

DIN EN 933-9



ICS 91.100.15

Entwurf

Einsprüche bis 2020-10-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 933-9:2013-07

**Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen –
Teil 9: Beurteilung von Feinanteilen –
Methylenblau-Verfahren;
Deutsche und Englische Fassung prEN 933-9:2020**

Tests for geometrical properties of aggregates –
Part 9: Assessment of fines –
Methylene blue test;
German and English version prEN 933-9:2020

Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats –
Partie 9: Qualification des fines –
Essai au bleu de méthylène;
Version allemande et anglaise prEN 933-9:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-08-14 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 nmp@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 Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder 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 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 933-9:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 154 „Gesteinskörnungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-03-13 AA „Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 062/FGSV: Gesteinskörnungen; Prüfverfahren, Petrographie, Probenahme und Präzision“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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.

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 933-9:2013-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Vortrocknungstemperatur wurde für natürliche und hergestellte Gesteinskörnungen erhöht (Abschnitt 7);
- b) das Verfahren der Fleckentests wurde genauer erläutert (Abschnitt 8.3);
- c) der Inhalt des Prüfberichts wurde an die aktuellen Regeln angepasst (Abschnitt 10);
- d) die Anmerkung in Anhang D, die Empfehlungen enthält, wurde in den Haupttext (Abschnitt D.9) umgewandelt;
- e) Anpassung an die aktuellen Gestaltungsregeln.

<i>Titel de:</i>	Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 9: Beurteilung von Feinanteilen — Methylenblau-Verfahren
<i>Titel en:</i>	Tests for geometrical properties of aggregates — Part 9: Assessment of fines — Methylene blue test
<i>Titel fr:</i>	Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats — Partie 9: Qualification des fines — Essai au bleu de méthylène

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Prüfeinrichtungen	6
7 Vorbereitung der Messproben	6
8 Durchführung	7
8.1 Beschreibung des Färbeversuchs	7
8.2 Herstellung der Suspension	7
8.3 Bestimmung der Menge des adsorbierten Farbstoffs	8
9 Berechnung und Darstellung der Ergebnisse	10
10 Prüfbericht	10
10.1 Erforderliche Angaben	10
10.2 Optionale Angaben	11
Anhang A (normativ) Verfahren für die Bestimmung des Methylenblau-Werts der Korngrößenfraktion 0/0,125 mm (MB_F)	12
Anhang B (informativ) Konformitätsprüfung in Bezug auf einen festgelegten MB -Wert	13
Anhang C (normativ) Herstellung von 10 g/l Methylenblau-Lösung	14
Anhang D (normativ) Verfahren zur Bestimmung des Methylenblau-Werts von Kaolinit (MB_K)	16
Anhang E (informativ) Beispiel für ein Prüfprotokoll	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 933-9:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 154 „Gesteinskörnungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 933-9:2009+A1:2013 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- a) die Vortrocknungstemperatur für natürliche und industriell hergestellte Gesteinskörnungen wurde erhöht (Abschnitt 7);
- b) das Färbeversuchsverfahren wurde näher erläutert (8.3);
- c) der Inhalt des Prüfberichts wurde an die aktuellen Regeln (Abschnitt 10) angepasst;
- d) die Anmerkung mit Empfehlungen in Anhang D wurde in regulären Text (D.9) umgewandelt.

Dieses Dokument ist Teil einer Reihe von Normen zu Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen. Prüfverfahren für andere Eigenschaften von Gesteinskörnungen werden in den folgenden Europäischen Normen behandelt:

- EN 932 (alle Teile), *Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen*
- EN 1097 (alle Teile), *Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen*
- EN 1367 (alle Teile), *Prüfverfahren für thermische Eigenschaften und Verwitterungsbeständigkeit von Gesteinskörnungen*
- EN 1744 (alle Teile), *Prüfverfahren für chemische Eigenschaften von Gesteinskörnungen*
- EN 13179 (alle Teile), *Prüfverfahren für mineralische Füller in bitumenhaltigen Mischungen*

Die anderen Teile von EN 933 sind:

- Teil 1: *Bestimmung der Korngrößenverteilung — Siebverfahren*
- Teil 2: *Bestimmung der Korngrößenverteilung — Analysensiebe, Nennweite der Sieböffnungen*
- Teil 3: *Bestimmung der Kornform — Plattigkeitskennzahl*
- Teil 4: *Bestimmung der Kornform — Kornformkennzahl*
- Teil 5: *Bestimmung des Anteils an gebrochenen Körnern in groben Gesteinskörnungen*
- Teil 6: *Beurteilung der Oberflächeneigenschaften — Fließkoeffizienten von Gesteinskörnungen*
- Teil 7: *Bestimmung des Muschelschalengehaltes — Prozentsatz von Muschelschalen in groben Gesteinskörnungen*
- Teil 8: *Beurteilung von Feinanteilen — Sandäquivalent-Verfahren*
- Teil 10: *Beurteilung von Feinanteilen — Kornverteilung von Füller (Luftstrahlsiebung)*
- Teil 11: *Einteilung der Bestandteile in grober recycelter Gesteinskörnung*

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt das für die Erstprüfung und in Streitfällen anzuwendende Referenzverfahren für die Bestimmung des Methylenblau-Werts für die Korngrößenfraktion 0/2 mm in feinen Gesteinskörnungen oder Gesteinskörnungsgemischen (MB) fest. Ferner wird in Anhang A ein Referenzverfahren für die Bestimmung des Methylenblau-Werts für die Korngrößenfraktion 0/0,125 mm (MB_F) festgelegt. Für andere Zwecke, wie die werkseigene Produktionskontrolle, können andere Verfahren angewendet werden, sofern ein ausreichender Zusammenhang zum Referenzverfahren nachgewiesen wurde.

Im informativen Anhang B wird eine Konformitätsprüfung beschrieben, bei der eine einzelne Menge Farbstoff-Lösung äquivalent zu einem festgelegten Grenzwert zugeführt wird. Diese Prüfung kann als Teil einer werkseigenen Produktionskontrolle angewendet werden.

Anhang C legt die Herstellung von 10 g/l Methylenblau-Lösung fest. Anhang D legt das Verfahren zur Bestimmung des Methylenblau-Werts von Kaolinit (MB_K) fest. Anhang C und Anhang D sind normativ.

Ein Beispiel für ein Prüfprotokoll ist im informativen Anhang E enthalten.

WARNUNG – Die Durchführung der in diesem Teil von EN 933 beschriebenen Referenzverfahren kann gefährliche Materialien, Verfahrensschritte oder Gerätschaften (wie Staub, Lärm und Hebezeuge) umfassen. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, auf alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheits- oder Umweltgefährdungen hinzuweisen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals sowie für den Umweltschutz zu ergreifen und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten 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 932-2, *Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 2: Verfahren zum Einengen von Laboratoriumsproben*

EN 932-5, *Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 5: Allgemeine Prüfeinrichtungen und Kalibrierung*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

Teilprobe

Probe, die durch Einengen erhalten wird

3.2

Messprobe

d_0/D_0

Probe, die als Ganzes in einer einzelnen Prüfung eingesetzt wird

3.3

Feinanteil

Fraktion einer Gesteinskörnung, die durch das 0,063-mm-Sieb hindurchgeht

3.4

Kornklasse

d_i/D_i

Gesteinskörnung, die durch das größere (D_i) von zwei gewählten Analysensieben hindurchgeht und vom kleineren Sieb (d_i) zurückgehalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die untere Grenze kann null sein.

3.5

Massenkonstanz

Masse, die nach aufeinanderfolgenden Wägungen im zeitlichen Abstand von mindestens 1 h, die um nicht mehr als 0,1 % differieren, bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Häufig kann die Massenkonstanz erreicht werden, wenn eine Messprobe für eine bestimmte Zeit in einer Wärmekammer bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrocknet wurde. Prüflaboratorien können die erforderliche Zeit bis zum Erreichen der Massenkonstanz für spezifische Arten und Größen von Proben entsprechend der vorhandenen Kapazität der Wärmekammer selbst bestimmen.

4 Kurzbeschreibung

Einer wässrigen Suspension der Messprobe werden nacheinander kleine Mengen Methylenblau-Lösung hinzugefügt. Um die Anwesenheit von freiem Farbstoff nachzuweisen, wird nach jeder Zugabe der Lösung ihre Adsorption durch die Messprobe geprüft, indem auf Filtrierpapier ein Färbeversuch durchgeführt wird.

Bei Nachweis von freiem Farbstoff wird der Methylenblau-Wert (MB oder MB_F) berechnet und in Gramm adsorbiertem Farbstoff je Kilogramm der geprüften Korngrößenfraktion angegeben.

ANMERKUNG In Anhang B wird eine Konformitätsprüfung beschrieben, bei der eine einzelne Menge Farbstoff-Lösung äquivalent zu einem festgelegten Grenzwert zugeführt wird. Diese Prüfung kann als Teil einer werkseigenen Produktionskontrolle angewendet werden.

5 Reagenzien

5.1 Farbstoff-Lösung, Methylenblau-Lösung in üblicher oder technischer Qualität, $(10,0 \pm 0,1)$ g/l (siehe Anhang C). Die Lösung darf höchstens 28 Tage verwendet werden. Sie muss vor Licht geschützt aufbewahrt werden.

5.2 Destilliertes oder entmineralisiertes Wasser.

5.3 Kaolinit mit bekanntem Methylenblau-Wert (MB_K) (siehe Anhang D).

ANMERKUNG Zur Vermeidung übermäßiger Farbstoffmengen sollte Kaolinit mit einem MB_K -Wert zwischen 1 g und 2 g je 100 g Kaolinit verwendet werden.

6 Prüfeinrichtungen

Alle Prüfeinrichtungen müssen den allgemeinen Anforderungen nach EN 932-5 entsprechen.

6.1 Bürette, Volumen 100 ml oder 50 ml, mit einer 1/10-ml-Teilung oder mit einer 1/5-ml-Teilung, oder eine 5-ml-Mikropipette und eine 2-ml-Mikropipette.

6.2 Filtrierpapier, für die quantitative Analyse und aschefrei ($< 0,010\%$); 95 g/m^2 ; Dicke $0,20\text{ mm}$; Filtrierzeit 75 s ; Porengröße $8\text{ }\mu\text{m}$.

6.3 Glasstab, Länge 300 mm ; Durchmesser 8 mm .

6.4 Flügelrührwerk, dessen veränderliche Drehzahlen bis $(600 \pm 60)\text{ min}^{-1}$ geregelt werden können, mit drei oder vier Rührflügeln, Durchmesser $(75 \pm 10)\text{ mm}$.

ANMERKUNG Andere Arten von Mischapparaten dürfen verwendet werden, wenn nachgewiesen werden kann, dass die erzielten Ergebnisse mit den Ergebnissen übereinstimmen, die mit dem oben festgelegten Flügelrührwerk erreicht wurden.

6.5 Waage, ablesbar auf $0,1\%$ der zu wägenden Masse.

6.6 Stoppuhr oder Zeitgeber, ablesbar auf 1 s .

6.7 Analysensieb, Öffnungsweite 2 mm , mit Schutzsieb (falls erforderlich).

6.8 Becher, aus Glas oder Kunststoff, Volumen etwa 1 l oder etwa 2 l .

6.9 Glasflasche, Volumen 1 l .

6.10 Wärmekammer mit Luftumwälzung, thermostatisch geregelt, um eine Temperatur von $(110 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufrechtzuerhalten.

6.11 Thermometer, ablesbar auf $1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.12 Spatel.

6.13 Exsikkator.

7 Vorbereitung der Messproben

Die Laboratoriumsproben müssen nach EN 932-2 eingeengt werden, um zwei Teilproben herzustellen, von denen jede mindestens 200 g der Korngrößenfraktion $0/2\text{ mm}$ enthält. Jede Teilprobe ist auf dem 2-mm -Analysensieb zu sieben, gegebenenfalls unter Verwendung eines Schutzsiebs und eines Siebpinsels zur Abtrennung und Erfassung aller Körner in der Korngrößenfraktion $0/2\text{ mm}$. Alle Körner, die auf dem 2-mm -Sieb verbleiben, sind zu verwerfen.

Um die Siebungen zu erleichtern, dürfen die Teilproben von natürlichen sowie industriell hergestellten Gesteinskörnungen bei einer Temperatur von $(110 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ und die Teilproben von sonstigen Gesteinskörnungen bei weniger als $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ vorgetrocknet werden.

Eine der Teilproben ist zu wägen und ihre Masse M anzugeben. Die Teilprobe ist bis zur Massenkonzanz zu trocknen, erneut zu wägen und ihre Masse M' anzugeben. Der Wassergehalt dieser Teilprobe $W(\%) = 100 \times (M - M')/M'$ ist zu bestimmen und aufzuzeichnen. Dann ist diese Teilprobe zu verwerfen.

ANMERKUNG Der Wassergehalt kann auch auf andere Art als durch Trocknen in einer Wärmekammer mit Luftumwälzung bestimmt werden, z. B. Trocknung mit Mikrowellen.

Aus der zweiten Teilprobe ist, gegebenenfalls durch weiteres Einengen nach EN 932-2, eine Messprobe mit einer Masse von mindestens $[200 \times (1 + W/100)]$ g zu erhalten. Die Masse der Messprobe muss etwas größer sein als $[200 \times (1 + W/100)]$ g, wobei der exakte Wert zuvor nicht festgelegt ist. Die Messprobe ist zu wägen und ihre Masse M_0 anzugeben und die Trockenmasse M_1 der Messprobe ist nach der folgenden Gleichung auf 1 g zu bestimmen:

$$M_1 = M_0 / (1 + W/100) \quad (1)$$

8 Durchführung

8.1 Beschreibung des Färbeversuchs

Das Verfahren besteht darin, nach jeder Zugabe des Farbstoffs mit Hilfe eines Glasstabs einen Tropfen der Suspension zu entnehmen und auf das Filtrierpapier aufzubringen. Der sich bildende Fleck besteht aus einer im Allgemeinen kräftig blau gefärbten, zentral angeordneten Materialablagerung, die von einer farblosen feuchten Zone umgeben ist.

Die entnommene Tropfengröße muss so sein, dass der Durchmesser der Materialablagerung zwischen 8 mm und 12 mm beträgt.

Die Prüfung ist als positiv zu werten, wenn sich innerhalb der feuchten Zone um die zentrale Materialablagerung ein Hof aus einem beständigen hellblauen Ring von etwa 1 mm bildet.

ANMERKUNG Wenn der Endpunkt erreicht ist, wird der Hof erscheinen, kann jedoch gleich wieder verschwinden, da die Tonminerale eine gewisse Zeit benötigen, um den Farbstoff vollständig zu adsorbieren. Aus diesem Grunde muss der Endpunkt bestätigt werden, indem der Färbeversuch ohne Zugabe weiterer Farbstoff-Lösung über eine Dauer von 5 min in Abständen von 1 min wiederholt wird.

8.2 Herstellung der Suspension

In den Becher sind (500 ± 5) ml destilliertes oder entmineralisiertes Wasser zu geben. Die Messprobe ist hinzuzufügen, dabei ist mit dem Spatel gut umzurühren.

Die Farbstoff-Lösung (siehe 5.1) ist umzurühren oder sorgfältig zu mischen. Die Bürette ist mit Farbstoff-Lösung zu füllen, und der Vorrat an Farbstoff-Lösung ist ins Dunkle zu stellen.

Das Rührwerk ist auf 600 min^{-1} einzustellen; die Rührflügel sind etwa 10 mm über dem Boden des Bechers anzuordnen.

Das Rührwerk ist einzuschalten und die Stoppuhr zu starten. Der Becherinhalt ist 5 min mit $(600 \pm 60) \text{ min}^{-1}$ zu rühren, und während der weiteren Dauer dieser Bestimmung (siehe 8.3) ist mit $(400 \pm 40) \text{ min}^{-1}$ weiter zu rühren.

Wenn die in der Messprobe vorhandenen Feinanteile nicht ausreichen, um einen Hof zu bilden, sollte Kaolinit zusammen mit weiterer Farbstoff-Lösung wie folgt zugegeben werden:

In den Becher sind $(30,0 \pm 0,1)$ g Kaolinit (5.3) zu geben, das bei $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ bis zur Massenkonzanz getrocknet wurde.

In den Becher sind V' ml Farbstoff-Lösung zu geben; dabei ist $V' = 30 \text{ MB}_K$, das Volumen der Farbstoff-Lösung, die von 30 g Kaolinit adsorbiert wurde.

8.3 Bestimmung der Menge des adsorbierten Farbstoffs

Ein Filtrierpapier (6.2) ist so auf einen leeren Becher oder eine andere geeignete Unterlage zu legen, dass der Hauptteil der Papieroberfläche keinen Kontakt mit einem festen Stoff oder einer Flüssigkeit hat.

Nachdem 5 min mit $(600 \pm 60) \text{ min}^{-1}$ gerührt wurde, sind 5 ml Farbstoff-Lösung (siehe 5.1) in den Becher zu geben, und es ist mindestens eine weitere Minute mit $(400 \pm 40) \text{ min}^{-1}$ zu rühren. Auf dem Filtrierpapier ist ein Färbeversuch durchzuführen (siehe 8.1). Wenn nach Zugabe der ersten 5 ml Farbstoff-Lösung kein Hof erscheint, sind weitere 5 ml Farbstoff-Lösung zuzugeben. Es ist eine weitere Minute zu rühren, und ein weiterer Färbeversuch durchzuführen. Wenn immer noch kein Hof erscheint, ist unter Zugabe von Farbstoff weiter zu rühren, und es sind Färbeversuche durchzuführen, bis ein Hof zu beobachten ist.

Wenn dieses Stadium erreicht ist, wird weiter gerührt, und ohne weitere Zugaben von Farbstoff-Lösung sind in Abständen von jeweils 1 Minute Färbeversuche durchzuführen.

Ab diesem Punkt sind weitere 5 ml Farbstoff-Lösung hinzuzufügen, wenn der Hof während der nächsten 4 Minuten verschwindet.

Wenn der Hof während der nächsten fünften Minute verschwindet, sind nur 2 ml Farbstoff-Lösung hinzuzugeben. In jedem Fall ist mit dem Rühren und den Färbeversuchen fortzufahren, bis ein Hof 5 min bestehen bleibt, was sechs aufeinanderfolgenden Flecken entspricht, beginnend mit der Zugabe von Methylenblau (Bild 1).

Das Gesamtvolumen der Farbstoff-Lösung V_1 , das hinzugegeben wurde, um einen für 5 min beständigen Hof zu erzeugen, ist auf 1 ml anzugeben.

Die im Verfahren verwendeten Behälter sollten ausschließlich für das Methylenblau-Verfahren reserviert werden. Nach Abschluss der Prüfungen sollten die Behälter sofort gründlich mit Wasser gereinigt werden, und Spuren von Reinigungsmitteln sollten durch sorgfältiges Spülen entfernt werden.

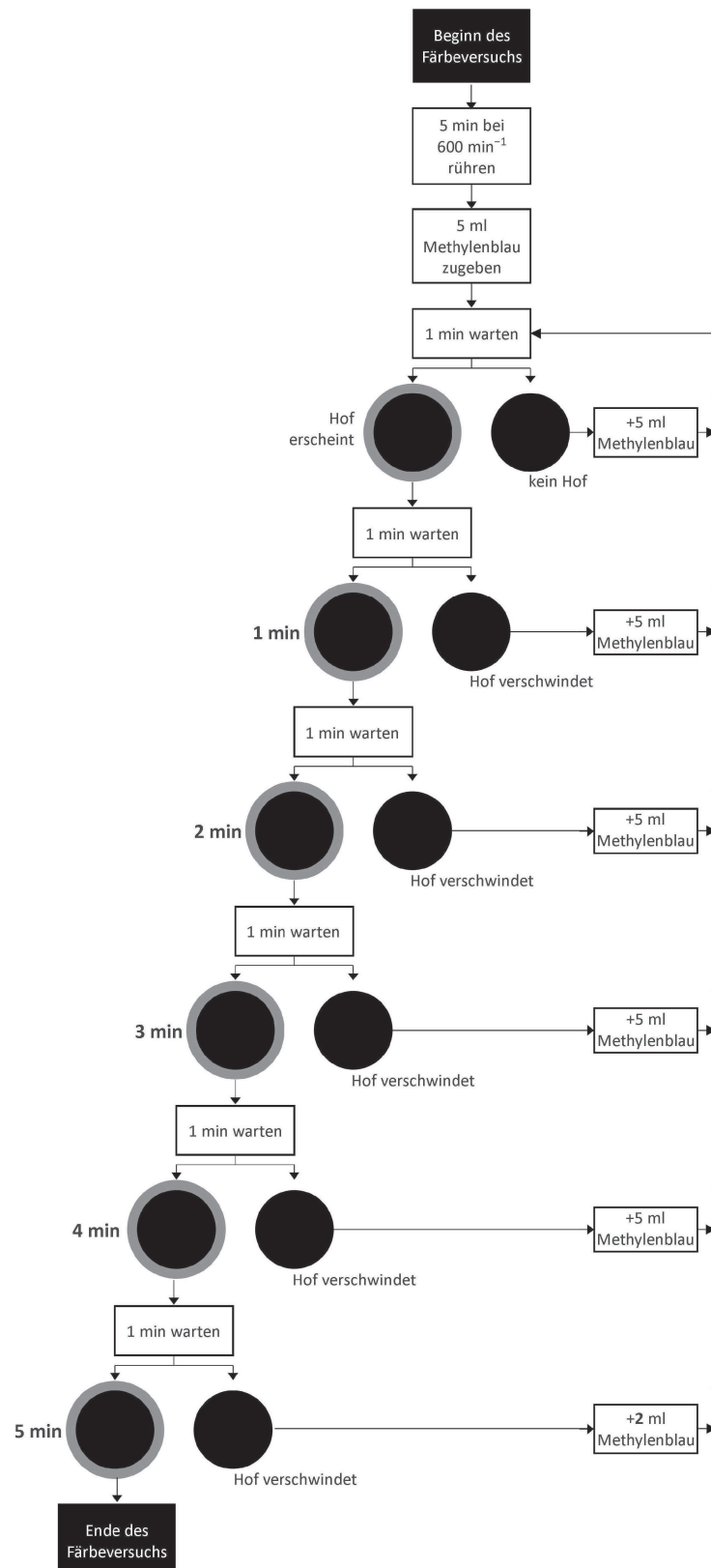


Bild 1 — Ablaufplan des Färbeversuchs