

DIN EN 459-2



ICS 91.100.10

Ersatz für
DIN EN 459-2:2010-12**Baukalk –
Teil 2: Prüfverfahren;
Deutsche Fassung EN 459-2:2021**Building lime –
Part 2: Test methods;
German version EN 459-2:2021Chaux de Construction –
Partie 2: Méthodes d'essai;
Version allemande EN 459-2:2021

Gesamtumfang 80 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 459-2:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 005-06-24 AA „Baukalk (SpA zu CEN/TC 51/WG 11)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 2768-1:1989	siehe	DIN ISO 2768-1:1991-06
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 459-2:2010-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Beschreibung des Aufschlussverfahrens mit Lithiumtetraborat;
- b) neuer Abschnitt 5.1 eingefügt;
- c) Korrekturen bei den Bestimmungen von CaO und MgO;
- d) Änderung der Reihenfolge der Verfahren zur Bestimmung von CO₂;
- e) der Indikator Phenolphthalein wird ersetzt durch Thymolphthalein;
- f) Korrekturen bei den Bestimmungen von verfügbarem Kalk;
- g) Korrekturen bei den Verfahren für die Korngrößenbestimmung;
- h) Korrekturen bei der Beschreibung der Bestimmung der Schüttdichte;
- i) Änderungen bei der Bestimmung der Reaktivität;
- j) Änderungen in Tabelle B.1 und Tabelle B.2 in Anhang B;
- k) redaktionelle Änderungen;
- l) geringfügige Fehler wurden korrigiert.

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, 2010-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 2768-1:1991-06, *Allgemeintoleranzen; Toleranzen für Längen- und Winkelmaße ohne einzelne Toleranzeintragung; Identisch mit ISO 2768-1:1989*

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

— Leerseite —

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 8. Februar 2021 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Probenahme	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Probenahme von Feinstoffen	9
4.3 Probenahme von körnigem Material	9
4.4 Probenahme von Kalkteigen und Kalkmilch	9
4.5 Probenvorbereitung	9
5 Allgemeine Prüfanforderungen	11
5.1 Verfahren zur chemischen Analyse	11
5.2 Anzahl der Bestimmungen	11
5.3 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	12
5.4 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen	12
5.5 Blindwertbestimmungen	12
5.6 Reagenzien	12
5.7 Bewertung der Prüfergebnisse	13
5.7.1 Allgemeines	13
5.7.2 Prüfergebnisse bei ungelöschtem Kalk	13
5.7.3 Prüfergebnisse bei allen anderen Arten	13
5.7.4 Prüfergebnisse für den verfügbaren Kalk	13
6 Chemische Analyse	13
6.1 Nassaufschluss mit Salzsäure (Referenzverfahren)	13
6.1.1 Allgemeines	13
6.1.2 Kurzbeschreibung	13
6.1.3 Reagenzien	14
6.1.4 Geräte	14
6.1.5 Durchführung	14
6.2 Aufschluss mit Lithiumtetraborat (Alternativverfahren)	14
6.2.1 Allgemeines	14
6.2.2 Kurzbeschreibung	15
6.2.3 Reagenzien	15
6.2.4 Geräte	15
6.2.5 Durchführung	15
6.3 Bestimmung von Calciumoxid (CaO) und Magnesiumoxid (MgO)	15
6.3.1 Allgemeines	15
6.3.2 Kurzbeschreibung	15
6.3.3 Reagenzien	16
6.3.4 Geräte	17
6.3.5 Durchführung	17
6.3.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse	17
6.4 Bestimmung von Sulfat (ausgedrückt als SO ₃)	18

6.4.1	Allgemeines	18
6.4.2	Kurzbeschreibung	18
6.4.3	Reagenzien	18
6.4.4	Geräte	19
6.4.5	Durchführung	19
6.4.6	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	19
6.5	Freies Wasser	20
6.5.1	Allgemeines	20
6.5.2	Kurzbeschreibung	20
6.5.3	Geräte	20
6.5.4	Durchführung	20
6.5.5	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	21
6.6	Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO ₂) (Referenzverfahren)	21
6.6.1	Kurzbeschreibung	21
6.6.2	Reagenzien	21
6.6.3	Geräte	21
6.6.4	Durchführung	22
6.6.5	Kalibrierung des Gerätes	23
6.6.6	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	24
6.7	Gravimetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO ₂) (Alternativverfahren)	24
6.7.1	Kurzbeschreibung	24
6.7.2	Reagenzien	24
6.7.3	Geräte	25
6.7.4	Durchführung	26
6.7.5	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	27
6.8	Glühverlust	28
6.8.1	Allgemeines	28
6.8.2	Kurzbeschreibung	28
6.8.3	Geräte	28
6.8.4	Durchführung	28
6.8.5	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	28
6.9	Verfügbarer Kalk	29
6.9.1	Allgemeines	29
6.9.2	Kurzbeschreibung	29
6.9.3	Reagenzien	29
6.9.4	Geräte	29
6.9.5	Durchführung	30
6.9.6	Zuckerextraktion	30
6.9.7	Messung der Calciumkalke	30
6.9.8	Messung der Kalke mit hydraulischen Eigenschaften	30
6.9.9	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	30
7	Physikalische Prüfungen	31
7.1	Korngröße durch Siebung	31
7.1.1	Allgemeines	31
7.1.2	Kurzbeschreibung	31
7.1.3	Geräte	31
7.1.4	Vorbereitung der Messproben	31
7.1.5	Durchführung	32
7.1.6	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	32
7.2	Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung	33
7.2.1	Allgemeines	33
7.2.2	Geräte	33
7.2.3	Durchführung	34
7.2.4	Auswertung und Angabe der Ergebnisse	35

7.3	Schüttdichte.....	35
7.3.1	Gerät.....	35
7.3.2	Durchführung.....	37
7.3.3	Auswertung und Angabe der Ergebnisse.....	37
7.4	Raumbeständigkeit.....	37
7.4.1	Allgemeines	37
7.4.2	Für Kalkhydrat und alle Typen von Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	38
7.4.3	Für Kalkhydrat, Weißkalkteig und Dolomitkalkhydrat mit Körnern größer als 0,2 mm.....	41
7.4.4	Für ungelöschten Kalk, Kalkteig, Dolomitkalk und Dolomitkalkhydrat.....	43
7.5	Erstarrungszeiten.....	45
7.5.1	Kurzbeschreibung	45
7.5.2	Labor, Geräte und Materialien.....	45
7.5.3	Prüfung der Normsteife.....	46
7.5.4	Bestimmung der Erstarrungszeiten	49
7.6	Reaktionsfähigkeit.....	51
7.6.1	Allgemeines	51
7.6.2	Geräte.....	51
7.6.3	Kontrolle der Qualität der Prüfeinrichtung.....	51
7.6.4	Probenaufbereitung	56
7.6.5	Durchführung.....	56
7.6.6	Auswertung und Angabe der Prüfergebnisse	56
7.7	Ergiebigkeit.....	57
7.7.1	Löschgefäß.....	57
7.7.2	Durchführung.....	58
7.7.3	Auswertung und Angabe der Ergebnisse.....	58
7.8	Normmörtel nach Massenanteilen und Wasseranspruch für Ausbreitmaß und Eindringmaß.....	58
7.8.1	Allgemeines	58
7.8.2	Zusammensetzung und Aufbereitung des Normmörtels.....	58
7.8.3	Wasseranspruch für Ausbreitmaß und Eindringmaß	64
7.9	Wasserrückhaltevermögen.....	64
7.9.1	Kurzbeschreibung	64
7.9.2	Geräte.....	64
7.9.3	Herstellung des Prüfmörtels	65
7.9.4	Durchführung.....	65
7.9.5	Auswertung.....	66
7.10	Bestimmung des Luftgehalts	67
7.10.1	Geräte.....	67
7.10.2	Kalibrierung des Gerätes.....	67
7.10.3	Herstellung des Prüfmörtels	68
7.10.4	Durchführung.....	68
7.10.5	Angabe der Ergebnisse	68
7.11	Druckfestigkeit.....	68
7.11.1	Allgemeines	68
7.11.2	Abweichungen gegenüber EN 196-1.....	68
	Anhang A (informativ) Berechnungsbeispiel für die Ergebnisse der Siebung	73
	Anhang B (informativ) Präzisionsdaten für die Prüfverfahren	74
	Literaturhinweise.....	76

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 459-2:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 459-2:2010.

Gegenüber EN 459-2:2010 sind folgende Änderungen vorgenommen worden:

- Beschreibung des Aufschlussverfahrens mit Lithiumtetraborat;
- neuer Abschnitt 5.1 eingefügt;
- Korrekturen bei den Bestimmungen von CaO und MgO;
- Änderung der Reihenfolge der Verfahren zur Bestimmung von CO₂;
- der Indikator Phenolphthalein wird ersetzt durch Thymolphthalein;
- Korrekturen bei der Bestimmung von verfügbarem Kalk;
- Korrekturen bei den Verfahren für die Korngrößenbestimmung;
- Korrekturen bei der Beschreibung der Bestimmung der Schüttdichte;
- Änderungen bei der Bestimmung der Reaktivität;
- Änderungen in Tabelle B.1 und Tabelle B.2 in Anhang B;
- 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 diesem Dokument übernommen worden.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist auf der CEN-Webseite zu finden.

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

Einleitung

Ziel dieses Dokuments ist die Übernahme so vieler europäisch genormter Verfahren wie möglich, und, falls dies nicht möglich war, die Verwendung anderer geeigneter und überprüfter Verfahren.

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

Alle Maße sind in Millimeter angegeben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Prüfverfahren für alle Baukalken, die in EN 459-1 enthalten sind, fest. Die Verfahren können auch für andere Kalkmaterialien gelten, sofern in den entsprechenden Normen darauf verwiesen wird.

Dieses Dokument legt in Tabelle 2 die Verfahren für die chemische Analyse und die Bestimmung der physikalischen Eigenschaften von Baukalen fest.

Dieses Dokument legt die Referenzverfahren und in einigen Fällen Alternativverfahren fest, deren Ergebnisse denen des Referenzverfahrens entsprechen. Im Streitfall sind die 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 Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 196-1:2016, *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, *Baukalk — Teil 1: Begriffe, Anforderungen und Konformitätskriterien*

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

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

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Probenahme

4.1 Allgemeines

Die Probenahme muss nach 4.2 bis 4.4 durchgeführt werden, 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.

4.2 Probenahme von Feinstoffen

Die Probenahme muss nach EN 196-7 durchgeführt werden.

4.3 Probenahme von körnigem Material

Die Probenahme muss nach EN 932-1 durchgeführt werden.

4.4 Probenahme von Kalkteigen und Kalkmilch

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

Bei Probenahme von Kalkteig oder Kalkmilch müssen die Teilmengen gründlich gemischt werden.

4.5 Probenvorbereitung

Vor Durchführung der Prüfung muss die Probe mit einem Probenteiler und/oder durch ein Verfahren zur Homogenisierung (Vierteln, Mischen, usw.) in der Masse reduziert werden, um eine repräsentative, homogene Teilprobe mit einer für die vorgesehenen Bestimmungen geeigneten Masse zu erzielen.

Kalkteig und Kalkmilch müssen vor der chemischen Analyse getrocknet werden (siehe 6.5.4.2).

Die Probenvorbereitung für die entsprechende Prüfung ist in Tabelle 1 beschrieben.

Tabelle 1 — Probenvorbereitung für die einzelnen Prüfungen

Prüfung	Abschnitt in diesem Dokument	Art und Form des Baukalkes	Probenvorbereitung
Chemische Analyse	6	alle Baukalke	Die Probe körnigen Materials muss zerstoßen und gemahlen werden. Alle Prüfungen müssen an Material mit einer Korngröße von $\leq 0,2 \text{ mm}$ durchgeführt werden
Korngrößenverteilung durch Siebung	7.1 und 7.2	ungelöschter Kalk	Material im Anlieferungszustand
Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung	7.2	Kalkhydrat, Dolomitmalkhydrat, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand

Prüfung	Abschnitt in diesem Dokument	Art und Form des Baukalkes	Probenvorbereitung
Schüttdichte	7.3	alle Arten von Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	siehe 7.3.2
Raumbeständigkeit	7.4.2.1 und 7.4.2.2	Kalkhydrat und Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
	7.4.2.3	Hydraulischer Kalk mit einem SO ₃ -Anteil höher als 3 % und bis zu 7 %	Material im Anlieferungszustand
	7.4.3	Kalkhydrat, Kalkteig und Dolomitkalkhydrat	Material im Anlieferungszustand
	7.4.4	ungelöschter Kalk, Kalkteig, Dolomitkalk und Dolomitkalkhydrat	siehe 7.4.4.3.1
Erstarrungszeiten	7.5	Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
Reaktionsfähigkeit	7.6	ungelöschter Kalk, ungelöschter Dolomitkalk	Verfahren 1: Die Prüfung muss an Material im Anlieferungszustand erfolgen. Wenn das Material Partikel enthält, die größer als 5 mm sind, dann muss dieser Anteil größer 5 mm zerkleinert werden, dass 100 % des Materials $\leq$ 5 mm sind. Verfahren 2: Die Prüfung muss an Material mit einer Korngröße von $\geq$ 95 % Durchgang durch das 0,2 mm Sieb durchgeführt werden. Das für die Prüfung angewandte Verfahren muss im Prüfbericht angegeben werden.
Ergiebigkeit	7.7	ungelöschter Kalk	siehe 7.7.2
Mörtelprüfungen	7.8 bis 7.10	Kalkhydrat, Dolomitkalkhydrat, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
Druckfestigkeit	7.11	Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand

5 Allgemeine Prüfanforderungen

5.1 Verfahren zur chemischen Analyse

Die Verfahren für die chemische Analyse von Baukalkprodukten und das Prinzip jedes Verfahrens sind in Tabelle 2 gelistet.

Tabelle 2 — Verfahren der chemischen Analyse

Bestimmung	Verfahren	Prinzip
Calciumoxid	6.3	komplexometrische Titration XRF Schmelztablette XRF Pulverpressling
Magnesiumoxid	6.3	komplexometrische Titration XRF Schmelztablette XRF Pulverpressling ICP-OES AAS-Flammentechnik
Sulfat, ausgedrückt als SO_3	6.4	Gravimetrie XRF Schmelztablette XRF Pulverpressling ICP-OES Verbrennung bei einer Temperatur von mindestens 1 300 °C und IR Detektion
Freies Wasser	6.5	Gravimetrie, Trockenschrank Gravimetrie, Feuchtwage
Kohlenstoffdioxid	6.6 6.7	Volumetrie Gravimetrie Verbrennung bei einer Temperatur von mindestens 900 °C und IR Detektion
Glühverlust bei 1 050 °C	6.8	Gravimetrie
Verfügbare Kalk	6.9	Acidimetrische Titration

5.2 Anzahl der Bestimmungen

Bei der Analyse eines Baukalkes kann es erforderlich sein, mehrere chemische Eigenschaften zu bestimmen. Für jede Bestimmung ist/sind eine oder mehrere Prüfungen durchzuführen, wobei die Anzahl der Messungen jener Anzahl entsprechen muss, die im jeweiligen Abschnitt dieses Dokuments festgelegt ist.

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

Ist die Analyse nicht Teil einer Prüfreihe, die der statistischen Kontrolle unterliegt, müssen zur Bestimmung der einzelnen chemischen Eigenschaften jeweils zwei Prüfungen durchgeführt werden (siehe auch 5.3).

5.3 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision

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

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

In diesem Dokument wird die Wiederholpräzision als Wiederholstandardabweichung(en) und die Vergleichpräzision als Vergleichsstandardabweichung(en) angegeben (siehe Anhang B), z. B. in Prozent, in Gramm, usw., je nach der geprüften Eigenschaft.

5.4 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen

Massen sind in Gramm auf 0,001 g gerundet, mit Büretten abgemessene Volumina in Milliliter auf 0,05 ml gerundet anzugeben.

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

Prüfergebnisse sind allgemein auf eine Dezimalstelle anzugeben, mit Ausnahme von Ergebnissen kleiner als 1.

Wenn das Prüfergebnis mit kleiner als 1 erhalten wird, ist das Ergebnis allgemein auf zwei Dezimalstellen anzugeben.

Prüfergebnisse aus Doppelbestimmungen sind als Mittelwert anzugeben. Weichen die beiden Ergebnisse 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 müssen aufgezeichnet werden.

5.5 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.

5.6 Reagenzien

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

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

Bei den in diesem Dokument 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.

5.7 Bewertung der Prüfergebnisse

5.7.1 Allgemeines

Die chemischen Anforderungen an Baukalk sind in den entsprechenden Tabellen in EN 459-1 angegeben.

5.7.2 Prüfergebnisse bei ungelöschtem Kalk

Bei ungelöschten Kalken gelten die festgelegten Werte für das Endprodukt.

5.7.3 Prüfergebnisse bei allen anderen Arten

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 (6.3), Magnesiumoxid (6.3), Sulfat (6.4), und Kohlenstoffdioxid (6.6 oder 6.7), die durch Anwendung der in diesem Dokument 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 (siehe Abschnitte für Calciumkalk oder Dolomitekalk), vergleichen zu können, müssen sie vorher durch Multiplikation mit dem Faktor F korrigiert werden. Der Faktor F muss wie folgt berechnet werden:

Der Kohlenstoffdioxidgehalt ist nach 6.6 oder 6.7 zu bestimmen. Der Glühverlust ist nach 6.8 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:

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

Der Faktor F ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

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

5.7.4 Prüfergebnisse für den verfügbaren Kalk

Die Werte für den verfügbaren Kalk, die durch Anwendung des in 6.9 beschriebenen Verfahrens erzielt werden, gelten entweder für verfügbares CaO in ungelöschtem Kalk oder für verfügbares Ca(OH)_2 in allen anderen Arten (Kalkhydrat, Kalkteig, Kalkmilch, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften).

6 Chemische Analyse

6.1 Nassaufschluss mit Salzsäure (Referenzverfahren)

6.1.1 Allgemeines

Mit dem Nassaufschluss mit Salzsäure wird Baukalk zur Bestimmung geeigneter Parameter in Lösung gebracht (siehe Tabelle 2).

6.1.2 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Salzsäure gekocht und filtriert. Der pH-Wert wird auf 6 bis 7 eingestellt, um die Oxide des Eisens (III) und Aluminiums zu fällen. Nach erneutem Abfiltrieren wird das Filtrat in einen geeigneten Messkolben übergeführt.

6.1.3 Reagenzien

- 6.1.3.1 **Salzsäure**, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$ bis $1,19 \text{ g/ml}$.
- 6.1.3.2 **Wasserstoffperoxidlösung**, $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$.
- 6.1.3.3 **Wasserstoffperoxidlösung**, verdünnt, 1 + 9.
- 6.1.3.4 **Ammoniumhydroxidlösung**, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$.
- 6.1.3.5 **Ammoniumhydroxidlösung**, verdünnt, 1 + 9.
- 6.1.3.6 **Ammoniumchlorid**, NH_4Cl .

6.1.4 Geräte

- 6.1.4.1 **Übliches Laborgerät.**
- 6.1.4.2 **Heizplatte.**
- 6.1.4.3 **Analysenwaage**, mit Fehlergrenzen von 1 mg.
- 6.1.4.4 **Magnetrührer mit Rührstäbchen**, inert z. B. durch Bedeckung aus PTFE.
- 6.1.4.5 **pH-Meter mit Glaselektrode**, mit Fehlergrenzen von 0,05.
- 6.1.4.6 **Faltenfilter**, mit Porengröße etwa $2,5 \mu\text{m}$.

6.1.5 Durchführung

$(1 \pm 0,1) \text{ g}$ der Probe werden auf 1 mg gewogen (m_1), in ein 250 ml-Becherglas gegeben, mit 10 ml Wasser befeuchtet und dann nach und nach mit 30 ml Salzsäure (6.1.3.1) versetzt. Die Lösung wird mit Wasser auf etwa 100 ml aufgefüllt und 10 min gekocht. Nach dem Kochen wird sofort durch ein Faltenfilter (6.1.4.6) in ein 400 ml-Becherglas filtriert und der Rückstand mit heißem Wasser gut ausgewaschen.

Die Lösung wird mit etwa 4 g Ammoniumchlorid (6.1.3.6) und einigen Tropfen Wasserstoffperoxidlösung (6.1.3.3) versetzt. Dann wird mit etwa 150 ml Wasser verdünnt und zum Sieden erhitzt. Während des Kochens wird Ammoniumhydroxidlösung (6.1.3.4) zugesetzt, um bei pH 6 bis pH 7 Aluminium- und Eisenhydroxid sowie die lösliche Kieselsäure zu fällen.

Für 3 Minuten ist das Sieden fortzuführen und nach Absetzen des Niederschlags wird die Lösung sofort durch ein Faltenfilter (6.1.4.6) in einen 500 ml-Messkolben filtriert. Der Filterrückstand wird dreimal mit Ammoniumhydroxidlösung (6.1.3.5) 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.

6.2 Aufschluss mit Lithiumtetraborat (Alternativverfahren)

6.2.1 Allgemeines

Mit dem Lithiumtetraborat-Schmelzaufschluss wird Baukalk zur Bestimmung geeigneter Parameter in Lösung gebracht (siehe Tabelle 2).

6.2.2 Kurzbeschreibung

Nach Aufschluss der schwerlöslichen oxidischen Bestandteile der Probe mit Lithiumtetraborat wird der Aufschlusskuchen in Salzsäure gelöst und in einen geeigneten Messkolben überführt.

6.2.3 Reagenzien

6.2.3.1 Lithiumtetraborat, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$.

6.2.3.2 Salzsäure, $\rho = 1,16 \text{ g/ml}$.

6.2.3.3 Salzsäure, verdünnt, (1 + 5).

6.2.4 Geräte

6.2.4.1 Übliches Laborgerät sowie:

6.2.4.2 Platin-Gold-Tiegel.

6.2.4.3 Heizplatte.

6.2.5 Durchführung

($0,25 \pm 0,02$) g der Probe sind auf 0,1 mg (m_1) in einem Platin-Gold-Tiegel einzuwiegen und mit 1,5 g Lithiumtetraborat (6.2.3.1) zu versetzen und bei ($1\,000 \pm 25$) °C so lange zu glühen, bis eine klare Schmelze vorliegt. Dann ist der Tiegel von der Heizplatte zu nehmen, mit einem Uhrglas zu bedecken und einige Sekunden in Wasser abzuschrecken. Nach Herausnahme ist die Schmelze bis zum völligen Erkalten stehen zu lassen.

Die kalte Schmelze ist in ein Becherglas mit etwa 50 ml Salzsäure (6.2.3.3) zu geben und unter Rühren und Erhitzen auf etwa 100 °C zu lösen. Danach ist die Lösung in einen 250 ml-Messkolben zu überführen und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur mit Wasser bis zur Messmarke aufzufüllen. Diese Lösung (V_1) dient für die weiteren chemischen Analysen.

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

6.3.1 Allgemeines

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Calciumoxid und Magnesiumoxid.

6.3.2 Kurzbeschreibung

In einem aliquoten Teil der Probenlösung wird zunächst Calciumoxid komplextitrimetrisch 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 von Calciumoxid und 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 $c(\text{CaO})$.

Die Endpunktbestimmung kann auch mittels potentiometrischer Titration erfolgen.

6.3.3 Reagenzien

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

6.3.3.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

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

6.3.3.4 Triethanolaminlösung, verdünnt, 1 + 1.

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

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

6.3.3.7 Ammoniumchlorid, NH_4Cl .

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

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

6.3.3.10 Pufferlösung, 70 g Ammoniumchlorid (6.3.3.7) werden mit 570 ml Ammoniumhydroxidlösung (6.3.3.6) im 1 000 ml-Messkolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

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

Herstellung:

14,89 g EDTA (6.3.3.8) werden in einem Messkolben in Wasser zu 1 000 ml gelöst.

Einstellen:

In einen 400 ml-Becher werden 50 ml der Calciumionen-Bezugslösung (6.3.3.12) pipettiert und mit 100 ml Wasser verdünnt. Der pH-Wert dieser Lösung wird unter Verwendung eines pH-Messgerätes mit Natriumhydroxidlösung (6.3.3.5) auf einen pH von $(12,5 \pm 0,5)$ eingestellt. Nach Zugabe von 0,1 g Calconcarbonsäure-Indikator (6.3.3.13) 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.

6.3.3.12 Calciumionen-Bezugslösung, $c(\text{Ca}^{2+}) = 0,01 \text{ mol/l}$: $(1 \pm 0,002) \text{ g}$ Calciumcarbonat (6.3.3.9) (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 (6.3.3.2) vorsichtig versetzt. Nachdem das Calciumcarbonat vollständig gelöst worden ist, wird das Kohlenstoffdioxid durch Kochen entzogen. Nach Abkühlen der Lösung auf Raumtemperatur wird in einem Messkolben mit Wasser auf 1 000 ml aufgefüllt.

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

6.3.3.14 Eriochromschwarz T-Indikator, 1 g Eriochromschwarz T wird mit 100 g Natriumchlorid in einer Reibschale intensiv vermahlen.

6.3.4 Geräte

6.3.4.1 Übliches Laborgerät.

6.3.4.2 Magnetrührer mit Rührstäbchen.

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

6.3.5 Durchführung

6.3.5.1 Bestimmung von CaO

Zur Bestimmung des Calciumoxidgehaltes werden 25 ml (V_3) aus der nach 6.1.5 oder 6.2.5 hergestellten Lösung in einem 400 ml-Becher mit etwa 150 ml Wasser verdünnt und mit 5 ml Triethanolaminlösung (6.3.3.4) versetzt.

Der pH-Wert dieser Lösung wird unter Verwendung eines pH-Meters mit Natriumhydroxidlösung (6.3.3.5) auf $(12,5 \pm 0,5)$ eingestellt. Nach Zugabe von 0,1 g Calconcarbonsäure-Indikators (6.3.3.13) 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 von $(12,5 \pm 0,5)$ nicht unterschritten werden.

6.3.5.2 Summenbestimmung von (CaO + MgO)

In einem 400 ml-Becher werden etwa 150 ml Wasser und 25 ml (V_5) aus der nach 6.1.5 oder 6.2.5 hergestellten Lösung vorgelegt. Nach Zugabe von 5 ml Triethanolaminlösung (6.3.3.4) wird der pH-Wert dieser Lösung unter Verwendung eines pH-Messgerätes mit Pufferlösung (6.3.3.10) auf $(10,5 \pm 0,5)$ eingestellt. Dann werden etwa 90 % der bei der Calciumoxiddtitration (nach 6.3.5.1) verbrauchten Menge an EDTA-Lösung zugegeben. Nach Zusatz von 0,1 g Eriochromschwarz T-Indikator (6.3.3.14) wird die Lösung bis zum Umschlag von rot nach blaugrün titriert. Das Gesamtvolumen (V_6) an EDTA-Lösung ist aufzuzeichnen.

6.3.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

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

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

Dabei ist

V_1 das Volumen der Aufschlusslösung (6.1.5 oder 6.2.5), in Milliliter;

V_3 das Volumen des Aliquot der Aufschlusslösung V_1 zur Titration nach 6.3.5.1, in Milliliter;

V_4 das Volumen an EDTA-Lösung für die CaO-Bestimmung nach 6.3.5.1, in Milliliter

c der Konzentrationsfaktor der EDTA-Lösung nach 6.3.3.11;

m_1 die Masse der Probe nach 6.1.5 oder 6.2.5, in Gramm.

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

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

Dabei ist

- V_1 das Volumen der Aufschlusslösung (6.1.5 oder 6.2.5), in Milliliter;
- V_5 das Volumen des Aliquot der Aufschlusslösung V_1 zur Titration nach 6.3.5.2, in Milliliter;
- V_4 das Volumen an EDTA-Lösung für die CaO-Bestimmung nach 6.3.5.1, in Milliliter;
- V_6 das Volumen an EDTA-Lösung für die Bestimmung der Summe (CaO + MgO) nach 6.3.5.2, in Milliliter;
- c der Konzentrationsfaktor der EDTA-Lösung nach 6.3.3.11;
- m_1 die Masse der Probe nach 6.1.5 oder 6.2.5, in Gramm.

6.4 Bestimmung von Sulfat (ausgedrückt als SO₃)

6.4.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung des Sulfatgehaltes in Baukalk.

6.4.2 Kurzbeschreibung

Die in der Probe vorliegenden Sulfatverbindungen werden in Salzsäure gelöst. Der pH-Wert wird auf 1 bis 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.

6.4.3 Reagenzien

- 6.4.3.1 Salzsäure**, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$ bis $1,19 \text{ g/ml}$.
- 6.4.3.2 Salzsäure**, verdünnt, 1 + 1.
- 6.4.3.3 Salzsäure**, verdünnt, 1 + 50.
- 6.4.3.4 Salpetersäure**, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$ bis $1,42 \text{ g/ml}$.
- 6.4.3.5 Ammoniumhydroxidlösung**, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$.
- 6.4.3.6 Ammoniumhydroxidlösung**, verdünnt, 1 + 16.
- 6.4.3.7 Bariumchlorid**, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- 6.4.3.8 Bariumchloridlösung**, 120 g Bariumchlorid werden in einem Messkolben in Wasser zu 1 000 ml gelöst.

6.4.3.9 Silbernitrat, AgNO_3 .

6.4.3.10 Silbernitratlösung, 5 g Silbernitrat (6.4.3.9) werden in Wasser gelöst, mit 10 ml Salpetersäure (6.4.3.4) versetzt und in einem Messkolben mit Wasser zu 1 000 ml verdünnt.

6.4.4 Geräte

6.4.4.1 Übliches Laborgerät.

6.4.4.2 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

6.4.4.3 Heizplatte oder Sandbad.

6.4.4.4 Muffelofen.

6.4.4.5 Filterpapier, mit durchschnittlicher Porengröße etwa 2 μm , Ascheanteil < 0,01 %.

6.4.5 Durchführung

Von dem Probegut werden $(1 \pm 0,1)$ g auf 1 mg (m_3) in einen 250 ml-Becher eingewogen, mit 90 ml kaltem Wasser und unter kräftigem Rühren mit 10 ml Salzsäure (6.4.3.1) 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 Filterpapier (6.4.4.5) wird in ein 400 ml-Becherglas filtriert. Der Rückstand wird mehrmals mit kleinen Mengen heißer, verdünnter Salzsäure (6.4.3.3) ausgewaschen.

Das Filtrat wird mit Wasser auf etwa 250 ml verdünnt; gegebenenfalls wird sie mit Salzsäure (6.4.3.2) oder Ammoniumhydroxidlösung (6.4.3.6) 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 (6.4.3.8) 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 Filterpapier (6.4.4.5) filtriert und mit siedendem Wasser chloridfrei gewaschen. Hierzu wird mit Silbernitratlösung (6.4.3.10) 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. Das Waschwasser wird in einem Reagenzglas aufgefangen und mit einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt. 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 vorgewogenen Platintiegel überführt und bei (925 ± 25) °C im Muffelofen bis zur Massenkonzanz geglüht. Im Allgemeinen reicht eine Glühdauer von 15 min aus, um die Massenkonzanz zu erreichen (m_4).

6.4.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

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

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

Dabei ist

m_4 die Auswaage an BaSO_4 , in Gramm;

m_3 die Masse der Probe, in Gramm.

6.5 Freies Wasser

6.5.1 Allgemeines

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

6.5.2 Kurzbeschreibung

Beim Erhitzen einer Probe von Kalkhydrat oder Kalk mit hydraulischen Eigenschaften auf $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ oder von Kalkmilch oder Kalkteig auf $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$, 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.

6.5.3 Geräte

6.5.3.1 Übliches Laborgerät.

6.5.3.2 Trockenschrank, auf $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ oder $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ einstellbar (Alternativgerät 1).

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

6.5.3.4 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

6.5.3.5 Exsikkator, mit Trocknungsmittel.

6.5.3.6 Unglasierter Porzellantiegel.

6.5.3.7 Pipette.

6.5.4 Durchführung

6.5.4.1 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 1 mg (m_5) in einen vorgewogenen Tiegel eingewogen. Die Probe wird entweder im Trockenschrank (6.5.3.2) oder mit der Feuchtwaaage (6.5.3.3) 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 wird erneut gewogen (m_6).

6.5.4.2 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 0,1 mg in ein Glasgefäß eingewogen (m_5). Die Probe wird entweder im Trockenschrank (6.5.3.2) oder auf der Feuchtwaaage (6.5.3.3) 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 (m_6).