

DIN EN 459-2

ICS 91.100.10

Ersatz für
DIN EN 459-2:2002-02**Baukalk –
Teil 2: Prüfverfahren;
Deutsche Fassung EN 459-2:2010**

Building lime –
Part 2: Test methods;
German version EN 459-2:2010

Chaux de construction –
Partie 2: Méthodes d'essai;
Version allemande EN 459-2:2010

Gesamtumfang 67 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 459-2:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalke“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-06-24 AA „Baukalk (Sp CEN/TC 51/WG 11)“ im Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Änderungen

Gegenüber DIN EN 459-2:2002-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) neue Gliederung des Abschnittes physikalische Prüfungen;
- b) chemische Prüfverfahren für CaO, MgO, CO₂ (Referenzverfahren), SO₃ und Glühverlust aufgenommen;
- c) Überarbeitung des Prüfverfahrens für den verfügbaren Kalkanteil und der physikalischen Prüfverfahren;
- d) Prüfverfahren für Korngrößenverteilung und Luftstrahlsiebung aufgenommen.

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, 2002-02

Deutsche Fassung

Baukalk —
Teil 2: Prüfverfahren

Building lime —
Part 2: Test methods

Chaux de construction —
Partie 2: Méthodes d'essai

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Juli 2010 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 des CEN 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Probenahme	5
3.1 Allgemeines	5
3.2 Probenahme von Feinstoffen	5
3.3 Probenahme von körnigem Material.....	5
3.4 Probenahme von Kalkteigen und Kalkmilch.....	5
3.5 Probenvorbereitung.....	6
4 Allgemeine Prüfanforderungen	7
4.1 Anzahl der Bestimmungen	7
4.2 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit	7
4.3 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen	7
4.4 Blindwertbestimmungen	7
4.5 Reagenzien	8
4.6 Bewertung der Prüfergebnisse	8
5 Chemische Analyse	9
5.1 Nassaufschluss mit Salzsäure	9
5.2 Bestimmung von Calciumoxid (CaO) und Magnesiumoxid (MgO).....	10
5.3 Bestimmung von Sulfat (ausgedrückt als SO ₃).....	13
5.4 Freies Wasser.....	14
5.5 Gravimetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Referenzverfahren)	15
5.6 Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Alternativverfahren)	19
5.7 Glühverlust	22
5.8 Verfügbare Kalk	23
6 Physikalische Prüfungen	25
6.1 Korngröße durch Siebung	25
6.2 Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung	26
6.3 Schüttdichte	28
6.4 Raumbeständigkeit.....	30
6.5 Erstarrungszeiten	36
6.6 Reaktionsfähigkeit	41
6.7 Ergiebigkeit	47
6.8 Normmörtel nach Massenanteilen und Wasseranspruch für Ausbreitmaß und Eindringmaß	48
6.9 Wasserrückhaltevermögen	54
6.10 Luftgehalt.....	57
6.11 Druckfestigkeit	58
Anhang A (informativ) Berechnungsbeispiel für die Ergebnisse der Siebung.....	62
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten für die Prüfmethoden.....	63
Literaturhinweise	65

Vorwort

Dieses Dokument (EN 459-2:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2011 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 459-2:2001.

Gegenüber EN 459-2:2001 sind folgende Änderungen vorgenommen worden:

- Beschreibung der chemischen Verfahren für CaO, MgO, CO₂ gravimetrisch, SO₃ und Glühverlust;
- Korrekturen bei den Bestimmungen von freiem Wasser und verfügbarem Kalk;
- Beschreibung der Verfahren für die Korngrößenbestimmung;
- Beschreibung der Bestimmung der Erstarrungszeiten;
- Änderungen bei der Bestimmung der Festigkeit;
- redaktionelle Änderungen; geringfügige Fehler wurden korrigiert.

EN 459 *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 die Prüfung der physikalischen und mechanischen Eigenschaften in EN 459-2. Zur Bestimmung der chemischen Eigenschaften von Baukalk sind Prüfverfahren der EN 12485 in dieser Europäischen Norm übernommen worden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Ziel der Europäischen Norm für Baukalk 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 2768-1:1989 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 459-1:2010 enthalten sind.

Diese Europäische Norm legt die Verfahren für die chemische Analyse und die Bestimmung der physikalischen Eigenschaften von Baukalen fest.

Diese Europäische Norm beschreibt Referenzprüfverfahren und in einigen Fällen Alternativprüfverfahren, die als gleichwertig angesehen werden können. Im Streitfall ist nur das Referenzverfahren maßgebend.

Werden andere Verfahren angewendet, so sind diese gegen die Referenzverfahren oder gegen international anerkannte Referenzmaterialien zu kalibrieren, um ihre Eignung nachzuweisen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

EN 196-1:2005, *Prüfverfahren für Zement — Teil 1: Bestimmung der Festigkeit*

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

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

EN 459-1:2010, *Baukalk — Teil 1: Definitionen, Anforderungen und Konformitätskriterien*

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

EN ISO 6506-1:2005, *Metallische Werkstoffe — Härteprüfung nach Brinell — Teil 1: Prüfverfahren (ISO 6506-1:2005)*

3 Probenahme

3.1 Allgemeines

Die Probenahme ist nach 3.2 bis 3.4 durchzuführen, wobei zu berücksichtigen ist, dass die Feuchte- und Kohlenstoffdioxidaufnahme so gering wie möglich zu halten ist. Daher müssen die Proben in luftdichten Verpackungen transportiert und gelagert werden, ebenso müssen alle Handhabungen schnellstmöglich durchgeführt werden.

3.2 Probenahme von Feinstoffen

Die Probenahme ist nach EN 196-7 durchzuführen.

3.3 Probenahme von körnigem Material

Die Probenahme ist nach EN 932-1 durchzuführen.

3.4 Probenahme von Kalkteigen und Kalkmilch

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

Bei der Probenahme von Kalkteig oder Kalkmilch sind die Zugriffsmengen gründlich zu mischen.

3.5 Probenvorbereitung

Vor Durchführung der Prüfung ist die Probe mit einem Probenteiler und/oder durch Vierteln auf eine Teilprobe zu reduzieren, um eine homogene Teilprobe mit einer für die vorgesehenen Bestimmungen geeigneten Masse zu erzielen. Kalkteig und Kalkmilch sind vor der chemischen Analyse zu trocknen (siehe 5.4.4.2).

Die Probenvorbereitung für die entsprechenden Prüfungen ist in Tabelle 1 beschrieben.

Tabelle 1 — Probenvorbereitung für die einzelnen Prüfungen

Prüfung	Abschnitt in dieser Norm	Art und Form des Baukalkes	Probenvorbereitung
chemische Analyse	5	alle Baukalke	Die Probe körnigen Materials ist zu zerstoßen und zu mahlen. Alle Prüfungen sind an Material mit einer Feinheit von $\leq 0,2$ mm durchzuführen
Korngrößenverteilung durch Siebung	6.1 und 6.2	ungelöschter Kalk	Material im Anlieferungszustand
Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung	6.2	Kalkhydrat, Dolomitkalkhydrat, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
Schüttdichte	6.3	alle Baukalke	siehe 6.3.2
Raumbeständigkeit	6.4.2.1 und 6.4.2.2	Kalkhydrat und Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
	6.4.2.3	Hydraulischer Kalk mit einem SO_3 -Anteil höher als 3 % und bis zu 7 %	Material im Anlieferungszustand
	6.4.3	Kalkhydrat, Kalkteig und Dolomitkalkhydrat	Material im Anlieferungszustand
	6.4.4	ungelöschter Kalk, Kalkteig, Dolomitkalk und Dolomitkalkhydrat	siehe 6.4.4.3.1
Erstarrungszeiten	6.5	Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
Reaktionsfähigkeit	6.6	ungelöschter Kalk	Die Prüfung ist an Material mit einer Feinheit von $\leq 0,2$ mm durchzuführen. Wenn 100 % des zu prüfenden Materials durch das 5-mm-Sieb durchgehen, kann das Produkt alternativ im Anlieferungszustand geprüft werden
Ergiebigkeit	6.7	ungelöschter Kalk	siehe 6.7.2
Mörtelprüfungen	6.8 bis 6.10	Kalkhydrat, Dolomitkalkhydrat, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
Druckfestigkeit	6.11	Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand

4 Allgemeine Prüfanforderungen

4.1 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).

4.2 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit

Wiederholbarkeit — Genauigkeit unter Wiederholbarkeitsbedingungen, unter denen voneinander unabhängige Prüfergebnisse mit demselben Verfahren an gleichen Prüfkörpern (am gleichen Material) im selben Labor vom selben Prüfer und mit demselben Gerät innerhalb einer kurzen Zeitspanne erhalten werden.

Vergleichbarkeit — Genauigkeit unter Vergleichbarkeitsbedingungen, unter denen Prüfergebnisse mit demselben Verfahren an gleichen Prüfkörpern (am gleichen Material) in verschiedenen Prüflabors von verschiedenen Prüfern mit unterschiedlichen Geräten erhalten werden.

In diesem Dokument wird die Wiederholbarkeit als Wiederholstandardabweichung(en) und die Vergleichbarkeit als Vergleichstandardabweichung(en) angegeben (siehe Anhang B), z. B. in % oder Gramm absolut, je nach der geprüften Eigenschaft.

4.3 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen

Massen sind in Gramm auf 0,001 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 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.

4.4 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.

4.5 Reagenzien

Es sind für die Analyse nur Reagenzien der Qualität „zur Analyse“ zu verwenden. Unter „Wasser“ ist destilliertes oder entionisiertes Wasser mit einer elektrischen Leitfähigkeit $\leq 0,5$ mS/m zu verstehen.

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

Bei den in dieser Norm für die Reagenzien verwendeten konzentrierten Flüssigkeiten werden die Dichten ρ in g/ml bei 20 °C angegeben. Verdünnungen werden stets als Volumensumme angegeben. So bedeutet z. B. verdünnte Salzsäure 1+2, dass ein Volumenanteil konzentrierte Salzsäure mit zwei Volumenanteilen Wasser zu vermischen ist.

Die Gehalte von Maßlösungen werden als Stoffmengenkonzentration c (mol/l) angegeben.

4.6 Bewertung der Prüfergebnisse

4.6.1 Allgemeines

Die chemischen Anforderungen an Baukalk sind in EN 459-1:2010, Tabellen 2, 9, 16, 20 und 24 angegeben.

4.6.2 Prüfergebnisse bei ungelöschtem Kalk

Bei ungelöschten Kalken gelten die festgelegten Werte für das Endprodukt.

4.6.3 Prüfergebnisse bei allen anderen Typen

Für alle anderen Baukalkarten (Kalkhydrat, Kalkteig, Kalkmilch, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften) gelten die Werte für das wasserfreie und kristallwasserfreie Produkt. Die Werte für Calcium- und Magnesiumoxid (5.2), Magnesiumoxid (5.2), Sulfat (5.3), und Kohlenstoffdioxid (5.5 oder 5.6), 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 EN 459-1:2010, Tabellen 2 oder 9, von 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 5.5 oder 5.6 zu bestimmen. Der Glühverlust ist nach 5.7 zu bestimmen. Der Glühverlust ist die Summe des freien Wassers, des Kristallwassers und des Kohlenstoffdioxids, vorausgesetzt, dass die Probe keine leichtflüchtigen Verbindungen oder oxidierbaren Bestandteile enthält. Der gesamte Wassergehalt (freies Wasser + Kristallwasser) W_T ist nach folgender Gleichung als Massenanteil der Probe in Prozent zu berechnen:

$$W_T = \text{Glühverlust (\%)} - \text{Kohlenstoffdioxidgehalt in Prozent} \quad (1)$$

Der Faktor F ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$F = 100 / (100 - W_T) \quad (2)$$

4.6.4 Prüfergebnisse für den verfügbaren Kalk

Die Werte für den verfügbaren Kalk, die durch Anwendung des in 5.8 beschriebenen Verfahrens erzielt werden, gelten entweder für verfügbares CaO in ungelöschtem Kalk oder für verfügbares Ca(OH)_2 in allen anderen Typen (Kalkhydrat, Kalkteig, Kalkmilch, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften).

5 Chemische Analyse

5.1 Nassaufschluss mit Salzsäure

5.1.1 Allgemeines

Mit dem Nassaufschluss mit Salzsäure wird Baukalk zur Bestimmung von Calciumoxid und Magnesiumoxid in Lösung gebracht.

5.1.2 Kurzbeschreibung

Die Kalkprobe wird mit Salzsäure gekocht und filtriert. Das Filtrat wird bei pH 6 bis pH 7 der Fällung der Oxide des Eisens (III) und Aluminiums unterworfen. Nach erneutem Abfiltrieren wird das Filtrat in einen geeigneten Messkolben übergeführt.

5.1.3 Reagenzien

5.1.3.1 Salzsäure, ρ (HCl) = 1,16 g/ml bis 1,19 g/ml.

5.1.3.2 Wasserstoffperoxidlösung, c (H₂O₂) = 30 %.

5.1.3.3 Wasserstoffperoxidlösung, verdünnt, 1 + 9.

5.1.3.4 Ammoniumhydroxidlösung, c (NH₄OH) = 25 %.

5.1.3.5 Ammoniumhydroxidlösung, verdünnt, 1 + 9.

5.1.3.6 Ammoniumchlorid, NH₄Cl.

5.1.4 Geräte

5.1.4.1 Übliches Laborgerät.

5.1.4.2 Heizplatte.

5.1.4.3 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 0,001 g.

5.1.4.4 Magnetrührer mit Rührstäbchen, inert z. B. durch Bedeckung aus PTFE.

5.1.4.5 pH-Meter mit Glaselektrode, mit Fehlergrenzen von 0,05.

5.1.5 Durchführung

(1 ± 0,1) g der Probe werden auf 0,001 g gewogen (m_1), in ein 250-ml-Becherglas gegeben, mit 10 ml Wasser befeuchtet und dann nach und nach mit 30 ml Salzsäure (5.1.3.1) versetzt. Die Lösung wird mit Wasser auf etwa 100 ml aufgefüllt und 10 min gekocht. Nach dem Kochen wird sofort durch ein Faltenfilter (Porengröße etwa 2,5 µm) in ein 400-ml-Becherglas filtriert und der Rückstand mit heißem Wasser gut ausgewaschen.

Die Lösung wird mit etwa 4 g Ammoniumchlorid (5.1.3.6) und einigen Tropfen Wasserstoffperoxidlösung (5.1.3.3) versetzt. Dann wird mit etwa 150 ml Wasser verdünnt und zum Sieden erhitzt. Während des Kochens wird tropfenweise Ammoniumhydroxidlösung (5.1.3.4) zugesetzt, um bei pH 6 bis pH 7 Aluminium- und Eisenhydroxid sowie die lösliche Kieselsäure zu fällen.

Dann wird noch 3 min am Sieden gehalten und nach Absetzen des Niederschlags wird die Lösung sofort durch ein Faltenfilter (Porengröße etwa 2,5 µm) in einen 500-ml-Messkolben filtriert. Der Filtrerrückstand wird dreimal mit Ammoniumhydroxidlösung (5.1.3.5) und dreimal mit Wasser gewaschen. Nach Abkühlen des Filtrates auf Raumtemperatur wird der Messkolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt und der Kolbeninhalt gut durchgeschüttelt. Diese Lösung (V_1) dient für die weiteren chemischen Analysen.

5.2 Bestimmung von Calciumoxid (CaO) und Magnesiumoxid (MgO)

5.2.1 Allgemeines

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Calciumoxid und Magnesiumoxid.

5.2.2 Kurzbeschreibung

In einem aliquoten Teil der Probenlösung wird zunächst Calciumoxid komplexitrimetrisch mit EDTA-Lösung bei pH = 13 bestimmt. Der Endpunkt wird durch den Farbumschlag eines calciumspezifischen Indikators angezeigt. Während der Titration reagieren zunächst die freien Calciumionen mit EDTA, anschließend die an den Indikator gebundenen; dieser schlägt dabei scharf von weinrot nach blau um.

In gleicher Weise wird bei pH = 10 die Summe Calciumoxid + Magnesiumoxid ($\Sigma \text{CaO} + \text{MgO}$) mit EDTA als Titrationsmittel und Eriochromschwarz T als Indikator bestimmt. Während der Titration reagieren zunächst die freien Calcium- und Magnesiumionen mit EDTA, anschließend die an den Indikator gebundenen; dieser schlägt dabei von rot nach blau um. Der Magnesiumgehalt $c(\text{MgO})$ ergibt sich aus der Differenz der Stoffmengenkonzentrationen $c(\text{CaO} + \text{MgO})$ und $c(\text{CaO})$.

5.2.3 Reagenzien

5.2.3.1 Salzsäure, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$ bis $1,19 \text{ g/ml}$.

5.2.3.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

5.2.3.3 Triethanolamin, $c[\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})_3] = 99 \%$.

5.2.3.4 Triethanolaminlösung, verdünnt, 1 + 1.

5.2.3.5 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/l}$.

5.2.3.6 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$.

5.2.3.7 Ammoniumchlorid, NH_4Cl .

5.2.3.8 Ethylendiamintetraessigsäure-dinatriumsalz-Dihydrat ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), (EDTA), vor der Einwaage bei 80°C bis zur Massenkonstanz getrocknet.

5.2.3.9 Calciumcarbonat, $c(\text{CaCO}_3) = 99,9 \%$ (bei $(200 \pm 10)^\circ\text{C}$ getrocknet).

5.2.3.10 Pufferlösung

70 g Ammoniumchlorid (5.2.3.7) werden mit 570 ml Ammoniumhydroxidlösung (5.2.3.6) im 1 000 ml-Messkolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

5.2.3.11 EDTA-Lösung, $c(\text{EDTA}) = 0,04 \text{ mol/l}$.

a) Herstellung

14,89 g EDTA (5.2.3.8) werden in Wasser zu 1 000 ml gelöst.

b) Einstellen der EDTA-Lösung.

In einen 400-ml-Becher werden 50 ml der Calciumionen-Bezugslösung (5.2.3.12) pipettiert und mit 100 ml Wasser verdünnt. Der pH-Wert dieser Lösung wird unter Verwendung eines pH-Messgerätes mit Natriumhydroxidlösung (5.2.3.5) auf einen pH von $(12,5 \pm 0,5)$ eingestellt. Nach Zugabe von 0,1 g Calconcarbonsäure-Indikator (5.2.3.13) wird mit der einzustellenden EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag nach blau titriert.

Der Faktor c der EDTA-Lösung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$c = \frac{50 \times m_2}{100,09 \times 0,04 \times V_2} = \frac{12,489 \times m_2}{V_2} \quad (3)$$

Dabei ist

m_2 die Einwaage an Calciumcarbonat bei der Herstellung der Calciumionen-Bezugslösung, in Gramm;

V_2 der Verbrauch an EDTA-Lösung bei der Titration, in Milliliter.

5.2.3.12 Calciumionen-Bezugslösung, $c(\text{Ca}^{2+}) = 0,01 \text{ mol/l}$

$(1 \pm 0,002) \text{ g}$ Calciumcarbonat (5.2.3.9) (m_2) wird zusammen mit etwa 100 ml Wasser in einen 400-ml-Becher gegeben. Der Becher wird mit einem Uhrglas abgedeckt und mit etwa 10 ml Salzsäure (5.2.3.2) vorsichtig versetzt. Nachdem das Calciumcarbonat vollständig gelöst worden ist, wird das Kohlenstoffdioxid verkocht. Nach Abkühlen der Lösung auf Raumtemperatur wird in einem Messkolben auf 1 000 ml aufgefüllt.

5.2.3.13 Calconcarbonsäure-Indikator

0,2 g Calconcarbonsäure werden mit 20 g wasserfreiem Natriumsulfat in einer Reibschale intensiv vermahlen.

5.2.3.14 Eriochromschwarz T-Indikator

1 g Eriochromschwarz T wird mit 100 g Natriumchlorid in einer Reibschale intensiv vermahlen.

5.2.4 Geräte

5.2.4.1 Übliches Laborgerät.

5.2.4.2 Magnetrührer mit Rührstäbchen.

5.2.4.3 pH-Meter mit Glaselektrode, mit Fehlergrenzen von 0,05.

5.2.5 Durchführung

5.2.5.1 Bestimmung von CaO

Zur Bestimmung des Calciumoxidgehaltes werden 25 ml (V_3) aus der nach 5.1.5 hergestellten Lösung in einem 400-ml-Becher mit etwa 150 ml Wasser verdünnt und mit 5 ml Triethanolaminlösung (5.2.3.4) versetzt.

Der pH-Wert dieser Lösung wird unter Verwendung eines pH-Meters mit Natriumhydroxidlösung (5.2.3.5) auf $(12,5 \pm 0,5)$ eingestellt. Nach Zugabe von 0,1 g Calconcarbonsäure-Indikators (5.2.3.13) wird unter ständigem Rühren mit Hilfe eines Magnetrührers mit der EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag von weinrot nach blau titriert. Das Volumen (V_4) der Zugabemenge an EDTA-Lösung ist aufzuzeichnen. Bei der Titration darf der pH-Wert 12,0 nicht unterschritten werden.

5.2.5.2 Summenbestimmung von (CaO + MgO)

In einem 400-ml-Becher werden etwa 150 ml Wasser und 25 ml (V_5) aus der nach 5.1.5 hergestellten Lösung vorgelegt. Nach Zugabe von 5 ml Triethanolaminlösung (5.2.3.4) wird der pH-Wert dieser Lösung unter Verwendung eines pH-Messgerätes mit Pufferlösung (5.2.3.10) auf $(10,5 \pm 0,5)$ eingestellt. Dann werden etwa 90 % der bei der Calciumoxiddtitration nach 5.2.5.1 verbrauchten Menge an EDTA-Lösung zugegeben. Nach Zusatz von 0,1 g Eriochromschwarz T-Indikator (5.2.3.14) wird die Lösung bis zum Umschlag von rot nach blaugrün titriert. Das Gesamtvolumen (V_6) der Zugabemenge an EDTA-Lösung ist aufzuzeichnen.

5.2.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt der Probe an Calciumoxid, ausgedrückt als Massenanteil CaO in Prozent, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{CaO} = \frac{V_1 \times 0,04 \times 56,08 \times c \times V_4 \times 100}{V_3 \times 1\,000 \times m_1} \quad (4)$$

Dabei ist

- V_1 das Volumen der Aufschlusslösung (5.1.5), in Milliliter;
- V_3 das Aliquot der Aufschlusslösung V_1 zur Titration nach 5.2.5.1, in Milliliter;
- V_4 der Verbrauch an EDTA-Lösung für die CaO-Bestimmung nach 5.2.5.1, in Milliliter
- c der Faktor der EDTA-Lösung nach 5.2.3.11;
- m_1 die Masse der Probe nach 5.1.5, in Gramm.

Der Gehalt der Probe an Magnesiumoxid, ausgedrückt als Massenanteil MgO in Prozent, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{MgO} = \frac{V_1 \times 0,04 \times 40,311 \times c \cdot (V_6 - V_4) \times 100}{V_5 \times 1\,000 \times m_1} \quad (5)$$

Dabei ist

- V_1 das Volumen der Aufschlusslösung (5.1.5), in Milliliter;
- V_5 das Aliquot der Aufschlusslösung V_1 zur Titration nach 5.2.5.2, in Milliliter;
- V_4 der Verbrauch an EDTA-Lösung für die CaO-Bestimmung nach 5.2.5.1, in Milliliter;
- V_6 der Verbrauch an EDTA-Lösung für die Bestimmung der Summe (CaO + MgO) nach 5.2.5.2, in Milliliter;
- c der Faktor der EDTA-Lösung nach 5.2.3.11;
- m_1 die Masse der Probe nach 5.1.5, in Gramm.

5.3 Bestimmung von Sulfat (ausgedrückt als SO_3)

5.3.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung des Sulfatgehaltes in Baukalk.

5.3.2 Kurzbeschreibung

Die in der Kalkprobe vorliegenden Sulfatverbindungen werden in Salzsäure gelöst. Der pH-Wert wird auf $\text{pH} = 1$ bis $\text{pH} = 1,5$ eingestellt, um eine Fällung der Oxide von Eisen und Aluminium zu verhindern. Der Sulfatgehalt wird gravimetrisch nach Fällung von schwerlöslichem Bariumsulfat mit einer Bariumchloridlösung in der Siedehitze ermittelt.

5.3.3 Reagenzien

5.3.3.1 Salzsäure, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$ bis $1,19 \text{ g/ml}$.

5.3.3.2 Salzsäure, verdünnt, $1 + 1$.

5.3.3.3 Salzsäure, verdünnt, $1 + 50$.

5.3.3.4 Salpetersäure, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$ bis $1,42 \text{ g/ml}$.

5.3.3.5 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$.

5.3.3.6 Ammoniumhydroxidlösung, verdünnt, $1 + 16$.

5.3.3.7 Bariumchlorid, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

5.3.3.8 Bariumchloridlösung

120 g Bariumchlorid werden in Wasser zu 1 000 ml gelöst.

5.3.3.9 Silbernitrat, AgNO_3 .

5.3.3.10 Silbernitratlösung

5 g Silbernitrat (5.3.3.9) werden in Wasser gelöst, mit 10 ml Salpetersäure (5.3.3.4) versetzt und mit Wasser zu 1 000 ml verdünnt.

5.3.4 Geräte

5.3.4.1 Übliches Laborgerät.

5.3.4.2 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 0,001 g.

5.3.4.3 Heizplatte oder Sandbad.

5.3.4.4 Muffelofen.

5.3.5 Durchführung

Von dem Probegut werden $(1 \pm 0,1) \text{ g}$ auf $0,001 \text{ g}$ (m_3) in einen 250-ml-Becher eingewogen, mit 90 ml kaltem Wasser und unter kräftigem Rühren mit 10 ml Salzsäure (5.3.3.1) versetzt. Die Lösung wird vorsichtig im Abzug auf einer Heizplatte oder einem Sandbad bis knapp unter den Siedepunkt erhitzt und etwa 15 min bei dieser Temperatur belassen. Durch ein feinporiges Filter (Porengröße etwa $2 \mu\text{m}$, Ascheanteil $< 0,01 \%$) wird in ein 400-ml-Becherglas filtriert. Der Rückstand wird mehrmals mit kleinen Mengen heißer, verdünnter Salzsäure (5.3.3.3) ausgewaschen.

Das Filtrat wird mit Wasser auf etwa 250 ml verdünnt; gegebenenfalls wird sie mit Salzsäure (5.3.3.2) oder Ammoniumhydroxidlösung (5.3.3.6) auf einen pH-Wert von 1 eingestellt. Die Lösung wird 5 min gekocht. Der siedenden Lösung werden unter ständigem Rühren tropfenweise 10 ml heiße Bariumchloridlösung (5.3.3.8) zugesetzt. Die Lösung wird weitere 15 min am Sieden gehalten, damit sich der Niederschlag gut ausbilden kann. Anschließend wird im Fällungsgefäß auf einer etwa 60 °C warmen Heizplatte über Nacht stehen gelassen. Dabei ist sicherzustellen, dass die Lösung nicht eindampft.

Der Niederschlag wird durch ein feinporiges Filter filtriert (Porengröße etwa 2 µm, Ascheanteil < 0,01 %) und mit siedendem Wasser chloridfrei gewaschen. Hierzu wird mit Silbernitratlösung (5.3.3.10) geprüft (siehe unten). Nach dem Waschen des Niederschlags 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 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.

Anschließend wird das Filter mit Rückstand in einen Platintiegel überführt und bei (925 ± 25) °C im Muffelofen bis zur Massenkonstanz geglüht. Im Allgemeinen reicht eine Glühdauer von 15 min aus, um die Massenkonstanz zu erreichen. Die Masse ist aufzuzeichnen (m_4).

5.3.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an Sulfat, ausgedrückt als Massenanteil SO_3 in Prozent, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{SO}_3 = \frac{0,343 \times m_4 \times 100}{m_3} = \frac{34,3 \times m_4}{m_3} \quad (6)$$

Dabei ist

m_4 die Auswaage an BaSO_4 , in Gramm;

m_3 die Masse der Probe, in Gramm.

5.4 Freies Wasser

5.4.1 Allgemeines

Das Verfahren beschreibt die Bestimmung von freiem Wasser in Baukalk. Bei Kalkhydrat oder Kalk mit hydraulischen Eigenschaften ist darunter die dem Produkt anhaftende Feuchte, bei Kalkmilch oder Kalkteig der Wassergehalt der Suspension zu verstehen.

5.4.2 Kurzbeschreibung

Beim Erhitzen einer Probe von Kalkhydrat oder Kalk mit hydraulischen Eigenschaften auf (105 ± 5) °C oder von Kalkmilch oder Kalkteig auf (150 ± 5) °C, wird das freie Wasser ausgetrieben. Der Massenverlust bei dieser Temperatur wird bei Kalkhydrat und Kalk mit hydraulischen Eigenschaften als freies Wasser bezeichnet, bei Kalkmilch oder Kalkteig als der Massenanteil Wasser in der Suspension.

5.4.3 Geräte

5.4.3.1 Übliches Laborgerät

5.4.3.2 Trockenschrank, auf (105 ± 5) °C oder (150 ± 5) °C einstellbar (Alternativgerät 1).

5.4.3.3 Automatische Feuchtwaaage, einstellbar zwischen $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ und $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$ (Alternativgerät 2).

5.4.3.4 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 0,001 g.

5.4.3.5 Exsikkator mit Trocknungsmittel.

5.4.3.6 Unglasierter Porzellantiegel mit Deckel.

5.4.3.7 Pipette.

5.4.4 Durchführung

5.4.4.1 Kalkhydrat und Kalk mit hydraulischen Eigenschaften

Von der Probe im Anlieferungszustand werden zwischen $(5 \pm 0,1)$ g und $(10 \pm 0,1)$ g auf 0,001 g (m_5) in einen Tiegel eingewogen. Die Probe wird entweder im Trockenschrank (5.4.3.2) oder mit der Feuchtwaaage (5.4.3.3) bis zur Massenkonstanz getrocknet. Bei Verwendung des Ofens ist die Trockenzeit auf etwa 2 h zu begrenzen. Nach Herausnahme aus dem Trockenschrank ist der Tiegel mit dem Deckel zu verschließen, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchtigkeit aus der Umgebungsluft zu verhindern. Nach dem Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur wird die Massenabnahme ermittelt.

5.4.4.2 Kalkmilch und Kalkteig

Die Suspension wird vor der Entnahme eines Probenaliquotes durch Schütteln homogenisiert. Mit Hilfe einer Pipette werden etwa 20 g entnommen und auf 0,001 g in ein Glasgefäß eingewogen. Die Probe wird entweder im Trockenschrank (5.4.3.2) oder auf der Feuchtwaaage (5.4.3.3) bis zur Massenkonstanz getrocknet. Nach Herausnahme aus dem Trockenschrank ist der Tiegel mit dem Deckel zu verschließen, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchtigkeit aus der Umgebungsluft zu verhindern. Nach dem Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur wird die Massenabnahme ermittelt.

5.4.5 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an freiem Wasser ist als Massenanteil H_2O in Prozent nach folgender Gleichung gegeben:

$$\text{H}_2\text{O} = \frac{(m_5 - m_6)}{m_5} \times 100 \quad (7)$$

Dabei ist

m_5 die Masse der Probe vor dem Erwärmen, in Gramm;

m_6 die Masse der Probe nach dem Erwärmen, in Gramm.

5.5 Gravimetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Referenzverfahren)

5.5.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Phosphorsäure behandelt, um das vorhandene Carbonat aufzuschließen. Das freiwerdende Kohlenstoffdioxid wird mit einem kohlenstoffdioxidfreien Gas- oder Luftstrom über eine Reihe von Absorptionsrohren geleitet. In den beiden ersten Absorptionsrohren werden Schwefelwasserstoff und Wasser abgetrennt, in den nachgeschalteten Rohren wird das Kohlenstoffdioxid absorbiert. Zwei Absorptionsrohre, die jeweils ein grobkörniges Absorptionsmittel für das Kohlenstoffdioxid und getrocknetes Magnesiumperchlorat zur Aufnahme des bei der Absorption entstehenden Wassers enthalten, werden gewogen, um die Masse des freigesetzten Kohlenstoffdioxids zu bestimmen.

5.5.2 Reagenzien

- 5.5.2.1 Schwefelsäure**, H_2SO_4 , konzentriert, > 98 %.
- 5.5.2.2 Phosphorsäure**, $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1,71 \text{ g/ml}$ bis $1,75 \text{ g/ml}$.
- 5.5.2.3 Kupfer(II)sulfat** ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- 5.5.2.4 Gesättigte wässrige Kupfersulfat(II)-Lösung**.
- 5.5.2.5 Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff**

Eine gewogene Menge trockenen Bimssteins mit einer Korngröße zwischen 1,2 mm und 2,4 mm wird in eine flache Schale gegeben und mit einem Volumen gesättigter Kupfersulfatlösung (5.5.2.4) bedeckt, so dass die Masse der Kupfersulfatlösung etwa der halben Masse des Bimssteins entspricht. Die Mischung wird unter häufigem Rühren mit einem Glasstab zur Trockne eingedampft. Der Inhalt der Schale wird mindestens 5 h in einem Trockenschrank bei einer Temperatur von $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrocknet. Das feste Gemisch wird in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt und in einer luftdichten Flasche aufbewahrt.

5.5.2.6 Absorptionsmittel für Wasser

Getrocknetes Magnesiumperchlorat ($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$) mit einer Korngröße zwischen 0,6 mm und 1,2 mm.

5.5.2.7 Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid

Synthetische, mit Natriumhydroxid (NaOH) imprägnierte Silicate mit einer Korngröße zwischen 0,6 mm und 1,2 mm.

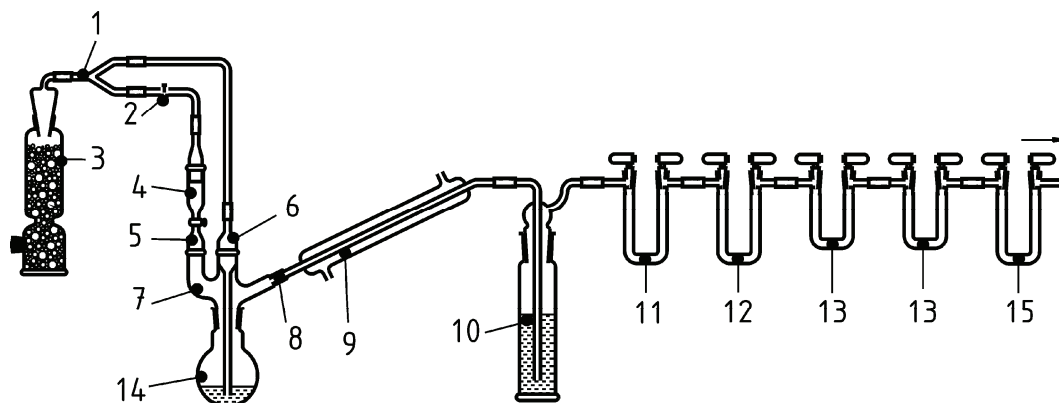
ANMERKUNG Dieses Absorptionsmittel kann gebrauchsfertig bezogen werden.

5.5.3 Geräte

- 5.5.3.1 Analysenwaage**, mit Fehlergrenzen von 0,001 g.
- 5.5.3.2 Gerät für die Bestimmung von Kohlenstoffdioxid** (Referenzverfahren)

Bild 1 zeigt ein typisches Gerät, das entweder mit einem zylindrischen Druckbehälter, einer kleinen elektrischen Pumpe oder mit einer passenden Ansaugvorrichtung versehen sein kann, die für einen gleichmäßigen Gas- bzw. Luftstrom sorgt. Das in das Gerät eintretende Gas (Luft oder Stickstoff) wird zuvor von Kohlenstoffdioxid befreit, indem es zunächst durch ein Absorptionsrohr oder einen Trockenturm geleitet wird, in dem sich das Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) befindet. Das Gerät besteht aus einem 100-ml-Destillationskolben (14) mit dreiarmigem Aufsatz. Anschluss (5) ist mit einem Tropftrichter (4) verbunden, Anschluss (6) mit einem Verbindungsrohr und Anschluss (8) mit einem Wasserkühler. Der Trichter und das Verbindungsrohr sind durch ein Y-Stück (1) miteinander verbunden, wobei das CO_2 -freie Gas durch die Verwendung einer Mohr'schen Schelle (2) entweder durch das Verbindungsrohr oder durch den Trichter strömen kann.

Nach dem Kühler (9) wird das Gas durch konzentrierte Schwefelsäure (5.5.2.1) (10), dann durch Absorptionsrohre, die Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff (5.5.2.5) (11) und für Wasser (5.5.2.6) (12) enthalten, und danach durch zwei wägbare Absorptionsrohre (13) geleitet, die je zu drei Vierteln mit dem Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) und zu einem Viertel mit dem Absorptionsmittel für Wasser (5.5.2.6) gefüllt sind. Das Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) wird in Bezug auf den Gasstrom vor das Absorptionsmittel für Wasser (5.5.2.6) gefüllt. Dem Absorptionsrohr (13) wird ein zusätzliches Absorptionsrohr (15) nachgeschaltet, das ebenfalls die Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) und Wasser (5.5.2.6) enthält, um das Absorptionsrohr (13) vor dem Zutritt von Kohlenstoffdioxid und Wasser aus der Luft zu schützen.



Legende

- | | | | |
|----|---|----|---|
| 1 | Y-Stück | 11 | Absorptionsrohr mit Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff (5.5.2.5) |
| 2 | Mohr'sche Schelle | 12 | Absorptionsrohr mit Absorptionsmittel für Wasser (5.5.2.6) |
| 3 | Absorptionsturm mit Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) | 13 | Absorptionsrohre mit Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) und Wasser (5.5.2.6) |
| 4 | Tropftrichter | 14 | 100-ml-Destillationskolben |
| 5 | Anschluss des Tropftrichters | 15 | Absorptionsrohr mit Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (5.5.2.7) und Wasser (5.5.2.6) |
| 6 | Anschluss des Verbindungsrohres | | |
| 7 | dreiarmer Aufsatz | | |
| 8 | Anschluss des Wasserkühlers | | |
| 9 | Kühler | | |
| 10 | Waschflasche mit konzentriertem Schwefelwasserstoff (5.5.2.1) | | |

Bild 1 — Beispiel für ein Gerät zur Bestimmung des Kohlenstoffdioxidanteils (Referenzverfahren)

Die zu wägenden Absorptionsrohre (13) können z. B. folgende Abmessungen haben:

- | | | |
|----|--|---------|
| a) | Abstand der Außenseiten der Rohrschenkel | 45 mm; |
| b) | Innendurchmesser | 20 mm; |
| c) | Abstand zwischen dem unteren Teil des Rohrs und dem oberen Teil des Schliffs | 75 mm; |
| d) | Dicke der Rohrwand | 1,5 mm. |

5.5.4 Durchführung

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

- | | | | | |
|----|-------|----------|--------------------|--------------|
| a) | 2 g | bei 0 % | $\leq \text{CO}_2$ | ≤ 2 %; |
| b) | 1 g | bei 2 % | $< \text{CO}_2$ | ≤ 5 %; |
| c) | 0,5 g | bei 5 % | $< \text{CO}_2$ | ≤ 10 %; |
| d) | 0,3 g | bei 10 % | $< \text{CO}_2$ | ≤ 15 %; |
| e) | 0,2 g | bei 15 % | $< \text{CO}_2$ | ≤ 40 %; |
| f) | 0,1 g | bei 40 % | $< \text{CO}_2$ | ≤ 50 %. |

In einen trockenen 100-ml-Destillationskolben wird die Probe (m_7) auf 0,001 g eingewogen. Der Kolben wird, wie in Bild 1 dargestellt, mit dem Gerät, jedoch ohne die beiden Absorptionsrohre (13) verbunden. Mit dem Verbindungsrohr an Anschluss (6) (Abzweig (5), Mohr'sche Schelle geschlossen) wird ein CO₂-freier Gasstrom mit etwa drei Blasen je Sekunde (Blasenzähler) 15 Minuten durch das Gerät geleitet. Die Mohr'sche Schelle wird gelöst und die Gaszuleitung vom Trichter (4) abgenommen. 30 ml konzentrierte Phosphorsäure (5.5.2.2) werden in den Tropftrichter gefüllt und die Gaszuleitung wird wieder am Trichter (4) befestigt.

Die verschlossenen Absorptionsrohre (13) werden 15 min im Wägeraum einer Waage zum Temperatúrausgleich aufbewahrt. Danach wird jedes Rohr gesondert gewogen. Der Gasstrom wird abgestellt und die Rohre werden, wie in Bild 1 dargestellt, am Gerät befestigt.

ANMERKUNG Die Rohre sollten mit Vorsicht behandelt werden, um zu verhindern, dass ihr Gewicht beeinflusst wird, und um Schäden oder Verletzungen zu vermeiden. Es wird empfohlen, bei diesem Vorgang Schutzhandschuhe zu tragen.

Danach wird der Gasstrom wieder angestellt. Nach 10 min werden die Absorptionsrohre (13) verschlossen, abgenommen, 15 min in den Wägeraum einer Waage gestellt und dann einzeln gewogen. Das Durchströmen, Abnehmen und Wiegen der Absorptionsrohre (13) wird so lange wiederholt, bis die Ergebnisse von zwei aufeinander folgenden Wägungen eines Rohres um nicht mehr als 0,000 5 g voneinander abweichen.

Sofern die Massenänderung der Absorptionsrohre (13) größer als 0,000 5 g bleibt, sind die Absorptionsmittel in den Rohren (11) und (12) zu erneuern.

Die gewogenen Absorptionsrohre (13) werden, wie in Bild 1 dargestellt, am Gerät befestigt. Der Trichterhahn wird geöffnet, und die Phosphorsäure (5.5.2.2) tropft in den Destillationskolben (14). Nachdem die Reaktion abgeklungen ist, wird der Inhalt des Destillationskolbens zum Sieden erhitzt und 5 min schwach siedend gehalten. Danach lässt man den Destillationskolben auf Raumtemperatur abkühlen, wobei der Gasstrom aufrechterhalten wird.

Die Absorptionsrohre (13) werden verschlossen, abgenommen und 15 min in den Wägeraum einer Waage gelegt. Danach wird jedes Rohr gesondert gewogen. Die Massenzunahme beider Rohre dient zur Berechnung des Anteils an Kohlenstoffdioxid.

Das Kohlenstoffdioxid wird nahezu vollständig im ersten Rohr (13) absorbiert. Übersteigt die Massenzunahme im zweiten Rohr (13) 0,000 5 g, so ist das Absorptionsmittel im ersten Rohr (13) zu erneuern, und die Prüfung ist noch einmal durchzuführen.

5.5.5 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an Kohlenstoffdioxid ist als Massenanteil CO₂ in Prozent nach folgender Gleichung gegeben:

$$\text{CO}_2 = \frac{(m_8 + m_9)}{m_7} \times 100 \quad (8)$$

Dabei ist

- m_7 die Einwaage der Probe, in Gramm;
- m_8 die Massenzunahme des ersten Rohres (13) nach der Absorption, in Gramm;
- m_9 die Massenzunahme des zweiten Rohres (13) nach der Absorption, in Gramm.

5.6 Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Alternativverfahren)

5.6.1 Kurzbeschreibung

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

5.6.2 Reagenzien

5.6.2.1 Salzsäure, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$ bis $1,19 \text{ g/ml}$.

5.6.2.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

5.6.2.3 Schwefelsäure, H_2SO_4 , konzentriert, > 98 %.

5.6.2.4 Kupfersulfat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

5.6.2.5 Methylrot.

5.6.2.6 Methylrotlösung

0,2 g Methylrot (5.6.2.5) werden mit Wasser zu 100 ml gelöst.

5.6.2.7 Natriumsulfat, Na_2SO_4 .

5.6.2.8 Sperrflüssigkeit

20 g Natriumsulfat (5.6.2.7) und 5 ml Schwefelsäure (5.6.2.3) werden mit Wasser zu 100 ml verdünnt und mit einigen Tropfen Methylrotlösung angefärbt. Die Sperrflüssigkeit muss mit CO_2 gesättigt sein.

5.6.2.9 Kaliumhydroxidlösung, $c(\text{KOH}) = 50 \text{ \%}$.

5.6.2.10 Calciumcarbonat, CaCO_3 , bei $(200 \pm 10)^\circ\text{C}$ zur Massenkonzanz getrocknet.

5.6.3 Geräte

5.6.3.1 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 0,001 g.

5.6.3.2 Gerät für die Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Alternativverfahren):