

	Baukalk Teil 2: Prüfverfahren Deutsche Fassung EN 459-2:2001	DIN EN 459-2
ICS 91.100.10	Ersatz für DIN EN 459-2:1995-03	
Building lime — Part 2: Test methods; German version EN 459-2:2001 Chaux de construction — Partie 2: Méthodes d'essai; Version allemande EN 459-2:2001		
Die Europäische Norm EN 459-2:2001 hat den Status einer Deutschen Norm.		
Nationales Vorwort Diese Europäische Norm wurde von CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ (Sekretariat: Belgien) ausgearbeitet. Im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. ist hierfür der Arbeitsausschuss 06.24.00 „Baukalk“ des Normenausschusses Bauwesen (NABau) zuständig. Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen. ISO 383 siehe DIN 12242-1 ISO 2768-1 siehe DIN ISO 2768-1 ISO 5725-2 siehe E DIN ISO 5725-2		
Änderungen Gegenüber DIN EN 459-2:1995-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen: a) Redaktionelle Änderungen, geringfügige Fehler wurden korrigiert; b) Aufnahme eines Alternativverfahrens für die Korngrößenbestimmung von Kalkhydraten (EN 12485); c) Übernahme des Vibrationstisches nach EN 196-1; d) Änderungen bei der Bestimmung der Festigkeit, der chemischen Analyse und Probenahme von Baukalen.		
Frühere Ausgaben DIN 1060: 1941-05, 1955-07, 1967-12 DIN 1060-2: 1982-11 DIN 1060-3: 1983-11 DIN EN 459-2: 1995-03		
		Fortsetzung Seite 2 und 39 Seiten EN
Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.		

Nationaler Anhang NA
(informativ)
Literaturhinweise in nationalen Zusätzen

DIN 12242-1, *Laborgeräte aus Glas — Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen — Maße, Toleranzen.*

DIN ISO 2768-1, *Allgemeintoleranzen — Toleranzen für Längen- und Winkelmaße ohne einzelne Toleranzeintragung; Identisch mit ISO 2768-1:1989.*

E DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichspräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994).*

Deutsche Fassung

Baukalk

Teil 2: Prüfverfahren

Building lime — Part 2: Test methods

Chaux de construction — Partie 2: Méthodes d'essai

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 2001-02-16 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, 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		Seite
Vorwort	2	4.5 Glühverlust	9
Einleitung	3	4.6 Sulfat (SO ₃)	9
1 Anwendungsbereich	3	4.7 Freier Kalk	10
2 Normative Verweisungen	3	5 Physikalische Prüfungen	12
3 Probenahme	4	5.1 Druckfestigkeit	12
3.1 Allgemeines	4	5.2 Mahlfeinheit	15
3.2 Probenahme von Feinstoffen	4	5.3 Raumbeständigkeit	15
3.3 Probenahme von körnigem Material ...	4	5.4 Erstarrungszeiten	23
3.4 Probenahme von Kalkteigen	4	5.5 Normmörtel nach Massenanteilen und Wasseranspruch für Ausbreitmaß und Eindringmaß	23
4 Chemische Analyse	4	5.6 Wasserrückhaltevermögen	28
4.1 Allgemeine Prüfanforderungen	4	5.7 Bestimmung des Luftgehalts	30
4.2 Calcium- und Magnesiumoxid (CaO + MgO)	5	5.8 Schüttdichte	31
4.3 Magnesiumoxid (MgO)	5	5.9 Ergiebigkeit	33
4.4 Kohlenstoffdioxid (CO ₂)	6	5.10 Reaktionsfähigkeit	34
		5.11 Freies Wasser	39

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom IBN gehalten wird.

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

Diese Europäische Norm ersetzt EN 459-2:1994.

Gegenüber EN 459-2:1994 sind folgende Änderungen vorgenommen worden:

- redaktionelle Änderungen; geringfügige Fehler wurden korrigiert;
- ein Alternativverfahren für die Korngrößenbestimmung von Kalkhydraten (EN 12485) wurde aufgenommen;
- der Vibrationstisch wurde von EN 196-1:1994 übernommen;
- Änderungen bei der Bestimmung der Festigkeit, der chemischen Analyse und Probenahme von Baukalken.

Die Europäische Norm der Reihe EN 459 für Baukalk besteht aus folgenden Teilen:

- Teil 1: Definitionen, Anforderungen und Konformitätskriterien
- Teil 2: Prüfverfahren
- Teil 3: Konformitätsbewertung

Die bereits vorhandenen Normen der Reihe EN 196 bildeten die Grundlage für EN 459-2:2001. Aufgrund der chemischen und physikalischen Eigenschaften von Baukalk sind jedoch andere als die für Zement und Putz- und Mauerbinder geltenden Prüfverfahren erforderlich. Diese Prüfverfahren sind in dieser Europäischen Norm enthalten.

Zur Zeit stehen die Angaben zur Präzision (Wiederholbarkeit und zur Reproduzierbarkeit) nicht in allen CEN-Mitgliedstaaten zur Verfügung. Nach Einführung aller drei Teile der Reihe EN 459 wird CEN/TC 51 die erforderlichen Angaben sammeln, um die Präzisionsdaten für die nächste Überarbeitung von EN 459-2 bereitstellen zu können.

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.

Einleitung

Ziel der Europäischen Norm für Baukalk EN 459-2:2001 ist die Übernahme so vieler europäisch genormter Verfahren wie möglich, bzw., falls dies nicht möglich ist, die Verwendung anderer geeigneter und überprüfter Verfahren.

Sofern nicht anders angegeben, sollte die Toleranzklasse m nach ISO 2768-1 gelten. (In Zeichnungen ist der Hinweis „ISO 2768-m“ angegeben).

Alle Maße sind in Millimeter angegeben.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt Prüfverfahren für alle Baukalke, die in EN 459-1:2001 enthalten sind.

Diese Europäische Norm beschreibt Referenzprüfverfahren und in einigen Fällen Alternativprüfverfahren. Im Streitfall ist nur das Referenzverfahren maßgebend.

Werden andere als die folgenden Verfahren angewendet, so ist nachzuweisen, dass ihre Ergebnisse den Ergebnissen der Referenzverfahren entsprechen.

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).

EN 196-1:1994, *Prüfverfahren für Zement — Teil 1: Bestimmung der Festigkeit.*

EN 196-2, *Prüfverfahren für Zement — Teil 2: Chemische Analyse von Zement.*

EN 196-3:1994, *Prüfverfahren für Zement — Teil 3: Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit.*

EN 196-6:1989, *Prüfverfahren für Zement — Teil 6: Bestimmung der Mahlfeinheit.*

EN 196-7, *Prüfverfahren für Zement — Teil 7: Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement.*

EN 196-21¹⁾, *Prüfverfahren für Zement — Teil 21: Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement.*

EN 459-1:2001, *Baukalk — Teil 1: Definitionen, Anforderungen und Konformitätskriterien.*

EN 932-1, *Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 1: Probenahmeverfahren.*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987).*

EN 10003-1, *Metallische Werkstoffe — Härteprüfung nach Brinell — Teil 1: Prüfverfahren.*

¹⁾ EN 196-21 wird zurzeit in EN 196-2 eingearbeitet.

EN 10088-2, *Nichtrostende Stähle — Teil 2: Technische Lieferbedingungen für Blech und Band für allgemeine Verwendung.*

EN 12485, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Calciumcarbonat, Weißkalk und halbgebrannter Dolomit — Analytische Verfahren.*

ISO 383, *Laboratory glassware — Interchangeable conical ground joints.*

ISO 2768-1, *General tolerances — Part 1: Tolerances for linear and angular dimensions without individual tolerance indications.*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.*

ASTM C 230-90, *Standard specification for flow table for use in tests of hydraulic cement.*

3 Probenahme

3.1 Allgemeines

Die Probenahme ist nach 3.1 bis 3.4 durchzuführen, wobei zu berücksichtigen ist, dass die Feuchte- und Kohlenstoffdioxidaufnahme so gering wie möglich zu halten ist.

3.2 Probenahme von Feinstoffen

Die Probenahme ist nach EN 196-7 durchzuführen.

Vor Durchführung der chemischen Analyse ist die Masse der Probe mit einem Probenteiler und/oder durch Viertelung zu verringern, um eine Teilprobe mit einer für die vorgesehenen Bestimmungen geeigneten Masse zu erzielen. Alle groben Stoffe sind auf eine Größe von weniger als 0,3 mm zu verringern.

3.3 Probenahme von körnigem Material

Die Probenahme ist nach EN 932-1 durchzuführen.

Vor Durchführung der chemischen Analyse ist die Probe zu zerstoßen und zu mahlen sowie ihre Masse zu verringern, um eine Teilprobe mit einer Feinheit von weniger als 0,3 mm sowie mit einer für die vorgesehenen Bestimmungen geeigneten Masse zu erzielen.

3.4 Probenahme von Kalkteigen

Die Größe der Stichprobe muss $(10 \pm 5) \text{ dm}^3$ betragen.

Bei der Probenahme von Kalkteigen sind die Zugriffsmengen gründlich zu mischen.

4 Chemische Analyse

4.1 Allgemeine Prüfanforderungen

4.1.1 Anzahl der Bestimmungen

Bei der Analyse eines Baukalkes kann es erforderlich sein, mehrere chemische Eigenschaften zu bestimmen. Für jede Bestimmung sind eine oder mehrere Prüfungen durchzuführen; die Anzahl der Messungen wird im jeweiligen Abschnitt dieser Norm festgelegt.

Ist die Analyse Teil einer Prüfreihe, die der statistischen Kontrolle unterliegt, ist zur Bestimmung der einzelnen chemischen Eigenschaften mindestens eine Prüfung durchzuführen.

Ist die Analyse nicht Teil einer Prüfreihe, die der statistischen Kontrolle unterliegt, sind zur Bestimmung der einzelnen chemischen Eigenschaften jeweils zwei Prüfungen durchzuführen (siehe auch 4.3).

Im Streitfall sind zur Bestimmung der einzelnen chemischen Eigenschaften jeweils zwei Analysen durchzuführen (siehe auch 4.3).

4.1.2 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen

Massen sind in Gramm auf 0,0001 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 Dezimalstellen anzugeben.

Sofern ein einzelnes Prüfergebnis erhalten wurde, sind die Ergebnisse in %, in der Regel auf zwei Dezimalstellen anzugeben.

Sofern zwei Prüfergebnisse erhalten wurden, sind die Ergebnisse als Mittel der beiden Bestimmungen in %, in der Regel auf zwei Dezimalstellen anzugeben.

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

Die Ergebnisse aller Bestimmungen sind aufzuzeichnen.

4.1.3 Blindwertbestimmungen

Wo erforderlich, ist eine Blindwertbestimmung ohne Probe durchzuführen. Dabei ist das gleiche Verfahren und die gleiche Menge Reagenz zu verwenden. Die Ergebnisse der analytischen Bestimmung sind entsprechend zu korrigieren.

4.1.4 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien der Qualität „zur Analyse“ zu verwenden. Das verwendete Wasser muss die in EN ISO 3696 festgelegte Qualität aufweisen.

4.1.5 Bewertung der Prüfergebnisse

Die chemischen Anforderungen an Baukalke sind in EN 459-1:2001, Tabelle 2, angegeben. Bei ungelöschten Kalken gelten die festgelegten Werte für das Endprodukt.

Für alle anderen Baukalkarten (Kalkhydrat, Kalkteig, hydraulischer Kalk und natürlicher hydraulischer Kalk) gelten die Werte für das wasserfreie und kristallwasserfreie Produkt. Die Werte für Calcium- und Magnesiumoxid (4.2), Magnesiumoxid (4.3), Kohlenstoffdioxid (4.4), Sulfat (4.6) und freien Kalk (4.7), die durch Anwendung der in dieser Norm beschriebenen Verfahren erzielt werden, gelten für das Produkt ohne Abzug des Gehaltes an freiem Wasser bzw. an Kristallwasser. Um diese Werte mit denen in EN 459-1:2001, Tabelle 2, vergleichen zu können, sind sie vorher durch Multiplikation mit dem Faktor F zu korrigieren. Der Faktor F ist wie folgt zu berechnen:

Der Kohlenstoffdioxidgehalt ist nach 4.4 zu bestimmen. Der Glühverlust ist nach 4.5 zu bestimmen. Der Glühverlust ist die Summe des freien Wassers, des Kristallwassers und des Kohlenstoffdioxides, vorausgesetzt, dass die Probe keine leichtflüchtigen Verbindungen oder oxydierbaren Bestandteile enthält. Der gesamte Wassergehalt (freies Wasser + Kristallwasser) W_T ist nach folgender Gleichung als Massenanteil der Probe in Prozent zu berechnen:

$$W_T = \text{Glühverlust (m/m \%)} - \text{Kohlenstoffdioxidgehalt (m/m \%)}$$

Der Faktor F ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$F = 100 / (100 - W_T)$$

4.2 Calcium- und Magnesiumoxid (CaO + MgO)

Der (CaO + MgO)-Anteil ist nach dem in EN 196-2 angegebenen Verfahren zu bestimmen.

4.3 Magnesiumoxid (MgO)

Der MgO-Anteil ist nach dem in EN 196-2 angegebenen Verfahren zu bestimmen.

4.4 Kohlenstoffdioxid (CO₂)

4.4.1 Referenzverfahren

Der CO₂-Anteil ist mit dem Referenzverfahren nach EN 196-21 zu bestimmen.

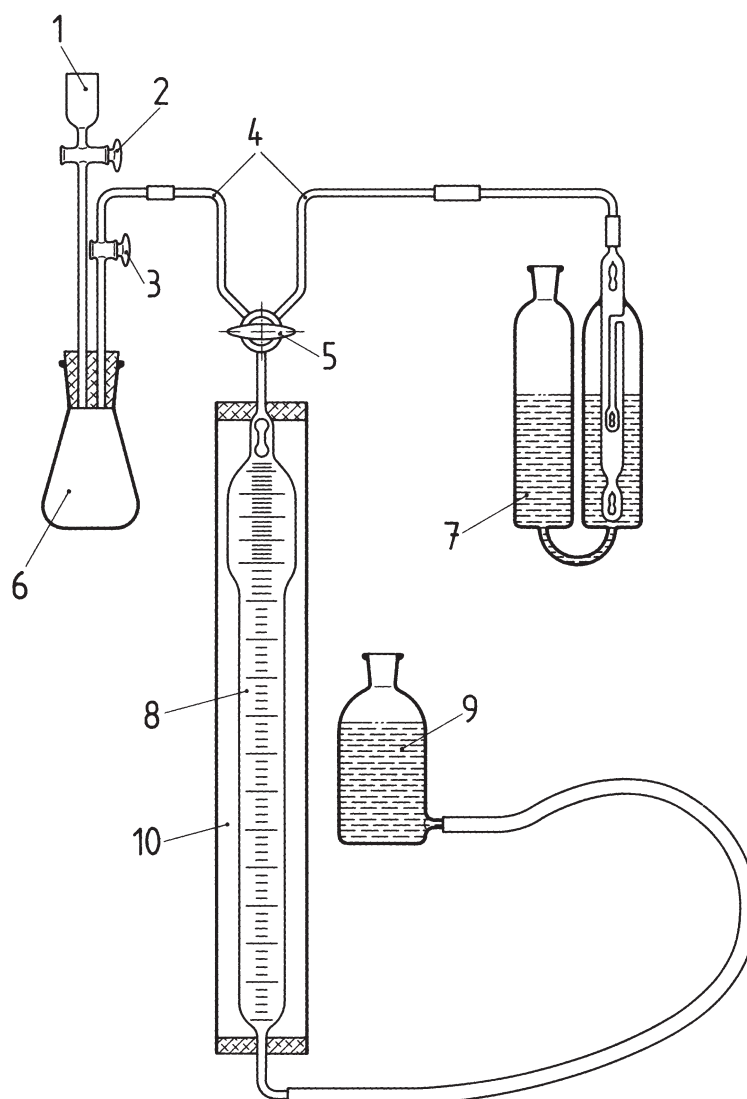
4.4.2 Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Alternativverfahren)

4.4.2.1 Prinzip

Das in Form von Carbonaten im Baukalk enthaltene Kohlenstoffdioxid wird mit Salzsäure freigesetzt und volumetrisch bestimmt.

4.4.2.2 Gerät

Das Gerät ist in Bild 1 dargestellt.



Legende

- 1 Tropftrichter
- 2 Absperrhahn 1
- 3 Absperrhahn 2
- 4 Kapillarrohre
- 5 Dreiwegehahn
- 6 Zersetzungskolben, Volumen 50 ml
- 7 Absorptionsgefäß mit Kalilauge
- 8 Bürette
- 9 Niveaugefäß mit Sperrflüssigkeit
- 10 Mantelrohr mit Wasser gefüllt

Bild 1 — Kohlenstoffdioxid-Bestimmungsapparatur nach Kleine

4.4.2.3 Reagenzien

- | | |
|----------------------------|---|
| a) Kupfersulfat | CuSO_4 |
| b) Salzsäure, konzentriert | HCl ($\rho = 1,18$ bis $1,19 \text{ g/cm}^3$) |
| c) Salzsäure, verdünnt | 1 + 1 (1 Teil konzentrierte Salzsäure, 1 Teil Wasser als Volumenanteil) |
| d) Methylrotlösung | 0,2 g Methylrot werden mit Wasser zu 100 ml gelöst |
| e) Sperrflüssigkeit | 20 g Natriumsulfat und 5 ml konzentrierte Schwefelsäure werden mit Wasser zu 100 ml verdünnt und mit einigen Tropfen Methylrotlösung angefärbt. Die Sperrflüssigkeit muss mit CO_2 gesättigt sein. |
| f) Kalilauge | mit einem Massenanteil von 50 % KOH |
| g) Calciumcarbonat | CaCO_3 , bei $(250 \pm 5)^\circ\text{C}$ zur Massenkonzanz getrocknet |

4.4.2.4 Durchführung

Die Einwaage der Baukalkprobe richtet sich nach dem zu erwartenden CO_2 -Anteil und ist etwa wie folgt zu wählen:

- 2 g bei $0\% \leq \text{CO}_2 \leq 2\%$;
- 1 g bei $2\% < \text{CO}_2 \leq 5\%$;
- 0,5 g bei $5\% < \text{CO}_2 \leq 10\%$;
- 0,3 g bei $10\% < \text{CO}_2 \leq 15\%$;
- 0,2 g bei $15\% < \text{CO}_2 \leq 40\%$;
- 0,1 g bei $40\% < \text{CO}_2 \leq 50\%$.

Die Probe ist auf 0,1 mg in den Zersetzungskolben einzuwägen, eine Spatelspitze Kupfersulfat zur Bindung von eventuell gebildetem Dihydrogensulfid hinzuzufügen und mit etwas Wasser aufzuschlämmen.

Der Kolben wird mit Hilfe des doppelt durchbohrten Stopfens an die Apparatur angeschlossen. Durch den Stopfen ist ein Trichter und das Zuleitungsrohr zur Messbürette zu führen. Die in diesen beiden Leitungen befindlichen Absperrhähne sind zu öffnen. Der Dreiwegehahn ist in die Stellung zu bringen, in der er Kolben und Messbürette miteinander verbindet. Durch Anheben der Niveauflasche ist die Bürette bis zum Dreiwegehahn mit Sperrflüssigkeit zu füllen. Der Absperrhahn 1 ist jetzt zu schließen und der Trichter mit verdünnter Salzsäure (1 + 1) zu füllen. Anschließend ist verdünnte Salzsäure (1 + 1) durch den Tropftrichter in den Kolben zu geben, bis dieser zur Hälfte gefüllt ist. Nach dem Schließen des Absperrhahns 1 verbleibt etwas Säure als Sperrflüssigkeit im Trichter.

Nachdem das Gemisch einige Minuten in der Kälte reagiert hat, muss es zum Sieden erhitzt werden und noch etwa 3 min gekocht werden. Dann ist der Kolben mit Hilfe des Tropftrichters vollständig bis zum Absperrhahn 2 mit verdünnter Salzsäure (1 + 1) zu füllen, um das restliche Gasgemisch in die Bürette zu überführen. Dabei ist darauf zu achten, dass keine verdünnte Salzsäure mit hinüberfließt. Mit dem Dreiwegehahn ist die Bürette zu schließen. Nach etwa 5 min ist die Sperrflüssigkeit in Bürette und Niveauflasche auf gleiches Niveau zu bringen und das Gasvolumen V_1 abzulesen.

Durch das Drehen des Dreiwegehahns ist nun die Messbürette mit dem Absorptionsgefäß zu verbinden und das aufgefangene Luft- CO_2 -Gemisch auszuwaschen. Hierfür muss die Niveauflasche angehoben werden, so dass das Gas vollständig durch die im Absorptionsgefäß befindliche Kalilauge gedrückt wird. Hierbei wird CO_2 absorbiert. Der Absorptionsvorgang ist etwa siebenmal bis achtmal zu wiederholen, bis sich schließlich nur noch das Restgas in der Messbürette befindet. Der Dreiwegehahn ist zu schließen, die Sperrflüssigkeit in Bürette und Niveaugefäß auf Niveausgleich zu bringen und das Volumen V_2 abzulesen.

Die Volumendifferenz ($V_1 - V_2$) entspricht dem Kohlenstoffdioxidanteil der Probe.

4.4.2.5 Auswertung

Der Anteil an Kohlenstoffdioxid muss als Massenanteil an CO_2 in Prozent nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$C = 0,053 F_1 \frac{(V_1 - V_2) \times P}{T \times m_1} \quad (1)$$

Dabei ist:

C der Gehalt an Kohlenstoffdioxid, als Massenanteil in Prozent;

F_1 der Korrekturfaktor nach 4.4.2.6;

V_1 das Volumen des Gases vor der Absorption, in Milliliter;

V_2 das Volumen des Gases nach der Absorption, in Milliliter;

P der korrigierte Barometerstand, in Pascal $\times 100$;

T die Messtemperatur, in Kelvin;

m_1 die Einwaage, in Gramm.

Wenn Kalibrierung und Bestimmung unmittelbar hintereinander erfolgen, erübrigt sich die Berücksichtigung von Temperatur und Luftdruck. Die Gleichung (1) vereinfacht sich für diesen Fall zu:

$$C = \frac{4,397 (V_1 - V_2) \text{ Messung}}{(V_3 - V_4) \text{ Kalibrierung} \times m_1} \quad (2)$$

bei 0,1 g CaCO_3 Einwaage zur Kalibrierung.

Mit diesem Verfahren wird der errechnete Wert als Prozentsatz des gelieferten Produktes ausgedrückt (siehe 4.1).

4.4.2.6 Kalibrierung des Gerätes

Es sind 0,1 g des bei $(250 \pm 5)^\circ\text{C}$ zur Massenkonzanz getrockneten Calciumcarbonats auf 0,5 mg in den Zersetzungskolben einzuwägen. Die Bestimmung ist nach 4.4.2.4 durchzuführen.

Die Volumendifferenz $(V_3 - V_4)$ entspricht dem Kohlenstoffdioxidanteil der Kalibriersubstanz. Der Korrekturfaktor F_1 der Absorptionsapparatur ist nach folgender Beziehung zu berechnen, die sich durch Umformung der Gleichung (1) ergibt:

$$F_1 = \frac{82,96 \times T}{(V_3 - V_4) \times P} \quad (3)$$

Die Bedeutung der Formelzeichen entspricht den Angaben in 4.4.2.5.

Der Korrekturfaktor muss im Bereich von 1,00 bis 1,04 liegen, sonst muss die Apparatur auf Dichtheit und Funktion überprüft und die Kalibrierung wiederholt werden.

4.5 Glühverlust

Der Glühverlust ist nach dem in EN 196-2 angegebenen Verfahren zu bestimmen.

ANMERKUNG Ein anderes Trockenmedium darf verwendet werden, wenn es nachweislich genauso wirksam ist wie Magnesiumperchlorat.

4.6 Sulfat (SO_3)

Für die Bestimmung des Sulfatanteils muss das in EN 196-2 angegebene Verfahren gelten.

4.7 Freier Kalk

4.7.1 Allgemeines

Für Luftkalk ist das Verfahren nach 4.7.2 und für hydraulischen Kalk das Verfahren nach 4.7.3 zu verwenden.

4.7.2 Bestimmung des Anteils an freiem Kalk von Luftkalk

4.7.2.1 Prinzip

Der freie (nicht gebundene) Kalk (Calciumoxid und Calciumhydroxid) wird in einer Saccharoselösung gelöst und mit Salzsäure gegen Phenolphthalein titriert.

Um sicherzustellen, dass sich hochreaktive Weichbranntkalk ($t_u < 2 \text{ min}$ nach 5.10.5), welche beim Löschen zur Bildung größerer Partikel Calciumhydroxid neigen, vollständig auflösen, sollten solche Kalk vor der Suspensierung mit 1 ml Methanol befeuchtet werden.

4.7.2.2 Reagenzien

- | | |
|------------------------------|--|
| a) Wasser | |
| b) Saccharose | Zucker, raffiniert, handelsüblich |
| c) Methanol | CH_3OH |
| d) Salzsäure | 1 mol/l (Standardlösung) |
| e) Phenolphthalein-Indikator | 0,5 g Phenolphthalein sind in 50 ml Ethanol zu lösen und mit Wasser zu 100 ml zu verdünnen |

4.7.2.3 Durchführung

In einen 300-ml-Erlenmeyerkolben sind 50 ml Wasser vorzulegen. Eine auf 1 mg abgewogene Kalkprobe von $(1 \pm 0,1) \text{ g}$ muss unter Schwenken gleichmäßig einsuspendiert werden. Nach Zugabe von 10 g Saccharose muss im verschlossenen Kolben die Suspension 12 min bis 15 min in Bewegung gehalten werden (Magnetrührer, Rütteltisch oder ähnliches). Dann muss über eine Feinfilterpapier-Doppellage filtriert werden. Anschließend ist mit sechs 25-ml-Portionen kaltem Wasser der Filter auszuwaschen und das Filtrat bzw. ein aliquoter Teil gegen Phenolphthalein mit Salzsäure auszutitrieren.

4.7.2.4 Auswertung

Der Anteil des freien Kalks ist als CaO nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$K_a = 2,804 \times \frac{V_5 \times C_1}{m_2} \quad (4)$$

Dabei ist:

K_a der Anteil des freien Kalks, als Massenanteil in Prozent;

V_5 die HCl-Menge, in Milliliter;

C_1 der Faktor der Salzsäure, 1 mol/l;

m_2 die Masse der Probe, in Gramm.

Mit diesem Verfahren wird der errechnete Wert als Prozentsatz des gelieferten Produktes ausgedrückt (siehe 4.1).

4.7.3 Bestimmung des Anteils an freiem Kalk von hydraulischem Kalk

4.7.3.1 Prinzip

Der nicht gebundene freie Kalk (Calciumoxid und Calciumhydroxid) wird mit Ethylacetoacetat extrahiert und im Extrakt mit Salzsäure gegen Bromphenolblau titriert.

4.7.3.2 Reagenzien

a) Ethylacetoacetat	$\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COOC}_2\text{H}_5$, zur Synthese
b) 2-Propanol	$(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$
c) Salzsäure, konzentriert	HCl, siehe 4.4.2.3 b)
d) Salzsäure	>1 mol/l (Standardlösung)
e) Salzsäure, verdünnt	0,1 mol/l (Standardlösung)
f) Natriumhydroxid auf Träger	NaOH, zur Elementaranalyse
g) Ethanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
h) Bromphenolblau-Indikator	Tetrabromphenolsulfonphthalein
i) Bromphenolblaulösung	0,1 g Bromphenolblau wird mit Ethanol zu 100 ml gelöst
j) Isobutanol	$(\text{CH}_3)_3\text{CHCH}_2\text{OH}$

4.7.3.3 Durchführung

In einen 250-ml-Erlenmeyerkolben mit einer Verbindung nach ISO 383, die einen Nenndurchmesser von 29,2 mm und eine Länge von 32 mm aufweist, sind 12 ml Ethylacetoacetat und 80 ml Isobutanol zu geben. Das Gemisch ist mit ungefähr 1 g der unter Luftabschluss (Vakuumtrockenschrank) bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrockneten und auf Analysenfeinheit zerkleinerten Probe, auf 0,1 mg zu wägen, unter Schütteln zu versetzen. Die Mischung ist unter Rühren (z. B. Magnetrührer) zum Sieden zu bringen und am Rückfluss zu kochen. Der Rückflusskühler muss an seinem unteren Ende eine Verbindung nach ISO 383 tragen, die einen Nenndurchmesser von 29,2 mm und eine Länge von 32 mm aufweist. Sein oberes Ende wird mit einem gehaltenem Röhrchen, das Natriumhydroxid enthält, verbunden und bietet so Schutz gegen Eindringen von Kohlenstoffdioxid aus der Luft.

Nach 15 min muss die Extraktion unterbrochen werden. Der Extrakt wird auf weniger als 50°C abgekühlt und durch eine Glasnutsche in eine 250-ml-Saugflasche abgesaugt. In die Nutsche sind ein Filterpapier für niedrige Filtrationsgeschwindigkeit (Korngröße des Rückstandes von $2,0\text{ }\mu\text{m}$ bis $2,2\text{ }\mu\text{m}$) und ein Filterpapier für mittlere Filtrationsgeschwindigkeit (Korngröße des Rückstandes $6,5\text{ }\mu\text{m}$) einzulegen (Filterpapier nicht von Hand zuschneiden). Vor der Filtration sind die Filter mit Ethylacetoacetat anzufeuchten. Ist das Filtrat getrübt, so ist durch dieselbe Filterkombination ein zweites Mal zu filtrieren. Kolben und Rückstand sind mit höchstens 50 ml 2-Propanol zu waschen. Hierbei ist es nicht notwendig, die letzten Reste des Rückstandes in die Nutsche zu überführen.

Das Filtrat ist mit drei bis vier Tropfen Bromphenolblaulösung zu versetzen und mit Salzsäure bis zum Umschlag nach Gelb zu titrieren. Die Konzentration der Salzsäure richtet sich dabei nach dem zu erwartenden Anteil an freiem Kalk. Bei HL 2 bzw. NHL 2 muss mit 1 mol/l Salzsäure bei HL 3,5, HL 5, NHL 3,5 und NHL 5 muss mit 0,1 mol/l Salzsäure titriert werden.

4.7.3.4 Auswertung

Der Anteil des freien Kalks muss in HL 2 bzw. NHL 2 nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$K_a = 2,804 \times \frac{V_6 \times C_2}{m_3} \quad (5a)$$

Dabei ist:

- K_a der Anteil des freien Kalks in HL 2 und/oder NHL 2, als Massenanteil in Prozent;
- V_6 die verwendete Menge Salzsäure 1 mol/l, in Milliliter;
- C_2 der Faktor der Salzsäure, 1 mol/l;
- m_3 die Masse der Probe, in Gramm.