

DIN EN 13639

ICS 91.100.10

Ersatz für
DIN EN 13639:2002-07 und
DIN EN 13639
Berichtigung 1:2006-09

**Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff in Kalkstein;
Deutsche Fassung EN 13639:2017**

Determination of total organic carbon in limestone;
German version EN 13639:2017

Determination du carbone organique total dans le calcaire;
Version allemande EN 13639:2017

Gesamtumfang 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 13639:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-07-13 AA „Zement; SpA zu Teilbereichen von CEN/TC 51 und ISO/TC 74“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3310-1 siehe DIN ISO 3310-1

ISO 3534-1 siehe DIN ISO 3534-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13639:2002-07 und DIN EN 13639 Berichtigung 1:2006-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme eines neuen Verfahrens „Ofenoxidationsverfahren mit Infrarotdetektion oder Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (bei hoher Temperatur): Verfahren B (Alternativverfahren 4)“.

Frühere Ausgaben

DIN EN 13639: 2002-07, 2006-09

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 1: Analysensiebe mit Metalledrahtgewebe (ISO 3310-1:2000)*

DIN ISO 3534-1, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 1: Wahrscheinlichkeit und allgemeine statistische Begriffe (ISO 3534-1:2006)*

Deutsche Fassung

Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff in Kalkstein

Determination of total organic carbon
in limestone

Determination du carbone organique total
dans le calcaire

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 26. Juni 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	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Allgemeine Anforderungen an die Prüfungen	5
3.1 Anzahl der Prüfungen	5
3.2 Allgemeine statistische Begriffe	5
3.3 Angaben von Massen und Ergebnissen	6
3.4 Blindbestimmungen	6
3.5 Probenahme und Vorbereitung der Probe	6
3.6 Allgemeine Prüfgrundsätze	6
4 Reagenzien	7
5 Allgemeine Geräte	10
5.1 Waagen	10
5.2 Laboröfen	10
5.3 Tiegel	10
6 Gravimetrisches Verfahren mit Nassoxydation (Referenzverfahren)	10
6.1 Prinzip	10
6.2 Geräte	10
6.3 Durchführung	11
6.4 Berechnung	12
7 Gravimetrisches Ofen-Oxidationsverfahren (Alternativverfahren 1)	12
7.1 Prinzip	12
7.2 Geräte	12
7.3 Durchführung	13
7.4 Berechnung	14
8 Ofenoxidiationsverfahren mit Infrarotdetektion (bei niedriger Temperatur) (Alternativverfahren 2)	15
8.1 Prinzip	15
8.2 Geräte	15
8.3 Durchführung	16
8.4 Berechnung	17
9 Ofenoxidiationsverfahren mit Infrarotdetektion oder Bestimmung der Wärme- leitfähigkeit (bei hoher Temperatur): Verfahren A (Alternativverfahren 3)	18
9.1 Kurzbeschreibung	18
9.2 Geräte	18
9.3 Durchführung	19
10 Ofenoxidiationsverfahren mit Infrarotdetektion oder Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (bei hoher Temperatur): Verfahren B (Alternativverfahren 4)	20
10.1 Prinzip	20
10.2 Geräte	20
10.3 Durchführung	20
11 Wiederholstandardabweichung, Vergleichstandardabweichung, Bestimmungsgrenze	21

12	Prüfbericht.....	21
Anhang A (informativ) Eigenschaften von kommerziellen Hochfrequenz-Verbrennungsgeräten und Infrarot-Kohlenstoff-Analysatoren.....		
A.1	Verbrennung.....	22
A.2	Infrarot-Gas-Analysegerät	22
Anhang B (informativ) Zuordnung der Reagenzien zu den Prüfverfahren		23
Literaturhinweise.....		25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 13639:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 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 13639:2002.

Gegenüber EN 13639:2002 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

Ein neues alternatives Verfahren *Alternatives Verfahren Nr. 4*, das in Schweden entwickelt wurde, wurde in Abschnitt 10 aufgenommen.

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 Verfahren für die Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff (TOC, en: total organic carbon) in Kalkstein fest.

ANMERKUNG Dieses Verfahren behandelt die Bestimmung von TOC < 1 %.

Diese Norm beschreibt das Referenzverfahren und Alternativverfahren, die als gleichwertig betrachtet werden können.

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).

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 Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff durchzuführen.

Wenn die Analyse nicht Teil einer Reihe ist, die der statistischen Kontrolle unterliegt, sind zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff durchzuführen (siehe auch 3.3).

Im Streitfall ist ausschließlich das Referenzverfahren anzuwenden.

Im Streitfall sind zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff durchzuführen (siehe auch 3.3).

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

3.2 Allgemeine statistische Begriffe

Wiederholstandardabweichung — die Standardabweichung von Prüfergebnissen, die unter Wiederholbedingungen erzielt werden, d. h. 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 — die Standardabweichung von Prüfergebnissen, die unter Vergleichbedingungen erzielt werden, d. h. von Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Material in unterschiedlichen Laboratorien von unterschiedlichen Prüfern mit unterschiedlichen Geräten erzielt werden.

ANMERKUNG Die Definitionen basieren auf ISO 3534-1 [1].

Sowohl die Wiederholstandardabweichung als auch die Vergleichstandardabweichung werden in absoluten Prozentzahlen angegeben.

Bestimmungsgrenze (Gleichung (1)) — 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.

$$x_{DL} = k \cdot s_{xD} \cdot t_{f\alpha} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(x_{DL} - \bar{x})^2}{Q_x}} \quad (1)$$

Dabei ist

α	das Signifikanzniveau (Wahrscheinlichkeit)
f	die Variabilität (Anzahl der Freiheitsgrade)
$\frac{1}{k} = \frac{\Delta x_{DL}}{x_{DL}}$	die relative Unsicherheit
$Q_x = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$	die Anzahl der Kalibrierproben
n	die Anzahl der Prüfergebnisse
p	die Anzahl der Analysen an jeder Kalibrierprobe
s_{xD}	die Verfahrensstandardabweichung
$t_{f\alpha}$	das Quantil der t -Verteilung ($f = n - 2$)
x_i	der einer Kalibrierprobe zugeordneter analysierter Gehalt
$\bar{x}$	das arithmetische Mittel der Gehalte aller Kalibrierproben
x_{DL}	die Bestimmungsgrenze
Δx_{DL}	die halbe Breite des zweiseitigen Prognoseintervalls

ANMERKUNG Diese Bestimmungsgrenze basiert auf DIN 32645 [2].

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 Dezimalstellen anzugeben. Divergieren die Einzelergebnisse um mehr als das Zweifache der in Abschnitt 10 angegebenen Wiederholstandardabweichung, ist die Prüfung zu wiederholen.

3.4 Blindbestimmungen

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 Rohstoffs 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 für die Analyse eine repräsentative Laborprobe entsteht. Die Laborprobe muss durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 90 μm nach ISO 3310-1 gesiebt werden können. Bei Proben, die bekanntermaßen einen hohen Gehalt an flüchtigem organischem Kohlenstoff aufweisen, ist der Trocknungsprozesses ggf. anzupassen.

3.6 Allgemeine Prüfgrundsätze

Im Allgemeinen beinhalten alle Verfahren die folgenden Schritte:

- a) Entkarbonisierung der Kalksteinprobe;
- b) Reinigung des Trärgases, wenn es nicht von hochreiner Qualität ist;
- c) Oxidation der organischen Kohlenstoffverbindungen;
- d) Reinigung des bei der Oxidation entstandenen CO₂;
- e) Messung des CO₂-Gehalts.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeine Anforderungen

Die Anwendung dieser Norm umfasst die Verwendung von gefährlichen Stoffen.

Es bestehen nationale und europäische Verordnungen und Bestimmungen zum Arbeits- und Gesundheitsschutz.

Es sind nur Reagenzien einer Qualität „zur Analyse“ zu verwenden. Es ist destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrads 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 Volumenanteil konzentrierte Salzsäure mit zwei Volumenanteilen Wasser zu vermischen ist.

4.2 Ammoniaklösung (NH₃ × H₂O)

4.3 Calciumchlorid, wasserfrei (CaCl₂)

4.4 Kalibrierreagenz, Metall

Zum Beispiel Eisen mit bekanntem Kohlenstoffgehalt.

4.5 Kohlenstoffdioxid in Sauerstoff

Konzentrationen: 0,95 % Volumenanteil und 19 % Volumenanteil

4.6 Trärgase

Abhängig von der Anwendung: Luft, Sauerstoff, Stickstoff oder Argon, frei von Kohlenstoffdioxid und Kohlenwasserstoffen