

	Prüfverfahren für Zement Teil 5: Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen Deutsche Fassung EN 196-5 : 1994	DIN EN 196-5
ICS 91.100.10	<div style="text-align: right;">Ersatz für Ausgabe 1990-03</div> <p>Deskriptoren: Baustoff, Zement, Prüfverfahren, Puzzolanität, Puzzolanzement</p> <p>Methods of testing cement — Part 5: Pozzolanicity test for pozzolanic cement; German version EN 196-5 : 1994 Méthodes d'essais des ciments — Partie 5: Essai de pouzzolanicité des ciments pouzzolaniques; Version allemande EN 196-5 : 1994</p> <p>Die Europäische Norm EN 196-5 : 1994 hat den Status einer Deutschen Norm.</p> <p>Nationales Vorwort</p> <p>Diese Europäische Norm wurde vom CEN/TC 51 "Zement und Baukalk" (Sekretariat: Belgien) ausgearbeitet. Im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. war hierfür der Arbeitsausschuß 07.13.00 "Zement" des Normenausschusses Bauwesen (NABau) zuständig.</p> <p>Hinsichtlich der Verwendung von Zement gilt die in EN 196-5 zitierte Europäische Vornorm ENV 197-1 in der Bundesrepublik Deutschland nicht. Stattdessen ist die Deutsche Norm DIN 1164-1 : 1994-10 anzuwenden.</p> <p>Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen: ISO 3534 siehe DIN 55350-14, DIN 55350-31, DIN 55350-33</p> <p>Änderungen</p> <p>Gegenüber der Ausgabe März 1990 wurden folgende Änderungen vorgenommen: — Berücksichtigung von Corrigenda, die der Angleichung der drei offiziellen Sprachfassungen der EN 196-5 dienen.</p> <p>Frühere Ausgaben</p> <p>DIN EN 196-5: 1990-03</p> <p>Nationaler Anhang NA (informativ)</p> <p>Literaturhinweise in nationalen Zusätzen</p> <p>DIN 1164-1 Zement — Teil 1: Zusammensetzung, Anforderungen DIN 55350-14 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Teil 14: Begriffe der Probenahme DIN 55350-31 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Teil 31: Begriffe der Annahmestichprobenprüfung DIN 55350-33 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Teil 33: Begriffe der statistischen Prozeßlenkung (SPC)</p> <p>weitere Normen</p> <p>DIN 1164-2 Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement — Teil 2: Überwachung (Güteüberwachung) DIN 1164-8 Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement — Teil 8: Bestimmung der Hydratationswärme mit dem Lösungskalorimeter DIN 1164-31 Portland-, Eisenportland-, Hochofen- und Traßzement — Teil 31: Bestimmung des Hüttensandanteils von Eisenportland- und Hochofenzement und des Traßanteils von Traßzement</p> <p>Internationale Patentklassifikation</p> <p>B 23 K 7/00 B 28 C 5/00 G 01 N 33/38</p> <div style="text-align: right;">Fortsetzung 5 Seiten EN</div> <p style="text-align: center;">Normenausschuß Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.</p>	

ICS 91.100.10

Ersatz für EN 196-5 : 1987

Deskriptoren: Zement, Puzzolan, Chemische Prüfung, Bestimmung des Gehalts, Calciumhydroxid, EDTE, Chemische Reagenzien, Gerät.

Deutsche Fassung

Prüfverfahren für Zement

Teil 5: Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen

Methods of testing cement — Part 5: Pozzolanicity test for pozzolanic cement

Méthodes d'essais des ciments — Partie 5: Essai de pouzzolanicité des ciments pouzzolaniques

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1994-12-12 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

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

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

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	6 Reagenzien	3
1 Anwendungsbereich	2	7 Geräte	3
2 Normative Verweisungen	2	8 Einstellen der Lösungen	4
3 Allgemeine Prüfanforderungen	2	9 Durchführung	4
4 Vorbereitung der Zementprobe	3	10 Ergebnisse	5
5 Prinzip	3		

Vorwort

Die vorliegende Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 51 "Zement und Baukalk", mit dessen Sekretariat IBN betraut ist, ausgearbeitet.

Die Normenreihe EN 196 über Prüfverfahren für Zement besteht aus folgenden Teilen:

EN 196-1	Bestimmung der Festigkeit
EN 196-2	Chemische Analyse von Zement
EN 196-3	Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit
ENV 196-4	Quantitative Bestimmung der Bestandteile
EN 196-5	Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen
EN 196-6	Bestimmung der Mahlfineinheit
EN 196-7	Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement
EN 196-21	Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement

Diese Europäische Norm ersetzt EN 196-5 : 1987.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 1995, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 1995 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt das Verfahren zur Prüfung der Puzzolanität von Puzzolanzementen, die der Europäischen Vornorm ENV 197-1*) entsprechen. Die Norm gilt nicht für Portlandpuzzolanzemente und nicht für Puzzolane.

Dieses Verfahren ist das Referenzverfahren.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

EN 196-2	Prüfverfahren für Zement — Chemische Analyse von Zement
EN 196-7	Prüfverfahren für Zement — Verfahren für die Probenahme und Probenauswahl von Zement
ENV 197-1*)	Zement — Zusammensetzung, Anforderungen und Konformitätskriterien — Teil 1: Allgemein gebräuchlicher Zement

*) Nationale Fußnote: Zur Anwendung der Vornorm siehe nationales Vorwort.

ISO 385-1 : 1984

Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements

ISO 835-1 : 1981

Laboratory glassware — Graduated pipettes — Part 1: General requirements

ISO 3534 : 1977

Statistics — Vocabulary and symbols

3 Allgemeine Prüfanforderungen

3.1 Angabe der Massen, Volumina und Faktoren

Massen sind in Gramm auf 0,0001 g, mit Büretten abgemessene Volumina in Milliliter auf 0,05 ml anzugeben. Als Faktoren eingestellter Lösungen gilt das Mittel aus drei Bestimmungen. Sie sind auf drei Dezimalen anzugeben.

3.2 Anzahl der Bestimmungen

Es sind zwei Bestimmungen durchzuführen.

3.3 Angabe der Ergebnisse

Die Ergebnisse der Bestimmungen sind in Millimol pro Liter auf 0,1 mmol/l anzugeben.

Als Ergebnis gilt das Mittel aus zwei Bestimmungen. Es ist auf eine Dezimale anzugeben.

Weichen die Ergebnisse von zwei Bestimmungen 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.

3.4 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit

Die Wiederholstandardabweichung gibt an, wie gut aufeinanderfolgende Ergebnisse übereinstimmen, die mit demselben Verfahren am gleichen Material und unter übereinstimmenden Prüfbedingungen erhalten werden (gleicher Laborant (Prüfer), dasselbe Gerät, gleiches Labor und kurze Zeitspanne¹⁾).

Die Vergleichstandardabweichung gibt an, wie gut die einzelnen Ergebnisse übereinstimmen, die mit demselben Verfahren am gleichen Material, aber unter unterschiedlichen Bedingungen erhalten werden (verschiedene Laboranten (Prüfer), unterschiedliche Geräte, verschiedene Labors und/oder verschiedene Zeiten¹⁾).

Die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung werden in Millimol je Liter angegeben.

4 Vorbereitung der Zementprobe

Es ist eine Probe entsprechend den in EN 196-7 beschriebenen Verfahren zu entnehmen. Diese Laborprobe ist wie in EN 196-2 beschrieben zu behandeln.

5 Prinzip

Zur Beurteilung der Puzzolanität vergleicht man den Calciumhydroxidgehalt, der sich in einer wässrigen Aufschlämmung des Puzzolanzements nach einer bestimmten Zeit einstellt, mit dem Calciumhydroxidgehalt einer gesättigten Lösung mit gleicher Alkalität. Die Prüfung gilt als bestanden, wenn die Konzentration an gelöstem Calciumhydroxid geringer ist als die Sättigungskonzentration. Erfahrungsgemäß stellt sich das Gleichgewicht bei 40 °C mit einer Einwaage von 20 g Zement in 100 ml Wasser nach einer Zeitspanne von 8 bzw. 15 Tagen²⁾ ein.

Zur Beurteilung der Prüfergebnisse muß daher die Löslichkeit des Calciumhydroxids in Wasser von 40 °C bei Alkalitäten von 35 mmol bis etwa 100 mmol OH⁻/l bekannt sein.

6 Reagenzien

Es sind Reagenzien "zur Analyse" sowie frisch ausgekochtes, destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

6.1 Salzsäure, konzentriert (HCl)
Etwa 12 mol/l ($\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$ bis $1,19 \text{ g/cm}^3$)

6.2 Salzsäure, verdünnt etwa 0,1 mol/l
Mit einer geeichten 50-ml-Bürette (7.8) werden 8,5 ml konzentrierte Salzsäure (6.1) in einen 1-l-Meßkolben (7.10) übergeführt, der bereits etwa 500 ml Wasser enthält; dann wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt.

6.3 Salzsäure, verdünnt 1 + 2
250 ml konzentrierte Salzsäure werden in 500 ml Wasser gegeben.

6.4 Methylorange
Dimethylaminoazobenzolsulfonsäure-(4), Natriumsalz

6.5 Methylorangeindikator
0,02 g Methylorange werden mit Wasser zu 1000 ml gelöst.

6.6 Natriumhydroxid NaOH

6.7 Natriumhydroxidlösung

100 g Natriumhydroxid werden in Wasser zu 1000 ml gelöst.

6.8 Calciumcarbonat
CaCO₃, bei 110 °C getrocknet

6.9 Kaliumchlorid
KCl, bei 110 °C getrocknet

6.10 Murexid
Purpursäure, Ammoniumsalz

6.11 Murexid-Indikator
1 g Murexid wird mit 100 g Kaliumchlorid vermahlen.

6.12 EDTE
Ethylendiamintetraessigsäure, Dinatriumsalz, Dihydrat

6.13 EDTE-Lösung, etwa 0,025 mol/l
9,306 g EDTE werden in Wasser zu 1000 ml gelöst.

6.14 Natriumcarbonat
Na₂CO₃, bei 260 °C getrocknet

7 Geräte

7.1 500-ml-Polyethylenflasche zylindrischer Form mit einem Durchmesser von etwa 70 mm, mit druckdichtem, durch Schraubverschluß gesichertem Stopfen

7.2 Weithalstrichter

7.3 Porzellan-Büchner-Trichter,
60 mm Innendurchmesser

7.4 Feinporiges Papierfilter, Porendurchmesser etwa 2 µm

7.5 250-ml-Absaugflasche

7.6 250-ml- und 400-ml-Becher

7.7 50-ml- und 100-ml-Pipetten, geeicht
(Klasse A nach ISO 835-1 : 1981)

7.8 50-ml-Bürette, geeicht
(Klasse A nach ISO 385-1 : 1984)

7.9 Temperaturkonstanter Raum oder **Schrank**
mit konstanter Temperatur von (40 ± 0,5) °C

7.10 500-ml- und 1000-ml-Meßkolben

7.11 250-ml-Erlenmeyerkolben

¹⁾ Definitionen nach ISO 3534

²⁾ 8 Tage genügen, wenn die Prüfung nach diesem Zeitraum bestanden wird (siehe 10.2).

8 Einstellen der Lösungen

8.1 Einstellen der EDTE-Lösung

Etwa 1 g Calciumcarbonat (6.8) werden auf 0,0001 g in den 250-ml-Becher (7.6) eingewogen, mit etwa 100 ml Wasser und vorsichtig mit 50 ml verdünnter Salzsäure (6.3) versetzt. Der Becher wird mit einem Uhrglas abgedeckt.

Das Gemisch wird mit einem Glasstab umgerührt. Dabei ist sicherzustellen, daß das Calciumcarbonat vollständig gelöst wird. Die Lösung wird in den 500-ml-Meßkolben (7.10) übergeführt. Becher und Uhrglas werden sorgfältig mit Wasser gewaschen. Das Waschwasser wird mit der Lösung in dem 500-ml-Meßkolben vereinigt. Danach wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt.

Von der Lösung werden 50 ml in einen 400-ml-Becher (7.6) pipettiert (7.7), mit etwa 150 ml Wasser verdünnt und mit Natriumhydroxidlösung (6.7) auf einen pH-Wert von 13 eingestellt (pH-Wert-Kontrolle mit pH-Meter oder pH-Papier).

Anschließend wird nach Zugabe von etwa 50 mg Murexid-Indikator (6.11) mit EDTE-Lösung (6.13) mit der Bürette (7.8) bis zum bleibenden Umschlag von Purpurrot nach Violett titriert. Der Faktor der EDTE-Lösung (f_1) wird aus dem Verbrauch an EDTE-Lösung nach folgender Gleichung berechnet:

$$f_1 = \frac{m_1}{100,09} \times \frac{1000}{10 \times 0,025 \times V_1} = \frac{m_1}{V_1} \times 39,96 \quad (1)$$

Dabei ist:

- f_1 der Faktor der EDTE-Lösung;
- m_1 die Einwaage an Calciumcarbonat, in Gramm;
- V_1 der Verbrauch an EDTE-Lösung bei der Titration, in Millimeter;
- 100,09 die Molmasse von Calciumcarbonat.

8.2 Einstellen der 0,1 mol/l-Salzsäure-Lösung

In den 250-ml-Erlenmeyerkolben (7.11) werden etwa 0,2 g Natriumcarbonat (6.14) eingewogen und mit 50 ml bis 75 ml Wasser gelöst. Die Lösung wird mit fünf Tropfen Methylorangeindikator (6.5) versetzt und mit 0,1 mol/l verdünnter Salzsäure (6.2) bis zum Umschlag von Gelb nach Orange titriert.

Der Faktor (f_2) der Salzsäure-Lösung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$f_2 = \frac{2 \times m_2}{105,989} \times \frac{1000}{0,1 \times V_2} = \frac{m_2}{V_2} \times 188,70 \quad (2)$$

Dabei ist:

- f_2 der Faktor der Salzsäure-Lösung;
- m_2 die Einwaage an Natriumcarbonat, in Gramm;
- V_2 der Verbrauch an verdünnter Salzsäure bei der Titration, in Milliliter;
- 105,989 die Molmasse des Natriumcarbonats.

9 Durchführung

9.1 Lagerung und Filtration

In eine Polyethylenflasche (7.1) werden 100 ml frisch ausgekochtes Wasser pipettiert (7.7). Die Polyethylenflasche wird dicht verschlossen und zum Temperatenausgleich (etwa 1 Stunde) in einen temperaturkonstanten Raum (7.9) gestellt. Nach Herausnahme der Flasche aus dem temperaturkonstanten Raum werden mit einem Weithalstrichter (7.2) ($20 \pm 0,01$) g des zu prüfenden Zements eingefüllt. Die Flasche ist unmittelbar danach luftdicht zu verschließen.

Sie ist zur Vermeidung von Klumpenbildungen 20 Sekunden stark zu schütteln. Dabei wird sie in eine kreisende, waagerechte Bewegung versetzt, um zu verhindern, daß Teile der Probe oder der Flüssigkeit nach oben geschleudert werden und sich nicht mit der Hauptmenge der Suspension vereinigen.

Die Flasche wird danach erneut in den temperaturkonstanten Raum eingesetzt. Dabei ist sicherzustellen, daß sie vollkommen waagrecht steht, so daß sich die absetzende Zementschicht in gleichmäßiger Dicke ausbilden kann. Um einen wesentlichen Temperaturabfall des Flascheninhalts zu vermeiden, sind alle Arbeiten außerhalb des temperaturkonstanten Raums so schnell wie möglich durchzuführen (in höchstens 1 Minute).

Nach 8- bzw. 15-tägiger Lagerung²⁾ im temperaturkonstanten Raum wird die Flasche entnommen und ihr Inhalt in höchstens 30 Sekunden (zur Vermeidung von Kohlenstoffdioxid-Absorption aus der Luft und wesentlichem Temperaturabfall der Lösung) durch einen Büchner-Trichter (7.3) mit einem trockenen Doppelfilter (7.4) in eine trockene Saugflasche (7.5) abgesaugt. Unmittelbar danach werden die Öffnungen der Saugflasche verschlossen und der Inhalt auf Raumtemperatur abgekühlt.

9.2 Bestimmung der Hydroxylionen-Konzentration

Das Filtrat wird durch Schütteln der Saugflasche (7.5) homogenisiert. Danach werden 50 ml der Lösung in den 250-ml-Becher (7.6) pipettiert (7.7), mit fünf Tropfen Methylorangeindikator (6.5) versetzt und mit Salzsäure (6.2) zur Bestimmung der Gesamtalkalität bis zum Farbumschlag von Gelb nach Orange titriert.

Die Hydroxylionen-Konzentration $[\text{OH}^-]$ wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$[\text{OH}^-] = \frac{1000 \times 0,1 \times V_3 \times f_2}{50} = 2 \times V_3 \times f_2 \quad (3)$$

Dabei ist:

- $[\text{OH}^-]$ die Hydroxylionen-Konzentration, in Millimol je Liter;
- V_3 der Verbrauch an 0,1 mol/l Salzsäure-Lösung bei der Titration, in Milliliter;
- f_2 der Faktor der 0,1 mol/l Salzsäure-Lösung.

9.3 Bestimmung der Calciumoxid-Konzentration

Die gleiche, nach 9.2 austitrierte Lösung wird mit 5 ml Natriumhydroxidlösung (6.7) und etwa 50 mg Murexid-Indikator (6.11) versetzt und mit EDTE-Lösung (6.13) aus der Bürette (7.8) bis zum bleibenden Farbumschlag von Purpurrot nach Violett titriert.

Der pH-Wert der Lösung muß vor und nach dem Titrieren mindestens 13 betragen; anderenfalls ist die Natriumhydroxidmenge entsprechend zu erhöhen.

Die Calciumoxid-Konzentration $[\text{CaO}]$ wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$[\text{CaO}] = \frac{1000 \times 0,025 \times V_4 \times f_1}{50} = 0,5 \times V_4 \times f_1 \quad (4)$$

Dabei ist:

- $[\text{CaO}]$ die Calciumoxid-Konzentration, in Millimol je Liter;
- V_4 der Verbrauch an EDTE-Lösung bei der Titration, in Milliliter;
- f_1 der Faktor der EDTE-Lösung.

²⁾ Siehe Seite 3

10 Ergebnisse

10.1 Darstellung

Die sich nach 9.2 und 9.3 ergebenden Mittel der Konzentrationen (siehe 3.3) an Hydroxylionen und an Calciumoxid legen einen Punkt in Bild 1 fest, der die Löslichkeit von Calciumoxid in Abhängigkeit vom Hydroxylionen-Gehalt in der Lösung bei einer Temperatur von 40°C angibt.

10.2 Auswertung der Ergebnisse

Der Zement hat die Prüfung der Puzzolanität bestanden, wenn der Punkt unter der Sättigungsisotherme für Calciumoxid in Bild 1 liegt.

10.3 Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit

Die Wiederholstandardabweichung beträgt

für die Calciumoxid-Konzentration: 0,2 mmol/l;

für die Hydroxylionen-Konzentration: 0,5 mmol/l.

Die Vergleichstandardabweichung beträgt

für die Calciumoxid-Konzentration: 0,5 mmol/l;

für die Hydroxylionen-Konzentration: 1,0 mmol/l.

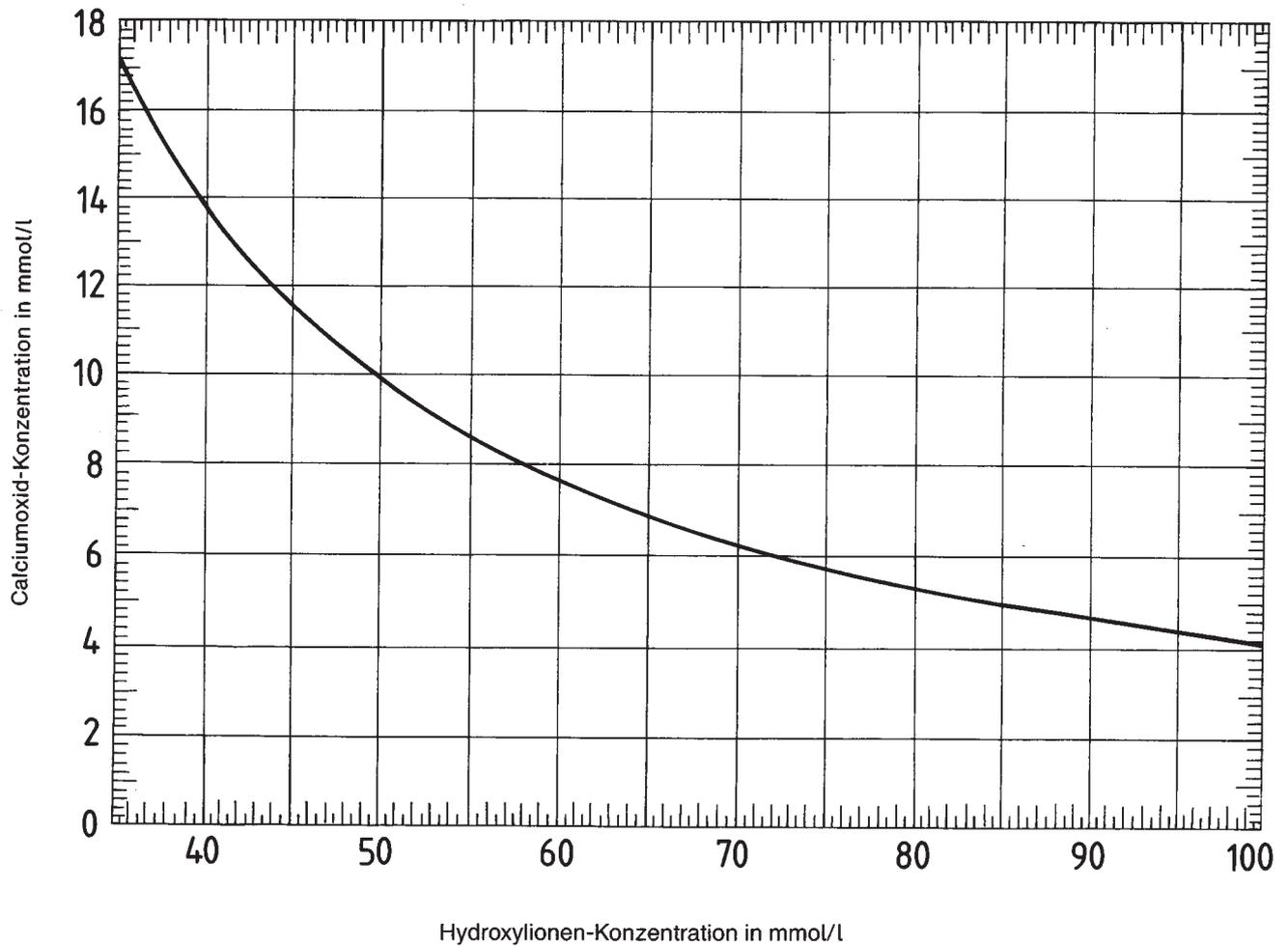


Bild 1: Diagramm zur Beurteilung der Puzzolanität