

DIN EN 12485



ICS 71.100.80

Ersatz für
DIN EN 12485:2010-08

**Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch –
Calciumcarbonat, Weißkalk, halbgebrannter Dolomit, Magnesiumoxid,
Calciummagnesiumcarbonat und Dolomitkalk –
Prüfverfahren;
Deutsche Fassung EN 12485:2017**

Chemicals used for treatment of water intended for human consumption –
Calcium carbonate, high-calcium lime, half-burnt dolomite, magnesium oxide, calcium
magnesium carbonate and dolomitic lime –
Test methods;
German version EN 12485:2017

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine –
Carbonate de calcium, chaux, dolomie semi-calcinée, oxyde de magnésium, carbonate de
calcium et de magnésium et chaux dolomitique –
Méthodes d'essai;
Version allemande EN 12485:2017

Diese Norm wurde in das DVGW-Regelwerk aufgenommen.

Gesamtumfang 74 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 12485:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der DIN-DVGW-Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 119-07-13 AA „Aufbereitungsstoffe und -anlagen“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm in Deutschland wird vom deutschen Fachgremium NA 119-07-13 AA unter Bezugnahme auf die in der Einleitung der Europäischen Norm angegebenen Vorbehalte auf die Trinkwasserverordnung (TrinkwV 2001) verwiesen.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen, wobei die EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696:1995 siehe DIN ISO 3696:1991-06

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12485:2010-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Prüfverfahren für Dolomitkalk aufgenommen (siehe 3.2);
- b) Beschreibung des Verfahrens mittels Luftstrahlsiebung überarbeitet (siehe 4.1);
- c) normative Verweisungen um DIN EN 16409 ergänzt.

Frühere Ausgaben

DIN EN 12485: 2001-10, 2010-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Verordnung über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch (Trinkwasserverordnung — TrinkwV 2001) in der Fassung der Bekanntmachung vom 2. August 2013 (BGBl. I, 2013, Nr. 46, S. 2977-3004), geändert durch Artikel 4 Absatz 22 des Gesetzes vom 7. August 2013 (BGBl. I, Nr. 48, S. 3154-3211)*)

*) Bezugsquelle: Bundesministerium der Justiz (Internet: <http://www.gesetze-im-internet.de>).

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Produkte zur Aufbereitung von Wasser
für den menschlichen Gebrauch —
Calciumcarbonat, Weißkalk, halbgebrannter Dolomit,
Magnesiumoxid, Calciummagnesiumcarbonat und
Dolomitmalk —
Prüfverfahren

Chemicals used for treatment of water intended
for human consumption —
Calcium carbonate, high-calcium lime, half-burnt
dolomite, magnesium oxide, calcium magnesium
carbonate and dolomitic lime —
Test methods

Produits chimiques utilisés pour le traitement de
l'eau destinée à la consommation humaine —
Carbonate de calcium, chaux, dolomie semi-calcinée,
oxyde de magnésium, carbonate de calcium et de
magnésium et chaux dolomitique —
Méthodes d'essai

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 24. April 2017 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeine Anforderungen.....	5
3.1 Anzahl der Bestimmungen	5
3.2 Analysenverfahren	5
3.3 Probenvorbereitung.....	6
3.4 Reagenzien	7
3.5 Glasgeräte	7
3.6 Angabe der Ergebnisse	8
3.7 Wiederholgrenze und Vergleichgrenze	8
3.8 Analysenbericht.....	9
4 Bestimmung der Siebrückstände bei Weißkalk.....	9
4.1 Luftstrahlsiebung	9
4.2 Nasssiebung	11
5 Herstellung der Probenlösungen.....	12
5.1 Schmelzaufschluss mit Lithiumtetraborat.....	12
5.2 Nassaufschluss mit Salzsäure	13
5.3 Mikrowellen-Aufschluss mit Salpetersäure	14
5.4 Druckaufschluss mit Salpetersäure	15
6 Herkömmliche Verfahren zur Bestimmung der Haupt- und Nebenbestandteile.....	15
6.1 Bestimmung von freiem Wasser	15
6.2 Glühverlust bei 550 °C	17
6.3 Bestimmung von Kohlenstoffdioxid.....	17
6.4 Bestimmung des in Salzsäure unlöslichen Rückstandes.....	18
6.5 Bestimmung des Gehaltes an wasserlöslichem Calciumoxid oder Calciumhydroxid (Referenzverfahren)	19
6.6 Bestimmung des zuckerlöslichen Calciumoxids oder Calciumhydroxids (Alternativverfahren)	21
6.7 Wasserunlösliche Bestandteile	23
6.8 Bestimmung von freiem CaO	24
6.9 Bestimmung von Calciumoxid und Magnesiumoxid	25
6.10 Bestimmung von Sulfat.....	28
6.11 Bestimmung des Löslichkeitsindex durch Leitfähigkeitsmessung	29
6.12 Berechnung der Zusammensetzung eines Handelsproduktes	32
7 Bestimmung der Bestandteile mit modernen Verfahren.....	34
7.1 Bestimmung der Nebenbestandteile mittels Flammen-AAS	34
7.2 Bestimmung der Haupt- und Nebenbestandteile mittels ICP-OES	38
8 Bestimmung der chemischen Parameter	44
8.1 Bestimmung von Blei, Cadmium, Chrom und Nickel mittels Graphitrohr-AAS.....	44
8.2 Bestimmung von Blei, Cadmium, Chrom und Nickel mittels ICP-OES	49
8.3 Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen mittels AAS — Hydrid-Verfahren	54
8.4 Bestimmung von Quecksilber mit der Kaltdampftechnik	57
Anhang A (informativ) Analysenschema.....	61
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten der Prüfverfahren.....	68
Literaturhinweise	70

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 12485:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 12485:2010.

Wesentliche technische Unterschiede zwischen dieser Ausgabe und EN 12485:2010 sind folgende:

- a) Aufnahme von Prüfverfahren für Dolomitkalk (siehe 3.2);
- b) Überarbeitung der Beschreibung des Verfahrens mittels Luftstrahlsiebung (siehe 4.1);
- c) Aktualisierung der Abkürzungen, um mit ISO 80000-9 *Größen und Einheiten — Teil 9: Physikalische Chemie und Molekularphysik* übereinzustimmen.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt die Verfahren für die chemischen Analysen und zur Bestimmung von physikalischen Eigenschaften von Calciumcarbonat, Weißkalk, halbgebranntem Dolomit, Magnesiumoxid, Calciummagnesiumcarbonat und Dolomitkalk zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch fest.

Dieses Dokument legt die Referenzverfahren und in einigen Fällen ein Alternativverfahren, das als gleichwertig angesehen werden kann, fest.

Andere Verfahren dürfen unter der Voraussetzung angewendet werden, dass diese gegen die Referenzverfahren oder gegen international anerkannte Referenzmaterialien kalibriert sind, um ihre Gleichwertigkeit nachzuweisen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 459-2, *Baukalk — Teil 2: Prüfverfahren*

EN 1017, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Halbgebrannter Dolomit*

EN 1018, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Calciumcarbonat*

EN 12518, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Weißkalk*

EN 16003, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Calciummagnesiumcarbonat*

EN 16004, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Magnesiumoxid*

EN 16409, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Dolomitkalk*

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

ISO 3165, *Sampling of chemical products for industrial use — Safety in sampling*

ISO 4793:1980, *Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation*

3 Allgemeine Anforderungen

3.1 Anzahl der Bestimmungen

Zur Bestimmung der verschiedenen Bestandteile (siehe Abschnitt 5 bis Abschnitt 8) sind zwei Analysen durchzuführen (siehe auch 3.6).

3.2 Analysenverfahren

Die Verfahren, die zur Analyse von halbgebranntem Dolomit, Calciumcarbonat, Weißkalk, Magnesiumoxid, Calciummagnesiumcarbonat und Dolomitkalk anzuwenden sind, sowie das Prinzip jedes Verfahrens sind in Tabelle 1 aufgelistet. Die Analysengänge sind schematisch in Anhang A dargestellt (Bilder A.1 bis A.7).

Die Anforderungswerte für freies MgO und freies Mg(OH)_2 in halbgebranntem Dolomit sind nach EN 1017 als freies MgO anzugeben. Die gleiche Anforderung gilt für freies CaO. Der Anforderungswert für MgO in Magnesiumoxid ist nach EN 16004 als MgO in der Trockensubstanz anzugeben. Daher ist die Analyse von halbgebranntem Dolomit und von Magnesiumoxid an einer kristallwasserfreien Probe durchzuführen. Vor der chemischen Analyse ist der Glühverlust bei 550 °C, wie in 6.2 beschrieben, zu bestimmen. Die Analyse selbst ist dann an dem Material durchzuführen, das nach der Bestimmung des Glühverlustes erhalten wird.

Die Anforderungswerte für Calciumcarbonat, Kalkhydrat und Calciummagnesiumcarbonat sind nach EN 1018, EN 12518 und EN 16003 in der Trockensubstanz anzugeben. Daher ist die Analyse dieser Produkte an einer nach 6.1 getrockneten Probe durchzuführen.

Für die Bestimmung des wasserlöslichen Anteils von Weißkalk ist das in 6.5 beschriebene Verfahren als Referenzverfahren zu betrachten. Das in 6.6 beschriebene Zuckerverfahren kann als Alternativverfahren angewendet werden, wenn nachgewiesen ist, dass die Ergebnisse, die mit diesem Verfahren erzielt werden, zum Referenzverfahren gleichwertig sind.

Die Anforderungswerte für CaO und MgO in Dolomitkalk sind nach EN 16409 anzugeben. Die Anforderungswerte für CaO und MgO in Calciummagnesiumdioxid sind als CaO und MgO in der kristallwasserfreien Substanz und für CaO und MgO in Calciummagnesiumdihydroxidoxid als CaO und MgO in der trockenen und kristallwasserfreien Substanz anzugeben. Daher ist die Analyse von Calciummagnesiumdihydroxidoxid an einer getrockneten Probe, wie in 6.1 beschrieben, durchzuführen.

Tabelle 1 — Analysenverfahren

Bestimmung	Verfahren	Prinzip	Norm
Siebrückstand	4.1	Luftstrahlsiebung	EN 12518, EN 16409
	4.2	Nasssiebung	EN 12518
Freies Wasser	6.1	Gravimetrie	EN 1018, EN 12518, EN 16003, EN 16409
Glühverlust bei 550 °C	6.2	Gravimetrie	EN 1017, EN 12518, EN 16004, EN 16409
Kohlenstoffdioxid	6.3	Gravimetrie	EN 1017, EN 12518, EN 16004, EN 16409
Salzsäureunlöslicher Rückstand	6.4	Acidimetrie, Gravimetrie	EN 1018, EN 16003
Wasserlösliches Calciumoxid oder Calciumhydroxid	6.5	Acidimetrische Titration	EN 12518
Zuckerlösliches Calciumoxid oder Calciumhydroxid	6.6	Acidimetrische Titration	EN 12518
Wasserunlösliche Bestandteile	6.7	Gravimetrie	EN 12518
Freies Calciumoxid	6.8	Extraktion, acidimetrische Titration	EN 1017, EN 16004
Calciumoxid und Magnesiumoxid	6.9	Komplexometrische Titration	EN 1017, EN 1018, EN 16003, EN 16004, EN 16409
Sulfat	6.10	Gravimetrie	EN 1017
Löslichkeitsindex	6.11	Leitfähigkeit	EN 12518
Magnesium	7.1	AAS (Flamme) oder ICP-OES	EN 1017, EN 1018, EN 16003, EN 16004, EN 16409
	7.2		
Silicium, Aluminium, Eisen	7.1	AAS (Flamme) oder ICP-OES	EN 1017, EN 12518, EN 16003, EN 16004, EN 16409
	7.2		
Mangan	7.2	ICP-OES	EN 12518, EN 16409
Sulfat	7.2	ICP-OES	EN 1017
Blei, Cadmium, Chrom, Nickel	8.1	AAS (flammenlos) oder ICP-OES	EN 1017, EN 1018, EN 12518, EN 16003, EN 16004, EN 16409
	8.2		
Arsen, Antimon, Selen	8.3	AAS (Hydrid)	EN 1017, EN 1018, EN 12518, EN 16003, EN 16004, EN 16409
Quecksilber	8.4	AAS (Kaldampftechnik)	EN 1017, EN 1018, EN 12518, EN 16003, EN 16004, EN 16409

3.3 Probenvorbereitung

Bei der Probenahme sind die allgemeinen Empfehlungen von ISO 3165 zu beachten. Die Probenahme ist nach EN 459-2 durchzuführen. Bei Produkten mit einer Korngröße von < 6 mm muss die Größe der Stichprobe 1 l betragen.

Vor Durchführung der chemischen Analysen ist die Probe mit einem Probenteiler und/oder durch Vierteln zu verringern, um eine angemessene Teilprobe zu erhalten. Das grobkörnige Material in dieser Probe ist vor der chemischen Analyse auf eine Größe von weniger als 0,2 mm zu zerkleinern.

Bei der Probenahme von Kalkmilch ist die zu beprobende Menge mit einem Elektrorührer ausreichender Leistung gründlich zu mischen. Die Kalkmilch ist vor der chemischen Analyse wie in 6.1 beschrieben zu trocknen.

Die zu untersuchenden Teilproben dürfen möglichst wenig mit Luft in Berührung kommen, da sie durch Feuchte- und Kohlenstoffdioxidaufnahme verändert werden. Diese müssen daher in luftdichten Verpackungen transportiert und gelagert werden, ebenso müssen alle Handhabungen schnellstmöglich durchgeführt werden.

3.4 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in einer für die verwendeten Verfahren geeigneten anerkannten Analysenqualität vorliegen. Das verwendete Wasser muss, sofern beim jeweiligen Verfahren nicht anders angegeben, der Qualität 3 nach EN ISO 3696:1995 entsprechen. Der Gehalt des Wassers und der Reagenzien an den zu bestimmenden Parametern muss im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

In dieser Norm haben die für die Reagenzien verwendeten konzentrierten Flüssigkeiten folgende Dichten (ρ) (in Gramm je Milliliter bei 20 °C):

- Salzsäure 1,16 bis 1,19;
- Salpetersäure 1,40 bis 1,42;
- Ammoniumhydroxidlösung 0,88 bis 0,91;
- Triethanolamin 1,12.

Verdünnungen werden als Volumensumme angegeben. So bedeutet z. B. verdünnte Salzsäure (1 + 2) 1 Volumenanteil konzentrierte Salzsäure vermischt mit 2 Volumenanteilen Wasser.

Die Konzentrationen von Bezugs- und Standardmaßlösungen werden als Stoffmengenkonzentration $c(\text{mol/l})$, die von Stamm- und Standardlösungen als Massenkonzentration $c(\text{g/l}$ oder $\text{mg/l})$ angegeben.

Für die Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) und die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) sind geeignete Elementlösungen im Handel erhältlich, die als Stammlösungen verwendet werden können. Sie müssen für die analytischen Zwecke nach den Herstellerangaben angesetzt werden. Die entsprechenden Element-Standardlösungen werden nach den Angaben in dieser Europäischen Norm hergestellt.

Bezüglich der Haltbarkeitsdauer von Stamm-, Standard- und Bezugslösungen werden in dieser Europäischen Norm keine Angaben gemacht. Bei Stammlösungen mit einer Elementkonzentration von 1 g/l wird zumeist vom Hersteller eine Haltbarkeitszeitspanne von einem Jahr angegeben. Es ist daher ratsam, die Bezugslösungen regelmäßig zu überprüfen.

3.5 Glasgeräte

Die Glasbehälter sowie die Pipetten sind unmittelbar vor Gebrauch mit heißer verdünnter Salpetersäure zu reinigen und anschließend mit Wasser zu spülen. Für die Bestimmung von Spurenelementen ist hierzu Wasser der Qualität 2 zu verwenden.

3.6 Angabe der Ergebnisse

Die Analysenergebnisse der Haupt- und Nebenbestandteile müssen als Massenanteile in %, die der Spurenelemente als Massenanteile in Milligramm je Kilogramm als Mittel aus zwei Bestimmungen angegeben werden. Im Allgemeinen müssen Analysenwerte mit drei signifikanten Stellen angegeben werden.

BEISPIEL

$w(\text{CaO}) = 91,2 \%$;

$w(\text{SiO}_2) = 3,70 \%$;

$w(\text{MnO}_2) = 0,15 \%$;

$w(\text{Cr}) = 0,32 \text{ mg/kg}$;

$w(\text{Hg}) = 0,05 \text{ mg/kg}$.

Weichen die Ergebnisse einer Doppelbestimmung um mehr als die zweifache Wiederholstandardabweichung voneinander ab, ist die Bestimmung zu wiederholen. Als Ergebnis wird dann das Mittel aus den beiden Ergebnissen mit der geringsten Differenz angesehen.

Zur Beurteilung der Übereinstimmung der Analysenergebnisse mit den Anforderungen nach EN 12518 für Weißkalk, nach EN 1018 für Calciumcarbonat, nach EN 1017 für halbgebrannten Dolomit, nach EN 16003 für Calciummagnesiumcarbonat, nach EN 16004 für Magnesiumoxid und nach EN 16409 für Dolomitmalk sind die Ergebnisse auf die in den oben genannten Normen aufgeführten Anforderungsparameter umzurechnen.

In Tabelle 2 sind die Abschnitte dieser Norm aufgelistet, die die entsprechenden Berechnungen enthalten.

Tabelle 2 — Verfahren für die Berechnung der Ergebnisse

Anforderungen aus Norm	Parameter	Erforderlicher Wert für	Berechnung beschrieben in
EN 1017	CaO_{frei} , CaO CO_2 MgO	CaCO_3 MgCO_3 MgO_{frei}	6.12.2.3
EN 1018	CaO MgO	CaCO_3 MgCO_3	6.12.2.1
EN 12518	CO_2	CaCO_3	6.12.2.4
EN 16004	MgO , Glühverlust bei (1 050 ± 25) °C und (550 ± 25) °C	(CO_2 und H_2O)	6.12.2.5
EN 16003	MgO	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ MgCO_3	6.12.2.2
EN 16409	CaO , MgO	$\text{CaO} + \text{MgO}$	6.12.2.6

3.7 Wiederholgrenze und Vergleichgrenze

Wiederholgrenze und Vergleichgrenze wurden in einem Ringversuch (siehe Anhang B) nach ISO 5725-2, an dem 28 Laboratorien teilnahmen, ermittelt.

3.8 Analysenbericht

Der Bericht muss folgende Informationen beinhalten:

- a) den Bezug zum verwendeten Analysenverfahren;
- b) die vollständige Identität der Probe;
- c) die erhaltenen Ergebnisse und das angewendete Berechnungsverfahren (siehe 3.6);
- d) die Probenvorbehandlung, z. B. Aufschlussverfahren (siehe Abschnitt 5);
- e) jede Abweichung von dieser Norm und Angabe aller Umstände, die das Ergebnis beeinflusst haben können.

4 Bestimmung der Siebrückstände bei Weißkalk

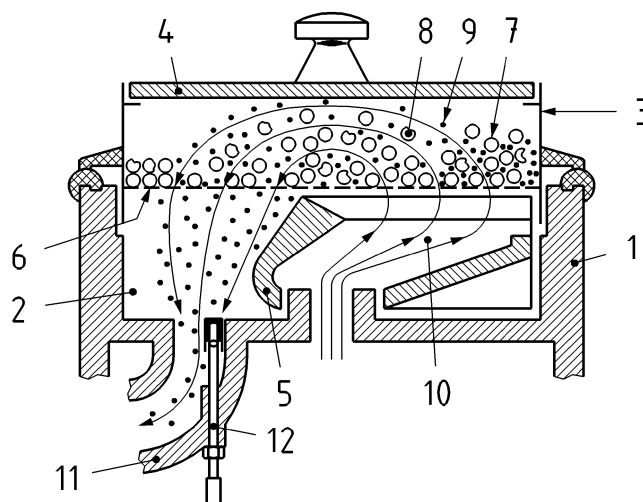
4.1 Luftstrahlsiebung

4.1.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung des Siebrückstandes mittels Luftstrahlsiebmaschine.

4.1.2 Geräte

4.1.2.1 Luftstrahlsiebmaschine, wie prinzipiell in Bild 1 gezeigt. Das Gerät muss so eingestellt sein, dass entlang der Siebe ein Druckgefälle von 2 kPa bis 2,5 kPa entsteht.



Legende

- | | |
|-----------------|-----------------------------------|
| 1 Gehäuse | 7 Probe |
| 2 Auffangpfanne | 8 Überkorn |
| 3 Siebrahmen | 9 Unterkorn |
| 4 Siebdeckel | 10 Luftstrahl |
| 5 Schlitzdüse | 11 Luftabzug |
| 6 Sieb | 12 Druckmessgerät, mit Staubkappe |

Bild 1 — Gerät zur Luftstrahlsiebung

4.1.2.2 Analysensiebe, Durchmesser 200 mm, Öffnungsweiten 0,60 mm und 0,09 mm.

Für einen effektiven Betrieb können bei einigen Geräten zur Luftstrahlsiebung nicht genormte Siebrahmen und zusätzliche Dichtungen erforderlich sein. Dies ist unter der Voraussetzung zulässig, dass Siebboden und Bauart den Anforderungen der Norm entsprechen.

4.1.2.3 Auffangpfannen oder andere Behältnisse ausreichender Größe zur Aufnahme der Prüfmenge.**4.1.2.4 Analysenwaage**, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.**4.1.2.5 Weicher Pinsel.****4.1.2.6 Ultraschallbad** zur Reinigung der Siebböden.**4.1.2.7 Hammer**, wenn das Probenmaterial leicht am Deckel des Gerätes haften bleibt, vorzugsweise Gummi- oder Kunststoffhammer.**4.1.3 Durchführung**

Von der trockenen Probe ist eine geeignete Menge (zwischen 10 g und 50 g in Abhängigkeit des Materials) auf 1 mg (m) einzuwägen. Das Sieb mit der Öffnungsweite von 0,09 mm ist in das Gerät einzusetzen und die gesamte Prüfmenge auf den Siebboden zu geben. Es ist darauf zu achten, dass kein Teil der Prüfmenge verloren geht.

Der Siebdeckel ist zu schließen und das Gerät ist einzuschalten. Dabei ist sicherzustellen, dass das entstehende Vakuum den vom Hersteller angegebenen Mindestwert übersteigt und die Schlitzdüse korrekt rotiert.

Gegebenenfalls an der Unterseite des Siebdeckels haftendes Probenmaterial ist mit Hilfe des Hammers durch vorsichtiges Klopfen auf die Siebdeckelmitte zu entfernen.

Sollte das Probenmaterial unter dem Einfluss des Luftstroms Agglomerate bilden, ist der Siebvorgang zu unterbrechen, und die Agglomerate sind mit einem weichen Pinsel auseinanderzuberechen.

Nach $(5 \pm 0,2)$ min ist das Gerät auszuschalten und das Sieb vorsichtig zu entfernen. Das auf dem Sieb verbliebene Probenmaterial ist in eine Auffangschale oder ein anderes geeignetes Gefäß zu überführen. Der Siebboden ist vorsichtig über der Auffangschale mit einem weichen Pinsel zu reinigen.

Die Masse des Siebrückstandes einschließlich des vom Siebboden mittels Pinsels entfernten Materials ist zu bestimmen und auf 1 mg anzugeben.

Das Sieb ist wieder in die Siebmaschine einzusetzen und der gesamte Siebrückstand erneut auf den Siebboden zu geben. Das Wäge- und Siebverfahren ist bis zum Erreichen des Endpunkts der Siebung fortzuführen und die durch Wägung an diesem Punkt ermittelte Masse ist auf 1 mg anzugeben. Der Endpunkt ist erreicht, wenn die Masse des Siebdurchgangs in 1 min nicht mehr als 0,2 % der ursprünglichen Masse der Prüfmenge beträgt.

Das Analysensieb mit einer Öffnungsweite von 0,60 mm ist in die Siebmaschine einzusetzen und das Wäge- und Siebverfahren bis zum Erreichen des Endpunkts der Siebung fortzuführen. Die durch Wägung an diesem Punkt ermittelte Masse ist auf 1 mg anzugeben.

4.1.4 Angabe der Ergebnisse

Die Masse des Siebrückstands auf jedem Sieb, angegeben als Massenanteil $w(P_{0,60 \text{ oder } 0,09})$ in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(P_{0,60 \text{ oder } 0,09}) = \frac{m_2 \times 100}{m_1} \quad (1)$$

Dabei ist

m_1 die Probenmasse, in Gramm;

m_2 die Masse des Siebrückstands, in Gramm.

4.2 Nasssiebung

4.2.1 Allgemeines

Das Verfahren dient ausschließlich zur Bestimmung des Siebrückstands von Kalkmilch nach EN 12518.

4.2.2 Geräte

4.2.2.1 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

4.2.2.2 Weithalsflasche, 500 ml oder anderes geeignetes Gefäß, mit Stopfen verschließbar.

4.2.2.3 Analysensiebe, mit einem Durchmesser von 200 mm und Öffnungsweiten von 0,60 mm und 0,09 mm.

4.2.2.4 Gummi- oder Kunststoffschläuche, mit einer Nennweite von 5 mm.

4.2.2.5 Trockenschrank, thermostatisch regelbar auf $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

4.2.2.6 Zwei Glasfiltertiegel, Porosität 2 (nach ISO 4793:1980) (maximale Porenweite 40 µm bis 100 µm), mit Saugflasche und Trichtereinsatzstück für Filtertiegel.

4.2.2.7 Exsikkator.

4.2.2.8 Waschflasche.

4.2.2.9 Filtriereinrichtung.

4.2.3 Durchführung

Das Sieb mit der Öffnungsweite 0,60 mm ist auf dasjenige mit der Öffnungsweite 0,09 mm zu setzen, und beide Siebe sind mit Wasser zu benetzen. Von der Kalkmilch ist ein Volumen, das $(50 \pm 0,5)$ g Trockensubstanz enthält, in eine 500-ml-Weithalsflasche zu geben. Die Flasche ist mit einem Stopfen zu verschließen und etwa 30 s zu schütteln. Der Stopfen ist sofort zu entfernen und der Inhalt der Flasche auf die Siebe zu geben. Die in der Flasche und am Stopfen anhaftenden Partikel sind mittels eines Wasserstrahls aus dem 5-mm-Schlauch mit einem Druck entsprechend 1,2 m Wassersäule (etwa 10 kPa) auf die Siebe zu spülen. Dann ist mit dem Wasserstrahl der Siebrückstand auf dem Analysensieb mit der Öffnungsweite 0,60 mm $(2 \pm 0,1)$ min zu waschen. Dabei darf der Rückstand nicht durch das Sieb gespült werden und das untere Sieb darf während des Vorgangs nicht überschwemmt werden. Anschließend ist der Rückstand auf eine Seite des Siebes zu waschen.

Das Analysensieb mit der Öffnungsweite 0,60 mm ist zu entfernen und der Rückstand ist mit Hilfe der Waschflasche vom Sieb über den Glastrichter in einen der mit der Filtriereinrichtung verbundenen tarierten Glasfiltertiegel zu überführen. Nach der Überführung des Rückstandes in den Filter und dem Extrahieren des Wassers ist der Filter mit dem Rückstand zu entfernen und 1 h bei $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ zu trocknen. Der getrocknete Filter ist im Exsikkator abzukühlen und erneut zu wägen.

Der Rückstand auf dem Sieb mit der Öffnungsweite 0,09 mm ist $(5 \pm 0,2)$ min zu waschen. Der Rückstand ist in einen tarierten Glasfiltertiegel zu überführen und bei $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ bis zur Massenkonstanz zu trocknen, dann abzukühlen und erneut zu wägen, wie oben beschrieben.

4.2.4 Angabe der Ergebnisse

Die Masse des Siebrückstands auf jedem Sieb, angegeben als Massenanteil $w(P_{0,60 \text{ oder } 0,09})$ in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(P_{0,60 \text{ oder } 0,09}) = \frac{m_2 \times 100}{m_1} \quad (2)$$

Dabei ist

m_1 die Trockenmasse der Prüfmenge, in Gramm;

m_2 die Masse des Siebrückstands, in Gramm.

5 Herstellung der Probenlösungen

5.1 Schmelzaufschluss mit Lithiumtetraborat

5.1.1 Allgemeines

Mit dem Lithiumtetraborat-Schmelzaufschluss werden in Lösung gebracht:

- Weißkalk nach EN 12518 zur Bestimmung von Silicium, Aluminium, Eisen und Mangan;
- halbgebrannter Dolomit nach EN 1017 zur Bestimmung von Calcium, Magnesium, Silicium, Aluminium und Eisen;
- Calciumcarbonat nach EN 1018 zur Bestimmung von Calcium und Magnesium;
- Magnesiumoxid nach EN 16004 zur Bestimmung von Magnesium, Silicium, Aluminium und Eisen;
- Calciummagnesiumcarbonat nach EN 16003 zur Bestimmung von Calcium und Magnesium;
- Dolomitmalk nach EN 16409 zur Bestimmung von Calcium, Magnesium, Silicium, Aluminium, Eisen und Mangan.

5.1.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Nach Verschmelzen der schwerlöslichen oxidischen Bestandteile der Probe mit Lithiumtetraborat wird der Schmelzkuchen in Salzsäure gelöst und die Lösung in einem 250-ml-Messkolben aufgefüllt. In aliquoten Teilen dieser Lösung werden Calcium, Magnesium, Silicium, Aluminium, Eisen und Mangan mittels Flammen-AAS (7.1) oder ICP-OES (7.2) bestimmt.

5.1.3 Reagenzien

5.1.3.1 Lithiumtetraborat, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$.

5.1.3.2 Salzsäure, $\rho = 1,16 \text{ g/ml}$.

5.1.3.3 Salzsäure, verdünnt, (1 + 5).

5.1.4 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

5.1.4.1 Platin-Gold-Tiegel.

5.1.4.2 Heizplatte.

5.1.5 Durchführung

($0,25 \pm 0,02$) g der Probe sind auf 0,1 mg in einem Platin-Gold-Tiegel einzuwägen und mit 1,5 g Lithiumtetraborat (5.1.3.1) zu versetzen und bei ($1\,000 \pm 25$) °C so lange zu glühen, bis eine klare Schmelze vorliegt. Anschließend ist der Tiegel von der Heizplatte zu nehmen, mit einem Uhrglas zu bedecken und einige Sekunden in Wasser zu stellen, dann herauszunehmen und bis zum völligen Erkalten stehen zu lassen.

Die kalte Schmelze ist mit etwa 50 ml Salzsäure (5.1.3.3) in ein Becherglas zu überführen und unter Rühren und Erhitzen auf etwa 100 °C zu lösen. Danach ist die Lösung mit Wasser (3.4) in einen 250-ml-Messkolben zu überführen und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur sind je 10 ml der entsprechenden Reagenzien (7.1.2.6 und 7.1.2.7 für die AAS-Messung) oder 1 ml Scandiumlösung (7.2.2.2, interner Standard für die ICP-Messung) hinzuzugeben und es ist mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen (Aufschlusslösungen (I) für AAS und (II) für ICP).

5.2 Nassaufschluss mit Salzsäure

5.2.1 Allgemeines

Mit dem Nassaufschluss mit Salzsäure werden Proben ausschließlich zur Bestimmung von Calcium und Magnesium in Lösung gebracht.

5.2.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird mit Salzsäure gekocht und die Lösung filtriert. Der pH-Wert wird auf 6 bis 7 eingestellt, um Eisen-(III)- und Aluminium-Hydroxid zu fällen. Nach erneutem Abfiltrieren wird das Filtrat in einen geeigneten Messkolben übergeführt.

5.2.3 Reagenzien

5.2.3.1 Salzsäure, $\rho = 1,16$ g/ml.

5.2.3.2 Wasserstoffperoxidlösung, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30$ % Massenanteil.

5.2.3.3 Wasserstoffperoxidlösung, verdünnt, 1 + 9.

5.2.3.4 Ammoniumhydroxidlösung, $w(\text{NH}_3) = 25$ % Massenanteil.

5.2.3.5 Ammoniumhydroxidlösung, verdünnt, 1 + 9.

5.2.3.6 Ammoniumchlorid, NH_4Cl .

5.2.4 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

5.2.4.1 Heizplatte.

5.2.4.2 Magnetrührer mit Magnetührstäbchen.

5.2.4.3 pH-Messgerät mit Glaselektrode.

5.2.5 Durchführung

($1 \pm 0,1$) g der Probe sind auf 1 mg zu wägen, in ein 250-ml-Becherglas zu geben, mit 10 ml Wasser zu befeuchten und dann nach und nach mit 30 ml Salzsäure (5.2.3.1) zu versetzen. Die Lösung ist mit Wasser auf etwa 100 ml aufzufüllen und 10 min zu kochen. Nach dem Kochen ist die Lösung sofort durch ein Faltenfilter (Porengröße 2,5 µm) in ein 400-ml-Becherglas zu filtrieren und der Rückstand mit heißem Wasser gut auszuwaschen.

Die Lösung ist mit etwa 4 g Ammoniumchlorid (5.2.3.6) und einigen Tropfen Wasserstoffperoxidlösung (5.2.3.3) zu versetzen. Dann ist sie mit etwa 150 ml Wasser zu verdünnen und zum Sieden zu erhitzen. Während des Kochens ist tropfenweise Ammoniumhydroxidlösung (5.2.3.4) zuzusetzen, um den pH-Wert auf 6 bis 7 einzustellen und Aluminium- und Eisenhydroxid sowie Kieselsäure zu fällen.

Die Lösung noch 3 min am Sieden halten und nach Absetzen des Niederschlags sofort durch ein Filterpapier (Porengröße 2,5 µm) in einen 500-ml-Messkolben filtrieren. Der Filtrerrückstand ist dreimal mit Ammoniumhydroxidlösung (5.2.3.5) und dreimal mit Wasser zu waschen. Nach Abkühlen der Lösung auf Raumtemperatur ist der Messkolben mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen und der Kolbeninhalt (Aufschlusslösung III) gut durchzuschütteln.

5.3 Mikrowellen-Aufschluss mit Salpetersäure

5.3.1 Allgemeines

Das Aufschlussverfahren dient dem Zweck, Spurenelemente aus der begleitenden Matrix freizusetzen und den Gehalt der verschiedenen Elemente zu bestimmen.

5.3.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Probenmaterial wird in ein Gefäß aus PFA (Perfluoralkoxyethylen) eingewogen und mit Salpetersäure versetzt. Nach dem Einsetzen in das Mikrowellengerät wird aufgeschlossen. Unlösliche Bestandteile werden abfiltriert, die entsprechenden Elemente werden im Filtrat bestimmt.

5.3.3 Reagenzien

5.3.3.1 Salpetersäure, $\rho = 1,40$ g/ml.

5.3.4 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

5.3.4.1 Mikrowellen-Aufschlussystem, ausgerüstet mit Aufschlussgefäßen aus PFA sowie einer programmierbaren Regelungseinheit für Druck- und Temperatursteuerung. Leistungsabgabe ≥ 600 W.

5.3.4.2 Polypropylen-Druckgefäß mit Schraubdeckel, 50 ml.

5.3.4.3 Filtriereinrichtung.

5.3.5 Durchführung

Die Masse der Probe richtet sich nach dem Analysenverfahren. Für die AAS beträgt die empfohlene Masse $(0,5 \pm 0,05)$ g und für die ICP-OES $(3 \pm 0,05)$ g, eingewogen auf 0,1 mg. Die Probe ist im ersten Fall mit 4 ml Wasser anzufeuchten und vorsichtig mit 3 ml Salpetersäure (5.3.3.1) zu versetzen, im zweiten Fall mit 5 ml Wasser anzufeuchten und mit 10 ml Salpetersäure (5.3.3.1) zu versetzen.

Das Aufschlussgefäß ist zu verschließen und in das Mikrowellenaufschlussgerät einzusetzen. Vor der Programmierung des Gerätes müssen die Aufheizbedingungen festgelegt werden und die Aufzeichnung von Druck und Temperatur gegenüber der Zeit vorbereitet werden.

Die Probe ist zunächst in einer Aufheizphase mit 500 kPa bis 700 kPa und 90 °C für 10 min, anschließend in einer zweiten Stufe bei 1 000 kPa und 120 °C bis 150 °C für 15 min bis 20 min zu behandeln. Danach ist das Aufschlussgefäß auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen. Nach Öffnen des Aufschlussgefäßes ist die Lösung in einen 100-ml-Messkolben zu spülen und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen. Die Lösung (Aufschlusslösung IV) ist zu filtrieren und in ein Polypropylengefäß zu überführen, um Adsorptionen am Glas zu vermeiden.

5.4 Druckaufschluss mit Salpetersäure

5.4.1 Allgemeines

Das Aufschlussverfahren dient dem Zweck, Spurenelemente aus der begleitenden Matrix freizusetzen und den Gehalt der verschiedenen Elemente zu bestimmen.

5.4.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Probenmaterial wird in ein PTFE-(Polytetrafluorethylen-)Gefäß eingewägt und mit Salpetersäure versetzt. Nach dem Einsetzen in einen Druckmantel wird bei 130 °C aufgeschlossen. Unlösliche Bestandteile werden abfiltriert und die entsprechenden Elemente werden im Filtrat bestimmt.

5.4.3 Reagenz

5.4.3.1 Salpetersäure, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.

5.4.4 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

5.4.4.1 Druckaufschlusssystem, bestehend aus Aufschlussgefäß aus PTFE, Druckmantelgefäß und Heizvorrichtung.

5.4.4.2 Polypropylen-Druckgefäß mit Schraubdeckel, 50 ml.

5.4.4.3 Filtriereinrichtung.

5.4.5 Durchführung

Von der Probe sind $(0,5 \pm 0,05) \text{ g}$ auf $0,1 \text{ mg}$ in das Aufschlussgefäß einzuwägen. Die Probe ist mit 2 ml Wasser anzufeuchten und vorsichtig mit 5 ml Salpetersäure (5.4.3.1) zu versetzen. Das Druckaufschlussgefäß ist zu verschließen, in einen kalten Trockenschrank einzusetzen und auf eine Temperatur von 130 °C zu erwärmen. Nach etwa 15 min ist das Druckaufschlussgefäß aus dem Trockenschrank zu entnehmen und auf Raumtemperatur abzukühlen. Nach Öffnen des Druckaufschlusssystems ist die Lösung in einen 100-ml-Messkolben zu spülen und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen. Die Lösung (Aufschlusslösung V) ist zu filtrieren und in ein Polypropylengefäß zu überführen, um Adsorptionen am Glas zu vermeiden.

6 Herkömmliche Verfahren zur Bestimmung der Haupt- und Nebenbestandteile

6.1 Bestimmung von freiem Wasser

6.1.1 Allgemeines

Unter freiem Wasser ist die dem Produkt anhaftende Feuchte, bei Kalkmilch der Wassergehalt der Suspension zu verstehen. Das Verfahren gilt nicht für Weißfeinkalk, halbgebrannten Dolomit oder Calciummagnesiumdioxid. Die Bestimmung des Wassergehaltes von Kalkmilch ist für die Berechnung des wasserlöslichen Anteils des suspendierten Kalkhydrates (siehe 6.5) erforderlich.

6.1.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Beim Erwärmen einer Probe von Weißkalkhydrat, Calciumcarbonat, Calciummagnesiumcarbonat oder Calciummagnesiumdihydroxidoxid auf $(105 \pm 5) \text{ °C}$ oder von Kalkmilch auf $(150 \pm 5) \text{ °C}$, entweicht das freie Wasser. Der Masseverlust bei dieser Temperatur wird als freies Wasser bezeichnet.

6.1.3 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

6.1.3.1 Trockenschrank, thermostatisch auf $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ oder $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ regelbar (Alternativgerät 1).

6.1.3.2 Automatische Feuchtwaaage, regelbar zwischen $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ und $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ (Alternativgerät 2).

6.1.3.3 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.1.3.4 Exsikkator mit Trocknungsmittel.

6.1.3.5 Unglasierter Porzellan- oder Platintiegel.

6.1.3.6 Pipette.

6.1.4 Durchführung

6.1.4.1 Weißkalkhydrat, Calciumcarbonat, Calciummagnesiumcarbonat und Calciummagnesiumdihydroxid

$(5 \pm 0,1)$ g der Probe im Anlieferungszustand sind auf 1 mg in einen vorher gewogenen Tiegel einzuwägen. Die Probe ist bis zur Massenkonzanz im Trockenschrank (6.1.3.1) oder auf der Feuchtwaaage (6.1.3.2) zu trocknen. Bei Verwendung des Ofens ist die Trockenzeit auf etwa 2 h zu begrenzen. Nach Herausnahme aus dem Trockenschrank ist der Tiegel mit dem Deckel zu verschließen, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchte aus der Umgebungsluft zu verhindern. Nach dem Abkühlen im Exsikkator erneut wägen.

6.1.4.2 Kalkmilch

Die Suspension ist vor der Entnahme eines Probenaliquotes durch Schütteln zu homogenisieren. Mit Hilfe einer Pipette sind etwa 20 g zu entnehmen und auf 0,1 mg in einen Glastiegel einzuwägen. Die Probe ist bis zur Massenkonzanz im Trockenschrank (6.1.3.1) oder auf der Feuchtwaaage (6.1.3.2) zu trocknen. Nach Herausnahme aus dem Trockenschrank ist der Tiegel mit dem Deckel zu verschließen, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchte aus der Umgebungsluft zu verhindern. Nach dem Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur ist der Massenverlust zu ermitteln.

6.1.5 Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an freiem Wasser, angegeben als Massenanteil $w(\text{H}_2\text{O})$ in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(\text{H}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

m_1 die Masse der Prüfmenge vor dem Erwärmen, in Gramm;

m_2 die Masse der Prüfmenge nach dem Erwärmen, in Gramm.

6.2 Glühverlust bei 550 °C

6.2.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung des Glühverlustes nach der Trocknung nach 6.1.

6.2.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Mit dem Glühverlust bei 550 °C wird im Wesentlichen das Hydratwasser erfasst.

6.2.3 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

6.2.3.1 Elektro-Ofen, regelbar auf (550 ± 25) °C, mit thermoelektrischer Temperaturanzeige.

6.2.3.2 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.2.3.3 Exsikkator mit Phosphorpentoxid, P_2O_5 .

6.2.3.4 Unglasierter Porzellan- oder Platintiegel.

6.2.4 Durchführung

Von der Probe sind $(5 \pm 0,1)$ g in einen vorher gewogenen Tiegel auf 1 mg einzuwägen (m_1). Die Probe ist im Ofen 2 h bei (550 ± 25) °C zu glühen und anschließend im Exsikkator abzukühlen. Der Tiegel ist nach der Herausnahme aus dem Ofen abzudecken, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchte aus der Umgebungsluft zu verhindern. Anschließend ist er im Exsikkator abkühlen zu lassen und dann zu wägen (m_2).

6.2.5 Angabe der Ergebnisse

Der Glühverlust bei 550 °C, angegeben als Massenanteil $w(GV)$ in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(GV) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad (4)$$

Dabei ist

m_1 die Masse der Probe vor dem Glühen bei (550 ± 25) °C, in Gramm;

m_2 die Masse der Probe nach dem Glühen bei (550 ± 25) °C, in Gramm.

6.3 Bestimmung von Kohlenstoffdioxid

6.3.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung von Kohlenstoffdioxid in Weißkalk nach EN 12518, in halbgebranntem Dolomit nach EN 1017, in Magnesiumoxid nach EN 16004 und in Dolomitkalk nach EN 16409.

6.3.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Der Gehalt an Kohlenstoffdioxid in den entsprechenden Materialien wird aus dem Glühverlust bei 1 050 °C ermittelt. Mit dem Glühverlust bei 550 °C werden im Wesentlichen freies Wasser und Hydratwasser erfasst. Die Massendifferenz zwischen dem Glühverlust bei $(1\,050 \pm 25)$ °C und dem Glühverlust bei (550 ± 25) °C entspricht dem Kohlenstoffdioxidanteil im Produkt.

6.3.3 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

6.3.3.1 Elektro-Ofen, regelbar auf $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$, mit thermoelektrischer Temperaturanzeige.

6.3.3.2 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.3.3.3 Exsikkator mit Phosphorpentoxid, P_2O_5 .

6.3.3.4 Unglasierter Porzellan- oder Platintiegel.

6.3.4 Durchführung

Nach Ermittlung der Masse (m_2) aus der Bestimmung des Glühverlustes bei $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ (6.2.5) ist die Probe anschließend bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$ 3 h zu glühen. Der Tiegel ist nach der Herausnahme aus dem Ofen abzudecken, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchte aus der Umgebungsluft zu verhindern. Anschließend ist er im Exsikkator abkühlen zu lassen und dann erneut zu wägen (m_3).

6.3.5 Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an Kohlenstoffdioxid, angegeben als Massenanteil CO_2 in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(\text{CO}_2) = \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \times 100 \quad (5)$$

Dabei ist

m_1 die Masse der Probe vor dem Glühen bei $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ (6.2.5), in Gramm;

m_2 die Masse der Probe vor dem Glühen bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$, in Gramm;

m_3 die Masse der Probe nach dem Glühen bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$, in Gramm.

6.4 Bestimmung des in Salzsäure unlöslichen Rückstandes

6.4.1 Allgemeines

Das Verfahren dient der Bestimmung des in Salzsäure unlöslichen Rückstandes.

6.4.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Nach Lösen der Probe in Salzsäure und Abfiltrieren wird der Filterrückstand gewaschen, getrocknet und bis zur Massenkonstanz geglüht, um den unlöslichen Anteil gravimetrisch zu bestimmen.

6.4.3 Reagenzien

6.4.3.1 Salzsäure, $\rho = 1,16 \text{ g/ml}$.

6.4.3.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

6.4.3.3 Salzsäure, verdünnt, 1 + 3.

6.4.4 Geräte

Übliches Laborgerät sowie:

6.4.4.1 Magnetrührer mit Heizplatte.

6.4.4.2 Platintiegel.

6.4.4.3 Elektro-Ofen, regelbar auf $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$, mit thermoelektrischer Temperaturanzeige.

6.4.5 Durchführung

$(1 \pm 0,1)$ g der Probe sind auf 1 mg in ein 250-ml-Becherglas einzuwägen. Die Probe ist mit 5 ml bis 10 ml Wasser anzuschlämmen und mit 25 ml Salzsäure (6.4.3.2) zu lösen. Nach 2 min Aufkochen dieser Lösung ist, sobald der Lösevorgang eben beendet ist, mit 50 ml Wasser zu verdünnen und sofort durch ein Filterpapier (Porengröße $2,5\,\mu\text{m}$, Aschegehalt $< 0,01\,\%$) in ein 250-ml-Becherglas zu filtrieren. Dabei ist der unlösliche Rückstand mit Hilfe eines Gummiwischers vollständig in das Filter zu überführen. Der Filtrerrückstand ist zweimal mit 10 ml heißer verdünnter Salzsäure (6.4.3.3) und nachfolgend mehrmals mit kleinen Mengen heißen Wassers auszuwaschen.

Das ausgewaschene Filter ist in einem geglühten und vorher gewogenen Platintiegel zu veraschen. Nach dem Glühen bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$ bis zur Massenkonstanz und anschließendem Erkalten im Exsikkator ist dieser zu wägen. Im Allgemeinen wird eine Glühdauer von 15 min ausreichend sein, um die Massenkonstanz zu erreichen.

6.4.6 Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an salzsäureunlöslichem Rückstand, angegeben als Massenanteil $w(\text{HCl}_{\text{unl}})$ in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w(\text{HCl}_{\text{unl}}) = \frac{m_1 \times 100}{m_2} \quad (6)$$

Dabei ist

m_1 der Glührückstand, in Gramm;

m_2 die Masse der Probe, in Gramm.

6.5 Bestimmung des Gehaltes an wasserlöslichem Calciumoxid oder Calciumhydroxid (Referenzverfahren)

6.5.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung des wasserlöslichen Kalkes (Calciumoxid und Calciumhydroxid) in Weißkalkprodukten nach EN 12518. Es wird ebenfalls zur Bestimmung des wasserlöslichen Calciumhydroxides in Kalkmilch angewendet.

Dieses Verfahren erfasst diejenigen Bestandteile, die unter den Bedingungen dieses spezifischen Verfahrens die Reaktion eingehen. Die Auswertung der Ergebnisse, die mit dem folgenden Verfahren erzielt werden, muss unter Beachtung dieser einschränkenden Definition vorgenommen werden.

6.5.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Es wird die Menge an wasserlöslichem Kalk ermittelt, die nach Aufschluss der Kalkprobe in Wasser mit Salzsäure titrierbar ist. Um ein Vergrießen des Calciumoxids beim Ablöschen zu vermeiden, das zu unvollständigem Suspendieren einer Weißkalkprobe führen kann, müssen solche Kalke erhitzt werden. Durch den verwendeten Indikator und die geringe Titrationsgeschwindigkeit ist sichergestellt, dass die Titration im alkalischen Bereich verläuft.