

DIN EN 13639

ICS 91.100.10

Einsprüche bis 2015-01-21
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 13639:2002-07

Entwurf

**Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff in
Kalkstein;
Deutsche Fassung prEN 13639:2014**

Determination of total organic carbon in limestone;
German version prEN 13639:2014

Determination du carbone organique total dans le calcaire;
Version allemande prEN 13639:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-11-21 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

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13639:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-07-13 AA „Zement; SpA zu Teilbereichen von CEN/TC 51 und ISO/TC 74“ im DIN–Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13639:2002-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme eines neuen Verfahrens „Ofenoxidationsverfahren mit Infrarotdetektion oder Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (bei hoher Temperatur): Verfahren B (Alternativverfahren 4)“.

Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff in Kalkstein

Détermination du carbone organique total dans le calcaire

Determination of total organic carbon in limestone

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeine Anforderungen an die Prüfungen	4
4 Reagenzien	6
5 Allgemeine Geräte	8
6 Gravimetrisches Verfahren mit Nassoxydation (Referenzverfahren)	9
7 Gravimetrisches Ofen-Oxydationsverfahren (Alternativverfahren 1)	11
8 Ofenoxidiationsverfahren mit Infrarotdetektion (bei niedriger Temperatur) (Alternativverfahren 2)	14
9 Ofenoxidiationsverfahren mit Infrarotdetektion oder Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (bei hoher Temperatur): Verfahren A (Alternativverfahren 3)	17
10 Ofenoxidiationsverfahren mit Infrarotdetektion oder Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (bei hoher Temperatur): Verfahren B (Alternativverfahren 4)	19
11 Wiederholstandardabweichung, Vergleichstandardabweichung, Bestimmungsgrenze	20
12 Prüfbericht	20
Anhang A (informativ) Eigenschaften von kommerziellen HF-Verbrennungsgeräten und Infrarot- Kohlenstoff-Analysatoren	21
A.1 Verbrennung	21
A.2 Infrarot-Gas-Analysegerät	21
Anhang B (informativ) Zuordnung der Reagenzien zu den Prüfverfahren	22
Literaturhinweise	23

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13639:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument ist als Ersatz für EN 13639:2002 vorgesehen.

Dieses Dokument, prEN 13639:2013, wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird. Ein neues alternatives Verfahren „Alternatives Verfahren Nr. 4“ wurde aufgenommen. Dieses Verfahren wurde in Schweden entwickelt.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren für die Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff (TOC) in Kalkstein fest.

Diese Norm beschreibt das Referenzverfahren und Alternativverfahren, die als gleichwertig betrachtet werden können.

Im Streitfall ist ausschließlich 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

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

ISO 3310-1, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth*

ISO 11464, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analyses*

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 Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff durchzuführen.

Wenn die Analyse nicht Teil einer Reihe ist, die der statistischen Kontrolle unterliegt, sind zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff durchzuführen (siehe auch 3.3).

Im Streitfall sind zwei Prüfungen zur Bestimmung des Gesamtgehalts an organischem Kohlenstoff durchzuführen (siehe auch 3.3).

3.2 Allgemeine statistische Begriffe

Wiederholstandardabweichung — die Standardabweichung von Prüfergebnissen, die unter Wiederholbedingungen erzielt werden, d. h. 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 — die Standardabweichung von Prüfergebnissen, die unter Vergleichbedingungen erzielt werden, d. h. von Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Material in unterschiedlichen Laboratorien von unterschiedlichen Prüfern mit unterschiedlichen Geräten erzielt werden.

ANMERKUNG Definitionen in Anlehnung an ISO 3534-1 [1].

Sowohl die Wiederholstandardabweichung als auch die Vergleichstandardabweichung werden in absoluten Prozentzahlen angegeben.

Bestimmungsgrenze — 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.

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

Dabei ist

α das Signifikanzniveau (Wahrscheinlichkeit)

f die Variabilität (Anzahl der Freiheitsgrade)

$\frac{1}{k} = \frac{\Delta x_{D\ell}}{x_{D\ell}}$ die relative Unsicherheit

$Q_x = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$ die Anzahl der Kalibrierproben

n die Anzahl der Prüfergebnisse

p die Anzahl der Analysen an jeder Kalibrierprobe

s_{xD} die Verfahrensstandardabweichung

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

x der einer Kalibrierprobe zugeordneter analysierter Gehalt

$\bar{x}$ das arithmetische Mittel der Gehalte aller Kalibrierproben

$x_{D\ell}$ die Bestimmungsgrenze

$\Delta x_{D\ell}$ die halbe Breite des zweiseitigen Prognoseintervalls

ANMERKUNG Diese Bestimmungsgrenze basiert auf DIN 32645 [2].

3.3 Angaben von Massen und Ergebnissen

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

Die Ergebnisse sind in Prozent auf mindestens zwei Dezimalstellen anzugeben. Divergieren die Einzelergebnisse um mehr als das Zweifache der in Abschnitt 10 angegebenen Wiederholstandardabweichung, ist die Prüfung zu wiederholen.

3.4 Blindbestimmungen

Eine Blindwertbestimmung ohne Probe ist nach demselben Verfahren und mit der gleichen Menge an Reagenzien durchzuführen. Die Ergebnisse der analytischen Bestimmung sind zu korrigieren.

3.5 Probenahme und Vorbereitung der Probe

Je nach Korngröße des Rohstoffs 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 für die Analyse eine repräsentative Laborprobe entsteht. Die Laborprobe muss durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 90 μm nach ISO 3310-1 gesiebt werden können. Bei Proben, die bekanntermaßen einen hohen Gehalt an flüchtigem organischem Kohlenstoff aufweisen, ist der Trocknungsprozesses ggf. anzupassen.

3.6 Allgemeine Prüfgrundsätze

Im Allgemeinen beinhalten alle Verfahren die folgenden Schritte:

- a) Entkarbonisierung der Kalksteinprobe;
- b) Reinigung des Trärgases, wenn es nicht von hochreiner Qualität ist;
- c) Oxidation der organischen Kohlenstoffverbindungen;
- d) Reinigung des bei der Oxidation entstandenen CO₂;
- e) Messung des CO₂-Gehalts.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeine Anforderungen

Es sind nur Reagenzien einer Qualität „zur Analyse“ zu verwenden. Es ist destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrads 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:

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

Verdünnungen werden stets als Summe der Einzelvolumina angegeben. So bedeutet z. B. verdünnte Salzsäure 1 + 2, dass ein Volumenteil konzentrierte Salzsäure mit zwei Volumenteilen Wasser zu vermischen ist.

4.2 Ammoniaklösung (NH₃ · H₂O)

4.3 Calciumchlorid, wasserfrei (CaCl₂)

4.4 Kalibrierreagenz, Metall

Zum Beispiel Eisen mit bekanntem Kohlenstoffgehalt.

4.5 Kohlendioxid in Sauerstoff

Konzentrationen: 0,95 % Volumenanteil und 19 % Volumenanteil

4.6 Trärgase

Abhängig von der Anwendung: Luft, Sauerstoff, Stickstoff oder Argon, frei von Kohlendioxid und Kohlenwasserstoffen