

**Prüfverfahren für chemische Eigenschaften
von Gesteinskörnungen**Teil 1: Chemische Analyse
Deutsche Fassung EN 1744-1 : 1998**DIN**
EN 1744-1

ICS 91.100.20

Deskriptoren: Gesteinskörnung, chemische Eigenschaft, chemische
Analyse, PrüfverfahrenTests for chemical properties of aggregates — Part 1 : Chemical analysis;
German version EN 1744-1 : 1998Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats —
Partie 1 : Analyse chimique;
Version allemande EN 1744-1 : 1998**Die Europäische Norm EN 1744-1 : 1998 hat den Status einer Deutschen Norm.****Nationales Vorwort**

Diese Europäische Norm ist im Komitee CEN/TC 154 „Zuschläge“ unter intensiver deutscher Mitarbeit ausgearbeitet worden. Für die deutsche Mitarbeit ist der Unterausschuß NMP 311.4 „Chemische Prüfverfahren“ im Arbeitsausschuß NMP 311/FGSV 6.2.0.1 „Prüfung von Naturstein und Gesteinskörnungen“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Für die in Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 384 siehe DIN ISO 384

ISO 648 siehe DIN 12690

ISO 1042 siehe DIN 12664-1

Nationaler Anhang NA (informativ)**Literaturhinweise**

DIN ISO 384

Laborgeräte aus Glas — Grundlagen für Gestaltung und Bau von Volumenmeßgeräten aus Glas; (ISO 384 : 1978);
Deutsche Fassung DIN ISO 384

DIN 12960

Laborgeräte aus Glas — Vollpipette mit einer Marke, Klasse A und Klasse B

DIN 12664-1

Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke, Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

Fortsetzung 26 Seiten EN

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

ICS 71.040.40; 91.100.20

Deskriptoren: Zuschlag, chemische Eigenschaft, chemische Zusammensetzung, Bestimmung, Chlorid, Sulfat, Schwefel, organische Verbindung, Kalk, Lösbarkeit, Glühverlust

Deutsche Fassung

Prüfverfahren für chemische Eigenschaften von Gesteinskörnungen

Teil 1: Chemische Analyse

Tests for chemical properties of aggregates — Part 1:
Chemical analysis

Essais pour déterminer les propriétés chimiques des
granulats — Partie 1 : Analyse chimique

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1998-02-15 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 Zentralsekretariat 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 Zentralsekretariat 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, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	15 Bestimmung von organischen Bestandteilen, die das Erstarren und Erhärten von Zement beeinflussen	18
1 Anwendungsbereich	3	15.1 Bestimmung des Humusgehaltes	18
2 Normative Verweisungen	3	15.2 Bestimmung des Fulvosäuregehaltes	19
3 Definitionen	3	15.3 Bestimmung der organischen Verunreinigungen mit dem Mörtelverfahren	20
4 Reagenzien	4	16 Bestimmung der Wasserlöslichkeit	21
5 Prüfeinrichtungen	6	17 Bestimmung des Glühverlustes	21
6 Allgemeine Prüfanforderungen	11	18 Bestimmung des Freikalkgehaltes in Stahlwerksschlacke	22
7 Bestimmung der wasserlöslichen Chloride nach Volhard (Referenzverfahren)	12	18.1 Allgemeines	22
8 Bestimmung der wasserlöslichen Chloride mit potentiometrischer Endpunktbestimmung (Alternativverfahren)	13	18.2 Komplexometrische Freikalkbestimmung (Referenzverfahren)	22
9 Bestimmung der wasserlöslichen Chloride nach Mohr (Alternativverfahren)	14	18.3 Konduktometrische Freikalkbestimmung (Alternativverfahren)	22
10 Bestimmung der wasserlöslichen Sulfate ..	14	18.4 Acidimetrische Freikalkbestimmung (Alternativverfahren)	23
11 Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes ..	15	19 Bestimmung der Raumbeständigkeit von Hochofenschlacke und Stahlwerksschlacke ..	23
12 Bestimmung der säurelöslichen Sulfate ..	16	19.1 Bestimmung des Dicalciumsilikatzerfalls in Hochofenstückschlacke	23
13 Bestimmung der säurelöslichen Sulfide ..	17	19.2 Bestimmung des Eisenzerfalls in Hochofenstückschlacke	23
14 Bestimmung von Bestandteilen, die die Oberfläche des Betons beeinflussen	17	19.3 Bestimmung der Volumenzunahme von Stahlwerksschlacken	23
14.1 Untersuchung auf das Vorhandensein von reaktionsfähigen Eisensulfidteilchen	17	Anhang A (informativ) Präzision	25
14.2 Untersuchung auf aufschwimmende Verunreinigungen	18	Anhang B (informativ) Literaturhinweise	26

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 154 „Zuschläge“ ausgearbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 1998, und etwaige entgegenstehende Normen müssen bis Dezember 1999 zurückgezogen werden.

Diese Norm beinhaltet eine Reihe von Verfahren zur Prüfung chemischer Eigenschaften von Gesteinskörnungen. Prüfverfahren für andere Eigenschaften von Gesteinskörnungen sind durch die Teile der folgenden Europäischen Normen gegeben:

- EN 932 Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen
- EN 933 Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen
- EN 1097 Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen
- EN 1367 Prüfverfahren für thermische Eigenschaften und Verwitterungsbeständigkeit von Gesteinskörnungen

Die anderen Teile von EN 1744 werden sein:

Teil 2: Bestimmung des Widerstands gegen alkalische Reaktion

Teil 3: Wasserauslaug-Verfahren

Teil 4: Bestimmung der Wasserempfindlichkeit von Füllern für bitumenhaltige Mischungen

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, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren für die chemische Analyse von Gesteinskörnungen fest. Sie beschreibt die Referenzverfahren und in einigen Fällen Alternativverfahren, deren Ergebnisse denen des Referenzverfahrens entsprechen.

Werden andere Verfahren angewendet, so ist nachzuweisen, daß ihre Ergebnisse denen der Referenzverfahren entsprechen.

ANMERKUNG: Im Streitfall sollten die Referenzverfahren angewendet werden.

Sofern nicht anders festgelegt, dürfen die in dieser Norm beschriebenen Prüfverfahren für die Produktionsüberwachung, für Audits oder für Typprüfungen angewendet werden.

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.

EN 196-1

Prüfverfahren für Zement — Teil 1: Bestimmung der Festigkeit

EN 196-2

Prüfverfahren für Zement — Teil 2: Chemische Analyse von Zement

EN 196-3

Prüfverfahren für Zement — Teil 3: Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit

ENV 197-1

Zement — Zusammensetzung, Anforderungen und Konformitätskriterien — Teil 1: Allgemein gebräuchlicher Zement

EN 932-1 : 1996

Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 1: Probenahmeverfahren

prEN 932-2

Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 2: Verfahren zum Einengen von Laboratoriumsproben

prEN 932-5

Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 5: Allgemeine Prüfeinrichtungen und Kalibrierung

prEN 932-6

Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 6: Definitionen für die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision

EN 933-2 : 1995

Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 2: Bestimmung der Korngrößenverteilung — Prüfsiebe, Nennmaße der Sieböffnungen

prEN 1015-4

Prüfverfahren für Mörtel und Mauerwerk — Teil 4: Bestimmung der Konsistenz von Frischmörtel (mit dem Eindringgerät)

prEN 1015-9

Prüfverfahren für Mörtel und Mauerwerk — Teil 9: Bestimmung der Verarbeitbarkeitszeit von Frischmörteln

prEN 1015-11

Prüfverfahren für Mörtel und Mauerwerk — Teil 11: Bestimmung der Biegezug- und Druckfestigkeit von Festmörtel

prEN 1097-6

Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 6: Bestimmung der Rohdichte und der Wasseraufnahme

ISO 384 : 1978

Laboratory glassware — Principles of design and construction of volumetric glassware

ISO 648 : 1977

Laboratory glassware — One marks-pipettes

ISO 650 : 1977

Relative density 60/90 degrees F hydrometers for general purposes

ISO 1042 : 1983

Laboratory glassware — One mark volumetric flasks

ISO 4788 : 1980

Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Definitionen:

3.1 Meßprobe

Probe, die als Ganzes bei einer einzelnen Durchführung des Prüfverfahrens verwendet wird.

3.2 Einzelmeßprobe

Falls ein Prüfverfahren mehr als eine Bestimmung einer Eigenschaft erfordert, ist die Einzelmeßprobe die Probe, die bei einer Einzelbestimmung verwendet wird.

3.3 Laboratoriumsprobe

Eingeengte Probe aus einer Sammelprobe, für die Untersuchung in einem Laboratorium bestimmt.

3.4 Massenkonzanz

Aufeinanderfolgende Wägungen nach dem Trocknen im zeitlichen Abstand differieren nicht mehr als 0,1 %.

ANMERKUNG: Häufig kann die Massenkonzanz erreicht werden, wenn die Meßprobe für eine bestimmte Zeit in einer Wärmekammer bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrocknet wurde. Prüflaboratorien können die erforderliche Zeit bis zum Erreichen der Massenkonzanz für spezifische Arten und Größen von Proben entsprechend der vorhandenen Kapazität der Wärmekammer selbst bestimmen.

3.5 Los

Eine Produktionsmenge, Liefermenge, Teilliefermenge (Bahnwagen-, Lastwagen-, Schiffsladung) oder Lagermenge, die zur selben Zeit unter Bedingungen, die als einheitlich angesehen werden, hergestellt wurde.

ANMERKUNG: Bei kontinuierlicher Herstellung wird die während einer vereinbarten Zeit hergestellte Menge als ein Los betrachtet.

3.6 Feinanteil

Die Kornklasse einer Gesteinskörnung, die durch das 0,063-mm-Sieb hindurchgeht.

4 Reagenzien

Soweit nicht anders angegeben, sind nur Reagenzien der Qualität „pro analysi“ sowie destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

ANMERKUNG 1: Soweit nicht anders angegeben, bedeutet „%“ stets Massenanteil in %.

ANMERKUNG 2: Wenn für Volumen oder Massen von Reagenzien keine Toleranzen festgelegt sind, gelten die genannten Werte als Näherungswerte. Für die Anwendung in dieser Norm werden die in solchen Fällen erhaltenen Volumen, die mit Meßzylindern und Massen, die mit Waagen nach 5.2.4 und 5.2.5 ermittelt wurden, als ausreichend genau angesehen.

ANMERKUNG 3: Soweit nicht anders angegeben, werden Lösungen von Reagenzien als langzeitstabil angenommen.

ANMERKUNG 4: Alle Chemikalien sollten als mögliche Gifte mit toxischen Eigenschaften behandelt werden, daher ist vor Gebrauch entsprechend Vorsicht walten zu lassen. Mögliche Gefahren sollten jederzeit einkalkuliert und ständige Aufmerksamkeit gewahrt werden.

4.1 Allgemeine Anforderungen hinsichtlich der Dichten

Für die in dieser Norm geforderten konzentrierten Reagenzlösungen sind folgende Dichten in Gramm je Kubikzentimeter bei 20 °C erforderlich:

Salzsäure: 1,18 bis 1,19

Salpetersäure: 1,40 bis 1,42

Schwefelsäure: 1,84

Ammoniumhydroxid: 0,88 bis 0,91

Die Verdünnung wird stets als Summe der Volumen angegeben.

ANMERKUNG 1: So bedeutet z. B. verdünnte Salzsäure (1 + 1) im Falle von 4.11.4, daß 1 Volumenteil konzentrierter Salzsäure mit 1 Volumenteil Wasser zu vermischen ist.

ANMERKUNG 2: Alternativ dürfen im Handel erhältliche gebrauchsfertige Lösungen verwendet werden.

4.2 Reagenzien für die Bestimmung der wasserlöslichen Chloride nach Volhard

(siehe Abschnitt 7)

4.2.1 Silbernitratlösung (AgNO_3), 0,100 mol/l, hergestellt aus etwa 20 g bei einer Temperatur von $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ mindestens 1 h getrocknetem und danach in einem Exsikkator abgekühltem Silbernitrat, von dem $(16,987 \pm 0,001)$ g in einem Meßkolben (siehe 5.3.6) mit Wasser zu 1 l gelöst werden. Die Lösung ist in einer Reagenzflasche aus Braunglas (siehe 5.2.14) aufzubewahren und vor längerer Sonneneinwirkung zu schützen.

4.2.2 Thiocyanatlösung (KSCN oder NH_4SCN) etwa 0,1 mol/l, hergestellt in einem Meßkolben durch Lösen von

9,7 g Kaliumthiocyanat oder 7,6 g Ammoniumthiocyanat mit Wasser zu 1 l.

25 ml Silbernitratlösung (siehe 4.2.1) sind in einen Erlenmeyerkolben (siehe 5.3.5) zu pipettieren. Dieser Lösung sind 5 ml Salpetersäure (siehe 4.2.3) und 1 ml Ammonium-Eisen(III)-sulfat-Indikatorlösung (siehe 4.2.5) hinzuzufügen.

Aus einer Bürette (siehe 5.2.13) ist so lange Thiocyanatlösung zuzugeben, bis der erste bleibende Farbwechsel auftritt. Dieser geht von farbloser Opaleszenz zu einem schwachen Braunton. Aus dem Verbrauch an Thiocyanatlösung wird die Stoffmengenkonzentration der Thiocyanatlösung c_T (in mol/l) nach folgender Gleichung berechnet:

$$c_T = \frac{2,5}{V_1} \quad (1)$$

Dabei ist:

V_1 das Volumen der zugesetzten Thiocyanatlösung, in Milliliter

Die Lösung ist wöchentlich oder unmittelbar vor Gebrauch einzustellen, falls die Analysen selten durchgeführt werden.

4.2.3 Salpetersäure (HNO_3), etwa 6 mol/l, hergestellt durch Zugabe von 100 ml Salpetersäure (siehe 4.1) zu 150 ml Wasser. Die verdünnte Säure ist unter einem Abzug (siehe 5.2.17) zu kochen, bis sie farblos geworden ist, und auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen.

4.2.4 Chloridfreies technisches 3,5,5-Trimethyl-1-hexanol

4.2.5 Ammonium-Eisen(III)sulfat-Indikatorlösung $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, hergestellt durch Zugabe von 60 ml Wasser zu 50 g Ammonium-Eisen(III)sulfat. Das Gemisch ist bis zum Lösen zu erwärmen und mit 10 ml Salpetersäure (siehe 4.2.3) zu versetzen. Die Lösung ist auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen und in einer Glasflasche (siehe 5.2.15) aufzubewahren.

4.3 Reagenzien für die potentiometrische Bestimmung wasserlöslicher Chloride

(siehe Abschnitt 8)

4.3.1 Silbernitratlösung (AgNO_3), 0,01 mol/l, hergestellt nach 4.2.1, wobei jedoch 1,699 g getrocknetes Silbernitrat in einem 1-l-Meßkolben (siehe 5.3.6) gelöst werden.

4.3.2 Natriumchloridlösung (NaCl), 0,02 mol/l, hergestellt aus 2 g bei einer Temperatur von $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ über 1 bis 2 h getrocknetem und danach abgekühltem Natriumchlorid, von dem $(1,169 \pm 0,001)$ g in einem Meßkolben (siehe 5.3.6) mit Wasser zu 1 l gelöst werden.

4.4 Reagenzien für die Bestimmung wasserlöslicher Chloride nach Mohr für die Produktionsüberwachung

(siehe Abschnitt 9)

Kaliumchromatlösung (K_2CrO_4), hergestellt durch Lösen von 10 g Kaliumchromat in 100 ml Wasser.

4.5 Reagenzien für die Bestimmung wasserlöslicher Sulfate

(siehe Abschnitt 10)

4.5.1 Salzsäure (HCl) verdünnt, hergestellt durch Zugabe von 200 ml konzentrierter Salzsäure (Dichte $1,18 \text{ g/cm}^3$) zu 800 ml Wasser.

4.5.2 Bariumchloridlösung (BaCl_2), hergestellt durch Lösen von 100 g Bariumchlorid ($\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) in 1 l Wasser, wobei die Lösung vor Gebrauch durch ein Filtrierpapier mittlerer Porosität zu filtrieren ist.

4.6 Reagenzien für die Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes

(siehe Abschnitt 11)

4.6.1 Brom

4.6.2 Methylrot-Indikator: 20 mg Methylrot in Pulverform sind in 50 ml Ethanol zu lösen und mit 50 ml Wasser aufzufüllen.

4.7 Reagenzien für die Bestimmung des Sulfidgehaltes

(siehe Abschnitt 13)

4.7.1 Bleiacetatlösung: Etwa 0,2 g Bleiacetat $\{\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}\}$ sind in Wasser zu lösen und auf 100 ml aufzufüllen.

4.7.2 Ammoniakalische Zinksulfatlösung: 50 g Zinksulfat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) sind in 150 ml Wasser zu lösen und mit 350 ml konzentriertem Ammoniumhydroxid NH_4OH zu versetzen. Die Lösung ist mindestens 24 h stehen zu lassen und durch ein Filtrierpapier mittlerer Porosität zu filtrieren.

4.7.3 Zinn(II)-Chlorid ($\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$)

4.7.4 Metallisches Chrom in Pulverform (Vorsicht, krebserregend!)

4.7.5 Kaliumiodatlösung/-iodid-Lösung, eingestellt 0,0167 mol/l: In frisch ausgekochtem und abgekühltem Wasser sind der Reihe nach in einem 1-l-Meßkolben $(3,6 \pm 0,1)$ g auf 0,1 mg (siehe 6.1) Kaliumiodat (KIO_3), bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrocknet, 2 Plättchen Natriumhydroxid (NaOH) (etwa 0,4 g) und 25 g Kaliumiodid (KI) zu lösen. Die Lösung ist mit frisch ausgekochtem und abgekühltem Wasser bis zur Marke aufzufüllen.

ANMERKUNG 1: Eine Spur von Natriumhydroxid stabilisiert diese Lösung für eine gewisse Zeit; die Lösung sollte verworfen werden, wenn sie farblos wird.

Der Faktor F der Lösung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$F = \frac{m_1}{3,5668} \quad (2)$$

Dabei ist:

m_1 Masse der Einwaage an Kaliumiodat, in Gramm

ANMERKUNG 2: Bei niedrigem Sulfidgehalt ($< 0,1\%$) ist es zweckmäßig, auf 1/10 der Konzentration verdünnte Lösungen zu benutzen. Hierfür werden 100 ml der Lösungen nach 4.7.5 und 4.7.6 jeweils in einen 1-l-Meßkolben pipettiert und mit Wasser zur Marke aufgefüllt.

4.7.6 Natriumthiosulfatlösung, etwa 0,1 mol/l: 24,82 g Natriumthiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) sind mit Wasser zu 1 l zu lösen. Vor jeder Prüfungsreihe ist der Faktor f dieser Lösung, wie nachstehend in a) und b) beschrieben, zu bestimmen.

Das Einstellen der Thiosulfatlösung geschieht nach einer der folgenden Möglichkeiten.

a) Das Einstellen der Lösung erfolgt vorzugsweise mit der eingestellten Kaliumiodat/-iodid-Lösung (siehe 4.7.5).

Dazu sind in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben 20 ml der eingestellten Kaliumiodat/-iodid-Lösung zu pipettieren, mit etwa 150 ml Wasser zu verdünnen und mit 25 ml Salzsäure (1 + 1) anzusäuern. Mit der einzustellenden, etwa 0,1 mol/l Natriumthiosulfatlösung ist bis Hellgelb zu titrieren. Danach sind 2 ml Stärkelösung (siehe 4.7.7) zuzugeben. Sodann ist bis zum Umschlag von Blau nach Farblos weiter zu titrieren.

Der Faktor f dieser Lösung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$f = \frac{20 \cdot 0,01667 \cdot 214,01 \cdot F}{3,5668 \cdot V_2} = 20 \frac{F}{V_2} \quad (3)$$

Dabei ist:

F Faktor der Standard-Kaliumiodat/-iodid-Lösung (siehe 4.7.5), in Mol je Liter;

V_2 Verbrauch der beim Titrieren verwendeten etwa 0,1 mol/l Natriumthiosulfatlösung, in Milliliter;

3,5668 g/l Kaliumiodat entsprechend einer Kaliumiodat/-iodid-Lösung von 0,01667 mol/l;

214,01 molekulare Masse von Kaliumiodat.

b) Einstellen der Lösung mit einer bekannten Menge Kaliumiodat.

Hierfür sind (70 ± 5) mg Kaliumiodat in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben zu geben und mit etwa 150 ml in Wasser zu lösen.

Der Inhalt ist mit etwa 1 g Kaliumiodid zu versetzen, mit 25 ml Salzsäure (1 + 1) anzusäuern und mit der etwa 0,1 mol/l Natriumthiosulfatlösung bis Hellgelb zu titrieren. Danach sind 2 ml Stärkelösung (siehe 4.7.7) zuzugeben. Sodann ist bis zum Umschlag von Blau nach Farblos weiter zu titrieren.

Der Faktor f dieser Lösung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$f = \frac{1000 \cdot m_2}{3,5668 \cdot V_3} = 280,3634 \frac{m_2}{V_3} \quad (4)$$

Dabei ist:

m_2 Masse der Einwaage an Kaliumiodat, in Gramm;

V_3 Verbrauch der beim Titrieren verwendeten etwa 0,1 mol/l Natriumthiosulfatlösung, in Milliliter;

3,5668 g/l Kaliumiodat entsprechend einer Kaliumiodat/-iodid-Lösung von 0,01667 mol/l, in Gramm.

4.7.7 Stärkelösung: 1 g Stärke (wasserlöslich) ist mit 1 g Kaliumiodid (KI) zu versetzen und mit Wasser zu 100 ml zu lösen.

4.8 Reagenzien für die Bestimmung von aufschwimmenden Verunreinigungen

(siehe 14.2)

4.8.1 Zinkchloridlösung (ZnCl_2), hergestellt durch Lösen von 7 kg Zinkchlorid in 3 l Wasser, das eine gesättigte Lösung mit einer Dichte von $(1,98 \pm 0,02) \text{g/cm}^3$ bei $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ erhalten wird. Die Dichte der Lösung ist nach Abkühlen auf Raumtemperatur mit einem gebräuchlichen Aräometer (siehe 5.8.3) zu prüfen.

ANMERKUNG: Vorsicht, Zinkchloridlösung kann eine Reizung der Haut und der Schleimhäute hervorrufen!

4.8.2 Natriumwolframatlösung (alternativ zu 4.8.1), hergestellt durch Lösen von kristallinem $3 \text{ Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9 \text{ WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in Wasser, wobei soviel Wolframat unter kräftigem Rühren gelöst wird, bis die Lösung eine Dichte von $(1,98 \pm 0,02) \text{ g/cm}^3$ bei $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ erreicht hat.

4.9 Reagenzien für die Bestimmung des Humusgehaltes

(siehe 15.1)

4.9.1 Natriumhydroxidlösung (NaOH), 3%ige Lösung, hergestellt durch Lösen von 30 g Natriumhydroxid-Tabletten in Wasser, abgekühlt auf Raumtemperatur und verdünnt auf 1 l in einem Meßkolben.

4.9.2 Farbbezugslösung: hergestellt durch Lösen von 45,0 g Eisen-(III)-chlorid $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ und 5,50 g Kobalt-(III)-chlorid $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ in 279,5 g Wasser, das 1 ml konzentrierte Salzsäure enthält. Die Lösung wird in einer Reagenzflasche aufbewahrt und ist mindestens 2 Wochen beständig.

4.10 Reagenzien für die Bestimmung des Fulvosäuregehaltes

(siehe 15.2)

4.10.1 Salzsäure, verdünnt (1 + 23)

4.10.2 Zinn(II)-chloridlösung: 22,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$ (siehe 4.10.1) sind in 1 l Salzsäure zu lösen. Die Lösung ist 2 Wochen beständig.

4.11 Reagenzien für die komplexometrische Bestimmung von Freikalk

(siehe 18.1)

4.11.1 1,2-Ethandiol (Ethylenglycol) frisch destilliert, wasserfrei

4.11.2 2-Propanol (Isopropanol), wasserfrei

4.11.3 Filtrierpapierbrei in wasserfreiem Ethylenglycol

4.11.4 Salzsäure, verdünnt (1 + 1)

4.11.5 Triethanolamin

4.11.6 m-Nitrophenol: Lösung von 0,1 g in 100 ml Wasser

4.11.7 Natriumhydroxidlösung (NaOH) 2 mol/l, erhalten durch Lösen von 80 g Natriumhydroxid-Tabletten in Wasser, abgekühlt auf Raumtemperatur und verdünnt auf 1 l in einem Meßkolben.

4.11.8 Murexid-Indikator: Durch Vermahlen von 1 g Murexid (Purpursäure, Ammoniumsalz) mit 100 g Natriumchlorid (NaCl) in einer Reibschale.

4.11.9 EDTE-Lösung 1/112 mol/l: $(3,3 \pm 0,1) \text{ g}$ bei 80°C bis zur Massenkonstanz getrocknetes Dinatriumsalz der Ethyldiamintetraessigsäure, Dihydrat ist in Wasser zu 1 l zu lösen. Diese Lösung muß gegen eine solche mit bekanntem Calciumgehalt eingestellt werden (siehe 4.11.10).

4.11.10 Standard-Calciumlösung (1 ml = 1 mg Calcium-oxid): $(1,785 \pm 0,001) \text{ g}$ bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrocknetes Calciumcarbonat (siehe 4.11.11) ist in einem geringen Überschuß von Salzsäure (1 + 4) zu lösen. Die Lösung ist zu kochen, um Kohlenstoffdioxid CO_2 auszutreiben, abgedeckt auf Raumtemperatur abzukühlen und in einem Meßkolben (siehe 5.3.6) mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

ANMERKUNG: Bezugslösungen bekannten Calciumgehaltes sind im Handel erhältlich, z. B. $(1,000 \pm 0,002) \text{ g CaO/l}$.

4.11.11 Calciumcarbonat (CaCO_3), gefällt, Ursubstanz

4.11.12 Natronkalk, körnig

4.12 Reagenzien für die konduktometrische Bestimmung von Freikalk

(siehe 18.2)

4.12.1 Ethylenglycol (siehe 4.11.1)

4.13 Reagenzien für die acidimetrische Bestimmung von Freikalk

(siehe 18.3)

4.13.1 Ethylacetoacetat, wasserfrei

4.13.2 2-Methyl-1-Propanol (Isobutylalkohol), wasserfrei

4.13.3 Thymolblau (Thymolsulfonphthalein) als Indikator

4.13.4 Salzsäure (siehe 4.1)

4.13.5 Lösung aus 450 ml Acetessigsäureethylester in 3 l Isobutylalkohol

4.13.6 Thymolblau-Indikator: Durch Lösen von 0,1 g Thymolblau in 100 ml Isobutylalkohol

4.13.7 Salzsäurelösung von ungefähr 0,2 mol/l: Um diese Lösung herzustellen, sind 17 ml Salzsäure (siehe 4.1) mit Isobutanol auf 1 l aufzufüllen. Zur Einstellung dieser Lösung sind $(100 \pm 0,1) \text{ mg}$ Calciumcarbonat (siehe 4.11.11) in einen Tiegel (siehe 5.6.2) einzuwiegen und 1 h bei 1000°C zu glühen. Der Freikalk (CaO) ist nach 18.3.3 zu extrahieren und zu titrieren.

Der Faktor k der Lösung wird nach folgender Gleichung bestimmt:

$$k = \frac{56,08}{100,09} \cdot \frac{100}{\nu_4} \quad (5)$$

Dabei ist:

ν_4 Verbrauch an Salzsäure, in Milliliter;

k Zahlenwert für mg Freikalk, bezogen auf 1 ml eingestellter Salzsäure-Lösung.

4.13.8 Natriumhydroxid auf Träger, gekörnt, etwa 0,8 mm bis 1,6 mm zur Elementaranalyse

4.14 Reagenzien für die Bestimmung der Volumenzunahme von Stahlwerksschlacken

(siehe 19.3)

4.14.1 Siliconöl

4.14.2 Salzsäure, verdünnt (1 + 5)

5 Prüfeinrichtungen

5.1 Allgemeine Anforderungen

Alle Prüfeinrichtungen müssen die allgemeinen Anforderungen nach prEN 932-5 erfüllen.

Falls nicht anders festgelegt, müssen alle Volumenmeßgeräte aus Glas der Klasse B entsprechen, wie sie in ISO 384

für Laborglasgeräte definiert ist. Für Audits und Typprüfungen müssen die Glasgeräte der Klasse A benutzt werden.

ANMERKUNG: Wenn für Maße keine Toleranzen festgelegt sind, gelten die genannten Werte als Näherungswerte.

5.2 Prüfeinrichtungen für allgemeine Zwecke

5.2.1 Gut zu belüftender Trockenschrank, dessen kontrollierbare Regelung eine konstante Temperatur im Bereich von 40 °C bis 150 °C mit einer Fehlergrenze von ± 5 °C aufrechterhalten kann. Die Tiegelunterlage muß aus korrosionsbeständigem Material bestehen.

5.2.2 Elektrischer Muffelofen, der eine Temperatur von 800 °C bis 1100 °C erreicht und mit einer Fehlergrenze von ± 25 °C halten kann.

5.2.3 Einrichtung zum Brechen und Mahlen von Gesteinskörnungen zur Herstellung geeigneter Korngrößen. Dabei muß der Feinanteil gering gehalten werden.

5.2.4 Waage, mit der Massen bis 10 kg mit einer Fehlergrenze von 1 g bestimmt werden können.

5.2.5 Waage, mit der Massen bis 1 kg mit einer Fehlergrenze von 0,01 g bestimmt werden können.

5.2.6 Analysenwaage, mit der Massen bis 100 g mit einer Fehlergrenze von 0,000 1 g bestimmt werden können.

5.2.7 Heizplatte mit Magnetrührer

5.2.8 pH-Meter, ablesbar bis 0,1 pH-Einheiten

5.2.9 Becher, Erlenmeyerkolben, Filtertrichter, Filtrierpapier

5.2.10 25-ml-, 50-ml- und 100-ml-Pipetten nach ISO 648

5.2.11 Graduierte 10-ml-, 250-ml- und 500-ml-Meßzylinder nach ISO 4788

5.2.12 Spritzflaschen mit destilliertem Wasser

5.2.13 Zwei 50-ml-Büretten mit einer Teilung von 0,1 ml

5.2.14 Reagenzflaschen aus Braunglas

5.2.15 Reagenzflaschen aus Normalglas

5.2.16 Exsikkatoren

5.2.17 Abzug

5.3 Zusätzliche Prüfeinrichtungen für die Bestimmung von wasserlöslichen Chloriden nach Volhard

(siehe Abschnitt 7)

5.3.1 16-mm-Analysensieb mit Quadratlochung nach EN 933-2

5.3.2 Zwei Weithalsflaschen aus Glas, Kunststoff oder Metall mit gut schließenden Stopfen

ANMERKUNG: Für die Prüfung von groben Gesteinskörnungen oder Leichtzuschlag sollten Flaschen von 5 l Volumen, für die von feinen Gesteinskörnungen solche von 2 l vorhanden sein.

5.3.3 Mechanische Schüttelmaschine oder Rollenbank für die Weithalsflaschen (siehe 5.3.2)

5.3.4 Zwei Filternutschen von etwa 100 mm Durchmesser mit mittelporigem und feinporigem Filtrierpapier, passend zum Durchmesser der Filternutschen

5.3.5 Verschließbare 100-ml- und 250-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliff und Stopfen

5.3.6 Zwei 1-l-Meßkolben nach ISO 1042

5.4 Zusätzliche Prüfeinrichtungen für die potentiometrische Bestimmung von wasserlöslichen Salzen

(siehe Abschnitt 8)

5.4.1 Ein für die Bestimmung der Chloridkonzentration geeigneter potentiometrischer Titrator mit einem Elektrodensystem bestehend aus:

- Indikatorelektrode: entweder eine Silber-Elektrode oder eine chloridselektive Elektrode;
- Bezugselektrode: entweder eine Quecksilbersulfat-Elektrode oder eine Silber-/Silberchlorid-Einstabmeßkette mit chloridfreiem Elektrolyten in der äußeren Zelle.

5.5 Zusätzliche Prüfeinrichtungen für die Bestimmung von wasserlöslichen Chloriden nach Mohr für die Produktionsüberwachung

(siehe Abschnitt 9)

5.5.1 Zwei 1-l-Weithalsflaschen aus Kunststoff mit Stopfen

5.6 Zusätzliche Prüfeinrichtungen für die Bestimmung von wasserlöslichen Sulfaten

(siehe Abschnitt 10)

5.6.1 Filtertiegel aus Porzellan Porosität 4, mit etwa 35 mm Durchmesser und 40 mm Höhe

5.6.2 Als Alternative zu 5.6.1, Tiegel mit einem Durchmesser von etwa 35 mm sowie einer Höhe von 40 mm und einer Temperaturbeständigkeit bis 1100 °C

ANMERKUNG: Porzellan, Siliciumdioxid oder Platin sind dafür geeignete Werkstoffe.

5.7 Zusätzliche Prüfeinrichtungen für die Bestimmung der säurelöslichen Sulfide

(siehe Abschnitt 13)

5.7.1 Das Gerät zur Bestimmung des Sulfidgehaltes ist in Bild 1 dargestellt.

5.8 Zusätzliche Prüfeinrichtungen für die Bestimmung von aufschwimmenden Verunreinigungen

(siehe 14.2)

5.8.1 300-µm- und 250-µm-Prüfsiebe nach EN 933-2

5.8.2 Schale aus Porzellan zum Eindampfen

5.8.3 Aräometer, Meßbereich von 1,950 bis 2,000 g/cm³, nach ISO 650