

Beurteilung des Gehaltes an Feinanteilen

nach EN 933-9 Methylenblau-Verfahren

Dieser Testsatz dient zur Beurteilung des Gehaltes an Feinanteilen bzw. zur Beurteilung der Qualität der Feinanteile im Methylenblau-Verfahren. Die Vorschriften und Angaben der EN 933-9 sind zu beachten. Im Zweifelsfall gilt die Norm.

Prinzip

Einer wässrigen Suspension der Messprobe werden nacheinander kleine Mengen definierter Methylenblau-Lösung hinzugefügt. Der Methylenblau-Farbstoff wird von der Oberfläche der Gesteinskörnungen adsorbiert. Um die Anwesenheit freien Farbstoffes nachzuweisen, wird nach jeder Zugabe der Methylenblaulösung die Adsorption durch die Messprobe geprüft, indem auf normgerechtem Filterpapier eine Färbeprobe durchgeführt wird.

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

Reagenzien

Die Reagenzien sind bei +15 ... 25 °C in original verschlossenem Zustand haltbar bis zum Ende des aufgedruckten Verfallsdatums.

Nach Öffnen kontaminationsfrei halten und dunkel lagern. Die geöffnete Methylenblau-Lösung ist so mindestens 28 Tage haltbar.

Gefahren und Sicherheit

Beachten Sie die notwendigen Vorsichtsmaßnahmen im Gebrauch von Laborreagenzien. Der Umgang sollte durch sachkundiges Personal erfolgen. Nationale und interne Labor-Richtlinien für Arbeitssicherheit sind zu befolgen. Tragen Sie geeignete Schutzkleidung und Einmalhandschuhe während der Arbeit.



Für weitere und allgemeine Sicherheitshinweise beachten Sie bitte auch die Angaben auf dem Etikett und das entsprechende Sicherheitsdatenblatt (SDB/SDS).

Die Sicherheitseinstufungen wurden nach den gesetzlichen Richtlinien vorgenommen. Bei Differenzen in der Kennzeichnung oder den Sicherheitsangaben zwischen Etikett und SDS gelten die Angaben des SDS.

Download über QR-Code oder Link:
www.sds-id.com/150029-6

Inhalt / wirksame Bestandteile

| | | |
|-------------|----|---|
| 070012-0500 | R1 | 1x 500ml Methylenblaulösung nach EN 933-9 10 g/l Methylenblau wasserfrei, Aqua z.A., mit Stabilisierungsmittel für mind. 12 Monate Haltbarkeit. |
| 070012-1025 | R1 | 1x 2.5l Methylenblaulösung nach EN 933-9 10 g/l Methylenblau wasserfrei, Stabilisierungsmittel, Aqua z.A., mit Stabilisierungsmittel für mind. 12 Monate Haltbarkeit. |
| 070003-0030 | R2 | 2x 30 g Kaolinit (wasserfrei), mit definiertem MB_K -Wert (siehe Etikett). |
| 070004-0020 | | 20 St. Filterpapier-Testfeldstreifen nach EN 933-9 mit je 20 Testfeldern |
| 070005-0001 | | Halter für Filterpapier-Testfeldstreifen |
| 070006-0025 | | 25 Blatt Prüfprotokoll (Messprotokoll) Kostenlos als Download |

Zusätzlich werden benötigt

| | |
|-------------|---|
| 005100-1010 | Aqua z. A. (zur Herstellung der Sand-/Kaolinit-Suspensionen) |
| HE2850/308 | Glasstab nach EN 933-9 Flügelrührwerk mit Drehzahlanzeige mit Ständer Dispenser oder Bürette (zur genauen Zugabe der Methylenblaulösung) Stoppuhr (analog, durchlaufend, kein Countdown) Becherglas 1 Liter (mehrere empfohlen) |

Zur Reinigung der Gerätschaften

| | |
|-------------|--|
| 002544-1025 | Biorex M/AHD (alkalisches Reinigungsmittel, flüssig) mit Bleichmittel für Methylenblau. |
| 066011-1025 | Ethanol denat. (zur Entfernung von Methylenblau-Flecken) |
| 004201-1010 | Salzsäure-Alkohol (zur Entfernung hartnäckiger Methylenblau-Flecken auf säure- und lösungsmittelresistenten Oberflächen) |

Für das Zubehör beachten Sie bitte auch die detaillierten Angaben unter Hinweise/Bestellinformation, sowie in unseren Preislisten.

Reagenzvorbereitung

R1: gebrauchsfertig, vor Verwendung Flasche mischen.

R2: gebrauchsfertig

Achtung! Definiert eingewogene Menge - keine Teilentnahme zulässig. Öffnen der Flasche erst unmittelbar vor Gebrauch!

Hinweise

Nur vorher gründlich gereinigte Arbeitsmittel verwenden. Vorsichtsmaßnahmen beachten.

Probenmaterial und Vorbereitung der Messproben

Die Laboratoriumsproben müssen nach prEN 932-6 eingeeignet werden, um eine Teilprobe herzustellen, die mindestens 200 g der Kornklasse 0/2 (0/0,125) mm enthält.

Die Teilprobe ist bei 110 ± 5 °C bis zur Massenkonstanz zu trocknen, dann lässt man sie abkühlen.

Die trockene Teilprobe ist auf dem 2 mm - Sieb (0,125 mm - Sieb) zu sieben, gegebenenfalls unter Verwendung eines Schutzsiebes und eines Siebpinsels zur Abtrennung und Erfassung aller Körner in der Kornklasse 0/2 (0/0,125) mm.

Alle Körner, die auf dem 2 mm - Sieb (0,125 mm - Sieb) verbleiben, sind zu verwerfen. Wenn erforderlich, ist die Kornklasse, die durch das 2 mm - Sieb (0,125 mm - Sieb) hindurchgeht, nach prEN 932-2 einzuengen, um die Messprobe von mindestens 200 g Masse zu erhalten. Die Masse der Messprobe muss größer als 200 g sein, ohne einem vorher festgelegten Wert zu entsprechen.

Die Messprobe ist zu wägen und ihre Masse M_f auf 1,0 g genau anzugeben.



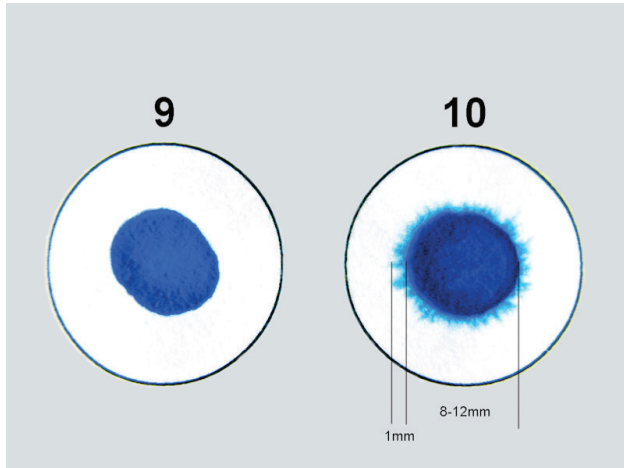
Durchführung

Beschreibung des Färbeversuchs

Das Verfahren besteht darin, dass nach jeder Zugabe der Methylenblaulösung zur Suspension mit Hilfe des Glasstabes ein Tropfen der Suspension entnommen und in ein Testfeld auf dem Filterpapier-Testfeldstreifen aufgebracht wird. Die Tropfengröße muss so gewählt sein, dass der Durchmesser der Materialablagerung innerhalb der nummerierten Auftragezone (Ring) zwischen 8 mm und 12 mm beträgt.

Der sich bildende Fleck besteht aus einer im allgemeinen kräftig blau gefärbten, zentral angeordneten Materialablagerung, die von einer farblosen feuchten Zone umgeben ist (negative Probe).

Die Prüfung ist als positiv zu bewerten, wenn sich innerhalb der feuchten Zone, direkt um die zentrale Materialablagerung ein Saum aus einem beständigen, kräftig hellblauen Ring von etwa 1 mm bildet (siehe Bild).



negativ
positiv
(Farbige Abbildung mit Vergrößerung unter www.biorapid.de)

Wenn der Endpunkt erreicht ist, wird der Saum erscheinen, er kann jedoch wieder verschwinden, da die Tonminerale eine gewisse Zeit benötigen, um den Farbstoff zu adsorbieren. Aus diesem Grunde muss der Endpunkt bestätigt werden, indem der Färbeversuch ohne Zugabe weiterer Farbstofflösung 5 min in Abständen von einer Minute wiederholt wird.

Herstellung der Suspension

1. In einen Becher sind 500 ± 5 ml destilliertes oder entmineralisiertes Wasser (Aqua z. A. REF: 005100-1010) zu geben.
2. Die getrocknete Messprobe zuzufügen, dabei mit einem Spatel gut umrühren.
3. Die gebrauchsfertige, gemischte Methylenblau-Lösung in die Bürette füllen bzw. Dispenser auf die Flasche schrauben. Der Vorrat an Farbstofflösung ist bei Benutzung einer Bürette wieder gut zu verschließen und dunkel zu lagern. Bei Verwendung des Dispensers kann die Flasche mit aufgesetztem Dispenser dunkel bis zum Verfallsdatum gelagert werden. Vor Benutzung sind die ersten 5 ml zu verwerfen.
4. Der Rührflügel ist so zu montieren, dass die Rührflügel 10 mm Abstand zum Boden des Becherglases haben.
5. Rührwerk einschalten, Drehzahl auf 600 min^{-1} einstellen und Stoppuhr starten.
6. Becherinhalt 5min mit $(600 \pm 60) \text{ min}^{-1}$ rühren.
7. Für die nachfolgende Zeit der Prüfung kontinuierlich mit $(400 \pm 40) \text{ min}^{-1}$ rühren.
8. Wenn die in der Messprobe vorhandenen Feinanteile nicht ausreichen, um den Hof zu bilden, sollte Kaolinit zusammen mit Farbstofflösung wie folgt zugegeben werden:
In das Becherglas ist der komplette Inhalt einer Flasche R2 hinzuzufügen. Zusätzlich werden V' ml Methylenblau-Lösung zugegeben ($V' = 30 \times \text{MBK}'$; der MBK' - Wert ist auf der Flasche angegeben).

Bestimmung der Menge des adsorbierten Farbstoffs

1. Ein Filterpapier-Testfeldstreifen ist so in den dafür vorgesehenen Filterpapier-Halter einzulegen, dass der Testfeldbereich keinen Kontakt zum Untergrund hat, d. h. über den Aussparungen des Filterpapier-Halters liegt.
2. Nachdem 5 min mit $600 \pm 60 \text{ min}^{-1}$ gerührt wurde, ist die Drehzahl auf $400 \pm 40 \text{ min}^{-1}$ einzustellen, genau 5 ml Methylenblau-Lösung in den Becher zu geben und eine weitere Minute zu rühren.
3. Auf den Testfeldern des Filterpapier-Streifens ist ein Färbeversuch wie oben beschrieben durchzuführen.
4. Wenn kein Saum erscheint, sind weitere 5 ml Farbstofflösung zuzugeben, eine Minute zu rühren und ein weiterer Färbeversuch durchzuführen.
5. In dieser Weise (Punkt 4) ist weiter zu verfahren, bis ein hellblauer Farbsaum erscheint.
6. Erscheint der Farbsaum, ist ohne weitere Zugabe von Farbstofflösung weiterzurühren, und in Abständen von jeweils einer Minute Färbeversuche durchzuführen.
9. Wenn der Farbsaum während der ersten vier Minuten verschwindet, sind weitere 5 ml Farbstoff-Lösung hinzuzufügen.
10. Wenn der Farbsaum während der fünften Minute verschwindet, sind nur 2 ml Farbstoff-Lösung hinzuzugeben. In jedem Fall ist mit dem Rühren und den Färbeversuchen fortzufahren, bis ein Farbsaum 5 min. bestehen bleibt.
11. Das Gesamtvolumen der Methylenblau-Lösung V_1 , das hinzugegeben wurde, um einen Farbsaum zu erzeugen, der 5 min beständig ist, ist auf 1 ml genau anzugeben.

Berechnung und Darstellung der Ergebnisse:

Der Methylenblau-Wert (MB) wird in Gramm Farbstoff je Kilogramm der Kornklassen 0/2 (0/0,125) mm auf 0,1 g angegeben. Er ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$MB = \frac{V_1}{M_1} \times 10 \quad *1)$$

Falls die Prüfung unter Zugabe von Kaolinit durchgeführt wurde, so wird die oben angegebene Gleichung zu:

$$MB = \frac{V_1 - V'}{M_1} \times 10 \quad *1)$$

Dabei ist:

M_1 Masse der Messprobe in Gramm [g],

V_1 Gesamtvolumen der zugegebenen Farbstofflösung in Milliliter [ml].

V' das Volumen der vom Kaolinit adsorbierten Farbstofflösung in Milliliter [ml].

$$V' = \text{MB}_K \times 30$$

Der MB_K - Wert ist auf der Packung Kaolinit angegeben.

Anmerkungen

*1) Der Faktor 10 der vorstehenden Gleichungen dient der Umrechnung des Volumens der Farbstofflösung, bezogen auf die Masse Farbstoff, die je Kilogramm der geprüften Kornklasse adsorbiert wurde.

*2) Der Prüfbericht ist wie in EN 933-9 unter Punkt 10 (Prüfbericht) oder auf dem der Packung beiliegenden Prüfprotokoll zu dokumentieren.

Ermittlung des Methylenblauwertes von Kaolinit

Die Bestimmung entfällt, da der MB_K - Wert des Kaolinit R2 bereits ermittelt wurde und auf dem Etikett für jede Charge (LOT) spezifisch angegeben ist.

Wichtig: Um die Konstanz der Ergebnisse zu überprüfen, sollte in regelmäßigen Intervallen eine Prüfung mit Kaolinit durchgeführt werden, dessen MB_K - Wert bekannt ist!

Hinweise

Reinigung

Nach Abschluss der Prüfungen sollten die Materialien gründlich gereinigt werden. Rückstände von Reinigungsmitteln können die Messergebnisse verfälschen, daher sorgfältig mit Leitungswasser und anschließend mit destilliertem Wasser nachspülen. Es wird empfohlen spezielle Behälter und Materialien ausschließlich für das Methylenblau-Verfahren zu reservieren. Leider lassen sich Methylenblau-Flecken nicht immer restlos entfernen, besonders schlecht von Kunststoffen und Naturprodukten. Entsprechend sollten Sie Ihren Arbeitsbereich und Ihre Kleidung schützen.

Dispenser

Erst mit handwarmem Leitungswasser ausreichend spülen, danach mit denaturiertem Ethanol durchpumpen bis Lösung klar. Beachten Sie auch die Gebrauchsanleitung des Dispensers.

Bechergläser, Glasstäbe und andere Glasgeräte

Reinigung mit Biorex M/AHD-Lösung ggf. mit Salzsäure-Alkohol (nicht gleichzeitig verwenden), danach mit Leitungswasser und dest. Wasser spülen.

Edelstahl-Rührer

Reinigung mit Biorex M/AHD-Lösung und/oder mit Ethanol denat., danach mit Leitungswasser und dest. Wasser spülen. Keinen Salzsäure-Alkohol verwenden.

Filterpapierstreifen-Halter

Abwischen mit einem mit Ethanol getränkten Einmal-Wischtuch.

Bestellinformation

Weitere Produkte, Informationen und Preise zur Steine-Erden-Beton -Analytik finden Sie auf unseren Internet-Seiten www.biorapid.de.

| | |
|--------------|---|
| 070012-0500 | Methylenblaulösung 10 g/l, nach EN 933-9, 500ml stabilisiert |
| 070003-0030 | Kaolinit (wasserfrei), 30 g, mit definiertem MB_K -Wert (siehe Etikett). |
| 070004-0020 | Filterpapier-Testfeldstreifen nach EN 933-9, 20 Blatt |
| 070006-0025 | Prüfprotokolle, 25 Blatt. Kostenlos als Download. |
| 070005-0001 | Halter für Filterpapier-Testfeldstreifen |
| 005100-1100 | Aqua z.A., 10 Liter bioCube (Analytisch reines Wasser zur Herstellung der Sand-/Kaolinit-Suspensionen) |
| 099909-0001 | bioCube Abfüllhahn für 5, 10 und 20 l bioCubes (mehrfach verwendbar) |
| HE2850/308 | Glasstab nach EN 933-9 (VE = 10 Stück) |
| *** | Flügelrührwerk mit digitaler Drehzahlanzeige |
| *** | Propeller-Rührer, Edelstahl; Ø = 70mm, L = 400mm |
| *** | Stativ für Flügelrührwerk |
| *** | Stativ-Schraubklemme (Doppelmuffe) |
| HE173/5 | Dispenser 0,5...5,0ml (0,02ml) digital, inkl. Flaschenadapter (zur genauen Zugabe der Farblösung) |
| HE183/5 | Dispenser 0,5...5,0ml (0,1ml) analog, inkl. Flaschenadapter (zur genauen Zugabe der Farblösung) |
| HE1979 | Stoppuhr analog, groß (Tischstoppuhr) |
| HE11930/1000 | Becherglas 1 Liter (VE = 10 Stück) |
| 002544-1025 | Biorex M/AHD, 3,0kg = 2,5l (alkalisches Reinigungsmittel, detergenzhaltig, flüssig) |
| 066011-1025 | Ethanol denat., 2,5l (zur Entfernung von Methylenblau-Flecken) |
| 004201-1010 | Salzsäure-Alkohol, 1,0l (zur Entfernung hartnäckiger Methylenblau-Flecken auf säure- und lösungsmittelresistenten Oberflächen) |

Literatur

- [1] EN 933-9:1998 Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 9: Beurteilung von Feinanteilen - Methylenblau-Verfahren.
- [2] prEN 932-6:1998 Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 2: Verfahren zum Einengen von Laboratoriumsproben.