

Materiały budowlane Materiały wiążące wiążące, spoiwa, betony	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN - 65
	Cement. Metody badań. Mikroskopowe oznaczenie wolnego tlenku wapniowego w klinkierze portlandzkim	6731-09 W

## 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest ilościowe oznaczenie wolnego CaO w klinkierze cementowym portlandzkim mikroskopową metodą punktową.

1.2. Objaśnienia ogólne. Przy wykonywaniu preparatów mikroskopowych należy używać do zwilżania materiałów ściernych - cieczy bezwodnych, nie reagujących z substancją utwardzającą preparat. Liczby /280/ itp. oznaczają granulację ziarn materiału ściernego wg PN-61/M-59107. W poszczególnych punktach rozdziału "przebieg oznaczania" nie wymieniono no wszystkich urządzeń, które powinny znajdować się w każdej pracowni szlifierskiej i pracowni mikroskopowej. Oznaczenie należy wykonać co najmniej 2 razy.

1.3. Zakres zastosowania. Normę należy stosować do kontroli międzyoperacyjnej do badania próbek klinkieru o zawartości wolnego CaO do 2%, nie zawierającej frakcji pyłowej poniżej 0,5 mm.

### 1.4. Normy związane

- PN-63/B-04300 - Cement. Badanie cech fizycznych  
 PN-61/M-59107 - Materiały ściernie. Wielkość ziarn  
 BN-62/6739-01 - Klinkier portlandzki do produkcji cementu

## 2. PRZEBIEG OZNACZENIA

2.1. Przygotowanie próbki. Z próbki klinkieru, przygotowanej wg BN-62/6739-01 p.4.1.4., pobrać metodą kwartowania próbkę o ciężarze 1 kg. Otrzymaną próbkę rozdrobnić do wielkości ziarn około 5 mm. Z próbki wyodrębnić frakcję ziarn 1,39 - 2,00 mm /próbka A/. Pozostałą po wyodrębnieniu próbki A frakcję cementu /próbka B/ umieścić w szczelnym opakowaniu. Odsianą frakcję pomniejszyć metodą kwartowania do uzyskania próbki o ciężarze około 2 g. Próbkę A wgnieść w polistyren lub siarkę w następujący sposób: 1/6 długości próbki o wymiarach  $\varnothing$  17 x 150 mm napełnić polistyrenem, a następnie próbkę lekko podgrzać nad palnikiem gazowym.

Gdy substancja utwardzająca, znajduje się w próbce, uzyska-

### Zjednoczenie Przemysłu Cementowego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Cementowego dnia 6.XII.1965 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badania od dnia 1.I.1967 r. /Mon.Pol. Nr 31/66 poz. 24/

konsystencję plastyczną, wsypać do próbki próbkę i wgniatać szklanym pręcikiem w masę utwardzającą.

Próbkę z zawartością ochładzać z zewnątrz pod strumieniem zimnej wody przez 5 - 8 minut, aż do całkowitego stwardnienia masy utwardzającej.

Następnie należy rozbić próbkę i wyjąć utwardzoną próbkę.

Zgląd jednostronny polerowany wykonać z próbki A. Jeżeli badanie wykazuje zawartość wolnego CaO powyżej 1,5%, należy odsiać z próbki B frakcję 0,5 - 1,00 mm i sporządzić z niej zgląd jednostronny polerowany, na którym należy następnie wykonać oznaczenie. Oznaczenie wykonane dla próbki B w tym przypadku jest miarodajne.

## 2.2. Wykonanie zglądu jednostronnego polerowanego

### 2.2.1. Urządzenia

Maszyna szlifiersko-polerska z kompletnym wyposażeniem.

### 2.2.2. Materiały

Proszki ściernie o granulacjach 280, 600.

Proszki polerskie o granulacji 1200.

Bezwodne ciecze zwilżające materiały ściernie: nafta lub alkohol etylowy bezwodny.

2.2.3. Szlifowanie zglądu. Rozciąć próbkę przygotowaną wg punktu 2.1. przy pomocy piły tak, aby w płaszczyźnie przekroju znajdowały się okruchy zatopionego klinkieru, a następnie pilnikiem wygładzić jej brzegi.

Szlifowanie wstępne /zgrubne/ prowadzić na obrotowej tarczy żeliwnej w ciągu 5 - 10 minut przy użyciu materiału ściernego o granulacji 280, zwilżonego naftą lub alkoholem bezwodnym. Po zakończeniu szlifowania wstępnego próbkę dokładnie przemyć w nafcie lub alkoholu etylowym bezwodnym, usuwając przy pomocy pędzelka resztki materiału ściernego. Wymienić tarczę żeliwną w maszynie szlifiersko-polerskiej na tarczę szklaną i prowadzić dalej szlifowanie pośrednie przy użyciu materiału ściernego o granulacji 600 zwilżonego naftą lub alkoholem bezwodnym. Szlifować 15 - 20 minut. Po zakończeniu szlifowania próbkę dokładnie przemyć w alkoholu etylowym bezwodnym usuwając przy pomocy pędzelka resztki materiału ściernego.

Następnie przystąpić do wykańczającego szlifowania na nieruchomej płycie szklanej o grubości nie mniejszej niż 6 mm, używając jako materiału ściernego proszku polerskiego o granulacji 1200, zwilżonego alkoholem etylowym bezwodnym. Powierzchnia trąca płyty powinna być matowa. Wykańczające szlifowanie prowadzić przez 5 - 10 minut, po czym przemyć dokładnie zgląd alkoholem etylowym bezwodnym przy użyciu pędzelka.

2.2.4. Polerowanie zglądu. Polerowanie zeszlifowanego zglądu wykonać na obrotowej tarczy polerskiej obciążonej sukniem. Na powierzchni tarczy rozprowadzić równomierną warstewką niewielką ilość proszku polerskiego o granulacji 1200. Zwilżyć tarczę podczas jej ruchu alkoholem etylowym i przystąpić do polerowania powierzchni zglądu, równomiernie dociskając zgląd do powierzchni tarczy.

Polerować tak długo, aż powierzchnia zglądu uzyska lustrzany połysk.

### 2.3. Trawienie zglądu

#### 2.3.1. Odczynniki

Kwas azotowy - 0,5% roztwór kwasu azotowego w alkoholu etylowym:  
0,4 ml kwasu azotowego /1,4/ dopełnić alkoholem etylowym /96%/ do objętości 100 ml.

Alkohol etylowy 96%.

2.3.2. Sposób przeprowadzenia trawienia. Przygotować dwa szkiełka z garkowe o średnicy około 5 cm, jedno z nich napełnić 0,5% roztworem alkoholowym  $\text{HNO}_3$ , drugie alkoholem etylowym 96%. Jednostronny zgląd polewany, przygotowany wg punktu 2.2., trzymany pensetą, zanurzyć na 1-2 sekund w alkoholowym roztworze kwasu azotowego, a następnie natychmiast płukać w alkoholu etylowym. Po wypłukaniu należy suszyć suszarką powietrzną na przemian w gorącym /o temp. 40 - 50°C/ i chłodnym strumieniu powietrza aż do całkowitego osuszenia powierzchni zglądu.

Wytrawiony zgląd obejrzeć pod mikroskopem. Na powierzchni prawidłowo wytrawionego zglądu widoczne są owalne ziarna wolnego  $\text{CaO}$  o ostrych konturach, ujemnym reliefie i zmieniającym się zabarwieniu, przechodzącym najczęściej od barwy szaro-brązowej do ciemno-brunatnej. Oznaką przetrawienia zglądu jest otrzymanie pod mikroskopem nieostrego /zamazanego/ obrazu. W tym przypadku należy trawienie wykonać powtórnie, zanurzając zgląd na okres 1/2 - 1 sekundy, po uprzednim ponownym wypolerowaniu zglądu.

### 2.4. Planimetrowanie metodą punktową

2.4.1. Zasada planimetrowania. Planimetrowanie metodą punktową polega na określeniu ilości punktów /skoków/ o ustalonej wielkości przypadających na poszczególne minerały i pory.

Po odliczeniu punktów przypadających na pory, znając sumę wszystkich punktów i ilość punktów przypadających na poszczególne minerały, wylicza się z proporcji procentową zawartość składników, w procentach objętościowych.<sup>x/</sup>

Uwzględniając ciężary właściwe planimetrowanych składników i ciężar właściwy klinkieru, przelicza się procenty objętościowe na procenty ciężarowe.

#### 2.4.2. Aparatura

Mikroskop uniwersalny.

Zestaw do planimetrowania "Eltinor" obejmujący:

- a/ okular integracyjny,
- b/ elektryczny stolik integracyjny,
- c/ licznik elektryczny "Eltinor"

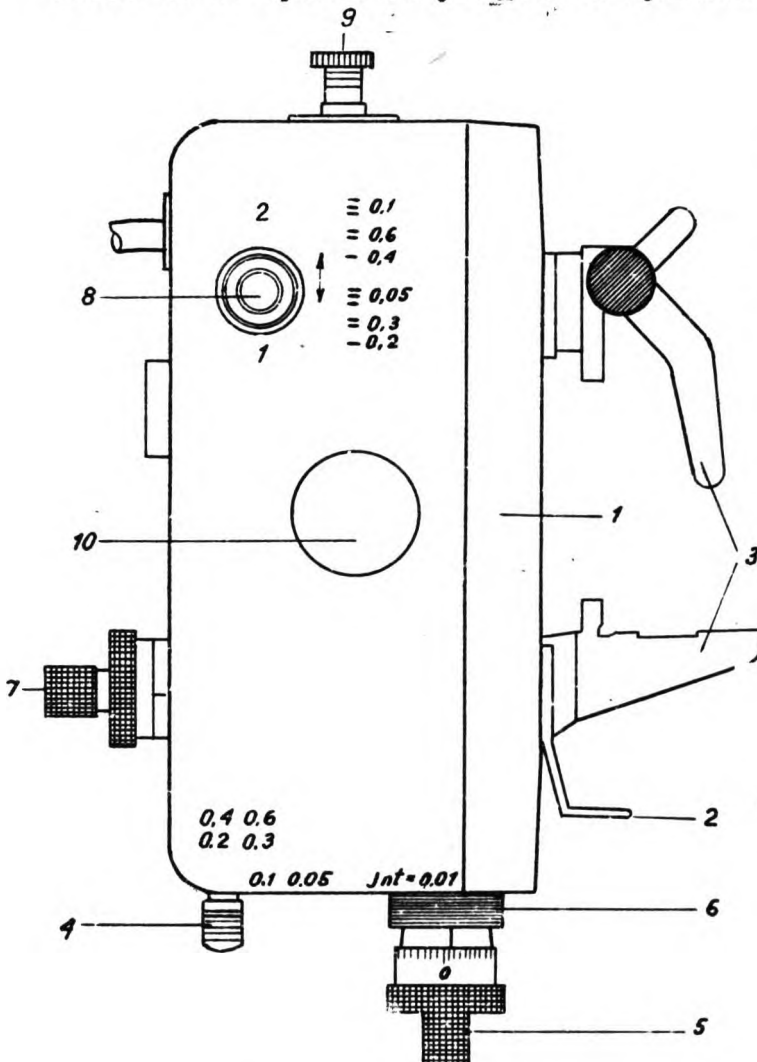
Praska do preparatów mikroskopowych.

<sup>x/</sup> Procenty powierzchniowe zgodnie z regułą Dullesa można uznać jako objętościowe.

### 2.4.3. Przygotowanie preparatu do obserwacji mikroskopowej

Na środku szkiełka przedmiotowego umieścić bryłkę około 1,5 - 2,0 cm<sup>3</sup> plasteliny rozgniecionej uprzednio w palcach do konsystencji plastycznej. W plastelinę wgnieść lekko wytrawiony zgląd stroną przeciwną do płaszczyzny zglądu. Szkiełko wraz z preparatem umieścić w prasce do preparatów i przy jej pomocy wgnieść równomiernie zgląd w plastelinę, tak aby płaszczyzna zglądu była równoległa do płaszczyzny praski.

2.4.4. Przygotowanie aparatury do wykonania pomiaru. Aparaturę zestawić wg instrukcji producenta. Mikroskop przygotować do obserwacji w świetle odbitym, zaopatrując go w obiektyw o powiększeniu 40-krotnym i okular integracyjny. Przy pomocy śruby zamocować na stoliku okularu integracyjnego elektryczny stolik integracyjny i w uchwytach stolika umieścić szklaną płytkę z wygrawerowanym krzyżem nitkowym. Na stoliku mikroskopu ustawić preparat i nastawić obraz na ostrość. Elektryczny stolik integracyjny połączyć przewodem z licznikiem elektrycznym "Eltinor", włączyć przełącznik licznika i skasować do zer wszystkie cyfry w jego okienkach. Na elektrycznym stoliku integracyjnym, przedstawionym na rysunku, nastawić wielkość skoku równą 0,05 przesuwając guzik 8 w pozycję 1. Guzik sprzęgła 9 znajdujący się w tylnej części stolika wysunąć do oporu tak, aby widoczne były na jego ramieniu wiodzącym 3 pierścienie. Dźwignię skrzyni biegów 4 przesunąć w pozycję 0,05. Sprężynowe uchwyty stolika integracyjnego z umieszczoną w nich szklaną płytką z wygrawerowanym krzyżem nitkowym przesunąć przy pomocy ramienia naciągu 2 w tylne położenie aż do oporu. Przystąpić do wykonania pomiaru.



## RYSUNEK 1

1. Sanki wodzące uchwyty sprężynowe stolika
2. Ramię naciągu uchwytów sprężynowych stolika
3. Uchwyty sprężynowe stolika służące do zamocowania płytki szklanej z krzyżem nitkowym
4. Dźwignia skrzyni biegów
5. Śruba mikrometryczna
6. Pierścień sprzęgający śrubę mikrometryczną z mechanizmem ruchu uchwytów sprężynowych
7. Pokrętło ruchu poziomego stolika
8. Przesuwany guzik do nastawiania wielkości punktu /skoku/
9. Guzik sprzęgła stolika
10. Okienko, w którym znajduje się śruba służąca do zamocowania stolika integracyjnego na stoliku okularu integracyjnego.



2.4.5. Wykonanie pomiaru. Pomiar obejmuje planimetrywanie trzech składników:

- a/ wolne CaO
- b/ pozostałe minerały jako tzw. "resztę"
- c/ pory.

Każdy z wymienionych składników liczy się przez naciskanie przycisku licznika przeznaczonego wyłącznie do liczenia danego składnika. Aby uniknąć pomyłek, nad przyciskami przeznaczonymi do liczenia poszczególnych składników zaznaczyć ołówkiem: CaO, reszta, pory. Przy naciskaniu przycisku licznika krzyż nitkowy wykonuje ruch skokowy, przesuując się wzdłuż określonej linii. Po naciągnięciu sprężynowych uchwytów wraz z zamieszczoną w nich płytką z krzyżem nitkowym w tylne położenie, środek krzyża nitkowego będzie znajdował się w jednym z wymienionych składników, które planimetrujemy.

Wówczas, patrząc w mikroskop, przyciskać przycisk przypisany obserwowanej fazie /składnikowi/, odrywając po każdym naciśnięciu palec od przycisku. Każde naciśnięcie przycisku, odpowiadające jednemu skokowi, notowane jest przez licznik w odpowiednim okienku. Z chwilą gdy środek krzyża nitkowego znajdzie się na granicy następnego składnika, przyciskać przycisk przypisany następnemu składnikowi. Gdy płytka szklana z krzyżem nitkowym po wykonaniu pewnej określonej ilości skoków znajdzie się w dolnym położeniu, ponownie naciągnąć uchwyty stolika integracyjnego z umieszczoną w nich płytką szklaną z krzyżem w górne położenie aż do oporu. Przesunąć linię planimetrywania obracając o 1/2 obrotu pokrętkę ruchu poziomego 7, znajdującą się z lewej strony stolika integracyjnego. Operację naciągania uchwytów i przesuwania linii planimetrywania dokonywać do momentu, gdy w centralnym okienku licznika suma wszystkich odczytów, po odjęciu odczytów przypadających na pory, wynosi około 2000. Przerwać pomiar i wyniki odczytane z poszczególnych okienek licznika za notować.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość wolnego CaO /X/ obliczyć w procentach ciężarowych wg wzoru:

$$X = \frac{a \cdot 3,32}{b}$$

w którym:

a - ilość wolnego CaO w % powierzchniowych<sup>x/</sup> wyliczona wg wzoru

$$a = \frac{100 \cdot \sum p_{CaO}}{A}$$

$\sum p_{CaO}$  - suma punktów przypadająca na wolne CaO,

A - różnica między sumą wszystkich punktów / $\sum p_o$ /, a ilością punktów przypadających na pory / $\sum p_p$ /,

$$A = \sum p_c - \sum p_p$$

<sup>x/</sup> Procenty powierzchniowe zgodnie z regułą Dullesa można uznać jako objętościowe

- b - gęstość klinkieru oznaczona wg PN-63/B-04300 p. 5.4.1.  
3,32 - gęstość CaO

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie może przekraczać 0,2% liczonych w procentach bezwzględnych.

K O N I E C