

DIN EN 459-2



ICS 91.100.10

Entwurf

Einsprüche bis 2019-10-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 459-2:2010-12

**Baukalk –
Teil 2: Prüfverfahren;
Deutsche und Englische Fassung prEN 459-2:2019**

Building lime –
Part 2: Test methods;
German and English version prEN 459-2:2019

Chaux de construction –
Partie 2: Méthodes d'essai;
Version allemande et anglaise prEN 459-2:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-08-09 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 152 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 459-2:2019) 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 10“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 2768-1:1989, EN 22768-1	siehe	DIN ISO 2768-1:1991-06
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Änderungen

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

- a) Beschreibung des Aufschlussverfahrens mit Lithiumtetraborat;
- b) neuer Abschnitt 4.1 eingefügt;
- c) Korrekturen bei den Bestimmungen von CaO und MgO;
- d) Änderung der Reihenfolge bei der Bestimmung von CO₂;
- e) der Indikator Phenolphthalein wird ersetzt durch Thymolphthalein; Korrekturen bei den Bestimmungen von verfügbarem Kalk;
- f) Korrekturen bei der Beschreibung der Verfahren für die Korngrößenbestimmung;
- g) Korrekturen bei der Beschreibung der Bestimmung der Schüttdichte;
- h) Änderungen bei der Bestimmung der Reaktivität;
- i) Änderungen in den Tabellen B.1 und B.2 in Anhang B;
- j) redaktionelle Änderungen;
- k) geringfügige Fehler wurden korrigiert.

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 (ISO 5725-2)*

— Leerseite —

CEN/TC 51

Datum: 2019-08

prEN 459-2:2019

CEN/TC 51

Sekretariat: NBN

Baukalk — Teil 2: Prüfverfahren

Chaux de construction — Partie 2 : Méthodes d'essai

Building lime — Part 2: Test methods

ICS:

Deskriptoren

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe.....	6
4 Probenahme.....	7
4.1 Allgemeines	7
4.2 Probenahme von Feinstoffen.....	7
4.3 Probenahme von körnigem Material.....	7
4.4 Probenahme von Kalkteigen und Kalkmilch	7
4.5 Probenvorbereitung	7
5 Allgemeine Prüfanforderungen.....	10
5.1 Verfahren zur chemischen Analyse.....	10
5.2 Anzahl der Bestimmungen.....	10
5.3 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit.....	11
5.4 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen.....	11
5.5 Blindwertbestimmungen	11
5.6 Reagenzien.....	11
5.7 Bewertung der Prüfergebnisse	12
6 Chemische Analyse	12
6.1 Aufschluss mit Lithiumtetraborat.....	12
6.2 Nassaufschluss mit Salzsäure	13
6.3 Bestimmung von Calciumoxid (CaO) und Magnesiumoxid (MgO)	14
6.4 Bestimmung von Sulfat (ausgedrückt als SO ₃).....	17
6.5 Freies Wasser	19
6.6 Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO ₂) (Referenzverfahren)	20
6.7 Gravimetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO ₂) (Alternativverfahren).....	23
6.8 Glühverlust.....	27
6.9 Verfügbarer Kalk.....	28
7 Physikalische Prüfungen.....	30
7.1 Korngröße durch Siebung.....	30
7.2 Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung	31
7.3 Schüttdichte	34
7.4 Raumbeständigkeit	36
7.5 Erstarrungszeiten	43
7.6 Reaktionsfähigkeit.....	49
7.7 Ergiebigkeit	55
7.8 Normmörtel nach Massenanteilen und Wasseranspruch für Ausbreitmaß und Eindringmaß	56
7.9 Wasserrückhaltevermögen	63
7.10 Bestimmung des Luftgehalts.....	66
7.11 Druckfestigkeit.....	67
Anhang A (informativ) Berechnungsbeispiel für die Ergebnisse der Siebung.....	72

Anhang B (informativ) Präzisionsdaten für die Prüfverfahren	73
Literaturhinweise	75

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 459-2:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 „Zement und Baukalk“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 459-2:2010 ersetzen.

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

- Beschreibung des Aufschlussverfahrens mit Lithiumtetraborat;
- Neuer Abschnitt 4.1 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 des Verfahrens für die Korngrößenbestimmung;
- Korrekturen bei der Beschreibung der Bestimmung der Schüttdichte;
- Änderungen bei der Bestimmung der Reaktivität;
- Änderungen in den Tabellen B.1 und 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.

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 gelten. (In Zeichnungen ist der Hinweis „ISO 2768-m“ angegeben).

Alle Maße sind in Millimeter angegeben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt Prüfverfahren für alle Baukalke, die in EN 459-1 enthalten sind.

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

Dieses Dokument beschreibt die primären Verfahren zur chemischen Analyse. Die Referenzprüfverfahren und die in einigen Fällen festgelegten Alternativprüfverfahren in diesem Dokument können als gleichwertig angesehen werden.

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)*

EN 22768-1, *Allgemeintoleranzen — Teil 1: Toleranzen für Längen- und Winkelmaße ohne einzelne Toleranzeintragungen (ISO 2768-1)*

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 ist nach 4.2 bis 4.4 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.

4.2 Probenahme von Feinstoffen

Die Probenahme ist nach EN 196-7 durchzuführen.

4.3 Probenahme von körnigem Material

Die Probenahme ist nach EN 932-1 durchzuführen.

4.4 Probenahme von Kalkteigen und Kalkmilch

Die Größe der Stichprobe muss (10 ± 5) dm³ betragen.

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

4.5 Probenvorbereitung

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

Kalkteig und Kalkmilch sind vor der chemischen Analyse zu trocknen (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 ist zu zerstoßen und zu mahlen. Alle Prüfungen sind an Material mit einer Korngröße von $\leq 0,2$ mm durchzuführen
Korngrößenverteilung durch Siebung	7.1 und 7.2	ungelöschter Kalk	Material im Anlieferungszustand
Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung	7.2	Kalkhydrat, Dolomitkalkhydrat, Kalk mit hydraulischen Eigenschaften	Material im Anlieferungszustand
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

Prüfung	Abschnitt in diesem Dokument	Art und Form des Baukalkes	Probenvorbereitung
Reaktionsfähigkeit	7.6	ungelöschter Kalk, ungelöschter Dolomitkalk	Verfahren 1: Die Prüfung erfolgt an Material im Anlieferungszustand. Wenn das Material Partikel enthält, die größer als 5 mm sind, dann ist dieser Anteil größer 5 mm so zu brechen, dass 100 % des Materials ≤ 5 mm sind. Verfahren 2: Die Prüfung ist an Material mit einer Korngröße von ≥ 95 % Durchgang durch das 0,2 mm Sieb durchzuführen. 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
Sulfate, expressed as SO ₃	6.4	Gravimetrie XRF Schmelztablette XRF Pulverpressling ICP-OES Verbrennung bei einer Temperatur von mindestens 1300 °C und IR Detektion
Free water	6.5	Gravimetrie, Trockenschrank Gravimetrie, Feuchtwage
Carbon dioxide	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
Verfügbarer 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, 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 5.3).

5.3 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 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.

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 sind aufzuzeichnen.

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, sind sie vorher durch Multiplikation mit dem Faktor F zu korrigieren. Der Faktor F ist wie folgt zu berechnen:

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 Aufschluss mit Lithiumtetraborat

6.1.1 Allgemeines

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

6.1.2 Kurzbeschreibung

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

6.1.3 Reagenzien

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

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

6.1.3.3 Salzsäure, verdünnt, (1 + 5).

6.1.4 Geräte

6.1.4.1 Übliches Laborgerät sowie:

6.1.4.2 Platin-Gold-Tiegel.

6.1.4.3 Heizplatte.

6.1.5 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 (6.1.3.1) 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 (6.1.3.1) zu geben und unter Rühren und Erhitzen auf etwa 100 °C zu lösen. Danach ist mit Wasser in einen 250 ml-Messkolben zu überspülen und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur ist mit Wasser bis zur Messmarke aufzufüllen. Diese Lösung (V_1) dient für die weiteren chemischen Analysen.

6.2 Nassaufschluss mit Salzsäure

6.2.1 Allgemeines

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

6.2.2 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.

6.2.3 Reagenzien

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

6.2.3.2 Wasserstoffperoxidlösung, $c (\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \text{ \text{‰}}$.

6.2.3.3 Wasserstoffperoxidlösung, verdünnt, 1 + 9.

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

6.2.3.5 Ammoniumhydroxidlösung, verdünnt, 1 + 9.

6.2.3.6 Ammoniumchlorid, NH_4Cl .

6.2.4 Geräte

6.2.4.1 Übliches Laborgerät.

6.2.4.2 Heizplatte.

6.2.4.3 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

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

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

6.2.5 Durchführung

(1 ± 0,1) 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 (6.2.3.1) 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 (6.2.3.6) und einigen Tropfen Wasserstoffperoxidlösung (6.2.3.3) versetzt. Dann wird mit etwa 150 ml Wasser verdünnt und zum Sieden erhitzt. Während des Kochens wird Ammoniumhydroxidlösung (6.2.3.4) 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 in einen 500 ml-Messkolben filtriert. Der Filtrerrückstand wird dreimal mit Ammoniumhydroxidlösung (6.2.3.5) 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.

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

6.3.3.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

6.3.3.3 Triethanolamin, c [N(C₂H₅OH)₃] = 99 %.

6.3.3.4 Triethanolaminlösung, verdünnt, 1 + 1.

6.3.3.5 Natriumhydroxidlösung, c (NaOH) = 4 mol/l.

6.3.3.6 Ammoniumhydroxidlösung, c (NH₄OH) = 25 %.

6.3.3.7 Ammoniumchlorid, NH₄Cl.

6.3.3.8 Ethylendiamintetraessigsäure-dinatriumsalz-Dihydrat (EDTA), (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈ · 2 H₂O), vor der Einwaage bei 80 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet.

6.3.3.9 Calciumcarbonat, c (CaCO₃) = 99,9 % (bei (200 ± 10) °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 (EDTA) = 0,04 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 ± 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 (Ca²⁺) = 0,01 mol/l: (1 ± 0,002) 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 verkocht. Nach Abkühlen der Lösung auf Raumtemperatur wird in einem Messkolben 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 $(12 \pm 0,5)$ 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 Calciumoxidthitration (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:

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

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 Faktor 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:

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

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, ρ (HCl) = 1,16 g/ml bis 1,19 g/ml.

6.4.3.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

6.4.3.3 Salzsäure, verdünnt, 1 + 50.

6.4.3.4 Salpetersäure, ρ (HNO₃) = 1,40 g/ml bis 1,42 g/ml.

6.4.3.5 Ammoniumhydroxidlösung, c (NH₄OH) = 25 %.

6.4.3.6 Ammoniumhydroxidlösung, verdünnt, 1 + 16.

6.4.3.7 Bariumchlorid, BaCl₂ · 2H₂O.

6.4.3.8 Bariumchloridlösung, 120 g Bariumchlorid werden in einem Messkolben in Wasser zu 1 000 ml gelöst.

6.4.3.9 Silbernitrat, AgNO₃.

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.

6.4.5 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 feinporiges Filter (durchschnittliche Porengröße etwa 2 µm, Ascheanteil < 0,01 %) 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 feinporiges Filter filtriert (durchschnittliche Porengröße etwa 2 µm, Ascheanteil < 0,01 %) 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, 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.

6.4.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

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

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

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.

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. 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.

6.5.5 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an freiem Wasser ist als Massenanteil H_2O in % 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.

6.6 Volumetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO_2) (Referenzverfahren)

6.6.1 Kurzbeschreibung

Das in Form von Carbonaten im Baukalk enthaltene CO_2 wird mit Salzsäure freigesetzt und volumetrisch bestimmt.

6.6.2 Reagenzien

6.6.2.1 Salzsäure, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$ bis $1,19 \text{ g/cm}^3$.

6.6.2.2 Salzsäure, verdünnt, 1 + 1.

6.6.2.3 Schwefelsäure, H_2SO_4 , konzentriert, > 98 %.

6.6.2.4 Kupfersulfat, CuSO_4 .

6.6.2.5 Methylrot.

6.6.2.6 Methylrotlösung, 0,2 g Methylrot (6.6.2.5) werden mit Wasser zu 100 ml gelöst.

6.6.2.7 Natriumsulfat, Na_2SO_4 .

6.6.2.8 Sperrflüssigkeit, 20 g Natriumsulfat (6.6.2.7) und 5 ml Schwefelsäure (6.6.2.3) werden mit Wasser zu 100 ml verdünnt und mit einigen Tropfen Methylrotlösung angefärbt. Die Sperrflüssigkeit muss mit CO_2 gesättigt sein.

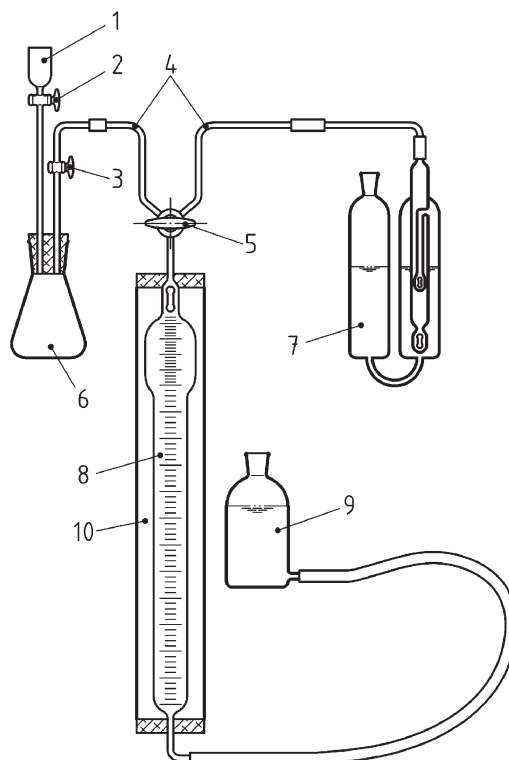
6.6.2.9 Kaliumhydroxidlösung, $c(\text{KOH}) = 50 \text{ \%}$.

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

6.6.3 Geräte

6.6.3.1 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

6.6.3.2 Gerät für die Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Alternativverfahren):



Legende

- 1 Tropftrichter, Volumen 100 ml
- 2 Absperrhahn 1
- 3 Absperrhahn 2
- 4 Kapillarrohre
- 5 Dreiwegehahn
- 6 Zersetzungskolben, Volumen 50 ml
- 7 Absorptionsgefäß, Volumen 100 ml, mit Kaliumhydroxidlösung (6.6.2.9), mit eingebautem Abscheider
- 8 Bürette, Volumen 100 ml
- 9 Niveaugefäß, Volumen 500 ml, mit Sperrflüssigkeit (6.6.2.8)
- 10 Mantelrohr mit Wasser gefüllt

Bild 1 — Beispiel für ein Gerät zur Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (Alternativverfahren)

6.6.4 Durchführung

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

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

Die Probe ist auf 1 mg (m_{10}) genau in den Zersetzungskolben einzuwiegen, eine Spatelspitze Kupfersulfat (6.6.2.4) zur Bindung von eventuell gebildetem Dihydrogensulfid hinzuzufügen und mit etwas Wasser aufzuschlämmen.

Der Kolben wird mit Hilfe des doppelt durchbohrten Stopfens an die Apparatur angeschlossen. Durch den Stopfen ist ein Trichter und das Zuleitungsrohr zur Messbürette zu führen. Die in diesen beiden Leitungen befindlichen Absperrhähne sind zu öffnen. Der Dreiwegehahn ist in die Stellung zu bringen, in der er Kolben und Messbürette miteinander verbindet. Durch Anheben der Niveauflasche ist die Bürette bis zum Dreiwegehahn mit Sperrflüssigkeit (6.6.2.8) zu füllen. Der Absperrhahn 1 ist jetzt zu schließen und der Trichter mit verdünnter Salzsäure (6.6.2.2) zu füllen. Anschließend ist verdünnte Salzsäure (6.6.2.2) durch den Tropftrichter in den Kolben zu geben, bis dieser zur Hälfte gefüllt ist. Nach dem Schließen des Absperrhahns 1 verbleibt etwas Säure als Sperrflüssigkeit im Trichter.

Nachdem das Gemisch einige Minuten in der Kälte reagiert hat, muss es zum Sieden erhitzt werden und noch etwa 3 min gekocht werden. Dann ist der Kolben mit Hilfe des Tropftrichters vollständig bis zum Absperrhahn 2 mit verdünnter Salzsäure (6.6.2.2) zu füllen, um das restliche Gasgemisch in die Bürette zu überführen. Dabei ist darauf zu achten, dass keine verdünnte Salzsäure mit hinüberfließt. Mit dem Dreiwegehahn ist die Bürette zu schließen. Nach etwa 5 min ist die Sperrflüssigkeit in Bürette und Niveauflasche auf gleiches Niveau zu bringen und das Gasvolumen V_7 abzulesen.

Durch das Drehen des Dreiwegehahns ist nun die Messbürette mit dem Absorptionsgefäß zu verbinden und das aufgefangene Luft/ CO_2 -Gemisch auszuwaschen. Hierfür muss die Niveauflasche angehoben werden, so dass das Gas vollständig durch die im Absorptionsgefäß befindliche Kaliumhydroxidlösung (6.6.2.9) gedrückt wird. Hierbei wird das CO_2 absorbiert. Der Absorptionsvorgang ist etwa siebenmal oder achtmal zu wiederholen, bis sich schließlich nur noch das Restgas in der Messbürette befindet. Der Dreiwegehahn ist zu schließen, die Sperrflüssigkeit in Bürette und Niveaugefäß auf Niveausgleich zu bringen und das Volumen V_8 abzulesen.

Die Volumendifferenz ($V_7 - V_8$) entspricht dem Kohlenstoffdioxidanteil der Probe.

6.6.5 Kalibrierung des Gerätes

Es sind 0,1 g Calciumcarbonat (6.6.2.10) auf mit einer Messunsicherheit von 1 mg in den Zersetzungskolben einzuwiegen. Die Bestimmung ist nach 6.6.4 durchzuführen.

Die Volumendifferenz ($V_9 - V_{10}$) entspricht dem Kohlenstoffdioxidanteil der Kalibriersubstanz. Der Korrekturfaktor F_1 der Absorptionsapparatur ist nach folgender Beziehung zu berechnen, die sich durch Umformung der Gleichung (9) ergibt:

$$F_1 = \frac{82,96 \cdot T}{V_9 - V_{10}} \quad (8)$$

Die Bedeutung der Formelzeichen entspricht den Angaben in 6.6.6.

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

6.6.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

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

$$\text{CO}_2 = 0,053 F_1 \frac{(V_7 - V_8) \cdot P}{T \cdot m_{10}} \quad (9)$$

Dabei ist

- F_1 der Korrekturfaktor nach 6.6.5;
- V_7 das Volumen des Gases vor der Absorption, in Milliliter;
- V_8 das Volumen des Gases nach der Absorption, in Milliliter;
- P der korrigierte Barometerstand, in Pascal $\times 100$;
- T die Messtemperatur, in Kelvin;
- m_{10} die Einwaage, in Gramm.

Wenn Kalibrierung und Bestimmung unmittelbar hintereinander erfolgen, erübrigt sich die Berücksichtigung von Temperatur und Luftdruck. Die Gleichung (10) vereinfacht sich für diesen Fall zu:

$$\text{CO}_2 = \frac{4,397(V_7 - V_8) \text{ Messung}}{(V_9 - V_{10}) \text{ Kalibrierung} \cdot m_{10}} \quad (10)$$

bei 0,1 g CaCO_3 Einwaage zur Kalibrierung.

6.7 Gravimetrische Bestimmung von Kohlenstoffdioxid (CO_2) (Alternativverfahren)

6.7.1 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.

6.7.2 Reagenzien

6.7.2.1 Schwefelsäure, H_2SO_4 , konzentriert, $> 98 \%$.

6.7.2.2 Phosphorsäure, $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1,71 \text{ g/ml}$ bis $1,75 \text{ g/ml}$.

6.7.2.3 Kupfer(II)sulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

6.7.2.4 Gesättigte wässrige Kupfersulfat(II)-lösung.

6.7.2.5 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 (6.7.2.4) 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.

6.7.2.6 Absorptionsmittel für Wasser

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

6.7.2.7 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.

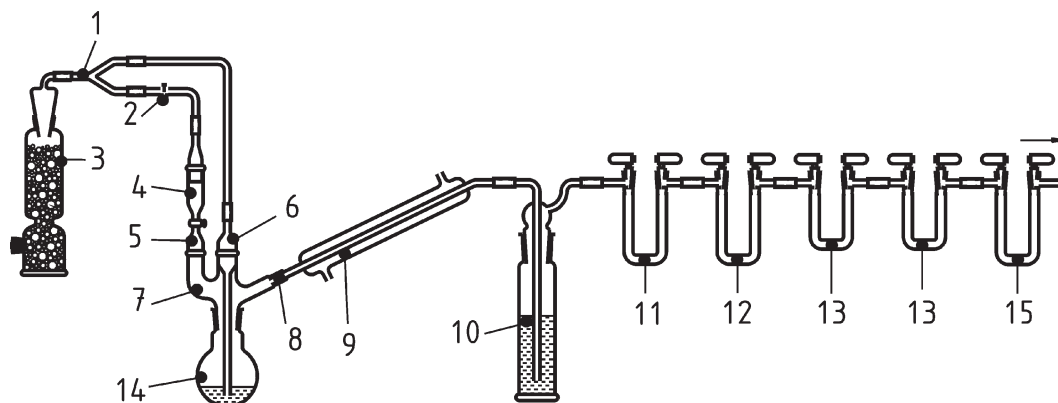
6.7.3 Geräte

6.7.3.1 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

6.7.3.2 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 (6.7.2.7) 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 (6.7.2.1) (10), dann durch Absorptionsrohre, die Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff (6.7.2.5) (11) und für Wasser (6.7.2.6) (12) enthalten, und danach durch zwei wägbare Absorptionsrohre (13) geleitet, die je zu drei Vierteln mit dem Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (6.7.2.7) und zu einem Viertel mit dem Absorptionsmittel für Wasser (6.7.2.6) gefüllt sind. Das Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (6.7.2.7) wird in Bezug auf den Gasstrom vor das Absorptionsmittel für Wasser (6.7.2.6) gefüllt. Dem Absorptionsrohr (13) wird ein zusätzliches Absorptionsrohr (15) nachgeschaltet, das ebenfalls die Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (6.7.2.7) und Wasser (6.7.2.6) enthält, um das Absorptionsrohr (13) vor dem Zutritt von Kohlenstoffdioxid und Wasser aus der Luft zu schützen.



Legende

- 1 Y-Stück
- 2 Mohr'sche Schelle
- 3 Absorptionsturm mit Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (6.7.2.7)
- 4 Tropftrichter
- 5 Anschluss des Tropftrichters
- 6 Anschluss des Verbindungsrohres
- 7 dreiarmer Aufsatz
- 8 Anschluss des Wasserkühlers
- 9 Kühler
- 10 Waschflasche mit konzentriertem Schwefelwasserstoff (6.7.2.1)
- 11 Absorptionsrohr mit Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff (6.7.2.5)
- 12 Absorptionsrohr mit Absorptionsmittel für Wasser (6.7.2.6)
- 13 Absorptionsrohre mit Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (6.7.2.7) und Wasser (6.7.2.6)
- 14 100 ml-Destillationskolben
- 15 Absorptionsrohr mit Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid (6.7.2.7) und Wasser (6.7.2.6)

Bild 2 — Beispiel für ein Gerät zur Bestimmung des Kohlenstoffdioxidanteils (Referenzverfahren)

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

Abstand der Außenseiten der Rohrschenkel:	45 mm;
Innendurchmesser:	20 mm;
Abstand zwischen dem unteren Teil des Rohrs und dem oberen Teil des Schliffs:	75 mm;
Dicke der Rohrwand:	1,5 mm.

6.7.4 Durchführung

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

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

In einen trockenen 100 ml-Destillationskolben wird die Probe (m_7) auf 1 mg 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 (6.7.2.2) 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.

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 (6.7.2.2) 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.

6.7.5 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

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

$$\text{CO}_2 = \frac{(m_8 + m_9)}{m_7} \quad (11)$$

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.

6.8 Glühverlust

6.8.1 Allgemeines

Das Verfahren beschreibt die Bestimmung des Glühverlustes in Baukalk.

6.8.2 Kurzbeschreibung

Der Glühverlust in den entsprechenden Materialien wird bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$ ermittelt.

6.8.3 Geräte

6.8.3.1 Übliches Laborgerät.

6.8.3.2 Regelbarer Elektro-Ofen, mit thermoelektrischer Temperaturanzeige, zu betreiben bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$.

6.8.3.3 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

6.8.3.4 Exsikkator, mit Trocknungsmittel.

6.8.3.5 Unglasierte Porzellan- oder Platintiegel.

6.8.4 Durchführung

6.8.4.1 Kalkhydrat und Kalk mit hydraulischen Eigenschaften

Von dem zu untersuchenden Material im Anlieferungszustand werden $(5 \pm 0,1)$ g in einen vorher gewogenen Tiegel mit einer Messunsicherheit von 1 mg (m_{11}) eingewogen. Die Probe wird im Ofen 2 h bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$ geglüht. Der Tiegel wird nach der Herausnahme aus dem Ofen abgedeckt, um eine Aufnahme von Kohlenstoffdioxid und Feuchtigkeit aus der Umgebungsluft zu verhindern. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur im Exsikkator wird gewogene (m_{12}).

6.8.4.2 Kalkmilch und Kalkteig

Der Wasseranteil der Kalkmilch wird nach 6.5.4.2 ermittelt. An der so getrockneten Probe wird die Bestimmung entsprechend 6.8.4.1 vorgenommen.

6.8.5 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Glühverlust, angegeben als Massenanteil GV in %, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{Lol} = \frac{(m_{11} - m_{12})}{m_{11}} \cdot 100 \quad (12)$$

Dabei ist

m_{11} die Masse der Probe vor dem Glühen bei $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$, in Gramm;

m_{12} die Masse der Probe nach dem Glühen bei $(1\,050 \pm 50)^\circ\text{C}$, in Gramm.

6.9 Verfügbarer Kalk

6.9.1 Allgemeines

Das Verfahren dient zur Bestimmung des verfügbaren Kalkanteils

- in Weißkalk in Form von ungelöschtem Kalk und Kalkhydrat;
- in Weißkalk in Form von Kalkmilch und Kalkteig (in der Trockensubstanz nach Trocknen entsprechend 6.5.4.2); und
- in allen Arten von Kalk mit hydraulischen Eigenschaften.

Dieses Verfahren erfasst diejenigen Bestandteile der Kalkprobe, die unter den Bedingungen dieses spezifischen Verfahrens die Reaktion eingehen. Die Auswertung der Ergebnisse, die mit dem folgenden Verfahren erzielt werden, muss unter Beachtung dieser einschränkenden Definition vorgenommen werden.

6.9.2 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in Wasser eingelöscht und dispergiert. Um ein Vergrießen des Calciumoxids beim Ablöschen zu vermeiden, das zu unvollständigem Suspendieren einer Probe ungelöschten Kalks führen kann, müssen solche Kalke erhitzt werden. Der Kalk wird durch die Reaktion mit Zucker als Calciumsaccharat in Lösung gebracht und wird anschließend durch Titration mit Salzsäure gegen Thymolphthalein als Indikator bestimmt.

6.9.3 Reagenzien

6.9.3.1 Salzsäure, Standardlösung, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

6.9.3.2 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

6.9.3.3 Thymolphthalein-Indikatorlösung: 0,5 g Thymolphthalein sind in 50 ml Ethanol (6.9.3.4) zu lösen und mit Wasser auf 100 ml zu verdünnen.

6.9.3.4 Ethanol, $\rho = 0,79 \text{ g/ml}$.

6.9.3.5 Wasser, siehe 5.6.

6.9.3.6 Saccharose, Zucker raffiniert, handelsüblich.

6.9.3.7 Zuckerlösung

Eine Lösung von Zucker in CO_2 -freiem Wasser (6.9.3.5) (40 % w/v) in einem Becherglas wird mit einigen Tropfen Thymolphthalein -Indikatorlösung versetzt. Unter Rühren wird NaOH-Lösung (6.9.3.2) zugetropft bis eine Blaufärbung verbleibt. Eine Zucker-Standardlösung darf nur zum sofortigen Gebrauch hergestellt werden und darf nicht länger als zwei Tage aufbewahrt werden. Alternativ kann die Acidität einer jeden einzelnen Zuckermenge bestimmt und als Korrekturfaktor der Titration verwendet werden.

6.9.4 Geräte

6.9.4.1 Übliches Laborgerät.

6.9.4.2 Analysenwaage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

6.9.4.3 Heizbarer Magnetrührer, mit Rührstäbchen.

6.9.4.4 Kühlbad.

6.9.4.5 Büchnertrichter.

6.9.4.6 Bürette, 50 ml, hohe Genauigkeit.

6.9.5 Durchführung

6.9.5.1 Ungelöschter Kalk

($1 \pm 0,1$) g ungelöschter Kalk (m_{13}) werden auf 1 mg abgewogen und sofort in einen 500 ml-Erlenmeyerkolben eingerührt, in dem etwa 100 ml Wasser vorgelegt sind. Der Kolben wird mit einem Uhrglas abgedeckt, der Inhalt wird unter Rühren auf dem heizbaren Magnetrührer zum Sieden gebracht. Nach einer Siedezeit von 5 min wird die Wandung des Erlenmeyerkolbens mit etwa 50 ml Wasser abgespritzt. Nach Entfernen von der Heizplatte wird der Kolben lose abgedeckt und zum Abkühlen auf Raumtemperatur in ein Kühlbad gestellt.

6.9.5.2 Alle anderen Produkte

($1,3 \pm 0,1$) g Kalkhydrat, Kalkmilch, Kalkteig oder Kalk mit hydraulischen Eigenschaften (m_{14}) werden auf 1 mg abgewogen und sofort in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben eingerührt, in dem etwa 150 ml Wasser vorgelegt sind.

6.9.6 Zuckerextraktion

50 ml der neutralen Zuckerlösung (oder, alternativ, etwa 20 g raffinierten Zuckers und 40 ml Wasser) werden zugegeben. Der Kolben ist zu verschließen und für eine Reaktionszeit von (10 ± 2) min zu schütteln.

6.9.7 Messung der Calciumkalke

Der Stopfen wird entfernt, 4 bis 5 Tropfen der Thymolphthalein -Indikatorlösung werden zugesetzt, der Stopfen und die Gefäßwandung werden mit wenig Wasser abgespült.

Anschließend wird unter Rühren langsam Salzsäure aus einer 50 ml-Bürette zugetropft (Titriergeschwindigkeit 12 ml/min), bis sich die Lösung gerade entfärbt hat. Ohne weitere Salzsäure-Zugabe wird nun 60 s gerührt und unmittelbar anschließend bis zur Entfärbung tropfenweise (Titriergeschwindigkeit 4 ml/min) titriert. Eine eventuell nach einigen Sekunden wiederkehrende Blaufärbung der Lösung bleibt unbeachtet.

6.9.8 Messung der Kalke mit hydraulischen Eigenschaften

Die suspendierten Proben von Kalk mit hydraulischen Eigenschaften sind vor der Titration zu filtrieren. Die Suspension wird über eine Feinfilterpapier-Doppellage (durchschnittliche Porengröße etwa 2 µm, Ascheanteil < 0,01 %) filtriert. Anschließend sind der Kolben und der Filter mit Wasser auszuwaschen und das Filtrat gegen Thymolphthalein mit Salzsäure auszutitrieren.

6.9.9 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an verfügbarem Kalk, ausgedrückt als verfügbares CaO in ungelöschtem Kalk oder verfügbares Ca(OH)₂ in allen anderen Produkten und ausgedrückt als Massenanteil in Prozent, wird nach einer der folgenden Gleichungen berechnet:

$$\text{für ungelöschten Kalk: verfügbares CaO} = \frac{28,04 \cdot V \cdot 100}{1\,000 \cdot m_{13}} = \frac{2,804 \cdot V}{m_{13}} \quad (13)$$

$$\text{für alle anderen Produkte: verfügbares Ca(OH)}_2 = \frac{37,05 \cdot V \cdot 100}{1\,000 \cdot m_{14}} = \frac{3,705 \cdot V}{m_{14}} \quad (14)$$

Dabei ist

- V das Volumen der verbrauchten Salzsäure, in Milliliter;
- m_{13} die Masse der CaO-Probe, in Gramm;
- m_{14} die Masse der Ca(OH)₂-Probe, in Gramm.

7 Physikalische Prüfungen

7.1 Korngröße durch Siebung

7.1.1 Allgemeines

Das Verfahren wird zur Bestimmung der Korngrößenverteilung bei ungelöschtem Kalk nach EN 459-1 (siehe Abschnitte für Calciumkalk oder Dolomitkalk), angewendet.

7.1.2 Kurzbeschreibung

Die Prüfung besteht im Aufteilen und Trennen von Material mit Hilfe einer Serie von Sieben in unterschiedliche Kornklassen mit abnehmenden Größen. Die Öffnungsweiten und die Anzahl der Siebe sind entsprechend den Abschnitten für Calciumkalk oder Dolomitkalk auszuwählen.

Die Masse des Rückstandes der Körner auf den verschiedenen Sieben ist auf die Ausgangsmasse des Materials zu beziehen. Die kumulativ erhaltenen Anteile, die jedes Sieb passieren, sind numerisch darzustellen (siehe Anhang A).

7.1.3 Geräte

7.1.3.1 Analysensiebe, mit Weiten 10,0 mm, 5,0 mm und 2,0 mm.

7.1.3.2 Auffangschale und Deckel, für die Siebe.

7.1.3.3 Auffangpfannen oder andere Behälter, zur Aufnahme der Messprobe.

7.1.3.4 Waage, mit Fehlergrenzen von 0,01 g.

7.1.3.5 Siebmaschine, (nach Ermessen).

7.1.3.6 Probenteiler.

7.1.4 Vorbereitung der Messproben

Messproben sind nach den Angaben in 4.5 herzustellen.

7.1.5 Durchführung

Von der Baukalkprobe M_1 ist eine geeignete Menge auf 0,01 g gerundet einzuwiegen.

Die Probe ist in den Siebturm zu schütten. Der Turm besteht aus einer Anzahl von Analysensieben mit Auffangschale und Deckel, die zusammengesteckt und von oben nach unten so angeordnet sind, dass die Öffnungsweiten abnehmen.

Der Siebturm ist von Hand oder mechanisch zu schütteln, und dann sind die Analysensiebe nacheinander, mit der größten Öffnungsweite beginnend, abzunehmen und unter Verwendung einer Unterlage und einer Abdeckung von Hand einzeln nachzusieben, ohne dass Material verloren geht (zum Beispiel durch Verwendung einer Auffangschale mit Deckel).

Das Material, das durch ein einzelnes Sieb durchgeht, ist auf das nächstkleinere Sieb zu überführen, bevor der Vorgang mit diesem Sieb fortgesetzt wird.

Der Rückstand auf dem Sieb mit der größten Öffnungsweite ist zu wägen und seine Masse als R_1 zu notieren. Derselbe Vorgang ist für jedes nachfolgende Sieb durchzuführen und der Rückstand als R_2 oder R_3 zu notieren.

Der eventuell in der Auffangschale enthaltene Siebdurchgang ist zu wägen und seine Masse als P zu notieren. Diese Masse oder ein Anteil davon (m_{15}) wird durch Luftstrahlsiebung entsprechend des Verfahrens in 6.2 gesiebt.

Sollte ein Siebturm nicht zur Verfügung stehen, kann die Siebung mit einzelnen Sieben durchgeführt werden. Dabei ist jedes Sieb einzeln von Hand zu schütteln.

7.1.6 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Die verschiedenen Massen sind in ein Prüfprotokoll einzutragen. Ein Beispiel ist in Anhang A angegeben.

Die Masse des Rückstandes auf jedem Sieb R_i ist als Massenanteil in Prozent der ursprünglichen Masse M_1 nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$R_i(\%) = \frac{R_i \cdot 100}{M_1} \quad (15)$$

Dabei ist

M_1 die Masse der Messprobe, in Gramm;

R_i die Masse des Rückstandes auf dem Sieb, in Gramm.

Der Rückstand auf jedem Analysensieb, berechnet als kumulierte Werte als Massenanteil in Prozent, ist unter Einschluss des 0,09 mm-Siebes bezogen auf die ursprüngliche Probenmasse zu berechnen.

Der Durchgang durch jedes Analysensieb P_i , berechnet als kumulierte Werte als Massenanteil in %, ist unter Einschluss des 0,09 mm-Siebes bezogen auf die ursprüngliche Probenmasse zu berechnen.

$$P_i(\%) = 100 - R_i \text{ kumuliert } (\%) \quad (16)$$

7.2 Korngrößenverteilung durch Luftstrahlsiebung

7.2.1 Allgemeines

Das Verfahren ist für Partikel anwendbar, die eine Abtrennung über ein Sieb mit einer Öffnungsweite von 2,0 mm erlauben. Das Verfahren kann zur Bestimmung der Korngröße von Agglomeraten aus sehr feinen Partikeln angewendet werden. Für das Verfahren werden Siebe mit Öffnungsweiten von 0,2 mm und 0,09 mm verwendet.

Das Verfahren wird bei Kalkhydrat, bei Kalk mit hydraulischen Eigenschaften und bei ungelöschtem Kalk nach EN 459-1 angewendet.

7.2.2 Geräte

7.2.2.1 Gerät für die Luftstrahlsiebung (Siebmaschine), nach Bild 3. Das Gerät ist so einzustellen, dass ein Druckgefälle von 2 kPa bis 3 kPa entsteht.

7.2.2.2 Analysensiebe, Durchmesser 200 mm. Die Öffnungsweiten sind 0,2 mm und 0,09 mm.

ANMERKUNG Einige Geräte zur Luftstrahlsiebung erfordern gegebenenfalls den Einsatz von nicht genormten Siebrahmen und zusätzliche Dichtungen. Dies kann vorkommen, wenn Bauart und Siebboden den Anforderungen dieses Dokuments entsprechen.

7.2.2.3 Auffangpfannen oder andere Behältnisse, zur Aufnahme der Prüfmenge.

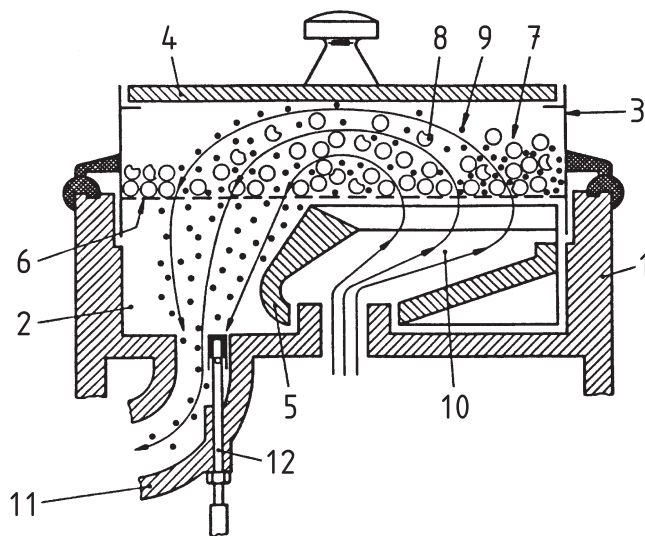
7.2.2.4 Waage, mit Fehlergrenzen von 0,01 g.

7.2.2.5 Weicher Pinsel.

7.2.2.6 Ultraschallbad, zur Reinigung der Siebböden.

7.2.2.7 Hammer, wenn das Probenmaterial leicht am Deckel des Gerätes haften bleibt. Es sollte ein Gummi- oder Kunststoffhammer benutzt werden.

7.2.2.8 Trockenschrank (wahlweise), thermostatisch gesteuert, um eine Temperatur auf $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ zu halten.



Legende

- 1 Gehäuse
- 2 Auffangpfanne
- 3 Siebrahmen
- 4 Siebdeckel
- 5 Schlitzdüse
- 6 Sieb
- 7 Probe
- 8 Überkorn
- 9 Unterkorn
- 10 Luftstrahl
- 11 Luftabzug
- 12 Druckmessgerät, mit Staubkappe

Bild 3 — Beispiel für ein Gerät zur Luftstrahlsiebung

7.2.3 Durchführung

Eine geeignete Menge des Baukalkes wird auf 0,01 g (m_{15}) genau eingewogen. Das Sieb mit der Öffnungsweite von 0,09 mm ist in das Gerät einzusetzen und die gesamte Probe auf den Siebboden zu geben. Dabei ist sicherzustellen, dass kein Probenmaterial verloren geht.

Das Gerät wird mit dem Siebdeckel verschlossen und in Betrieb gesetzt. Dabei ist sicherzustellen, dass das entstehende Vakuum den vom Hersteller angegebenen Mindestwert übersteigt und die Schlitzdüse korrekt rotiert. Das an der Unterseite des Siebdeckels haftende Probenmaterial ist mit Hilfe des Hammers durch vorsichtiges Klopfen auf die Siebdeckelmitte zu entfernen. Sollte das Probenmaterial unter dem Einfluss des Luftstroms Agglomerate bilden, ist der Siebvorgang zu unterbrechen, und die Agglomerate sind mit einem weichen Pinsel auseinanderzubrechen. Dabei ist darauf zu achten, dass keine Partikel durch das Sieb gedrückt werden.

Nach einer Siebdauer von $(5 \pm 0,2)$ min ist das Gerät auszuschalten und das Sieb vorsichtig zu entfernen. Das auf dem Sieb verbliebene Probenmaterial ist in eine Auffangschale oder ein anderes geeignetes Gefäß zu überführen und der Siebboden vorsichtig über einer Auffangschale mit einem weichen Pinsel zu reinigen. Die Masse des Siebrückstands einschließlich des vom Siebboden mit einem Pinsel entfernten Materials ist zu bestimmen und auf 1 mg gerundet anzugeben.

Das Sieb ist in die Siebmaschine einzusetzen und der Siebrückstand erneut auf den Siebboden zu geben. Das Wäge- und Siebverfahren ist bis zum Erreichen des Endpunkts fortzuführen und die durch Wägung an diesem Punkt ermittelte Masse ist auf 0,001 g genau anzugeben. Der Endpunkt ist erreicht, wenn die Masse des Siebdurchgangs in 1 min nicht mehr als 0,2 % der ursprünglichen Masse des Aufgabegutes beträgt.

Das Analysensieb mit einer Öffnungsweite von 0,20 mm ist in die Siebmaschine einzusetzen und das Wäge- und Siebverfahren bis zum Erreichen des Endpunkts der Siebung fortzuführen. Die durch Wägung an diesem Punkt ermittelte Masse ist auf 1 mg gerundet anzugeben.

7.2.4 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

Die Masse des Siebrückstands auf jedem Sieb, ausgedrückt als Massenanteil $R_{0,20}$ oder $0,09$ in Prozent, ist nach folgender Gleichung gegeben:

$$R_{0,20 \text{ or } 0,09}(\%) = \frac{R_i \cdot 100}{m_{15}} \quad (17)$$

Dabei ist

m_{15} die Masse der Trockensubstanz in der Prüfmenge, in Gramm;

R_i die Masse des Siebrückstands, in Gramm.

Wenn die Luftstrahlsiebung nach der Trockensiebung nach 7.1.5 erfolgt, dann ist die Masse des Siebrückstands auf jedem Sieb, ausgedrückt als Massenanteil $R_{0,20}$ oder $0,09$ in %, nach folgender Gleichung gegeben:

$$R_{0,20 \text{ or } 0,09}(\%) = \frac{R_i \cdot 100}{M_1} \cdot F \quad (18)$$

Dabei ist

M_1 die Probenmasse von der Trockensiebung, in Gramm;

R_i die Masse des Siebrückstands, in Gramm.

F ist der Factor P/m_{15} (siehe 7.1.5).

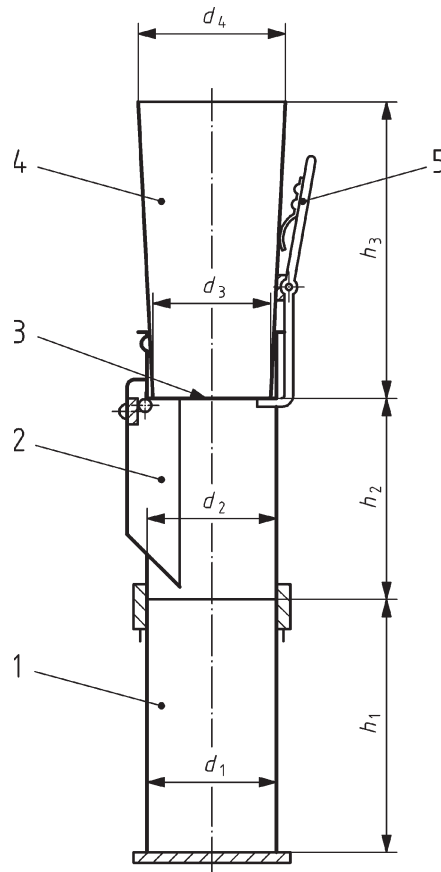
7.3 Schüttdichte

7.3.1 Gerät

Das Gerät, in dem die Schüttdichte bestimmt wird (siehe Tabelle 3 und Bild 4), besteht aus einem zylindrischen Litergefäß (1), einem Zwischenstück (2) mit Verschlusskappe (3) und einem Füllaufsatz (4) mit einem gefederten Verschlusshebel (5), der zum Festhalten und Lösen der Verschlusskappe dient. Durch Betätigen des Hebels öffnet sich die Verschlusskappe und lässt das in den Füllaufsatz eingefüllte Material in das Litergefäß fallen.

Tabelle 3 — Maße des Einlaufgerätes

Teil Nr	Benennung	Maße
1	Litergefäß	
	lichter Durchmesser lichte Höhe	$d_1: (87 \pm 1) \text{ mm}$ $h_1: \text{entsprechend einem Füllvolumen von } 1\,000 \text{ cm}^3, \text{ Fehlergrenze } \pm 5 \text{ cm}^3$
2	Zwischenstück	
	lichter Durchmesser Höhe	$d_2: (87 \pm 1) \text{ mm}$ $h_2: (135 \pm 1) \text{ mm}$
4	Füllaufsatz	
	lichter Durchmesser, unten lichter Durchmesser, oben Höhe	$d_3: (79 \pm 1) \text{ mm}$ $d_4: (99 \pm 1) \text{ mm}$ $h_3: (199 \pm 1) \text{ mm}$



Legende

- 1 Litergefäß, zylindrisch
- 2 Zwischenstück
- 3 Verschlussklappe
- 4 Füllaufsatz
- 5 Verschlusshebel

Bild 4 — Beispiel für ein Einlaufgerät

7.3.2 Durchführung

Von der Baukalkprobe ist mit einer Schaufel so viel in den Füllaufsatz des Einlaufgerätes zu schütten, dass das über dem Rande stehende Pulver unter seinem natürlichen Böschungswinkel abfällt. Durch Betätigen des Verschlusshebels am Füllsatz ist die Verschlussklappe zu öffnen. Nach einer Wartezeit von 2 min ist der entleerte Füllaufsatz abzuheben, alle überstehenden Teile des in das Gefäß eingelaufenen Kalkpulvers mit dem Lineal abzustreichen und die Masse des Gefäßinhalts zu bestimmen.

Die Prüfung ist dreimal, jeweils mit einer neuen Probe Kalkpulver, auszuführen und, falls die sich hierbei ergebenden Werte um mehr als 10 g voneinander abweichen, zweimal zu wiederholen. Das Mittel aus den drei am wenigsten voneinander abweichenden Werten gilt als die Schüttdichte des eingelaufenen Kalkpulvers. Die Schüttdichte ist in Kilogramm je Kubikdezimeter anzugeben.

7.4 Raumbeständigkeit

7.4.1 Allgemeines

Aufgrund der unterschiedlichen chemischen und physikalischen Eigenschaften von Baukalken ist es nicht möglich, mit nur einem Verfahren die Raumbeständigkeit von allen Baukalkarten zu bestimmen. Aus diesem Grund ist die Raumbeständigkeit wie folgt zu bestimmen:

- Kalkhydrat und alle Typen von Kalk mit hydraulischen Eigenschaften 7.4.2.1 (Referenzverfahren)
7.4.2.2 (Alternativverfahren)
- hydraulischer Kalk mit einem SO_3 -Anteil größer als 3 % bis zu 7 % 7.4.2.3
- Kalkhydrat, Kalkteig und Dolomitkalkhydrat mit Körnern größer als 0,2 mm 7.4.3
- Ungelöschter Kalk, Kalkteig, Dolomitkalk und Dolomitkalkhydrat 7.4.4

7.4.2 Für Kalkhydrat und alle Typen von Kalk mit hydraulischen Eigenschaften

7.4.2.1 Referenzverfahren

7.4.2.1.1 Kurzbeschreibung

Wenn die Ablöschung des Kalkes unvollständig ist, führt die Dampfhydratation von Calciumoxid (CaO) in einer in einen scheibenförmigen Prüfkörper gepressten Probe zur Ausdehnung, die durch die Änderung ihres Scheibendurchmessers gemessen wird.

7.4.2.1.2 Geräte

7.4.2.1.2.1 Form, wie in Bild 5 dargestellt. Der Kolben weist ein gefrästes Kreuz an der Ebene auf, welche die Oberfläche des Prüfkörpers bildet.

7.4.2.1.2.2 Presse, die eine Kraft von mindestens 2 kN auf den Kolben der Form aufbringen kann. Die Kraft sollte mit einer Genauigkeit von mindestens 0,5 kN eingestellt werden können. Alternativ darf der Druck, der durch den Kolben (1) der Form (Bild 5) auf den Kalkprüfkörper ausgeübt wird, direkt am Messgerät eingestellt werden.

7.4.2.1.2.3 Längenmessvorrichtung, mit Fehlergrenzen von 0,1 mm.

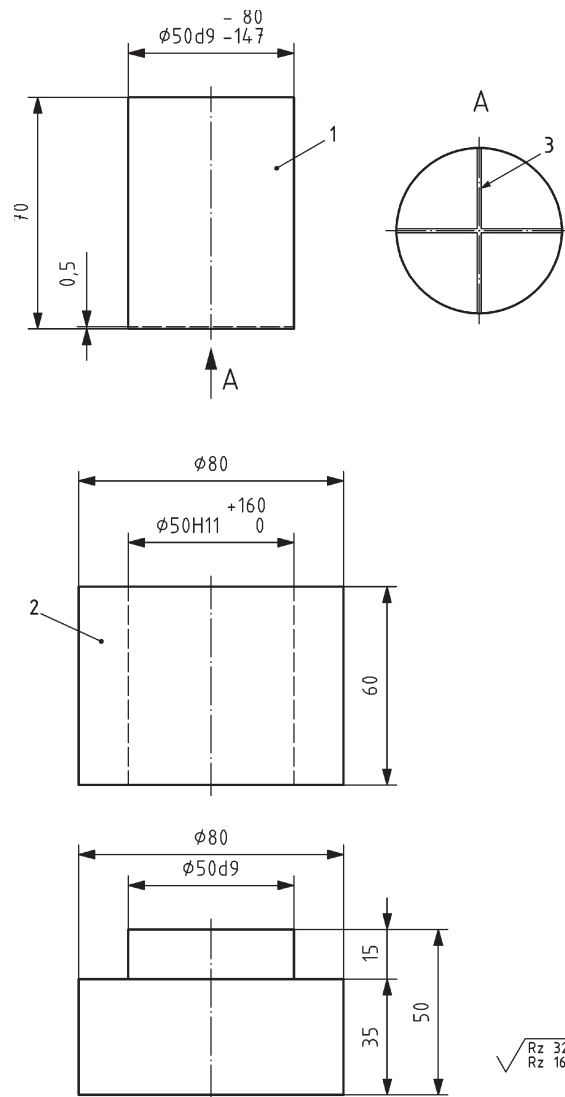
7.4.2.1.2.4 Dampfbad zur Dampfbehandlung der Prüfkörper

Der einfachste Aufbau beinhaltet einen Zylindertank, in dem sich eine Lochscheibe (z. B. nichtrostende Drahtgaze, Sieb) befindet, die es ermöglicht, dass sich die Prüfkörper etwa 50 mm über dem kochenden Wasser befindet. Der Deckel ist so auszubilden, dass kein Kondenswasser auf die Prüfkörper tropft.

7.4.2.1.2.5 Heizquelle, die das Wasser auf Siedetemperatur aufheizt, wie z. B. eine elektrische Heizplatte mit einem Regler oder einstellbarer Gasbrenner.

7.4.2.1.2.6 Waage, mit Fehlergrenzen von 1 mg.

Maße in Millimeter



Legende

- 1 Kolben
- 2 Form
- 3 0,5 gefrästes Kreuz

ANMERKUNG Toleranzen nach ISO 2768-m.

Bild 5 — Beispiel für eine Prüfkörperpresse

7.4.2.1.3 Durchführung

Es sind $(25 \pm 0,1)$ g des zu prüfenden Baukalkes einzuwiegen; dann ist genügend Wasser hinzuzufügen, so dass die Probe nach dem Entformen (üblicherweise 5 g, aber im allgemeinen weniger als 2,5 g bei Kalk mit hydraulischen Eigenschaften) gehandhabt werden kann, und es ist sorgfältig zu mischen. Sofern die Waage es ermöglicht, ist beides vorzugsweise direkt in die Prüfkörperform zu geben; ist dies nicht möglich, ist beides in einen Zwischenbehälter zu geben, und die Mischung ist im bestmöglich gemischten Zustand in die Prüfkörperform zu geben. Dann ist die Form mit eingesetztem Kolben unter die Presse zu stellen.

Es ist mit einer Kraft bis zu 2 kN zu pressen, und dieser Druck ist ungefähr 5 s aufrechtzuerhalten; dann ist zu entformen. Der hergestellte Prüfkörper weist im Allgemeinen eine Dicke von ungefähr 10 mm und einen Durchmesser von ungefähr 50 mm auf. Es sind zwei Durchmesser rechtwinklig zueinander auf ungefähr 0,1 mm zu messen, z. B. auf den Kreuzdurchmesser. Aus beiden Messwerten ist das arithmetische Mittel D_i zu berechnen. Der Prüfkörper ist in das Dampfbad zu stellen und 90 min lang dem durch das kochende Wasser erzeugten atmosphärischen Dampf auszusetzen. Dann ist der Prüfkörper zu entfernen, unter 40 °C abkühlen zu lassen, und die Durchmesser sind, wie oben angegeben, erneut zu messen. Aus den beiden Messwerten ist dann das arithmetische Mittel D_e zu berechnen.

7.4.2.1.4 Angabe der Ergebnisse

Der Wert für die Ausdehnung in Millimeter entspricht der Differenz ($D_e - D_i$).

7.4.2.2 Alternativverfahren

7.4.2.2.1 Allgemeines

Die Prüfung der Raumbeständigkeit ist nach EN 196-3 durchzuführen, mit der Ausnahme, dass bei Kalken mit hydraulischen Eigenschaften der Klasse 5 die geformten Prüfkörper ($48 \pm 0,5$) h bei einer relativen Luftfeuchte von mindestens 90 % und (20 ± 1) °C vorzulagern sind.

Die folgenden Abweichungen sind für Baukalke CL 70, CL 80, CL 90 sowie für Kalke mit hydraulischen Eigenschaften der Klassen 2 und 3,5 anzuwenden.

7.4.2.2.2 Geräte

Anstelle des Wasserbades und des Feuchtkastens, die in EN 196-3 beschrieben sind, ist ein Dampfbad zu verwenden.

7.4.2.2.3 Durchführung

Es sind drei Prüfkörper herzustellen, indem 75 g der trockenen Kalkhydratprobe mit 20 ml Wasser von Hand vorsichtig gemischt werden. Jede Form ist unmittelbar mit der vorbereiteten Mischung vollständig, jedoch locker zu füllen, und die Probe ist leicht zu stampfen, um einen Lufteinschluss zu vermeiden. Dieser Vorgang ist so lange zu wiederholen, bis die Mischung mit dem Rand der Form bündig abschließt.

Wenn dieses Verfahren nicht geeignet ist, um die Form nach EN 196-3 zu füllen, darf die Wassermenge geändert und die verwendete Menge im Prüfbericht angegeben werden.

Die Entfernung (A) zwischen den Nadelspitzen ist auf 1 mm zu messen. Die Formen sind unmittelbar in das Dampfbad zu stellen, das bereits auf hoher Stufe in Betrieb sein sollte.

Die Formen sind (180 ± 10) min dem gleichbleibenden Dampf bei atmosphärischem Druck auszusetzen. Danach sind die Formen herauszunehmen, auf Raumtemperatur abzukühlen und die Entfernung (B) zwischen den Nadelspitzen ist zu messen.

Für jeden Prüfkörper sind die Messungen A und B aufzuzeichnen und die Differenzen ($B - A$) zu berechnen.

Wenn Einzelwerte um mehr als 2 mm abweichen, ist die Prüfung zu wiederholen.

7.4.2.2.4 Angabe der Ergebnisse

Für jeden Prüfkörper sind die Messungen A und B aufzuzeichnen und die Differenzen ($B - A$) in Millimetern zu berechnen.

Wenn Einzelwerte um mehr als 2 mm abweichen, ist die Prüfung zu wiederholen.

7.4.2.3 Für hydraulische Kalke mit einem SO_3 -Anteil größer als 3 % und bis 7 % (Prüfung nach dem Kaltwasserversuch)

7.4.2.3.1 Herstellung der Prüfkörper

200 g hydraulischer Kalk werden mit etwa 45 g bis 90 g Wasser 3 min unter Kneten zu einem steifen Brei gut durchgearbeitet. Der Wasserzusatz ist richtig, wenn sich der Brei erst bei mehrmaligem Rütteln der Glasplatte langsam ausbreitet.

Aus dem Brei werden zwei Kuchen in der Weise hergestellt, dass die beiden Hälften des Breis als Klumpen auf die Mitte je einer leicht (mit Trennmittel) geölten, ebenen Glasplatte (Spiegelglas) gebracht und so lange gerüttelt werden, bis Kuchen von 50 mm bis 70 mm Durchmesser und etwa 10 mm Dicke entstehen. Die Kuchen dürfen nach dem Ausbreiten nicht mit dem Messer oder Kelle bearbeitet werden.

Die beiden Kuchen sind für die Doppelbestimmung vorgesehen.

7.4.2.3.2 Durchführung

Die beiden Kuchen werden sofort nach dem Anfertigen in einen Feuchtluft-Lagerungskasten mit einer relativen Luftfeuchte von $\geq 90\%$ gelegt und darin ungestört dem Erstarren überlassen. Etwa 24 h nach dem Herstellen werden die Kuchen vorsichtig von der Glasplatte gelöst und unter Wasser von 18°C bis 21°C gelegt. Sie sind während weiterer 27 Tage zu beobachten. Zeigen sich Verkrümmungen oder klaffende Kantenrisse, allein oder in Verbindung mit Netzfalten, so deutet dies „Treiben“ an, das heißt, der Kuchen zerklüftet unter allmählicher Lockerung des zuerst gewonnenen Zusammenhangs, was bis zum gänzlichen Zerfall führen kann (siehe Bild 8).

Die Wölbung der Bodenfläche des Kuchens darf ein Stichmaß von höchstens 2 mm haben.

Die Erscheinungen des Treibens zeigen sich an den Kuchen häufig bereits nach drei Tagen; trotzdem kann eine Beobachtung bis zu 28 Tagen erforderlich sein, um Treiben mit Sicherheit zu erkennen.

Der Kuchen darf zur Beobachtung höchstens 30 min aus dem Wasser genommen werden, da sonst leicht radiale Schwindrisse an den Rändern entstehen können (Bild 7).

7.4.3 Für Kalkhydrat, Weißkalkteig und Dolomitkalkhydrat mit Körnern größer als 0,2 mm

7.4.3.1 Kurzbeschreibung

Bei der Verwendung als Putze können große Körner von hartgebranntem ungelöschem Kalk kreisförmige Aufbrüche und Vertiefungen verursachen. Bei dieser Prüfung wird einem nichtverzögerten Stuckgips Kalkhydrat hinzugefügt und, nachdem der Gips erstarrt ist, wird er Dampf ausgesetzt. Der Dampf hydratisiert eventuell unreaktiertes Calcium- und/oder Magnesiumoxid. Dadurch wird eine Ausdehnung hervorgerufen, die zum Aufbrechen der Putzoberfläche führt.

7.4.3.2 Geräte

7.4.3.2.1 Eine große Platte aus nichtsaugendem Material, für das Mischen (eine Glasplatte mit den Maßen 500×750 mm hat sich als geeignet erwiesen).

7.4.3.2.2 Drei Formen aus einer Kupfer-Zinklegierung, Innendurchmesser 100 mm, Tiefe 5 mm, mit einer Ringdicke von mindestens 5 mm und einer Innenkonizität von ungefähr 5° , die jeweils mit einer nichtporösen Bodenplatte von ungefähr 120×120 mm versehen sind.

7.4.3.2.3 Zwei breite Spachtel.

7.2.3.2.4 Trockenschrank, einstellbar auf $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$.

7.4.3.2.5 Dampfbad, in dem die Prüfkörper für die Raumbeständigkeit Dampf bei atmosphärischem Druck ausgesetzt werden können. Der Deckel ist so auszubilden, dass kein Kondenswasser auf die Prüfkörper tropft.

7.4.3.3 Material

Stuckgips, der einen Massenanteil von mehr als 90 % Calciumsulfat-Halbhydrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$) enthält und durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 0,2 mm gesiebt werden kann.

Außerdem muss der Gips bei einer Dosierung mit 50 % seiner eigenen Masse an Wasser bei einer Temperatur von $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ eine Erstarrungszeit bei der Prüfung nach 6.6 von nicht weniger als 4 min und nicht mehr als 15 min aufweisen.

7.4.3.4 Durchführung

Bei einer Temperatur von $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ sind ungefähr 250 g der Probe auf 1 g auf die große Platte aus nichtsaugendem Stoff einzuwiegen und mit genügend Wasser mit den beiden Spachteln zu mischen, um einen Kalkteig herzustellen. Die Mischung ist zu einer dichten Masse zu häufen, zu bedecken, um Wasserverlust zu vermeiden, und (120 ± 10) min stehen zu lassen.

Die drei Ringformen und die Bodenplatten sind mit Vaseline einzufetten.

Nach 2 h ist der Kalkteig mit den Spachteln so lange zu mischen, bis eine steife plastische Masse erzielt wird. Falls erforderlich, darf etwas Wasser zugegeben werden. Der Teig ist auszubreiten, die Teigoberfläche ist mit 35 g des Stuckgipses gleichmäßig zu besprengen und mit den Spachteln (120 ± 5) s schnell zu mischen.

Der angehäuften Stoff ist in kleinen Mengen mit einem Spachtel zu drei flachen Kuchen zusammenzudrücken und in eine Ringform zu geben, die mit dem breiteren Durchmesser nach unten gerichtet auf einer nichtsaugenden Bodenplatte ruht. Es muss sichergestellt sein, dass keine Lufteinschlüsse vorliegen. Mit dem Spachtel, dessen Schneide fast senkrecht gehalten wird, ist der überschüssige Teig abzuschneiden, und dann ist der obere Rand der Form mit nicht mehr als zwölf Streichbewegungen mit der fast horizontal gehaltenen Schneide des Messers bündig abzustreichen. Die Gesamtzeit für die Fertigstellung der Kuchen darf ab Hinzufügen des Stuckgipses nicht mehr als 5 min betragen.

Die drei Kuchen müssen 1 h ruhen, um zu erstarren. Die Kuchen sind auf die Bodenplatten mit oder ohne Ringformen zu geben und mindestens 12 h in den Trockenschrank mit einer Temperatur von $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ zu stellen. (Im Allgemeinen erweist es sich als zweckmäßig, die Kuchen über Nacht zu trocknen). Die noch auf den Bodenplatten befindlichen Kuchen sind horizontal in das Dampfbad zu geben; dabei muss das Wasser im Dampfbad so heftig kochen, dass ein ständiger Dampfaustritt erfolgt. Die drei Kuchen sind bei atmosphärischem Druck (180 ± 10) min ständig dem gesättigten Dampf auszusetzen, wobei zu verhindern ist, dass Kondenswasser auf die Kuchen tropft.

Wenn ein Kuchen Schwindrisse nach dem Trocknen im Ofen bei einer Temperatur von $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ aufweist, ist er zu verwerfen, und es ist ein neuer Kuchen herzustellen. Während der(die) neue(n) Kuchen hergestellt wird, ist(sind) der(die) andere(n) Kuchen weiter zu prüfen.

Die Kuchen sind aus dem Dampfbad zu entfernen, abkühlen zu lassen und bei genügend Licht auf Aufreißen, Aufbrüche oder kreisförmige Vertiefungen zu untersuchen.

ANMERKUNG Wassertropfen können zur Bildung von sogenannten „Wasserblasen“ führen; die nicht mit Aufbrüchen oder kreisförmigen Vertiefungen zu verwechselt sind.

7.4.3.5 Prüfbericht

Im Prüfbericht ist anzugeben, ob Aufrisse, Aufbrüche oder kreisförmige Vertiefungen vorhanden oder nicht vorhanden sind.

7.4.4 Für ungelöschten Kalk, Kalkteig, Dolomitkalk und Dolomitkalkhydrat

7.4.4.1 Kurzbeschreibung

Kuchen werden hergestellt, indem Breie aus gelöschtem Kalk oder Kalkteig auf Saugplatten gebracht werden. Nach 5 min werden die Kuchen auf neuen trockenen Platten in den Wärmeschränk gestellt und nach dieser Behandlung werden sie durch Inaugenscheinnahme auf Treibrisse geprüft.

7.4.4.2 Geräte

7.4.4.2.1 Saugplatten, mit einer Größe von ungefähr (100×100) mm aus Calciumsilicathydrat, übliche Verwendung: Wärmeschutz, Dichte etwa $1,0 \text{ g/cm}^3$, Dicke etwa 25 mm, Aufsaugzeit bis 10 min.

ANMERKUNG Es können auch andere Aufsaugstoffe verwendet werden, die zu einem vergleichbaren Wasseranteil führen.

7.4.4.2.2 Wärmeschränk, eingestellt auf $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

7.4.4.3 Herstellung der Prüfkörper

7.4.4.3.1 Siebrückstand

Werden bei der Prüfung auf Kornfeinheit auf dem 0,2 mm-Drahtsiebboden (siehe 7.2) einzelne Körner festgestellt, so ist wie folgt vorzugehen:

- alle festgestellten Körner werden in der Mitte eines hergestellten Kuchens so eingebettet, dass sie vollständig bedeckt sind;
- gemahlene Körner in ungelöschten Kalken sind zuvor nach der Verarbeitungsvorschrift des Herstellers einzusumpfen und dann in die Mitte des Kuchens einzubringen;
- der Kuchen ist aus der gleichen Kalkprobe, bei der Rückstände festgestellt wurden, herzustellen.

7.4.4.3.2 Ungelöschter Kalk und Dolomitkalk

Etwa 200 g ungelöschter Kalk oder Dolomitkalk sind mit Wasser mit einer Temperatur von $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ zu Brei zu löschen und so lange einzusumpfen, wie vom Hersteller in der Verarbeitungsvorschrift gefordert wird. Erst dann sind aus diesem Brei zwei Kuchen von etwa 50 mm bis etwa 70 mm Durchmesser und in der Mitte von etwa 10 mm Dicke zu gießen.

7.4.4.3.3 Kalkteig

Bei Kalkteigen sind zwei Kuchen direkt aus den vorhandenen Teigen herzustellen.

7.4.4.3.4 Dolomitkalkhydrat

Bei der Prüfung der sofort verarbeitbaren Dolomitkalkhydrate sind etwa 100 g Kalkpulver mit Wasser mit einer Temperatur von $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ zu einem Brei so anzurühren, dass zwei Kuchen von etwa 50 mm bis etwa 70 mm Durchmesser und in der Mitte von etwa 10 mm Dicke auf je eine trockene Filterplatte (siehe 7.4.4.2) gegossen werden können.

7.4.4.4 Durchführung

Nach einer ausreichenden Liegezeit (etwa 5 min) sind die Kuchen abzunehmen, auf zwei andere trockene Saugplatten zu legen und in den Wärmeschrank einzubringen. Darin sind sie 4 h bei $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ zu lagern.

7.4.4.5 Auswertung

Die Prüfung gilt als bestanden, wenn die Kuchen nach der Behandlung nach 7.4.4.4 fest sind und keine Treibrisse zeigen. Schwindrisse sind für die Beurteilung bedeutungslos. Siehe hierzu Bild 6, Bild 7 und Bild 8.

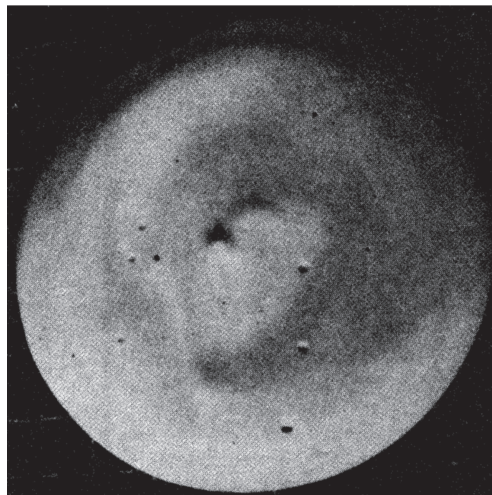


Bild 6 — „Prüfung bestanden“

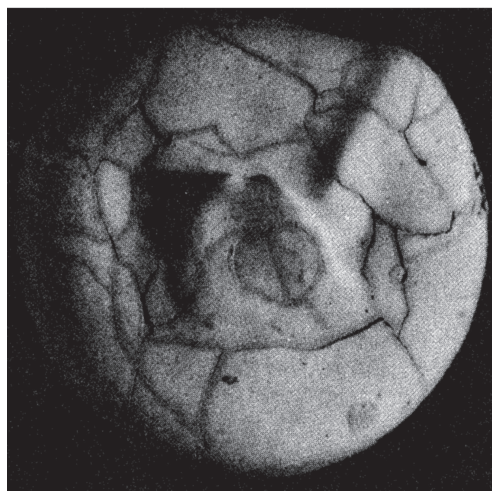


Bild 7 — Prüfkörper mit Schwindrisse („Prüfung bestanden“)