

Rapport frå arbeidet i CEN/TC164/WG9/TG5 – Ca- og Mg-salt og CO₂ til handsaming av drikkevatt

Av Karl-Jan Erstad, Rådgivande Agronomar AS,
Köln 2022-12-08 (hybridmøte)

Introduksjon

Reiser og fysiske møte har normalisert seg etter pandemien, og dei fleste ekspertane, unntatt éin, møtte opp fysisk i Köln. Som sist var Den tyske kalkforeininga den 8. desember vertskap for det 37. møtet i Oppdragsgruppe 5 (Ca- og Mg-salt, inkl. CO₂). Denne er under Arbeidsgruppe 9 i CEN sin tekniske komité 164 for handsaming av drikkevatt.

Sekretær og leiar Dr. Hans-Michael Schiffner (D) ønskte velkommen. Det møtte 6 ekspertar, og desse representerte Tyskland, Belgia/Frankrike, Storbritannia og Noreg. Ny delegat var Mr. Harald Scheel frå Omya GmbH i Köln. Under-teikna møtte for Noreg.

Fråverande på dette møtet var Dr. Jörg Söte-mann, Omya International AG (CH) og Dipl.-Ing. Wirtschaftsing. Benjamin Hellmann, Schaefer Kalk GmbH & Co, KG (D).

Standardar under TG5 for revisjonar

Det var 3 hovudtema for møtet: revisjon av EN 1018:2021 Kalsiumkarbonat, EN 1017 Halvbrent dolomitt (i korningar) og EN 12485:2017 Analysemetodar. Sekretariatet AFNOR i Paris hadde tildelt arbeidstema (WI) etter oppmoding frå vårt førre møte i oppdragsgruppa.

Revisjon av EN 1018 Kalsiumkarbonat

Det var kome inn merknader frå kalk-industrien i Europa, og som gjorde at tekniske revisjonar skulle vurderast for tabellane 1 og 2. Det vart ein framskunda revisjon frå år 2025 til 2022.

Ein del brukarar (kundar/industri) av vass-verksmarmor har meldt inn om uklar forståing av reinleikskrav, for såvel kalsiumkarbonat som totalkarbonat (av både kalsium og magnesium) i tabell 1, og litt på samsvar mellom karbonat og syreuløseleg del i tabell 2. Det er ønskeleg å få inn ein ny NOTE (tillegg) for å forklare karbonatkrava i rad 1 og 2 (kalsiumkarbonat og totalkarbonat) i tabell 1, og i tillegg nedjustere CaCO₃ aldri så lite i klasse 1 av ikkje-porøs vare, for å få klasse 1 på line med det som gjeld for porøse produkt. Vidare ville ein ha krav som medførte at grenseverdiane vart gitt som «større enn eller lik» gitte verdiar, i staden for «større enn», som medførte at ved små svingingar i analyssetala ved kvalitetskontroll kunne resultat identisk med grenseverdien medføre at produkt fall ut av leveranse.

Tyskland hadde tidlegare stilt spørsmål om grunnen til endringane for kjemisk likestilling av porøs og ikkje-porøs kalsiumkarbonat. Det vart svart at dette var resultat av framlegg frå leverandørar av porøs kalsiumkarbonat, for

spesielt for marin kalkstein (skjelsand/korall-sand) er det alltid eit visst innslag av annan minerogen sand (kvarts). Dette var akseptert som ei rettviss jamstilling og ei tilpassing til reell tilstand i marknaden, og som skuldast dei naturlege avsetningane.

Verdiar i tabell 1: Ikkje-porøs kalsiumkarbonat skal som forklart ha CaCO_3 -krav på 97%, altså ein reduksjon frå 98. Ureinleikar i tabell 2 vert endra frå $<12\%$ til $\leq 10\%$ for ikkje-porøs kalsiumkarbonat klasse 3. Klasse 3 (og tilhøyrande Grad 3), med eit visst innhald av magnesium, kom på slutten av 1990-talet for å opne for bruk av kalkdolomitt, eit initiativ som var fremja av Noreg og Finland.

Tabell 1 og 2 vil etter revisjonsframlegget få følgjande endringar, her gitt med raud farge:

Revisjon av EN 1017 Halvbrent dolomitt (i korningar) + Tilleggsdokument

Med tildelt arbeidstema frå WG9 ved sekretariatet AFNOR kan no det reviderte standardforslaget gå til Teknisk høyring (*CEN enquiry*). Tidlegare Corrigendum-dokument (rettings-/tilleggsblad) for feil i verdiar for sporelement har gjort denne til eit «lausark»-system, som vert sett lite pris på av brukarane av ein standard.

Standarden i si nye form vert samla i ei komplett, såkalla konsolidert utgåve.

Revisjon av EN 12485:2017 Analysemetodar

5-årsrevisjon var høgst påkravd, og det vart diskutert og føreslått endringar under fleire punkt på metodikk.

- Glødetapstemperatur for krystallvatn (dehydrering) i minerala skal senkast frå $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ til $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ (det går litt raskare ved analyse enn ein føreslått temperatur på $450\text{ }^{\circ}\text{C}$), som endra i kap. 6.2. Det har vist seg at $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ kan påverke stabiliteten for MgCO_3 , og det var ikkje føremålet med analyse på krystallvatn.
- Glødeskål må endrast frå bruk av platina til glasert porselen.
- Kap. 3.4 Reagens må reviderast, fordi referansen inntil no for laboratorievatn er trekt (EN ISO 3696:1995), og reinleikskravet er knytt til måling av konduktivitet. Framlegg er: Grad 1 for sporelement (analysert ved ICP-OES og atomabsorpsjon), med konduktivitetskrav maks. $0,01\text{ mS/m}$, og Grad 3 med konduktivitetskrav maks. $0,5\text{ mS/m}$ (for alle andre analysar).
- ICP-MS har i omfattande grad tatt over for ICP-OES i moderne laboratorium, men vi bør ikkje endre standardmetodane, heller gjere samsvarsstudium mellom nye og gamle analyseinstrument for bruk av det nyaste utstyret.

Tabell 1. Samansetnad av handelsprodukt

| Parameter | Ikkje-porøs kalsiumkarbonat | | | Porøs kalsiumkarbonat | |
|--|-----------------------------|-----------|-----------|-----------------------|-----------|
| | Klasse 1 | Klasse 2 | Klasse 3 | Klasse 1 | Klasse 2 |
| Innhald av kalsiumkarbonat (CaCO_3), massefraksjon i % av tørt materiale | ≥ 97 | ≥ 94 | ≥ 80 | ≥ 97 | ≥ 85 |
| Totalt innhald av kalsiumkarbonat (CaCO_3) og magnesiumkarbonat (MgCO_3) uttrykt som $\text{CaCO}_3 - \text{MgCO}_3$, massefraksjon i % av tørt materiale | ≥ 98 | ≥ 94 | ≥ 90 | ≥ 98 | ≥ 94 |

Tabell 2. Ureinleikar

| Ureinleik | Ikkje-porøs kalsiumkarbonat | | | Porøs kalsiumkarbonat | |
|--|-----------------------------|----------|-----------|-----------------------|----------|
| | Grad 1 | Grad 2 | Grad 3 | Grad 1 | Grad 2 |
| Innhald av rest ikkje løyseleg i saltsyre, massefraksjon i % av tørt materiale | ≤ 2 | ≤ 6 | ≤ 10 | ≤ 2 | ≤ 6 |

5. Ved innvegingar av brentkalk for analysar under kap. 6.5 er det tilstrekkeleg å kunne vege inn prøver med analysestabilitet ned til 0,1 mg, inkludert stabilitet i det instrumentelle vektpanelet. Drift i elektronisk vektpanel har synt seg å vere ein monnaleg faktor for måletryggleik.
6. Uløseleg rest i hydratkalk: Denne testen kom tidlegare på plass etter initiativ frå Mr. Jackson (UK) i WG9. Metoden er tidkrevjande og kan forstyrrest litt ved opptak av CO₂ frå luft.
7. Det skal gjennomførast ein sjekk av dei bibliografiske referansane, om desse tilvisingane framleis tilfører nyttig bakgrunnsinformasjon for analysestandarden.

Dato og stad for neste TG5-møte

Neste møte i CEN/TC164/WG9/TG5 var ønska å verte arrangert rett i etterkant av det neste overordna møtet (WG9) i Lisboa, Portugal tysdag-onsdag 9.-10. mai 2023. Der vert det gitt nye føringar for oppdragsgruppene.

Det vert nytt møte i oppdragsgruppa tysdag 16. mai 2023, og det vert lagt til Den franske gjødsel- og kalkforeininga UNIFA i Paris.