

Bestimmung des Gesamtgehalts
an organischem Kohlenstoff in Kalkstein
Deutsche Fassung prEN 13639 : 1999

DIN
EN 13639

ICS 91.100.10

Einsprüche bis 30. Nov 1999

Determination of total organic carbon in limestone
German version prEN 13639 : 1999

Détermination du charbon total organiques des calcaires
Version allemande prEN 13639 : 1999

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten an den Normenausschuß Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Nationales Vorwort

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde vom CEN/TC 51 "Zement und Baukalk" (Sekretariat: Belgien) ausgearbeitet. Im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. ist hierfür der Arbeitsausschuß 07.13.00 "Zement" des Normenausschusses Bauwesen (NABau) zuständig.

Fortsetzung 15 Seiten prEN

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

— Leerseite —

ICS

Deskriptoren: Kalkstein, Chemische Analyse, automatische Analyse, Gehaltsbestimmung, Gesamtgehalt an
organischem Kohlenstoff

Deutsche Fassung

Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff in Kalkstein

Determination of total organic carbon in limestone

Détermination du charbon total organiques des
calcaires

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Er wurde vom CEN/TC 51 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder 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.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B 1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Allgemeine Anforderungen an die Prüfungen	3
4 Reagenzien	3
5 Allgemeine Geräte	5
6 Nasses Oxidationsverfahren (Referenzverfahren)	5
7 Gravimetrisches Ofen-Oxidationsverfahren (Alternativverfahren 1)	7
8 Ofenoxidationsverfahren mit Infrarotdetektion (Alternativverfahren 2)	5
9 Automatische Bestimmungsverfahren (Alternativverfahren 3)	8
10 Wiederholstandardabweichung, Vergleichsstandardabweichung, Bestimmungsgrenze	9
Anhang A (informativ) Eigenschaften von kommerziellen HF-Verbrennungsgeräten und Infrarot-Kohlenstoff-Analysatoren	9

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 "Zement und Baukalke" erarbeitet, dessen Sekretariat bei IBN liegt.

Diese Europäische Norm wird entweder durch Veröffentlichung einer identischen Fassung oder durch Bestätigung spätestens ab xxx 199y den Status einer nationalen Norm erhalten. Widersprechende nationale Normen werden spätestens bis xxx 199y zurückgezogen.

Nach den internationalen CEN/CENELEC-Regeln sind die folgenden Länder verpflichtet, diese Europäische Norm einzuführen: ...

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt Verfahren für die Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff (TOC) in Kalkstein.

Diese Norm beschreibt das Referenzverfahren und Alternativverfahren, die als gleichwertig betrachtet werden können. Im Streitfall ist nur das Referenzverfahren anzuwenden.

Andere Verfahren können angewandt werden, wenn sie am Referenzverfahren oder international anerkannten Referenzmaterialien kalibriert wurden und dabei ihre Gleichwertigkeit gezeigt haben.

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.

ASTM E 1019 : 1994^{e1}

Standard test methods for determination of carbon, sulfur, nitrogen and oxygen in steel and iron, nickel and cobalt alloys

ISO 3310-1 : 1990

Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth

ISO 3534-1 : 1993

Statistics – Vocabulary and symbols. Part 1: Probability and general statistical terms

ISO 9686 : 1992

Direct reduced iron – Determination of carbon and/or sulfur content – High frequency combustion method with infrared measurement

ISO 11464 : 1994

Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis

3 Allgemeine Anforderungen an die Prüfungen

3.1 Anzahl der Prüfungen

Wenn die Analyse Teil einer Reihe ist, die der statistischen Kontrolle unterliegt, ist mindestens eine Prüfung zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff durchzuführen.

Wenn die Analyse nicht Teil einer Reihe ist, die der statistischen Kontrolle unterliegt, sind zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff durchzuführen.

Im Streitfall müssen zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an organischem Kohlenstoff durchgeführt werden (siehe auch 3.3).

3.2 Allgemeine statistische Begriffe

Wiederholstandardabweichung ist die Standardabweichung von unabhängigen Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Material im selben Labor vom selben Prüfer mit denselben Geräten innerhalb kurzer Zeitabstände erzielt werden.

Vergleichstandardabweichung ist die Standardabweichung von Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Material in unterschiedlichen Laboratorien von unterschiedlichen Prüfern mit unterschiedlichen Geräten erzielt werden.

ANMERKUNG: Definitionen nach ISO 3534-1.

Die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung wird in absoluten Prozentzahlen angegeben.

Bestimmungsgrenze ist der Gehalt, bei dem unter Zugrundelegung einer festgelegten Wahrscheinlichkeit die relative Ergebnisunsicherheit, definiert als Quotient aus dem halben zweiseitigen Prognoseintervall und dem zugehörigen Gehalt einen vorgegebenen Wert annimmt.

$$x_{DI} = k \cdot s_{x0} \cdot t_{f,\alpha} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(x_{DI} - \bar{x})^2}{Q_x}} \quad (1)$$

Dabei ist:

α Wahrscheinlichkeit

f Variabilität

$\frac{1}{k} = \frac{\Delta x_{DI}}{x_{DI}}$ = relative Ergebnisunsicherheit

n Anzahl der Kalibrierproben

Q_x Summe der Abweichungsquadrate von x bei der Kalibrierung

p Anzahl der Analysen jeder Kalibrierprobe

s_{x0} Standardabweichung der Bestimmung

$t_{f,\alpha}$ Quantile der t -Verteilung ($f = n-2$)

x einer Kalibrierprobe zugeordneter analysierter Gehalt

$\bar{x}$ arithmetisches Mittel des allen Kalibrierproben zugeordneten Gehalts

x_{DI} Bestimmungsgrenze
 Δx_{DI} zweiseitiges Prognoseintervall

3.3 Angabe von Massen und Ergebnissen

Massen sind in Gramm auf $\pm 0,0005$ g genau anzugeben.

Die Ergebnisse sind in Prozent auf zwei Dezimalen anzugeben. Die Anzahl aller Einzelprüfungen ist aufzuzeichnen. Divergieren die Prüfergebnisse, ist die Probe zu homogenisieren und die Prüfung zu wiederholen. Eine Divergenz tritt auf, wenn die Wiederholstandardabweichung die angegebene Größe übersteigt.

3.4 Blindbestimmung

Eine Blindbestimmung ohne Probe ist, wenn nötig, nach demselben Verfahren und mit der gleichen Menge an Reagenzien durchzuführen. Die Ergebnisse der analytischen Bestimmung sind entsprechend zu korrigieren.

3.5 Probenahme und Vorbereitung der Probe

Je nach Korngröße des Rohstoffes ist eine Probe von mindestens 1 kg bis 10 kg nach dem in ISO 11464 beschriebenen Verfahren zu entnehmen, zu trocknen, zu brechen, zu zerkleinern, zu teilen und zu mahlen, so daß eine für die Analyse repräsentative Laborprobe entsteht. Die Laborprobe muß durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 90 μ m nach ISO 3310-1 gesiebt werden können. Wenn notwendig, ist der Trocknungsprozeß bei Proben mit bekannterweise hohem Gehalt an flüchtigem organischem Kohlenstoff geeignet anzupassen.

3.6 Allgemeine Prüfprinzipien

Im allgemeinen beinhalten alle Verfahren die folgenden Schritte:

- Entsäuerung der Kalksteinprobe
- Reinigung des Trärgases, wenn es nicht von hochreiner Qualität ist
- Oxidation der organischen Kohlenstoffverbindungen
- Reinigung des bei der Oxidation entstandenen CO_2
- Messung des CO_2 -Gehalts.

Für die einzelnen Schritte dürfen die vier beschriebenen Verfahren angewandt werden, sofern sie zu den gleichen Ergebnissen führen wie das Referenzverfahren.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeine Anforderungen

Es sind nur Reagenzien einer Qualität "zur Analyse" zu verwenden. Es ist destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades mit einer elektrischen Leitfähigkeit $\leq 2 \mu \text{ S/cm}$ und einem Gesamtgehalt an organischen Kohlenstoffverbindungen nicht über der Nachweisgrenze zu verwenden.

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

Die in dieser Norm verwendeten konzentrierten flüssigen Reagenzien haben die folgenden Dichten (ρ) in Gramm je Kubikzentimeter bei 20°C:

Ammoniumhydroxid	0,88 - 0,91
Phosphorsäure	1,71 bis 1,75
Salpetersäure	1,40 bis 1,42
Salzsäure	1,18 - 1,19
Schwefelsäure	1,84
Wasserstoffperoxid	1,11