

Prüfverfahren für Zement

Teil 2: Chemische Analyse von Zement

Deutsche Fassung EN 196-2 : 1994

DIN
EN 196-2

ICS 91.100.10

Ersatz für Ausgabe 1990-03

Deskriptoren: Baustoff, Zement, Prüfverfahren, chemische Analyse

Methods of testing cement — Part 2: Chemical analysis of cement;
German version EN 196-2 : 1994

Méthodes d'essais des ciments — Partie 2: Analyse chimique des ciments;
Version allemande EN 196-2 : 1994

Die Europäische Norm EN 196-2 : 1994 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. war hierfür der Arbeitsausschuß 07.13.00 "Zement" des Normenausschusses Bauwesen (NABau) zuständig.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3534 siehe DIN 55350-14, DIN 55350-31, DIN 55350-33

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe März 1990 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Berücksichtigung von Corrigenda, die der Angleichung der drei offiziellen Sprachfassungen der EN 196-2 dienen.

Frühere Ausgaben

DIN 1164-3: 1970-06, 1978-11

DIN EN 196-2: 1990-03

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise in nationalen Zusätzen

- DIN 55350-14 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Teil 14: Begriffe der Probenahme
DIN 55350-31 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Teil 31: Begriffe der Annahemestichprobenprüfung
DIN 55350-33 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Teil 33: Begriffe der statistischen Prozeßlenkung (SPC)

Weitere Normen

- DIN 1164-1 Zement — Teil 1: Zusammensetzung, Anforderungen
DIN 1164-2 Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement — Teil 2: Überwachung (Güteüberwachung)
DIN 1164-8 Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement — Teil 8: Bestimmung der Hydratationswärme mit dem Lösungskalorimeter
DIN 1164-31 Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement — Teil 31: Bestimmung des Hüttensandanteils von Eisenportland- und Hochofenzement und des Traßanteils von Traßzement

Internationale Patentklassifikation

C 04 B 7/00

G 01 N 33/38

Fortsetzung 18 Seiten EN

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

Deskriptoren: Zement, Chemische Analyse, Bestimmung des Gehalts, Glühverlust, Sulfate, Sulfide, Mangan, Siliciumdioxid, Eisenoxid, Aluminiumoxid, Calciumoxid, Magnesiumoxid, Abbrauchrückstand, Gravimetrische Bestimmung, Spektralphotometrische Methode, EDTE.

Deutsche Fassung

Prüfverfahren für Zement
Teil 2: Chemische Analyse von Zement

Methods of testing cement — Part 2:
Chemical analysis of cement

Méthodes d'essais des ciments —
Partie 2: Analyse chimique des ciments

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1994-12-12 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 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	13 Bestimmung der Hauptbestandteile	12
1 Anwendungsbereich	3	13.1 Prinzip	12
2 Normative Verweisungen	3	13.2 Aufschluß mit Natriumperoxid	12
3 Allgemeine Prüfanforderungen	3	13.3 Abscheiden und Bestimmen des Siliciumdioxids — Verfahren mit Polyethylenoxid (Referenzverfahren)	13
4 Reagenzien	3	13.4 Abscheiden und Bestimmen des Siliciumdioxids — Verfahren mit doppeltem Eindampfen (Alternativverfahren)	13
5 Geräte	8	13.5 Aufschluß mit Salzsäure und Ammoniumchlorid und Fällen des Siliciumdioxids (Alternativverfahren)	13
6 Vorbereitung der Zementprobe	9	13.6 Bestimmung von reinem Siliciumdioxid	15
7 Bestimmung des Glühverlustes	9	13.7 Aufschließen des Abrauchrückstands	15
8 Gravimetrische Bestimmung des Sulfats	10	13.8 Bestimmung von gelöstem Siliciumdioxid	15
9 Bestimmung des in Salzsäure und Natriumcarbonat unlöslichen Rückstands	10	13.9 Siliciumdioxid-Gesamtgehalt	16
10 Bestimmung des in Salzsäure und Kaliumhydroxid unlöslichen Rückstands	11	13.10 Bestimmung von Eisen(III)-oxid	16
11 Bestimmung des Sulfids	11	13.11 Bestimmung von Aluminiumoxid	16
12 Photometrische Bestimmung des Mangans ...	12	13.12 Bestimmung von Calciumoxid mit EGTE (Referenzverfahren)	16
		13.13 Bestimmung von Magnesiumoxid mit DCTE (Referenzverfahren)	17
		13.14 Bestimmung von Calciumoxid mit EDTE (Alternativverfahren)	17
		13.15 Bestimmung von Magnesiumoxid mit EDTE (Alternativverfahren)	18
		13.16 Bemerkungen zur visuellen Titration für die Bestimmung von Calciumoxid und Magnesiumoxid	18

Vorwort

Die vorliegende Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 "Zement und Baukalk", mit dessen Sekretariat IBN betraut ist, ausgearbeitet.

Diese Europäische Norm ersetzt EN 196-2 : 1987.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 1995, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 1995 zurückgezogen werden.

Entsprechend den Gemeinsamen CEN/CENELEC-Regeln sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

Die Normenreihe EN 196 über Prüfverfahren für Zement besteht aus folgenden Teilen:

- EN 196-1: Bestimmung der Festigkeit
- EN 196-2: Chemische Analyse von Zement
- EN 196-3: Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit
- ENV 196-4: Quantitative Bestimmung der Bestandteile
- EN 196-5: Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen
- EN 196-6: Bestimmung der Mahlfeinheit
- EN 196-7: Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement
- EN 196-21: Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt die Verfahren zur Durchführung der chemischen Analyse von Zement.

Die Norm beschreibt die Referenzverfahren und in einigen Fällen ein Alternativverfahren, dessen Ergebnisse denen des Referenzverfahrens entsprechen.

Werden andere Verfahren angewendet, so ist nachzuweisen, daß ihre Ergebnisse den Ergebnissen der Referenzverfahren entsprechen. Im Streitfall sind die Referenzverfahren maßgebend.

Diese Norm gilt für alle Zemente sowie für deren Bestandteile, wie z. B. Klinker und Hüttensand.

In den Anwendungsnormen ist festgelegt, welche Verfahren anzuwenden sind.

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 196-7

Prüfverfahren für Zement — Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement

ISO 3534 : 1977

Statistics — Vocabulary and symbols

3 Allgemeine Prüfanforderungen

3.1 Anzahl der Bestimmungen

Zur Bestimmung der verschiedenen Bestandteile (siehe Abschnitte 7 bis 13) sind zwei Analysen durchzuführen (siehe auch 3.3).

3.2 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit

Die Wiederholstandardabweichung gibt an, wie gut aufeinanderfolgende Ergebnisse übereinstimmen, die mit demselben Verfahren am gleichen Material und unter übereinstimmenden Prüfbedingungen erhalten werden (gleicher Laborant (Prüfer), dasselbe Gerät, gleiches Labor und kurze Zeitspanne)¹⁾.

Die Vergleichstandardabweichung gibt an, wie gut die einzelnen Ergebnisse übereinstimmen, die mit demselben Verfahren am gleichen Material, aber unter unterschiedlichen Bedingungen erhalten werden (verschiedene Laboranten (Prüfer), unterschiedliche Geräte, verschiedene Labors und/oder verschiedene Zeiten)¹⁾.

Die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung werden in % absolut²⁾ angegeben.

3.3 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Gehalten

Massen sind in Gramm auf 0,000 1 g, mit Büretten abgemessene Volumina in Milliliter auf 0,05 ml anzugeben.

Als Faktoren eingestellter Lösungen gilt das Mittel aus drei Bestimmungen. Sie sind auf drei Dezimalen anzugeben.

Als Gehalt gilt das Mittel aus zwei Bestimmungen. Er ist im allgemeinen in % auf zwei Dezimalen anzugeben.

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

3.4 Glühverfahren

Zum Glühen werden Filter und Inhalt in einen zuvor geglühten und gewogenen Tiegel übergeführt und getrocknet. Dann werden sie langsam in oxidierender Atmosphäre vollständig verascht, wobei sie sich nicht entzünden dürfen. Anschließend wird bei der vorgeschriebenen Temperatur geglüht. Tiegel und Inhalt werden in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt und gewogen.

3.5 Bestimmung der Massenkonzanz

Zum Erreichen der Massenkonzanz ist die Probe mehrmals 15 Minuten zu glühen, abzukühlen und danach jedes Mal zu wiegen. Die Massenkonzanz gilt als erreicht, wenn die Differenz zwischen zwei aufeinanderfolgenden Wägungen kleiner als 0,000 5 g ist.

3.6 Nachweis der Chloridfreiheit (Prüfen mit Silbernitratlösung)

Nach dem Waschen eines Niederschlags, das im allgemeinen fünf- oder sechsmal durchgeführt wird, wird der Ablauf des Trichters mit einigen Wassertropfen abgespült. Filter und Inhalt werden mit einigen Millilitern Wasser gewaschen, die in einem Reagenzglas aufgefangen und mit einigen Tropfen Silbernitratlösung (4.33) versetzt werden. Tritt keine Trübung und kein Niederschlag in der Lösung auf, ist kein Chlorid vorhanden. Anderenfalls ist der Waschvorgang zu wiederholen, bis die Prüfung mit Silbernitrat negativ ist.

4 Reagenzien

4.0 Allgemeine Anforderungen

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

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

In dieser Norm wird bei den für die Reagenzien verwendeten konzentrierten Flüssigkeiten jeweils von folgenden Dichten (ρ) ausgegangen (in g/cm³ bei 20 °C):

— Salzsäure	1,18 bis 1,19
— Flußsäure	1,13
— Salpetersäure	1,40 bis 1,42
— Schwefelsäure	1,84
— Phosphorsäure	1,71 bis 1,75
— Essigsäure	1,05 bis 1,06
— Ammoniumhydroxid	0,88 bis 0,91
— Triethanolamin	1,12

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

¹⁾ Definition nach ISO 3534.

²⁾ Die Werte für die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung in dieser Norm sind als vorläufig zu betrachten. Die Werte werden dann endgültig festgelegt, wenn entsprechende Erfahrungen in den Laboratorien vorliegen.

4.1 Salzsäure , konzentriert	(HCl)
4.2 Salzsäure , verdünnt	1 + 1
4.3 Salzsäure , verdünnt	1 + 2
4.4 Salzsäure , verdünnt	1 + 3
4.5 Salzsäure , verdünnt	1 + 9
4.6 Salzsäure , verdünnt	1 + 11
4.7 Salzsäure , verdünnt	1 + 19
4.8 Salzsäure , verdünnt	1 + 99
4.9 Salzsäure , verdünnt	von pH 1,60 2 l Wasser werden mit fünf oder sechs Tropfen konzentrierter Salzsäure versetzt. Der pH-Wert wird unter Verwendung eines pH-Meters eingestellt. Die Lösung ist in einer Polyethylenflasche aufzubewahren.
4.10 Flußsäure , konzentriert	(HF)
4.11 Flußsäure , verdünnt	1 + 3
4.12 Salpetersäure	(HNO ₃)
4.13 Schwefelsäure , konzentriert	(H ₂ SO ₄)
4.14 Schwefelsäure , verdünnt	1 + 1
4.15 Phosphorsäure	(H ₃ PO ₄)
4.16 Borsäure	(H ₃ BO ₃)
4.17 Essigsäure	(CH ₃ COOH)
4.18 Aminoessigsäure	(NH ₂ CH ₂ COOH)
4.19 Chrom metallisch , gepulvert	(Cr)
4.20 Ammoniumhydroxid , konzentriert	(NH ₄ OH)
4.21 Ammoniumhydroxid , verdünnt	1 + 1
4.22 Ammoniumhydroxid , verdünnt	1 + 10
4.23 Ammoniumhydroxid , verdünnt	1 + 16
4.24 Natriumhydroxid	(NaOH)
4.25 Natriumhydroxidlösung	4 mol/l

160 g Natriumhydroxid werden in Wasser zu 1000 ml gelöst. Die Lösung ist in einer Polyethylenflasche aufzubewahren.

4.26 Natriumhydroxidlösung 2 mol/l
80 g Natriumhydroxid werden in Wasser zu 1000 ml gelöst. Die Lösung ist in einer Polyethylenflasche aufzubewahren.

4.27 Ammoniumchlorid (NH₄Cl)

4.28 Zinn(II)-chlorid (SnCl₂ × 2H₂O)

4.29 Kaliumperiodat (KIO₄)

4.30 Natriumperoxid, gepulvert (Na₂O₂)

4.31 Natriumcarbonat/Natriumchlorid
7 g Natriumcarbonat (Na₂CO₃, wasserfrei) werden mit 1 g Natriumchlorid (NaCl) vermischt.

4.32 Bariumchloridlösung
120 g Bariumchlorid (BaCl₂ × 2H₂O) werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.

4.33 Silbernitratlösung
5 g Silbernitrat (AgNO₃) werden in Wasser gelöst, mit 10 ml konzentrierter Salpetersäure (HNO₃) versetzt und mit Wasser zu 1000 ml verdünnt.

4.34 Natriumcarbonatlösung
50 g Natriumcarbonat (Na₂CO₃, wasserfrei) werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.

4.35 Kaliumhydroxidlösung
250 g Kaliumhydroxid (KOH) werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.

4.36 Ammoniakalische Zinksulfatlösung
50 g Zinksulfat (ZnSO₄ × 7H₂O) werden in 150 ml Wasser gelöst und mit 350 ml konzentriertem Ammoniumhydroxid (NH₄OH) versetzt. Die Lösung wird stehengelassen und frühestens nach 24 Stunden filtriert.

4.37 Bleiacetatlösung
Etwa 0,2 g Bleiacetat (Pb(CH₃COO)₂ × 3H₂O) werden mit Wasser zu 100 ml gelöst.

4.38 Stärkelösung
1 g Stärke (wasserlöslich) wird mit 1 g Kaliumiodid (KI) versetzt und mit Wasser zu 100 ml gelöst.

4.39 Polyethylenoxidlösung
In 100 ml Wasser werden 0,25 g Polyethylenoxid (-CH₂-CH₂-O-) _n von mittlerer Molekularmasse 200 000 bis 600 000 unter heftigem Rühren gelöst. Diese Lösung ist etwa zwei Wochen beständig.

4.40 Borsäurelösung, gesättigt
Etwa 50 g Borsäure (H₃BO₃) werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.