

Projekt Pospolu

Stanovení jílovitých podílů podle ČSN EN 933-9+A1

Zkouška s methylenovou modří

Autorem materiálu a všech jeho částí, není-li uvedeno jinak, je Tomáš Táborský.

Jako jedna z hlavních složek cementu se používá vápenec.

Na každou složku cementu, tedy i na vápenec, jsou kladeny určité kvalitativní požadavky.

Jedním z kvalitativních požadavků je obsah jílovitých podílů, který nesmí přestoupit mez danou v ČSN 197-1.

Obsah jílovitých podílů ve vápencích se stanovuje pomocí adsorbce methylenové modři.

Zkouška je založena na odlišné sorbční schopnosti částic kalcitu a částic jílových minerálů.

Sorbční schopnost kalcitu je velmi malá a ve srovnání se sorbční schopností jílových minerálů zanedbatelná.

Proto je adsorbce methylenové modři závislá na obsahu jílovitých podílů.

Sorbční schopnost jednotlivých jílových minerálů ale není stejná. Proto se touto metodou nestanovuje přímo obsah jílových minerálů, ale jílovitost se hodnotí podle adsorbovaného množství methylenové modři. Limitní hodnota je 1,20 mg /100 g vzorku.

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 volného, neadsorbovaného barviva.

Pokud je přítomnost volného barviva potvrzena, vypočte se množství adsorbované methylenové modři (MM) a vyjádří se v g barviva adsorbovaného 100g zkoušeného vzorku vápence.

Zkušební postup

Popis zkoušky zbarvení

S použitím skleněné tyčinky se odebere kapka vápencové suspenze s barvivem a nakápne 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 trvalé rozptité barevné mezikruží světle modré barvy šířky asi 1 mm.

Příprava roztoku methylenové modři o koncentraci 10 g/l

- 1) 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.
- 2) Odváží se 10 g methylenové modři (vysušené) s přesností 0,01 g.
- 3) 500 ml destilované vody se ohřeje na teplotu max. $40 ^\circ C$.
- 4) Za míchání se vsype methylenová modř a míchá se 45 min a následně se nechá vychladnout na $20 ^\circ C$.
- 5) Roztok se přelije do odměrné baňky 1 l a doplní se po značku.
- 6) Roztok se přelije do tmavé láhve, označí se datem přípravy, příp. i datem expirace.

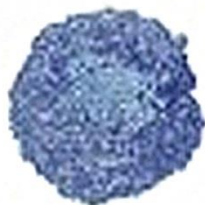
Příprava suspenze

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

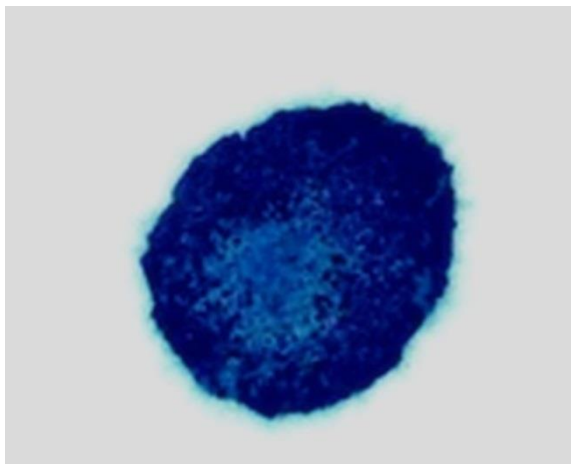
Stanovení množství barviva

- 1) Filtrační papír se umístí na hodinové sklo nebo prázdnou kádinku tak, aby se většina jeho povrchu nedotýkala jakéhokoliv pevného povrchu.
- 2) 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 mezikruží, toto mezikruží musí vydržet 5 min. Se vznikem mezikruží, i když zmizí, se sníží dávka přidávaného roztoku na 2 ml a později na 1 ml.
- 3) Jakmile mezikruží vydrží po dobu minimálně 5 min, zaznamená se celkový přidaný objem roztoku MM s přesností na 1 ml.

Ukázka zabarvení



Methylenová modř je stále plně adsorbována, světle modré mezikruží se nevytváří.



Methylenová modř není již více adsorbována, okolo kapky se vytváří rozpité světle modré mezikruží o šířce cca 1 mm, které je trvalé.



Výpočet a vyjádření výsledků

Hodnota methylenové modře, 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:

$$MM = \frac{V}{m} * 10$$

$$MM = \frac{V}{m}$$

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