

Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpreßmörtel

PrüfverfahrenTeil 12: Bestimmung des Alkaligehalts von Zusatzstoffen
Deutsche Fassung EN 480-12 : 1997**DIN****EN 480-12**

ICS 91.100.10; 91.100.30

Deskriptoren: Prüfverfahren, Zusatzmittel, Beton, Mörtel, Einpreßmörtel

Admixtures for concrete, mortar and grout – Test methods –
Part 12: Determination of the alkali content of admixtures;
German version EN 480-12 : 1997Adjuvants pour béton, mortier et coulis – Méthodes d'essai –
Partie 12: Détermination de la teneur en alcalins dans les adjuvants;
Version allemande EN 480-12 : 1997**Die Europäische Norm EN 480-12 : 1997 hat den Status einer Deutschen Norm.****Nationales Vorwort**

Diese Europäische Norm wurde von der Arbeitsgruppe 3 "Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpreßmörtel" (Federführung: DIN) des Technischen Komitees CEN/TC 104 "Beton (Eigenschaften, Herstellung, Verarbeitung und Gütenachweis)" (Sekretariat: DIN) erarbeitet.

Der für die deutsche Mitarbeit zuständige Arbeitsausschuß im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. ist der als Spiegelausschuß zum CEN/TC 104/SC 3 "Betonzusatzmittel" eingesetzte Arbeitsausschuß 07.02.03 "Zusatzmittel" des Normenausschusses Bauwesen (NABau).

Fortsetzung 5 Seiten EN

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

ICS

Deskriptoren:

Deutsche Fassung

Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpreßmörtel

Prüfverfahren

Teil 12: Bestimmung des Alkaligehalts von Zusatzstoffen

Admixtures for concrete, mortar and grout – Test methods – Part 12: Determination of the alcali content of admixtures

Adjuvants pour béton, mortier et coulis – Méthodes d'essai – Partie 12: Détermination de la teneur en alcalins dans les adjuvants

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1997-04-03 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, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Grundlage des Verfahrens	3
4 Reagenzien	3
5 Geräte	3
6 Vorbereitung der Kalibrierkurve	4
7 Durchführung der Prüfung	4
7.1 Vorbereitung der Prüflösung	4
7.2 Messung des Natriums und Kaliums	4
7.3 Auswertung der Ergebnisse	5
8 Prüfbericht	5

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 104 "Beton (Eigenschaften, Herstellung, Verarbeitung und Gütenachweis)" erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Norm wurde vom Unterkomitee (SC 3) "Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpreßmörtel" des TC 104 vorbereitet.

Diese Norm gilt in Zusammenhang mit den Normen der Reihe EN 480 und EN 934.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 1998, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 1998 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

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

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Alkaligehalts (Natrium plus Kalium) von Zusatzmitteln für Beton, Mörtel und Einpreßmörtel nach den Normen der Reihe EN 934.

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 196-21

Prüfverfahren für Zement – Bestimmung des Chlorid-, Kohlenstoffdioxid- und Alkalianteils von Zement

EN 934-2

Zusatzmittel für Beton, Mörtel und Einpreßmörtel – Teil 2: Betonzusatzmittel, Definitionen und Anforderungen

ISO 648

Laboratory glassware – One-mark pipettes

ISO 1042

Laboratory glassware – One-mark volumetric flask

3 Grundlage des Verfahrens

Für die Messung des Natriums und Kaliums in verdünnten Salpetersäureextrakten oder -lösungen von Zusatzstoffen wird ein Atom-Absorptionsspektrophotometer verwendet. Der Extrakt wird in eine Luft-/Acetylenflamme eingesprüht, und die Absorption der Natrium- oder Kaliumstrahlung wird beim Durchströmen der Flamme gemessen. Die Absorptionsmenge ist direkt proportional zum Natrium- und Kaliumgehalt des Extrakts bei niedrigen Konzentrationen. Die Natrium- und Kaliumgehalte werden getrennt gemessen und ihre Summe wird als Molekülmasse als äquivalenter Gesamtgehalt an Na_2O (Alkali) angegeben.

Als Alternative zum Atom-Absorptionsspektrophotometer darf ein geeignetes kalibriertes Flammenphotometer für die Bestimmung des Natriums und Kaliums in den nach dieser Norm hergestellten Prüflösungen verwendet werden.

4 Reagenzien

- a) Konzentrierte Salpetersäure "zur Analyse".
- b) Destilliertes oder entionisiertes Wasser: Für die Vorbereitung der Kalibrierlösungen und der Probenextrakte ist dieselbe Wasserquelle zu verwenden.
- c) Natriumstammlösung (100 mg Na_2O je Liter): 0,188 g Natriumchlorid "zur Analyse" sind bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ zur Massenkonzanz zu trocknen, mit Wasser (siehe b)) zu versetzen und mit 1 l (siehe Abschnitt 5 b)) Wasser in einem Meßkolben zur Marke aufzufüllen.¹⁾
- d) Kaliumstammlösung (100 mg K_2O je Liter): 0,158 g Kaliumchlorid "zur Analyse" sind bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ zur Massenkonzanz zu trocknen, mit Wasser (siehe b)) zu versetzen und mit 1 l Wasser in einem Meßkolben zur Marke aufzufüllen.¹⁾
- e) Kalibrierlösung²⁾. Die geforderte Menge der Stammlösung ist, wie in Tabelle 1 angegeben, abzupipettieren und die Salpetersäure in einem Kunststoff-Meßzylinder abzumessen. Die Lösung ist in einen 1-l-Meßkolben zu geben und mit Wasser zur Marke aufzufüllen. Es ist sorgfältig zu mischen und die Lösung ist in eine saubere und trockene Kunststoffflasche mit einem wasser- und luftdichten Verschuß zu geben, wie in Abschnitt 5 e) beschrieben.

Tabelle 1: Kalibrierlösungen

Na ₂ O- und K ₂ O-Konzentration mg/l	Natriumstammlösung (siehe c)) ml	Kaliumstammlösung (siehe d)) ml	Salpetersäure (siehe a)) ml
0	0	0	10
2,5	25	25	10
5	50	50	10

5 Geräte

- a) Waage mit einem Meßbereich bis zu 200 g und einer Genauigkeit von 0,1 mg.
- b) 100-ml- und 1-l-Meßkolben der Klasse A nach ISO 1042.
- c) Kalibrierte Pipetten der Klasse A nach ISO 648.
- d) 10-ml- und 20-ml-Meßzylinder.
- e) 1-l-Kunststoffflaschen mit wasser- und luftdichtem Verschuß. Der Kunststoff muß so beschaffen sein, daß innerhalb von sechs Monaten kein Natrium oder Kalium in der 1 %igen Salpetersäure extrahiert wird.
- f) Atom-Absorptionsspektrophotometer (AAS) mit Brennern für Luft-/Acetylenflammen und einer Na/K-Kombinations-Hohlkatodenlampe mit getrennten Na- und K-Lampen.
- g) Flammphotometer (nach EN 196-21) wenn dieses nach Abschnitt 3 alternativ verwendet wird.

¹⁾ Für spektroskopische Anwendungen dürfen im Handel erhältliche Kalibrierlösungen verwendet werden.

²⁾ Die in Tabelle 1 angegebenen Volumen der Stammlösungen können ungeeignet sein, wenn im Handel erhältliche spektroskopische Lösungen verwendet werden. Außerdem können einige Atom-Absorptionsspektrophotometer einen geringeren Bereich an Na_2O - und K_2O -Konzentration für die Kalibrierung und Verwendung erfordern. In diesem Fall sind die Kalibrierlösungen entsprechend zu ändern.

6 Vorbereitung der Kalibrierkurve

AAS oder Flammphotometer sind nach den Anweisungen des Herstellers in Betrieb zu setzen. Während des Sprühens mit Wasser ist die Wellenlänge auf ungefähr 589 nm (für Na) einzustellen, um das Höchstsinal auf dem Meßfühler zu erzielen.

5,0 mg/l der Kalibrierlösung sind einzusprühen und die Höhe des Brenners und der Acetylenstrom sind so einzustellen, daß die Höchstabsorption erzielt wird. Dann ist die 0-mg-Lösung einzusprühen und die Verstärkerregelung ist auf eine Absorption von 0 % einzustellen; danach sind jeweils die anderen Kalibrierlösungen einzusprühen und für jede Lösung ist die Absorption aufzuzeichnen.

Das Verfahren ist bei einer auf 768 nm (für K) eingestellten Wellenlänge zu wiederholen.

Einige Geräte dürfen als Geräte mit direkter Ablesung der Konzentration verwendet werden. Wenn dieses Verfahren angewandt wird, sind die Anweisungen des Herstellers für die Kalibrierung zu befolgen.

7 Durchführung der Prüfung

7.1 Vorbereitung der Prüflösung

7.1.1 Flüssige Zusatzmittel

Die Proben sind sorgfältig zu mischen und ungefähr 1 ml sind in ein vorher gewogenes Wägeschiffchen zu geben. Die Masse der Zusatzmittelprobe (m_1) ist in Milligramm auf 0,1 mg anzugeben.

Die Probe ist mit 150 ml bis 250 ml Wasser (siehe Abschnitt 4 b)) in einen 1-l-Meßkolben (siehe Abschnitt 5 b)) zu füllen und es sind 10 ml Salpetersäure (siehe Abschnitt 4 a)) hinzuzufügen. Es ist mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen, und der Inhalt ist sorgfältig zu mischen.

7.1.2 Pulverförmige Zusatzmittel

Die Probe ist sorgfältig zu mischen, und es ist ungefähr 1 g einzuwiegen, wobei die Istmasse (m_1) in Milligramm auf 0,1 mg anzugeben ist. Die Probe ist dann in einen 500-ml-Glasbecher zu füllen, und es sind 150 ml bis 250 ml Wasser (siehe Abschnitt 4 b)) und 10 ml Salpetersäure (siehe Abschnitt 4 a)) hinzuzufügen. Der Inhalt ist auf einer Heizplatte bis zum Sieden zu erhitzen und dieser Zustand ist für (15 ± 5) min aufrechtzuerhalten.

Der Becher ist von der Heizplatte zu nehmen und auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen.

Ein vollständiges Lösen ist nicht erforderlich. Falls unlösliche Rückstände vorhanden sind, ist die Lösung durch ein mittelfeines Filterpapier zu geben und mit Wasser sorgfältig zu waschen, wobei Filtrat und Waschwasser im Meßkolben aufgefangen werden.

Die Probe ist in einen 1-l-Meßkolben (siehe Abschnitt 5 b)) zu füllen, und es ist mit Wasser (siehe Abschnitt 4 b)) bis zur Marke aufzufüllen. Der Inhalt ist sorgfältig zu mischen.

7.2 Messung des Natriums und Kaliums

Das AAS ist nach den Angaben des Herstellers mit eingebauter Na-/K-Lampe in Betrieb zu setzen. Während des Sprühens mit Wasser ist die Wellenlänge auf ungefähr 589 nm (für Na) einzustellen, um das Höchstsinal auf dem Meßfühler zu erzielen.

Es sind die im Kalibrierverfahren festgelegte Höhe des Brenners und Einstellungen des Brennstoffs anzuwenden. Die Verstärkerregelung ist so einzustellen, daß beim Einsprühen der 0-mg/l-Kalibrierlösung eine Absorption von 0 % erzielt wird.

Es sind eine oder mehrere Kalibrierlösungen einzusprühen, um zu bestätigen, daß die Kalibrierkurve gültig ist. Falls erforderlich, ist eine neue Kalibrierkurve zu erstellen. Die Probenlösung ist einzusprühen und die Absorption ist aufzuzeichnen. Es ist auf die Kalibrierkurve zurückzugreifen und die Konzentration der Probenlösung ist in Milligramm $\text{Na}_2\text{O}/\text{Liter}$ aufzuzeichnen.

Wenn die Absorption außerhalb des Anzeigebereichs liegt, ist ein verdünnter Extrakt herzustellen, indem 10,0 ml der Probenlösung in einen 100-ml-Meßkolben pipettiert werden und mit 0-mg/l-Kalibrierlösung bis zur Marke aufgefüllt wird, d. h. Verdünnung $D = 10$.

Es ist sorgfältig zu mischen, und das Verfahren ist zu wiederholen. Es können weitere Verdünnungen erforderlich sein. Die Masse m_2 des Na_2O ist in Milligramm auf 1 l Lösung anzugeben.

Die Wellenlänge ist auf ungefähr 768 nm (für K) einzustellen, und das oben beschriebene Verfahren ist zu wiederholen. Die Masse m_3 des K_2O ist in Milligramm auf 1 l Lösung anzugeben.

7.3 Auswertung der Ergebnisse

Der Na₂O- und K₂O-Gehalt des Zusatzmittels ist in Massenprozent nach folgenden Gleichungen zu berechnen:

$$\text{Na}_2\text{O-Gehalt} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 D \% \text{ Massenanteil} \quad (1)$$

$$\text{K}_2\text{O-Gehalt} = \frac{m_3}{m_1} \times 100 D \% \text{ Massenanteil} \quad (2)$$

Dabei ist:

m_1 die Masse der Zusatzmittelprobe, in mg;

D die verwendete Verdünnung, falls erforderlich.

Der äquivalente Alkaligesamtgehalt des Zusatzmittels ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

Äquivalenter Gesamtgehalt in Massenprozent:

$$\text{Na}_2\text{O-Gehalt} + 0,658 \text{ K}_2\text{O-Gehalt}$$

Der äquivalente Na₂O-Gehalt ist in Massenprozent auf 0,1 % anzugeben.

ANMERKUNG: Anhand von 12 Meßergebnissen von verschiedenen Laboratorien ergab sich nach Zurückweisung einer Reihe als Ausreißer ein Variationskoeffizient von 5 % des Mittelwerts der Alkaligehalte im Bereich von 1,0 % bis 3,5 % des äquivalenten Na₂O-Gehalts.

8 Prüfbericht

- a) Name oder Handelsmarke des geprüften Zusatzmittels (mit Angabe seiner Kennzeichnung);
- b) Prüfdatum;
- c) Name des Labors;
- d) Name des Prüfers;
- e) Art der Geräte;
- f) Ursprung der Probe und Probenahmedatum;
- g) Na₂O-Gehalt;
- h) K₂O-Gehalt;
- i) äquivalenter Na₂O-Gehalt.