

DIN EN 196-2:2026-03 (D)

Prüfverfahren für Zement - Teil 2: Chemische Analyse von Zement; Deutsche Fassung EN 196-2:2025

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	12
Einleitung	14
1 Anwendungsbereich.....	15
2 Normative Verweisungen	15
3 Begriffe	16
4 Allgemeine Prüfanforderungen.....	16
4.1 Anzahl der Bestimmungen	16
4.2 Wiederholpräzision und Vergleichspräzision	17
4.3 Angabe von Massen, Volumina, Faktoren und Ergebnissen	17
5 Nasschemische Analyse.....	17
5.1 Allgemeines.....	17
5.1.1 Glühverfahren	17
5.1.2 Bestimmung der Massenkonstanz.....	17
5.1.3 Nachweis der Chloridfreiheit (Prüfen mit Silbernitratlösung)	18
5.1.4 Blindwertbestimmungen.....	18
5.1.5 Herstellung einer Zementprobe für die Prüfung.....	18
5.2 Reagenzien	18
5.2.1 Allgemeines.....	18
5.2.2 Salzsäure, konzentriert (HCl).....	19
5.2.3 Salzsäure, verdünnt (1 + 1)	19
5.2.4 Salzsäure, verdünnt (1 + 2)	19
5.2.5 Salzsäure, verdünnt (1 + 3)	19
5.2.6 Salzsäure, verdünnt (1 + 9)	19
5.2.7 Salzsäure, verdünnt (1 + 11).....	19
5.2.8 Salzsäure, verdünnt (1 + 19).....	19
5.2.9 Salzsäure, verdünnt (1 + 99).....	19
5.2.10 Salzsäure, verdünnt, mit pH-Wert ($1,60 \pm 0,05$)	19
5.2.11 Flusssäure, konzentriert (>40 %) (HF).....	20
5.2.12 Flusssäure, verdünnt (1 + 3).....	20
5.2.13 Salpetersäure, konzentriert (HNO ₃).....	20
5.2.14 Salpetersäure, verdünnt (1 + 2).....	20
5.2.15 Salpetersäure, verdünnt (1 + 100)	20
5.2.16 Schwefelsäure, konzentriert (>98 %) (H ₂ SO ₄)	20
5.2.17 Schwefelsäure, verdünnt (1 + 1).....	20
5.2.18 Schwefelsäure, verdünnt (1 + 4).....	20
5.2.19 Perchlorsäure, konzentriert (HClO ₄)	20
5.2.20 Phosphorsäure, konzentriert (H ₃ PO ₄).....	20
5.2.21 Phosphorsäure, verdünnt (1 + 19)	20
5.2.22 Borsäure (H ₃ BO ₃)	20
5.2.23 Essigsäure, konzentriert (CH ₃ COOH)	20
5.2.24 Aminoessigsäure, konzentriert (NH ₂ CH ₂ COOH).....	20
5.2.25 Chrom (Cr), metallisch, pulverförmig.....	20
5.2.26 Ammoniumhydroxid, konzentriert (NH ₄ OH).....	20
5.2.27 Ammoniumhydroxid, verdünnt (1 + 1)	20
5.2.28 Ammoniumhydroxid, verdünnt (1 + 10)	20

5.2.29	Ammoniumhydroxid, verdünnt (1 + 16)	20
5.2.30	Natriumhydroxid (NaOH)	20
5.2.31	Natriumhydroxidlösung (4 mol/l).....	20
5.2.32	Natriumhydroxidlösung (2 mol/l).....	20
5.2.33	Ammoniumchlorid (NH ₄ Cl)	21
5.2.34	Zinn(II)-chlorid (SnCl ₂ ·2H ₂ O)	21
5.2.35	Kaliumiodat (KIO ₃), bei (120 ± 5) °C zur Massenkonstanz getrocknet.....	21
5.2.36	Kaliumperiodat (KIO ₄)	21
5.2.37	Natriumperoxid (Na ₂ O ₂), pulverförmig	21
5.2.38	Natriumchlorid (NaCl), bei (110 ± 5) °C zur Massenkonstanz getrocknet.....	21
5.2.39	Kaliumchlorid (KCl), bei (110 ± 5) °C zur Massenkonstanz getrocknet.....	21
5.2.40	Natriumcarbonat (Na ₂ CO ₃) bei (250 ± 10) °C zur Massenkonstanz getrocknet.....	21
5.2.41	Natriumcarbonat/Natriumchlorid-Gemisch	21
5.2.42	Bariumchloridlösung	21
5.2.43	Silbernitrat (AgNO ₃), bei (150 ± 5) °C zur Massenkonstanz getrocknet.....	21
5.2.44	Silbernitratlösung	21
5.2.45	Silbernitratlösung (0,05 mol/l)	21
5.2.46	Natriumcarbonatlösung.....	21
5.2.47	Kaliumhydroxidlösung.....	21
5.2.48	Ammoniakalische Zinksulfatlösung.....	21
5.2.49	Bleiacetatlösung	21
5.2.50	Stärke­lösung	22
5.2.51	Polyethylenoxidlösung.....	22
5.2.52	Borsäure­lösung, gesättigt.....	22
5.2.53	Zitronensäure­lösung.....	22
5.2.54	Calciumcarbonat (CaCO ₃), (Reinheit > 99,9 %) bei (200 ± 10) °C zur Massenkonstanz getrocknet.....	22
5.2.55	Ammoniummolybdat­lösung	22
5.2.56	Kupfersulfat­lösung	22
5.2.57	Ammoniumacetat­lösung.....	22
5.2.58	Triethanolamin [N(CH ₂ CH ₂ OH) ₃] (>99 %), verdünnt zu einer Lösung (1 + 4)	22
5.2.59	Reduktions­lösung	22
5.2.60	Puffer­lösung, pH-Wert 1,40	23
5.2.61	Kaliumiodat-/­iodid-­Lösung, eingestellt, etwa 0,016 6 mol/l	23
5.2.62	Natriumthiosulfat­lösung, etwa 0,1 mol/l	23
5.2.63	Mangan­lösung, eingestellt.....	24
5.2.64	Siliciumdioxid­lösung, eingestellt.....	25
5.2.65	Calciumionen-Standard­lösung, etwa 0,01 mol/l.....	27
5.2.66	EDTA-­Lösung, etwa 0,03 mol/l	27
5.2.67	Kupfer-EDTA-­Lösung	28
5.2.68	EGTA-­Lösung, etwa 0,03 mol/l.....	28
5.2.69	DCTA-­Lösung, etwa 0,01 mol/l	29
5.2.70	Murexid-Indikator	30
5.2.71	Calcein-Indikator.....	30
5.2.72	Calcon-Indikator.....	30
5.2.73	Sulfosalicylsäure-Indikator (Salicylsulfonsäure-(5), Dihydrat)	30
5.2.74	PAN-Indikator	30
5.2.75	Methylthymolblau-Indikator.....	31
5.2.76	Calcein-Methylthymolblau-Mischindikator.....	31
5.2.77	Patton-Reeders-Reagens.....	31
5.2.78	Mischindikator.....	31
5.2.79	Ammoniumthiocyanat (NH ₄ SCN)	31
5.2.80	Ammoniumthiocyanat­lösung, etwa 0,05 mol/l.....	31
5.2.81	Gesättigte wässrige Ammonium­eisen(III)-sulfat­lösung, (NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ ·12H ₂ O)	31
5.2.82	Indikator­lösung.....	31
5.2.83	Kupfer(II)-sulfat (CuSO ₄ ·5H ₂ O).....	31
5.2.84	Gesättigte wässrige Kupfersulfat(II)-­lösung (5.2.83).....	31
5.2.85	Absorptionsmittel für Schwefelwasserstoff	31

5.2.86	Absorptionsmittel für Wasser.....	31
5.2.87	Absorptionsmittel für Kohlenstoffdioxid.....	32
5.2.88	Quecksilber(II)-chlorid (HgCl ₂).....	32
5.2.89	Alkalistammlösung.....	32
5.2.90	Säurestammlösung (HCl/H ₃ PO ₄).....	32
5.2.91	Calciumstammlösung.....	32
5.2.92	Alkalistammlösung (Alternativverfahren).....	32
5.2.93	Caesiumchlorid (CsCl).....	32
5.2.94	Aluminiumnitrat (Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O).....	32
5.2.95	Pufferlösung.....	32
5.2.96	Reagens zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes.....	32
5.2.97	Tetrafluoroborsäure (HBF ₄ , Massenanteil in Prozent: ≥ 38).....	33
5.2.98	Weinsäure (C ₄ H ₆ O ₆) in Lösung, 1 %.....	33
5.2.99	Oxalsäure (C ₂ H ₂ O ₄) in Lösung, 10 %.....	33
5.2.100	Ascorbinsäure (C ₆ H ₈ O ₆) in Lösung, 2,8 %.....	33
5.2.101	Aceton (C ₃ H ₆ O).....	33
5.3	Geräte.....	33
5.3.1	Waage(n), mit einer Fehlergrenze von höchstens ±0,000 5 g.....	33
5.3.2	Tiegel.....	33
5.3.3	Tiegelunterlage(n) aus feuerfestem keramischem Material.....	33
5.3.4	Porzellanschale, mit einem Fassungsvermögen von etwa 200 ml.....	33
5.3.5	Elektroöfen/-öfen mit natürlicher Belüftung, einstellbar auf folgende Temperaturen: (500 ± 10) °C, (950 ± 25) °C und (1 175 ± 25) °C.....	33
5.3.6	Labortrockenschrank/-schränke, einstellbar auf folgende Temperaturen: (110 ± 5) °C, (120 ± 5) °C, (150 ± 5) °C, (200 ± 10) °C und (250 ± 10) °C.....	33
5.3.7	Exsikkator(en), mit getrocknetem Magnesiumperchlorat (Mg(ClO ₄) ₂) oder Silicagel. Für den Fall der Verwendung eines Silicagels mit Feuchteindikator wird ein schadstofffreier Indikator empfohlen.....	33
5.3.8	Kugelhühler.....	33
5.3.9	Gerät zur Bestimmung des Sulfidgehalts.....	33
5.3.10	Photometer, zur Messung der Extinktion einer Lösung bei etwa 525 nm, 815 nm und 810 nm.....	34
5.3.11	Photometerküvetten.....	34
5.3.12	Gerät zur Messung der Extinktion einer Lösung in einem Titrationsbecher unter Rühren bei 520 nm und 620 nm.....	34
5.3.13	Magnetrührer und Rührstab, z. B. Magnetrührstab mit einem inerten PTFE-ummantelten Stab.....	34
5.3.14	Verdampfungsgerät, einstellbar auf (105 ± 5) °C, z. B. Wasserbad oder Heizplatte.....	34
5.3.15	Sandbad oder Heizplatte, einstellbar auf etwa 400 °C.....	34
5.3.16	Aschefreie Papierfilter.....	34
5.3.17	Volumenmessgeräte aus Glas, müssen Analysengenauigkeit aufweisen, d. h. Klasse A nach EN ISO 385 und EN ISO 835.....	35
5.3.18	Gerät und Zubehör zur Bestimmung des pH-Wertes.....	35
5.3.19	Gerät zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Referenzverfahren).....	35
5.3.20	Gerät zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Alternativverfahren).....	36
5.3.21	Gerät zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes: Calcimeter nach Dietrich-Frühling (Alternativverfahren).....	37
5.3.22	Flammenphotometer, hinreichend konstant und in der Lage, die Intensität des von der Flamme ausgesendeten Lichtes bei einer bestimmten Wellenlänge mit einer Fehlergrenze von höchstens ±1 nm zu messen. Um eine Störung der Bestimmung durch Erdalkalien zu vermeiden, muss das Flammenphotometer mit einer Propan-Luft- oder Butan-Luft-Flamme mit verhältnismäßig niedriger Temperatur betrieben werden.....	38
5.3.23	Platinschale.....	38
5.3.24	Papierfilter, mittelporig, in heißem Wasser vorgewaschen.....	38
5.3.25	Rührstab, flusssäurebeständig, z. B. aus Platin.....	38
5.3.26	Oberflächenverdampfer, mit dem die Eindampfung von Proben in wässriger Lösung zur Trockne möglich ist.....	38
5.3.27	Potentiometer, mit einer Fehlergrenze von höchstens ±1 mV.....	38

5.3.28	Chloridionenselektive Elektrode, kristalline Festkörperelektrode mit Membran. Die Membran besteht aus einem festphasigen Salz eines Silbersulfids/Silberchlorids (Ag ₂ S/AgCl).....	38
5.3.29	Referenzelektrode, Silberchloridelektrode oder eine andere Referenzelektrode	38
5.3.30	Infrarotspektrometer zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes.....	39
5.3.31	Erlenmeyerkolben (PTFE), mit geringen Siliciumdioxid-Blindwerten und beständig gegenüber Kaliumhydroxidlösung.....	39
5.3.32	Membranfilter, z. B. Celluloseacetat mit einem mittleren Porendurchmesser von 0,8 µm	39
5.4	Durchführung der Analyse	39
5.4.1	Bestimmung des Glühverlustes	39
5.4.2	Bestimmung des Sulfats	40
5.4.3	Bestimmung des in Salzsäure und Natriumcarbonat unlöslichen Rückstands.....	41
5.4.4	Bestimmung von reaktivem Siliciumdioxid	42
5.4.5	Bestimmung des Sulfids	45
5.4.6	Bestimmung des Mangans.....	47
5.5	Bestimmung der Hauptbestandteile.....	48
5.5.1	Kurzbeschreibung.....	48
5.5.2	Aufschluss mit Natriumperoxid.....	49
5.5.3	Abscheiden und Bestimmen des Siliciumdioxids — Verfahren mit doppeltem Eindampfen (Referenzverfahren).....	50
5.5.4	Abscheiden und Bestimmen des Siliciumdioxids — Verfahren mit Polyethylenoxid (Alternativverfahren)	51
5.5.5	Aufschluss mit Salzsäure und Ammoniumchlorid und Fällern des Siliciumdioxids (Alternativverfahren)	52
5.5.6	Bestimmung von reinem Siliciumdioxid	53
5.5.7	Aufschließen des Abrauchrückstands.....	53
5.5.8	Bestimmung von gelöstem Siliciumdioxid.....	54
5.5.9	Bestimmung des Gesamtgehaltes an Siliciumdioxid	54
5.5.10	Bestimmung von Eisen(III)-oxid	55
5.5.11	Bestimmung von Aluminiumoxid	56
5.5.12	Bestimmung von Calciumoxid mit EGTA (Referenzverfahren).....	57
5.5.13	Bestimmung von Magnesiumoxid mit DCTA (Referenzverfahren).....	58
5.5.14	Bestimmung von Calciumoxid mit EDTA (Alternativverfahren)	59
5.5.15	Bestimmung von Magnesiumoxid mit EDTA (Alternativverfahren)	60
5.5.16	Bestimmung des Chloridanteils.....	61
5.5.17	Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Referenzverfahren)	64
5.5.18	Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Alternativverfahren)	65
5.5.19	Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Alternativverfahren)	67
5.5.20	Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Alternativverfahren)	69
5.5.21	Bestimmung des Alkalianteils (Referenzverfahren).....	71
5.5.22	Bestimmung des Alkalianteils (Alternativverfahren).....	75
6	Chemische Röntgenfluoreszenzanalyse.....	77
6.1	Reagenzien und Referenzmaterialien	77
6.1.1	Analysenreine Reagenzien.....	77
6.1.2	Referenzmaterialien	78
6.1.3	Kalibrierstandards	78
6.1.4	Bindemittel.....	78
6.2	Geräte.....	78
6.3	Aufschlussmittel	79
6.3.1	Auswahl des Aufschlussmittels.....	79
6.3.2	Feuchtegehalt von Aufschlussmitteln.....	80
6.3.3	Verhältnis Aufschlussmittel zu Probe	80
6.3.4	Antinetzmittel	81
6.4	Bestimmung des Glühverlustes und der Massenänderung beim Schmelzaufschluss des Zements	81
6.4.1	Kurzbeschreibung.....	81
6.4.2	Durchführung	81

6.4.3	Berechnung und Angabe der Ergebnisse	82
6.4.4	Wiederholpräzision und Vergleichspräzision für den Glühverlust.....	83
6.5	Faktorisierung von Prüfergebnissen und Korrektur von Gesamtanalysen für den Gehalt an Sulfiden und Halogeniden.....	83
6.5.1	Allgemeines	83
6.5.2	Faktorisierung der Prüfergebnisse von Schmelztablettenanalysen	83
6.5.3	Korrektur der Gesamt-Oxidanalyse für Sulfide und Halogenide.....	84
6.6	Herstellung von Schmelztabletten und Pulverpresslingen	86
6.6.1	Allgemeines	86
6.6.2	Umformen der Probe in Schmelztabletten.....	86
6.6.3	Gießen der Schmelztabletten	87
6.6.4	Automatische Schmelztablettenherstellung	88
6.6.5	Lagerung.....	88
6.6.6	Pulverpresslinge.....	88
6.7	Kalibrierung und Validierung	88
6.7.1	Kurzbeschreibung.....	88
6.7.2	Proben für die Kalibrierung und Validierung.....	89
6.7.3	Erst-Kalibrierung	90
6.7.4	Spektrometernachprüfung	94
6.7.5	Nachprüfung des Herstellungsverfahrens	96
6.8	Berechnung und Angabe der Ergebnisse	99
6.9	Leistungskriterien (Wiederhol-, Genauigkeits- und Vergleichsgrenzen).....	100
7	Chemische Analyse mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).....	100
7.1	Bestimmung von SO ₃ — Alternativverfahren.....	100
7.1.1	Kurzbeschreibung.....	100
7.1.2	Reagenzien und Materialien	100
7.1.3	Geräte	100
7.1.4	Durchführung	101
7.1.5	Kalibrierung.....	101
7.1.6	Probenherstellung.....	101
7.1.7	Messung.....	102
7.1.8	Prüfverfahren.....	102
7.1.9	Berechnung und Angabe der Ergebnisse.....	103
7.1.10	Wiederholpräzision und Vergleichspräzision	103
	Anhang A (informativ) Beispiele für Aufschlussmittel	104
	Anhang B (informativ) Quellen zertifizierter Referenzmaterialien.....	105
	Anhang C (informativ) Beispiele für Kalibrierstandards und Überwachungs-Schmelztabletten und -Presslinge.....	106
	Anhang D (informativ) Hinweise zur Herstellung von Kalibrierstandardlösungen	107
D.1	Stammlösungen.....	107
D.2	Blindwert-Bezugslösung.....	107
	Literaturhinweise	108

Bilder

Bild 1	— Typisches Gerät zur Bestimmung des Sulfids	34
Bild 2	— Typisches Gerät zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Referenzverfahren).....	36
Bild 3	— Typisches Gerät zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Alternativverfahren)	37

Bild 4 — Typisches Calcimeter nach Dietrich-Frühling zur Bestimmung des Gesamt-Carbonatgehaltes (Alternativverfahren).....	38
Bild 5 — Schematische Darstellung des Analysengangs für die Bestimmung der Hauptbestandteile.....	49
Bild 6 — Messung des CO ₂ -Volumens — Absorptionskurve	69
Bild 7 — Kalibrierungsvalidierung.....	93
Bild 8 — Entscheidungsschema für die Validierung von Analysen — Überprüfung des Messgeräts	95

Tabellen

Tabelle 1 — Mangankonzentration der Bezugslösungen	25
Tabelle 2 — Zusammensetzung der Ausgleichslösungen für ein Volumen von 500 ml.....	26
Tabelle 3 — Zusammensetzung der Siliciumdioxid-Bezugslösungen und ihr Siliciumdioxid-Gehalt.....	26
Tabelle 4 — Bezugslösungen für lösliches Siliciumdioxid	44
Tabelle 5 — Wasserdampfdruck PH ₂ O (mmHg) nach Temperatur	69
Tabelle 6 — Volumina der Lösungen für die Herstellung von Bezugslösungen sowie der Konzentrationen an Natriumoxid und Kaliumoxid.....	72
Tabelle 7 — Mengen der Stammlösung, die den Messkolben zuzusetzen sind	75
Tabelle 8 — Alkaligehalt der Stammlösungen in den Messkolben.....	75
Tabelle 9 — Wiederholgrenzen für die Validierung von Analysen	97
Tabelle 10 — Genauigkeitsgrenzen für die Validierung.....	98
Tabelle 11 — Anhand zertifizierter Referenzmaterialien erreichte Vergleichsgrenzen.....	98
Tabelle 12 — Empfohlene Wellenlängen	101
Tabelle C.1 — Kalibrierstandards für die Kalibrierung der Analyse von CEM-I-Zementen	106
Tabelle C.2 — Zusammensetzung der Kalibrierstandards nach Tabelle C.1.....	106
Tabelle D.1 — Beispiele für die Herstellung der Kalibrierstandardlösung.....	107