

Vápenec jako složka cementu

Stanovení jílovitých podílů podle ČSN EN 933-9+A1

Cement podle ČSN EN 197-1 ed.2: hydraulické pojivo, tj. jemně mletá anorganická látka, která po smíchání s vodou vytváří kaši, která tuhne a tvrdne v důsledku hydratačních reakcí a procesů. Po zatvrdnutí si zachovává svoji pevnost a stálost také ve vodě. Cement musí při odpovídajícím dávkování a smíchání s kamenivem a vodou umožnit výrobu betonu a malty zachovávající po dostatečnou dobu vhodnou zpracovatelnost. Po předepsané době musí mít předepsanou pevnost a dlouhodobou objemovou stálost. Hydraulické tuhnutí cementu probíhá hlavně v důsledku hydratace vápenatých křemičitanů.

Složky: portlandský slínek (K), granulovaná vysokopepční struska (S), pucolány (P – přírodní, Q – přírodní kalcinovaný), křemičitý popílek (V), vápenatý popílek (W), kalcinovaná břidlice (T), vápenec (L, LL), křemičitý úlet (D)

Hlavní složka: anorganická látka převyšující 5 % hm. všech použitých hlavních a doplňujících složek

Doplňující složka: anorganická látka nepřevyšující 5 % hm. všech použitých hlavních a doplňujících složek

Síran vápenatý se přidává k ostatním složkám cementu v průběhu jeho výroby za účelem úpravy tuhnutí. Přísady jsou přidávány pro usnadnění výroby nebo pro úpravu vlastností cementu, celkové množství s výjimkou pigmentů nesmí překročit 1,0 % hm. (množství organických přísad nesmí překročit 0,2 % hm.) Přísady nesmí vyvolávat korozi výztuže nebo zhoršovat vlastnosti cementu či betonu nebo malty z něj vyrobených.

Vápenec musí splňovat tyto požadavky:

- a) obsah CaCO_3 , vypočtený z obsahu CaO, musí být minimálně 75 % hm.
- b) obsah jílovitého podílu stanovený zkouškou methylenovou modří podle ČSN EN 933-9 + A1 nesmí být větší než 1,20 g methylenové modři/100 g vzorku; pro tuto zkoušku musí být vápenec pomletý na jemnost asi 5 000 cm^2/g stanovenou jako měrný povrch podle ČSN EN 196-6
- c) celkový obsah organického uhlíku (TOC) při zkoušení podle ČSN EN 13639 musí vyhovět jednomu z následujících kritérií:
 - 1) LL: obsah TOC nesmí být větší než 0,20 % hm.
 - 2) L: obsah TOC nesmí být větší než 0,50 % hm.

Stanovení jílovitých podílů podle ČSN EN 933-9 + A1

Podstata zkoušky

Do suspenze zkušební navážky vzorku vápence s vodou se postupně přidává roztok methylenové modři. Adsorpce barevného roztoku zkušební navážkou vzorku vápence je kontrolována po každém přidání roztoku provedením zkoušky zbarvení filtračního papíru k zjištění přítomnosti nevázaného barviva.

Pokud je přítomnost nevázaného barviva potvrzena, vypočte se hodnota methylenové modři (MM) a vyjádří se v g barviva adsorbovaného do 100 g zkoušeného vzorku vápence.

Chemikálie

- 1) roztok methylenové modři, standardní nebo technické kvality, $(10,0 \pm 0,1)$ g/l, příprava viz dále, povolená doba použití roztoku je 28 dní; roztok se musí skladovat v temnu
- 2) destilovaná nebo demineralizovaná voda

Zkušební zařízení

- 1) byreta o objemu buď 100 ml nebo 50 ml s dělením buď 1/10 ml nebo 1/5 ml, nebo jedna 5 ml a jedna 1 ml mikropipeta
- 2) filtrační papír, pro kvantitativní analýzu bezpopelový, obsah popelu ($< 0,010\%$), 95 g/m^2 , tloušťky 0,20 mm, filtrační rychlost 75 s, velikost pórů $8 \mu\text{m}$
- 3) skleněná tyčka, délka 300 mm, průměr 8 mm
- 4) míchadlo, s regulací otáček do $(600 \pm 60) \text{ min}^{-1}$
- 5) váhy, s přesností 0,1 % odvažované hmotnosti
- 6) stopky, s přesností 1 s
- 7) hodinové sklo, o průměru asi 150 mm
- 8) kádinky, skleněné, o objemu asi 1 l nebo 2 l
- 9) odměrná baňka 1 l
- 10) sušárna s ventilací, termostaticky řízená k udržování teploty $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$
- 11) teploměr, s přesností $1 ^\circ\text{C}$
- 12) exsikátor

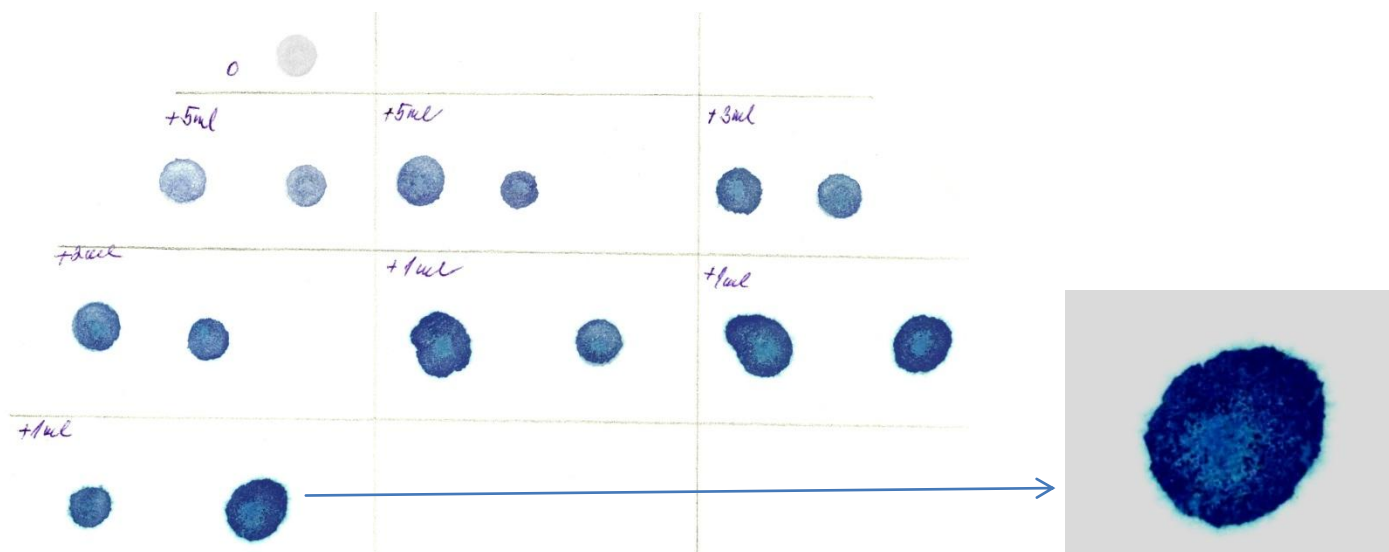
Zkušební postup

Popis zkoušky zbarvení

Odebere se kapka suspenze s použitím skleněné tyčinky a přenesse se na filtrační papír po každém přidání barviva. Zbarvení, které se vytvoří přenesením suspenze na filtrační papír, je soustředěno ve středu odkápnutí, má obvykle sytou modrou barvu, která je obklopena bezbarvým mokrým pásem. Velikost odebraných kapek musí být taková, aby průměr odkápnutí byl mezi 8 mm a 12 mm.

Zkouška je pozitivní, jestliže se okolo středu odkápnutí vytvoří v mokrému pásu trvalý barevný kruh tvořený kroužkem světle modré barvy šířky asi 1 mm.

Obrázek 1: Ukázka zabarvení



Příprava roztoku methylenové modři o koncentraci 10 g/l

- prášek methylenové modři ($C_{16}H_{18}ClN_3S$, nH_2O , $n=2$ až 3, čistota $\geq 98,5$ %) se vysuší na hodinovém skle při teplotě $(100 \pm 5) ^\circ C$ do konstantní hmotnosti; pozor(!) – při teplotě nad $105 ^\circ C$ se může prášek methylenové modři pozměnit, ochladí se v exsikátoru a po vyjmutí s exsikátoru se ihned váží
- odváží se 10 g methylenové modři (vysušené) s přesností 0,01 g
- ohřeje se 500 ml destilované vody na teplotu max. $40 ^\circ C$
- za míchání se vsype prášek a míchá se 45 min a následně se nechá vychladnout na $20 ^\circ C$
- roztok se přelije do odměrné baňky 1 l a doplní se po značku
- roztok se přelije do tmavé láhve, označí se datem přípravy, příp. i datem expirace

Příprava suspenze

- do kádinky se nalije (500 ± 5) ml destilované nebo demineralizované vody
- přidá se $(30 \pm 0,1)$ g vzorku vápence (měrný povrch $5\,000\text{ cm}^2/\text{g}$) a důkladně se promíchá
- suspenze se míchá při rychlosti (600 ± 60) otáček za minutu po dobu 5 min, po zbytek zkoušky se suspenze míchá rychlostí (400 ± 40) otáček za minutu

Stanovení množství barviva

- filtrační papír se na hodinové sklo nebo prázdnou kádinku umístí tak, aby se většina jeho povrchu nedotýkala žádného pevného povrchu
- po 5 min míchání suspenze rychlostí (600 ± 60) otáček za minutu se rychlost sníží na (400 ± 40) otáček za minutu a vstříkne se 5 ml roztoku MM (dávkuje se z byrety nebo pipetou), míchá se minimálně 1 min a provede se zkouška zbarvení (viz výše); pokud se neobjeví barevný kruh, přidá se dalších 5 ml roztoku, míchá se minimálně 1 min a provede se další zkouška zbarvení; postup se opakuje do vzniku barevného kruhu, tento kruh musí vydržet 5 min; Se vznikem kruhu, i když zmizí, se sníží dávka přidávaného roztoku na 2 ml a později na 1 ml
- jakmile vydrží kruh po dobu minimálně 5 min, zaznamená se celkový přidaný objem roztoku MM s přesností na 1 ml

Výpočet a vyjádření výsledků

Hodnota methylenové modři, vyjádřená v g barviva na 1 kg vzorku (I) nebo dle požadavku ČSN EN 197-1 v g barviva na 100 g vzorku (II), se vypočte podle následujících vztahů:

$$(I) \quad MM = \frac{V}{m} * 10$$

$$(II) \quad MM = \frac{V}{m}$$

kde: m – hmotnost zkušební navážky vzorku vápence, v g,
V – celkový objem přidaného barviva (MM), v ml.

Citované dokumenty

- 1) ČSN EN 197-1 ed. 2 Cement – Část 1: Složení, specifikace a kritéria shody cementů pro obecné použití.
- 2) ČSN EN 933-9 + A1 Zkoušení geometrických vlastností kameniva – Část 9: Posouzení jemných částic – zkouška methylenovou modří.
- 3) ČSN EN 196-6 Metody zkoušení cementu – Část 6: Stanovení jemnosti mletí.
- 4) ČSN EN 13639 Stanovení celkového obsahu organického uhlíku ve vápenci.