

Prüfverfahren für ZementBestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement
Deutsche Fassung EN 196-21 : 1989**DIN****EN 196**

Teil 21

Methods of testing cement; Determination of the chloride, carbon dioxide and alkali content of cement; German version EN 196-21 : 1989

Mit DIN EN 196 T 2/03.90
und DIN 1164 T 31/03.90
Ersatz für DIN 1164 T 3/11.78

Méthodes d'essais des ciments; Détermination de la teneur en chlorures, en dioxyde de carbone et en alcalins dans les ciments; Version Allemande EN 196-21 : 1989

Die Europäische Norm EN 196-21 : 1989 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 06.04 „Zement“ des Normenausschusses Bauwesen (NABau) zuständig.

Normen über Zement und Prüfverfahren für Zement:

DIN 1164 Teil 1	Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; Begriffe, Bestandteile, Anforderungen, Lieferung
DIN 1164 Teil 2	Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; Überwachung (Güteüberwachung)
DIN 1164 Teil 8	Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; Bestimmung der Hydrationswärme mit dem Lösungskalorimeter
DIN 1164 Teil 31	Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; Bestimmung des Hüttensandanteils von Eisenportland- und Hochofenzement und des Traßanteils von Traßzement
DIN 1164 Teil 100	Zement; Portlandölschieferzement; Anforderungen, Prüfungen, Überwachung
DIN EN 196 Teil 1	Prüfverfahren für Zement; Bestimmung der Festigkeit; Deutsche Fassung EN 196-1 : 1987 (Stand 1989)
DIN EN 196 Teil 2	Prüfverfahren für Zement; Chemische Analyse von Zement; Deutsche Fassung EN 196-2 : 1987 (Stand 1989)
DIN EN 196 Teil 3	Prüfverfahren für Zement; Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit; Deutsche Fassung EN 196-3 : 1987
DIN EN 196 Teil 5	Prüfverfahren für Zement; Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen; Deutsche Fassung EN 196-5 : 1987
DIN EN 196 Teil 6	Prüfverfahren für Zement; Bestimmung der Mahlfeinheit; Deutsche Fassung EN 196-6 : 1989
DIN EN 196 Teil 7	Prüfverfahren für Zement; Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement; Deutsche Fassung EN 196-7 : 1989
DIN EN 196 Teil 21	Prüfverfahren für Zement; Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement; Deutsche Fassung EN 196-21 : 1989

Darüber hinaus liegt die Vornorm

DIN V ENV 196 Teil 4 Prüfverfahren für Zement; Quantitative Bestimmung der Bestandteile; Deutsche Fassung ENV 196-4 : 1989 vor.

Zu Abschnitt 2: ISO 3534 siehe Normen der Reihe DIN 55 350

Die in dieser Europäischen Norm festgelegten Prüfverfahren stellen eine Ergänzung der Europäischen Norm EN 196 Teil 2 „Prüfverfahren für Zement; Chemische Analyse von Zement“ dar.

Bei einer späteren Überarbeitung von DIN EN 196 Teil 2 ist vorgesehen, die in der vorliegenden Norm festgelegten Prüfverfahren in DIN EN 196 Teil 2 zu integrieren.

Die Norm enthält ein Prüfverfahren für die Bestimmung des Chloridgehalts sowie jeweils ein Referenz- und ein Alternativprüfverfahren zur Bestimmung des Kohlenstoffdioxid- und Alkaligehalts. Dabei ist darauf hinzuweisen, daß die Alternativverfahren, die zur Bestimmung des Kohlenstoffdioxid- und des Alkaligehalts in der vorliegenden Norm angegeben sind, identisch sind mit den diesbezüglichen Prüfverfahren, die in DIN 1164 Teil 3 „Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement; Bestimmung der Zusammensetzung“, Ausgabe November 1978, Abschnitte 2.2.9 und 2.2.14 festgelegt waren.

Die Norm DIN EN 196 Teil 21 ersetzt mit DIN EN 196 Teil 2 und DIN 1164 Teil 31 die frühere Norm DIN 1164 Teil 3.

Fortsetzung Seite 2 bis 11

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

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

DK 666.94 : 691.54 : 620.1 : 543.84

Deskriptoren: Zement, Prüfverfahren, chemische Analyse, Bestimmung des Gehalts, Chlorid, Kohlenstoffdioxid, Alkali

Deutsche Fassung

Prüfverfahren für Zement

Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement

Methods of testing cement; Determination of the chloride, carbon dioxide and alkali content of cement

Méthodes d'essais des ciments; Détermination de la teneur en chlorures, en dioxyde de carbone et en alcalins dans les ciments

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1989-06-16 angenommen. Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die Forderungen der Gemeinsamen CEN/CENELEC-Regeln zu erfüllen, in denen 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-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 die Landessprache gemacht und dem CEN-Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normenorganisationen 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 Bréderode 2, B-1000 Brüssel

Entstehungsgeschichte

Die vorliegende Europäische Norm wurde von dem Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement“, mit dessen Sekretariat IBN betraut ist, ausgearbeitet.

Es ist beabsichtigt, bei einer Überarbeitung der Europäischen Norm EN 196 Teil 2 die der Öffentlichkeit mit dieser Norm vorgelegten Prüfverfahren in EN 196 Teil 2 zu übernehmen, so daß dann diese Norm alle erforderlichen Prüfverfahren zur chemischen Analyse von Zement enthalten wird.

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.

Vorwort

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

Teil 1: Bestimmung der Festigkeit

Teil 2: Chemische Analyse von Zement

Teil 3: Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit

Teil 4: Quantitative Bestimmung der Bestandteile

Teil 5: Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen

Teil 6: Bestimmung der Mahlfineinheit

Teil 7: Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement

Teil 21: Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement

Inhalt

	Seite		Seite
1 Zweck und Anwendungsbereich	3	6 Bestimmung des Kohlenstoffdioxidanteils (Alternativverfahren)	6
2 Verweisungen auf andere Normen	3	6.1 Grundlage des Verfahrens	6
3 Allgemeine Prüfanforderungen	4	6.2 Reagenzien	6
3.1 Anzahl der Bestimmungen	4	6.3 Geräte	6
3.2 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	4	6.4 Durchführung	6
3.3 Angabe von Massen, Volumina und Ergebnissen	4	6.5 Auswertung	8
3.4 Bestimmung der Massenkonzanz	4	6.6 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	8
3.5 Vorbereitung der Zementprobe	4	7 Bestimmung des Alkalianteils (Referenzverfahren)	8
3.6 Reagenzien	4	7.1 Grundlage des Verfahrens	8
3.7 Volumenmeßgeräte aus Glas	4	7.2 Reagenzien	8
4 Bestimmung des Chloridanteils	4	7.3 Geräte	8
4.1 Grundlage des Verfahrens	4	7.4 Herstellen von Bezugslösungen und Eichkurven	8
4.2 Reagenzien	4	7.5 Aufschluß der Prüfmenge	8
4.3 Geräte	5	7.6 Durchführung der Messung	9
4.4 Durchführung	5	7.7 Auswertung	9
4.5 Auswertung	5	7.8 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	10
4.6 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	5	8 Bestimmung des Alkalianteils (Alternativverfahren)	10
5 Bestimmung des Kohlenstoffdioxidanteils (Referenzverfahren)	5	8.1 Grundlage des Verfahrens	10
5.1 Grundlage des Verfahrens	5	8.2 Reagenzien	10
5.2 Reagenzien	5	8.3 Geräte	10
5.3 Geräte	5	8.4 Aufstellen der Bezugskurve	10
5.4 Durchführung	6	8.5 Durchführung	10
5.5 Auswertung	6	8.6 Auswertung	11
5.6 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	6	8.7 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	11

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt die Verfahren zur Bestimmung des Anteils an Chlorid, Kohlenstoffdioxid und Alkalien von Zement fest.

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.

2 Verweisungen auf andere Normen

EN 196-2	Prüfverfahren für Zement; Chemische Analyse von Zement
EN 196-7	Prüfverfahren für Zement; Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement
ISO 3534 – 1977	Statistik; Begriffe und Zeichen

3 Allgemeine Prüfanforderungen

3.1 Anzahl der Bestimmungen

Für die verschiedenen Bestimmungen (siehe Abschnitte 4 bis 8) sind jeweils zwei Analysen durchzuführen (siehe auch 3.3).

3.2 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision

Die Wiederholstandardabweichung gibt an, wie gut aufeinanderfolgende Ergebnisse übereinstimmen, die mit demselben Verfahren am gleichen Material und unter übereinstimmenden Prüfbedingungen erhalten werden (derselbe Laborant (Prüfer), dasselbe Gerät, dasselbe 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 % absolut angegeben.

3.3 Angabe von Massen, Volumina und Ergebnissen

Massen sind in Gramm auf 0,0001 g, mit Büretten abgemessene Volumina in Milliliter auf 0,05 ml anzugeben.

Als Ergebnis gilt das Mittel aus zwei Bestimmungen. Es 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 Bestimmung der Massenkonstanz

Zum Erreichen der Massenkonstanz ist die Probe mehrmals 15 Minuten zu glühen, abzukühlen und danach jedes Mal zu wägen. Die Massenkonstanz gilt als erreicht, wenn die Differenz zwischen zwei aufeinanderfolgenden Wägungen kleiner als 0,0005 g ist.

3.5 Vorbereitung der Zementprobe

Vor der chemischen Analyse wird aus der nach EN 196-7 entnommenen Probe eine Prüfprobe hergestellt.

Dazu wird die entnommene Probe mit einem Probenteiler oder durch Vierteln auf eine Teilprobe von etwa 100 g reduziert. Die Teilprobe wird auf einem Sieb mit einer Maschenweite von 150 oder 125 µm gesiebt, bis sich der Rückstand nicht mehr verändert. Aus dem Siebrückstand wird mit einem Magneten das metallische Eisen entfernt. Der dann verbleibende eisenfreie Rückstand wird auf einen Durchgang durch ein 150- oder 125-µm-Sieb gemahlen. Sofern diese Probe Partikel metallischen Eisens enthält, die durch das Mahlen in den Zement gelangen können, ist eine vollständige Abscheidung dieser Eisenpartikel mit einem Magnetprüfer in einer Suspension, z. B. in Cyclohexan, durchzuführen. Die Probe wird in eine saubere, trockene und luftdicht schließende Flasche gefüllt und kräftig geschüttelt, um sie sorgfältig zu mischen.

Alle Arbeitsgänge sind so schnell wie möglich auszuführen, damit die Probe der Luft nur kurze Zeit ausgesetzt ist.

3.6 Reagenzien

Es sind für die Analyse nur Reagenzien der Qualität „zur Analyse“ sowie destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

Sofern nicht anders angegeben, bedeutet „%“ stets Massenanteil in %.

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
– Perchlorsäure	1,60 bis 1,67
– Phosphorsäure	1,71 bis 1,75
– Schwefelsäure	1,84

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

3.7 Volumenmeßgeräte aus Glas

Die Volumenmeßgeräte aus Glas müssen Analysengenauigkeit aufweisen, das heißt sie müssen der Klasse A der ISO Normen für Laborgeräte aus Glas entsprechen.

4 Bestimmung des Chloridanteils

4.1 Grundlage des Verfahrens

Mit diesem Verfahren werden alle Halogene außer Fluorid erfaßt und als Cl⁻ angegeben. Die Zementprobe wird mit kochender, verdünnter Salpetersäure aufgeschlossen. Die Sulfide werden zu Sulfaten oxydiert und verursachen keine störende Einwirkung. Das gelöste Chlorid wird mit einem bestimmten Volumen einer eingestellten Silbernitratlösung gefällt. Nach Aufkochen wird der Niederschlag mit verdünnter Salpetersäure gewaschen und verworfen. Das Filtrat und die Waschlösungen werden auf weniger als 25 °C abgekühlt. Das überschüssige Silbernitrat wird mit einer eingestellten Ammoniumthiocyanatlösung gegen ein Eisen(III)-salz als Indikator titriert.

4.2 Reagenzien

4.2.1 Salpetersäure, konzentriert

HNO₃

4.2.2 Salpetersäure, verdünnt

1 + 2

4.2.3 Salpetersäure, verdünnt

1 + 100

4.2.4 Silbernitrat

AgNO₃, bei 150 °C getrocknet

4.2.5 Silbernitratlösung

0,05 mol/l; in einen 1000-ml-Meßkolben werden 8,494 g Silbernitrat eingewogen und mit Wasser zur Marke aufgefüllt. Die Lösung ist in einer Braunglasflasche aufzubewahren und vor Lichteinwirkung zu schützen.

4.2.6 Ammoniumthiocyanat

NH₄SCN

4.2.7 Ammoniumthiocyanatlösung

etwa 0,05 mol/l; 3,8 g Ammoniumthiocyanat werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.

4.2.8 Eisen(III)-ammoniumsulfat

FeNH₄(SO₄)₂ · 12H₂O

4.2.9 Indikatorlösung

100 ml kalt gesättigte, wäßrige Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung werden mit 10 ml verdünnter Salpetersäure 1 + 2 versetzt.

¹⁾ Definition nach ISO 3534