

Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem
Kohlenstoff in Kalkstein
Deutsche Fassung EN 13639:2002

DIN
EN 13639

ICS 91.100.10

Determination of total organic carbon in limestone;
German version EN 13639:2002

Détermination du carbone organique total dans le calcaire;
Version allemande EN 13639:2002

Die Europäische Norm EN 13639:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ (Sekretariat: Belgien) ausgearbeitet. Im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. ist hierfür der Arbeitsausschuss 07.13.00 „Zement“ des Normenausschusses Bauwesen (NABau) zuständig.

Fortsetzung 19 Seiten EN

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff in
Kalkstein**

Determination of total organic carbon in limestone

Détermination du carbone organique total dans le calcaire

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. Dezember 2001 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 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, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Allgemeine Anforderungen an die Prüfungen	3
4 Reagenzien	5
5 Allgemeine Geräte	7
6 Nasses Oxidationsverfahren (Referenzverfahren)	7
7 Gravimetrisches Ofen-Oxidationsverfahren (Alternativverfahren 1)	9
8 Ofenoxidationsverfahren mit Infrarotdetektion (Alternativverfahren 2)	11
9 Automatische Bestimmungsverfahren (Alternativverfahren 3)	14
10 Wiederholstandardabweichung, Vergleichstandardabweichung, Bestimmungsgrenze	16
11 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Eigenschaften von kommerziellen HF-Verbrennungsgeräten und Infrarot-Kohlenstoff-Analysatoren	17
Anhang B (informativ) Tabelle B.1 – Zuordnung der Reagenzien zu den Prüfverfahren	18
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument EN 13639:2002 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat von IBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2002 zurückgezogen werden.

Die Anhänge A und B sind informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren für die Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff (TOC) in Kalkstein fest.

Diese Norm beschreibt das Referenzverfahren und Alternativverfahren, die als gleichwertig betrachtet werden können. Im Streitfall ist nur das Referenzverfahren anzuwenden.

Andere Verfahren können angewandt werden, wenn sie am Referenzverfahren oder international anerkannten Referenzmaterialien kalibriert wurden und dabei ihre Gleichwertigkeit gezeigt haben.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ISO 3310-1, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth*.

ISO 11464, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*.

3 Allgemeine Anforderungen an die Prüfungen

3.1 Anzahl der Prüfungen

Wenn die Analyse Teil einer Reihe ist, die der statistischen Kontrolle unterliegt, ist mindestens eine Prüfung zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff durchzuführen.

Wenn die Analyse nicht Teil einer Reihe ist, die der statistischen Kontrolle unterliegt, sind zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff durchzuführen.

Im Streitfall müssen zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff durchgeführt werden (siehe auch 3.3).

3.2 Allgemeine statistische Begriffe

Wiederholstandardabweichung ist die Standardabweichung von unabhängigen Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Material im selben Labor vom selben Prüfer mit denselben Geräten innerhalb kurzer Zeitabstände erzielt werden.

Vergleichstandardabweichung ist die Standardabweichung von Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Material in unterschiedlichen Laboratorien von unterschiedlichen Prüfern mit unterschiedlichen Geräten erzielt werden.

ANMERKUNG Definitionen nach ISO 3534-1.

Die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung wird in absoluten Prozentzahlen angegeben.

Bestimmungsgrenze ist der Gehalt, bei dem unter Zugrundelegung einer festgelegten Wahrscheinlichkeit die relative Ergebnisunsicherheit, definiert als Quotient aus dem halben zweiseitigen Prognoseintervall und dem zugehörigen Gehalt, einen vorgegebenen Wert annimmt.

$$x_{D\ell} = k \cdot s_{x0} \cdot t_{f,\alpha} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(x_{D\ell} - \bar{x})^2}{Q_x}}$$

Dabei ist

α Signifikanzniveau (Wahrscheinlichkeit)

f Variabilität (Anzahl der Freiheitsgrade)

$\frac{1}{k} = \frac{\Delta x_{D\ell}}{x_{D\ell}}$ relative Ergebnisunsicherheit

n Anzahl der Kalibrierproben

$$Q_x = \sum_{i=1}^n \left(x_i - \bar{x} \right)^2$$

p Anzahl der Analysen an jeder Kalibrierprobe

s_{x0} Verfahrensstandardabweichung

$t_{f,\alpha}$ Quantile der t -Verteilung ($f = n-2$)

x einer Kalibrierprobe zugeordneter analysierter Gehalt

$\bar{x}$ arithmetisches Mittel der Gehalte aller Kalibrierproben

$x_{D\ell}$ Bestimmungsgrenze

$\Delta x_{D\ell}$ halbe Breite des zweiseitigen Prognoseintervalls

ANMERKUNG Diese Bestimmungsgrenze basiert auf DIN 32645.

3.3 Angaben von Massen und Ergebnissen

Massen sind in Gramm auf $\pm 0,0005$ g anzugeben.

Die Ergebnisse sind in Prozent auf mindestens zwei Dezimalen anzugeben. Divergieren die Einzelergebnisse um mehr als das Zweifache der in Abschnitt 10 angegebenen Wiederholstandardabweichung, ist die Prüfung zu wiederholen.

3.4 Blindbestimmung

Eine Blindwertbestimmung ohne Probe ist nach demselben Verfahren und mit der gleichen Menge an Reagenzien durchzuführen. Die Ergebnisse der analytischen Bestimmung sind zu korrigieren.

3.5 Probenahme und Vorbereitung der Probe

Je nach Korngröße des Rohstoffes ist eine Probe von mindestens 1 kg bis 10 kg nach dem in ISO 11464 beschriebenen Verfahren zu entnehmen, zu trocknen, zu brechen, zu zerkleinern, zu teilen und zu mahlen, so dass eine für die Analyse repräsentative Laborprobe entsteht. Die Laborprobe muss durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 90 μm nach ISO 3310-1 gesiebt werden können. Bei Proben mit bekannter Weise hohem Gehalt an flüchtigem organischen Kohlenstoff kann die Anpassung des Trocknungsprozesses erforderlich sein.

3.6 Allgemeine Prüfprinzipien

Im Allgemeinen beinhalten alle Verfahren die folgenden Schritte:

- Entsäuerung der Kalksteinprobe
- Reinigung des Trärgases, wenn es nicht von hochreiner Qualität ist
- Oxidation der organischen Kohlenstoffverbindungen
- Reinigung des bei der Oxidation entstandenen CO₂
- Messung des CO₂-Gehalts.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeine Anforderungen

Es sind nur Reagenzien einer Qualität "zur Analyse" zu verwenden. Es ist destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

Sofern nicht anders angegeben, bedeutet Prozent stets Massenanteil in Prozent.

Die in dieser Norm verwendeten konzentrierten flüssigen Reagenzien haben die folgenden Dichten (ρ) in Gramm je Kubikzentimeter bei 20 °C:

Ammoniaklösung	0,88 bis 0,91
Salzsäure	1,18 bis 1,19
Wasserstoffperoxid	1,11
Salpetersäure	1,40 bis 1,42
Phosphorsäure	1,71 bis 1,75
Schwefelsäure	1,84

Verdünnungen werden stets als Summe der Einzelvolumina angegeben. So bedeutet z. B. verdünnte Salzsäure 1 + 2, dass ein Volumenteil konzentrierte Salzsäure mit zwei Volumenteilen Wasser zu vermischen ist.

4.2 Ammoniaklösung (NH₃ · H₂O)

4.3 Calciumchlorid, wasserfrei (CaCl₂)

4.4 Kalibrierreagenz. Metall, z. B. Eisen, mit bekanntem Kohlenstoffgehalt.

4.5 Kohlendioxid in Sauerstoff, 0,95 % Volumenanteil und 19 % Volumenanteil

4.6 Trärgase, abhängig von der Anwendung: Luft, Sauerstoff, Stickstoff oder Argon, frei von Kohlendioxid oder Kohlenwasserstoffen