prüfung

Es sind nur analysenreine Reagenzien zu verwenden. Unter der Angabe „Wasser“ ist destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verstehen. Mit „ ρ “ wird stets die Dichte von Flüssigkeiten bei 20 °C bezeichnet. Die Verdünnung wird als Volumensumme angegeben, z. B. bedeutet verdünnte Essigsäure 1 + 3, daß 1 Volumenanteil konzentrierter Essigsäure mit 3 Volumenanteilen Wasser zu vermischen ist.

6.3 Prüfumfang

Die chemische Untersuchung erstreckt sich auf die Bestimmung von

- Trocknungsverlust,
- Gesamtfüllstoff,
- Sesquioxiden $R_2O_3(Al_2O_3 + Fe_2O_3)$,
- Calciumoxid CaO ,
- Magnesiumoxid MgO ,
- Chlorid Cl^- zur Errechnung des Gehaltes an Magnesiumchlorid $MgCl_2$.

- In besonderen Fällen kann es erforderlich sein, den Gehalt an
- Sulfat zur Errechnung des Gehaltes an Magnesiumsulfat MgSO_4 und/oder
 - Kohlenstoffdioxid CO_2 (eventuell einschließlich seiner Zuordnung)

sowie den Glühverlust zu bestimmen und/oder vom Gesamtfüllstoff dessen Anteile an mineralischen und organischen Stoffen zu ermitteln. Eine Bestimmung des Gehaltes an Kohlenstoffdioxid ist aber nur dann sinnvoll, wenn sichergestellt ist, daß dieser nicht aus dem Füllstoff stammt. Die Bestimmung kann z.B. gravimetrisch in Anlehnung an DIN 1164 Teil 3 oder volumetrisch in Anlehnung an DIN 1060 Teil 2 oder nach einem anderen geeigneten Verfahren erfolgen. Eine Aufteilung des mineralischen und organischen Anteils vom Füllstoff ist nur dann statthaft, wenn feststeht, z.B. durch mikroskopische Untersuchung des Rückstandes, daß die mineralischen Füllstoffe so beschaffen sind, daß sie beim Glühen keinem Massenverlust unterliegen.

6.4 Trocknungsverlust

6.4.1 Geräte

- Waage mit einer Fehlergrenze von $G = 0,0001 \text{ g}$
- elektrischer Wärmeschrank, regelbar auf $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$
- Wägegias mit Schliffdeckel

6.4.2 Durchführung und Auswertung

Etwa 20 g der nach Abschnitt 6.1 grob zerkleinerten Probe werden auf 0,0001 g in das vorgetrocknete Wägegias mit Schliffdeckel eingewogen. Während der Wägung ist das Glas verschlossen zu halten. Dann wird in dem Wärmeschrank bei $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ bis zur Massenkonstanz getrocknet. Diese gilt als erreicht, wenn das Material nicht mehr als 0,2 %, bezogen auf die Masse der Einwaage, seit der letzten Wägung nach 24 h Trocknung abgenommen hat. Der Trocknungsverlust wird als Massenanteil $w(\text{TV})$ in % nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(\text{TV}) = \frac{(m_E - m_A) \cdot 100}{m_E} \quad (3)$$

Hierin bedeuten:

- m_E Einwaage in g
 m_A Auswaage in g

6.5 Gesamtfüllstoff

6.5.1 Geräte

- Porzellantiegel
- elektrischer Laborofen, regelbar auf $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$

6.5.2 Reagenzien

- Ammoniumnitrat NH_4NO_3
- Ammoniumnitratlösung: 100 g Ammoniumnitrat werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.
- Essigsäure CH_3COOH , konzentriert ($\rho = 1,06 \text{ g/cm}^3$)
- Essigsäure, verdünnt 1 + 3
- Methylrot: 4'-Dimethylamino-azobenzol-2-carbonsäure, Natriumsalz
- Methylrot-Indikator: 0,2 g Methylrot werden mit Wasser zu 100 ml gelöst.
- Silbernitrat AgNO_3
- Salpetersäure HNO_3 , konzentriert ($\rho = 1,40$ bis $1,42 \text{ g/cm}^3$)
- Silbernitratlösung: In 100 ml Wasser werden 0,5 g Silbernitrat gelöst und mit einigen Tropfen Salpetersäure versetzt.

6.5.3 Durchführung und Auswertung

10 g (bei Vorliegen grober Füllstoffe 15 bis 20 g) der auf 0,0001 g eingewogenen Probe nach Abschnitt 6.1 werden in einem 600-ml-Becher mit 200 ml Ammoniumnitratlösung aufgeschlämmt und zum Sieden erhitzt. Es wird so lange gekocht, bis kein Geruch nach Ammoniak mehr wahrnehmbar ist. Darauf gibt man nochmals 100 ml Ammoniumnitratlösung hinzu, erhitzt zum Sieden und kocht so lange, bis kein Ammoniak mehr abgespalten wird (mit Indikatorpapier prüfen). Nach Zugabe von 5 Tropfen Methylrot-Indikator in die heiße Flüssigkeit wird nun tropfenweise verdünnte Essigsäure bis zum Farbumschlag von Gelb nach Rot hinzugefügt. Man setzt dann noch 1,5 ml verdünnte Essigsäure im Überschuß hinzu, kocht kurz auf und filtriert heiß durch ein vorgetrocknetes und gewogenes Filtrierpapier DIN 53 135-2b in einen 500-ml-Meßkolben. Der Rückstand wird mit heißem Wasser mehrfach bis zur Chloridfreiheit ausgewaschen (mit Silbernitratlösung prüfen). Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Meßkolben bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Filter mit Rückstand werden bei $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ bis zur Massenkonstanz getrocknet und auf 0,0001 g gewogen. Der Gesamtfüllstoff wird als Massenanteil $w(\text{GF})$ in % nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(\text{GF}) = \frac{(m_A - m_F) \cdot 100}{m_E} \quad (4)$$

Hierin bedeuten:

- m_A Filter mit Rückstand in g
 m_F Filter in g
 m_E Einwaage in g

Der tatsächliche Anteil des Gesamtfüllstoffes ist größer als errechnet, wenn Holz als Füllstoff Verwendung gefunden hat. Holz weist im luftgetrockneten Zustand einen massebezogenen Feuchtegehalt von 15 bis 20 % auf. Ist der mineralische Füllstoffanteil glühbeständig, so kann der organische Anteil des Füllstoffes aus der Differenz zwischen Gesamtfüllstoff und Glührückstand ermittelt werden. Hierzu wird der Filtrerrückstand in einem Porzellantiegel verascht und bei $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$ bis zur Massenkonstanz geblüht.

6.6 Sesquioxide R_2O_3 ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)

6.6.1 Geräte

- Elektrischer Laborofen nach Abschnitt 6.5.1
- Exsikkator mit Trockenmittel
- Platin- oder Porzellantiegel

6.6.2 Reagenzien

- Salpetersäure HNO_3 , konzentriert ($\rho = 1,40$ bis $1,42 \text{ g/cm}^3$)
- Ammoniak-Lösung NH_3 , konzentriert, mit einem Massenanteil $w(\text{NH}_3)$ von mindestens 25 % ($\rho = 0,91 \text{ g/cm}^3$)
- Ammoniumchlorid NH_4Cl
- Pufferlösung pH = 10 (Ammoniumchloridpuffer): 70 g Ammoniumchlorid und 570 ml Ammoniak-Lösung werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst. Die Lösung ist in einer Polyethylenflasche aufzubewahren.
- Methylrot: 4'-Dimethylamino-azobenzol-2-carbonsäure, Natriumsalz
- Methylrot-Indikator: 0,2 g Methylrot werden mit Wasser zu 100 ml gelöst.
- Ammoniakalische Waschlösung: Wasser wird mit Ammoniak-Lösung bis eben zum Umschlag von Methylrot nach Gelb versetzt.