

MATERIAŁY BUDOWLANE MATERIAŁY WIĄŻĄCE	NORMA BRANŻOWA	BN-83 6731-02
	Cement	Zamiast BN-72/6731-02
	Kontrola międzyoperacyjna Badanie surowców, półproduktu i gotowego produktu	Grupa katalogowa 0719

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kontrola międzyoperacyjna jakości surowców, paliwa, półproduktu i gotowego produktu w toku produkcji cementu.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy przeprowadzaniu kontroli międzyoperacyjnej produkcji klinkieru i cementów wszystkich rodzajów.

Norma nie dotyczy kontroli międzyoperacyjnej produkcji klinkieru portlandzkiego z siarczanu wapniowego.

2. POBIERANIE I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

2.1. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek surowców przeznaczonych do produkcji klinkieru

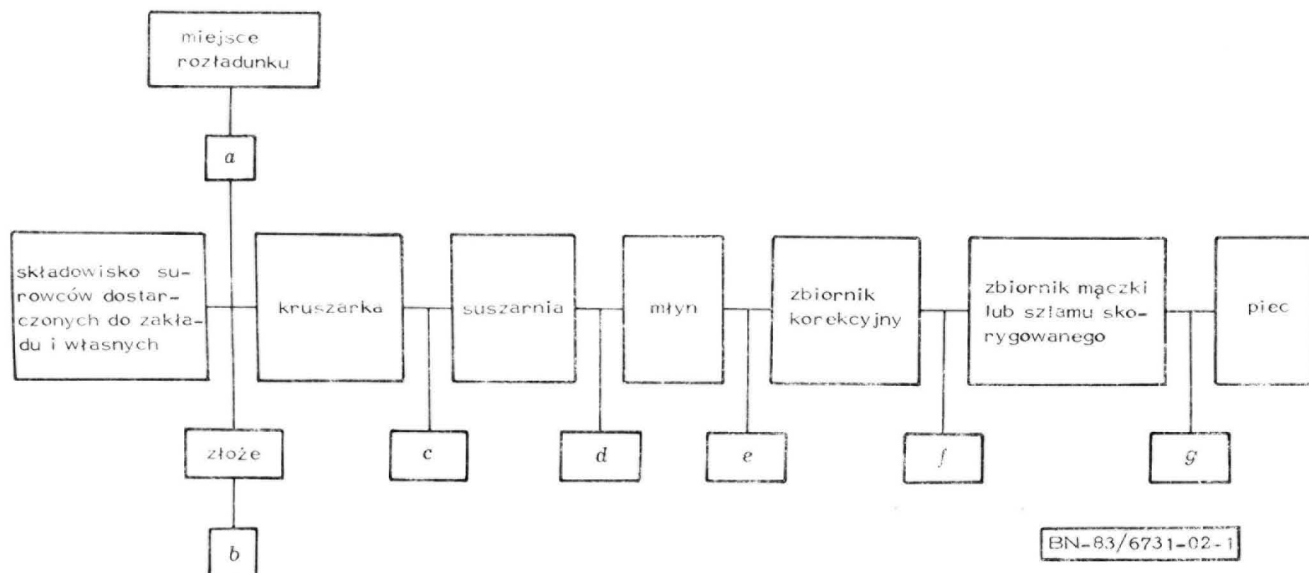
2.1.1. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek surowców dostarczonych do zakładu – symbol *a* wg rys. 1 należy przeprowadzać zgodnie z normami dotyczącymi odbie-

ranego materiału, a w przypadku odbioru materiału nie-normalizowanego warunki pobierania próbek do badań należy uzgodnić na piśmie między producentem a odbiorcą; w warunkach tych należy uwzględnić postanowienia norm dotyczących statystycznej kontroli jakości.

Próbki granulowanego żużla wielkopiecowego należy pobierać i przygotowywać wg PN-72/B-23002.

Próbki fluorytu należy pobierać i przygotowywać wg PN-81/H-04000.

Pobrane, wg uzgodnionych warunków, próbki kamienia wapiennego, kawałkowego żużla wielkopiecowego, łupków, ilów, margli i glin należy rozdrobnić do około 5 mm – w razie potrzeby przed rozdrobnieniem wysuszyć – i pomniejszyć metodą kwartowania do około 2 kg; próbki popiołu lotnego należy pomniejszyć metodą kwartowania do około 1 kg,



BN-83/6731-02-1

Rys. 1

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Wiążących Materiałów Budowlanych
Ustanowiona przez Ministra Budownictwa i Przemysłu Materiałów Budowlanych dnia 3 stycznia 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1983 poz. 6)

2.1.2. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek surowca w złożu – symbol *b* wg rys. 1 należy przeprowadzać pobierając zwierzchny w czasie wiercenia długich otworów do strzelania. Próbkę należy pobierać z otworów na bieżąco, a odległości pomiędzy opróbowanymi otworami powinny być uzależnione od specyfiki złoża dla danego zakładu. W przypadku gdy surowiec urabia się bez strzelania, próbkę należy pobrać bruzdowo. Przed pobraniem próbki metodą bruzdową, podłoże przy ścianie należy dokładnie oczyścić. Całość surowca pobranego z jednego otworu lub z jednej bruzdy stanowi próbkę jednostkową.

Pobraną próbkę należy rozdrobnić do około 30 mm i pomniejszyć metodą kwartowania do około 20 kg. Następnie rozdrobnić do około 5 mm i pomniejszyć metodą kwartowania do około 2 kg.

2.1.3. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek surowców kruszonych – symbol *c* wg rys. 1 Próbkę pobiera się z urządzenia transportowego odbierającego surowiec z ostatniego stopnia kruszarek. Próbkę należy pobrać, w zależności od granulacji, w ilości wg BN-69/6732-09.

W przypadku dodawania dodatków przed łamaczem, w czasie pobierania próbki dodatki powinny być wstrzymane.

Pobraną próbkę należy rozdrobnić do około 5 mm i pomniejszyć metodą kwartowania do około 2 kg.

2.1.4. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek surowca suszonego – symbol *d* wg rys. 1 Próbkę należy pobrać z wylotu suszarki. Masa próbki ogólnej powinna wynosić 3 ± 5 kg.

Pobraną próbkę należy rozdrobnić do około 5 mm i pomniejszyć metodą kwartowania do około 1 kg.

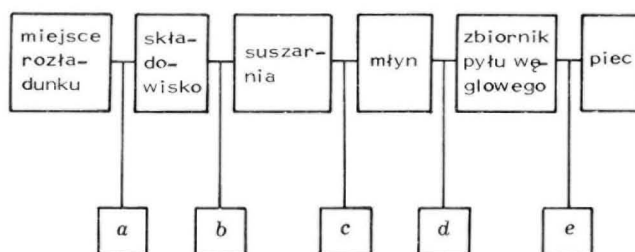
2.1.5. Pobieranie próbek mączki lub szlamu po zmieleniu – symbol *e* wg rys. 1 Jednorazową próbkę mączki lub szlamu należy pobrać przy wylocie z urządzenia mielącego, w ilości około 0,5 kg. W przypadku oznaczania masy litra szlamu należy pobrać próbkę ogólną w ilości około 1,5 kg.

2.1.6. Pobieranie próbek mączki lub szlamu w toku korekcji i po korekcji – symbol *f i g* wg rys. 1 Jednorazową próbkę mączki lub szlamu należy pobrać ze zbiorników korekcyjnych w ilości około 0,5 kg. W przypadku oznaczania masy litra szlamu należy pobrać próbkę ogólną w ilości około 1,5 kg. Przed pobraniem próbki zawartość zbiorników powinna być dokładnie wymieszana w okresie podanym w instrukcji technologicznej.

2.1.7. Pobieranie próbek mączki lub szlamu podawanego do pieca – symbol *h* wg rys. 1 Jednorazową próbkę mączki lub szlamu należy pobrać z urządzeń podawczych do pieca w ilości około 0,5 kg. W przypadku oznaczania masy litra szlamu należy pobrać próbkę ogólną w ilości około 1,5 kg.

2.2. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek paliwa

2.2.1. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek miatu węglowego – symbol *a* wg rys. 2 należy przeprowadzać zgodnie z PN-80/G-04502.



BN-83/6731-02-2

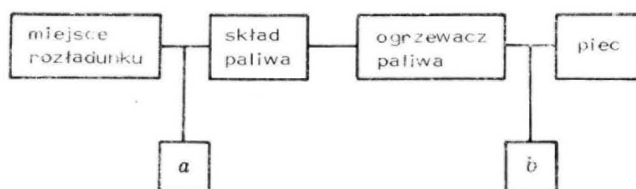
Rys. 2

2.2.2. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek miatu węglowego przed suszeniem i miatu węglowego suszonego – symbol *b i c* wg rys. 2 Próbkę miatu węglowego przed suszeniem należy pobrać z urządzenia podającego węgiel do suszarni, a próbkę miatu węglowego suszonego – z wylotu suszarni. Masa próbki ogólnej powinna wynosić około 0,5 kg. Próbkę do badań należy przygotować wg PN-80/G-04502.

2.2.3. Pobieranie próbek pyłu węglowego po mieleniu – symbol *d* wg rys. 2 Próbkę pyłu węglowego po mieleniu należy pobrać w ilości około 0,5 kg.

2.2.4. Pobieranie próbek pyłu węglowego podawanego do pieca – symbol *e* wg rys. 2 Próbkę należy pobierać z urządzeń podawczych do pieca. Wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić około 0,2 kg. Próbkę ogólną składa się ze wszystkich próbek pierwotnych pobranych w ciągu 1 doby i dokładnie wymieszanych.

2.2.5. Pobieranie próbek paliwa płynnego z dostaw – symbol *f* wg rys. 3 należy przeprowadzać zgodnie z PN-66/C-04000.



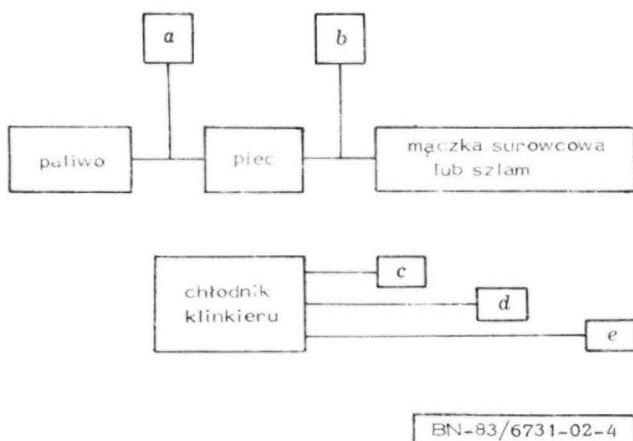
BN-83/6731-02-3

Rys. 3

2.2.6. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek paliwa płynnego podawanego do pieca – symbol *b* wg rys. 3. Próbkę należy pobierać ze zbiornika zasilającego piec. Wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić około 0,2 l. Próbkę ogólną składa się ze wszystkich próbek pierwotnych pobranych w ciągu 1 doby i dokładnie wymieszanych.

2.3. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek podczas procesu wypalania klinkieru

2.3.1. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek pyłu węglowego podawanego do pieca – symbol *a* wg rys. 4 – przeznaczonych do określenia stopnia absorpcji popiołu. Probki pierwotne w ilości około 0,5 kg każda, należy pobrać z wylotu zasobnika przy piecu lub z wylotu podajnika zasilającego piec. Odbiór próbek pierwotnych powinien być prowadzony w ciągu 1 doby w odstępach co 30 min. Próbkę ogólną składa się ze wszystkich próbek pierwotnych pobranych w ciągu 1 doby i dokładnie wymieszanych. Próbkę należy pomniejszyć przez kwartowanie do około 0,3 kg, a następnie spopielić przez ostrożne spalanie i wyżarzenie popiołu w temperaturze $815 \pm 15^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.



Rys. 4

2.3.2. Pobieranie i przygotowanie próbek mączki lub szlamu podawanych do pieca – symbol *b* wg rys. 4 – przeznaczonych do określenia stopnia absorpcji popiołu. Probki pierwotne należy pobrać w ilości około 0,5 kg z urządzenia zasilającego piec. Probki pierwotne mączki lub szlamu powinny być pobierane równocześnie z próbkami pyłu węglowego, w odstępach co 30 min. Próbkę ogólną składa się ze wszystkich próbek pierwotnych pobranych w ciągu 1 doby i dokładnie wymieszanych.

Próbkę mączki należy pomniejszyć przez kwartowanie do około 0,5 kg.

Próbkę szlamu należy pobrać w ilości 1 kg z próbki ogólnej i wysuszyć do stałej masy w temperaturze $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$. Wysuszoną próbkę rozetrzeć do całkowitego przejścia przez sito o boku oczka kwadratowego 0,2 mm.

2.3.3. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek klinkieru z chłodnika – symbol *c* wg rys. 4 – przeznaczonych do określenia stopnia absorpcji popiołu. Probki pierwotne w ilości około 1 kg należy pobierać z wylotu chłodnika co 30 min, przez 1 dobę. Czas rozpoczęcia pobierania próbek klinkieru powinien być przesunięty w stosunku do czasu rozpoczęcia pobierania próbek pierwotnych pyłu węglowego, mączki lub szlamu, o czas niezbędny do przejścia mączki lub szlamu przez całą długość pieca łącznie z chłodnikiem. Próbkę ogólną składa się ze wszystkich próbek pierwotnych pobranych w ciągu 1 doby. Przy piecach szybowych klinkier należy pobierać z wysypu urządzenia śluzowego.

Pobraną próbkę należy pomniejszyć przez kwartowanie do około 5 kg po uprzednim rozdrobnieniu większych brył do wielkości ziarn nie przekraczających 15 mm. Otrzymaną próbkę w całości rozdrobnić do wielkości ziarn 1 mm i pomniejszyć przez kwartowanie do około 0,2 kg, a następnie rozdrobnić do całkowitego przejścia przez sito o boku oczka kwadratowego 0,2 mm.

2.3.4. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek klinkieru z chłodnika – symbol *d* wg rys. 4 – przeznaczonych do badania cech chemicznych i fizycznych klinkieru. Probki pierwotne należy pobierać z wylotu chłodnika każdego pieca w takiej ilości, aby łączna masa wszystkich próbek pierwotnych pobranych z wszystkich pieców w ciągu 1 doby wynosiła około 50 kg. Masa próbek pierwotnych dla poszczególnych pieców powinna być ustalona proporcjonalnie do ich wydajności. Próbkę ogólną składa się ze wszystkich próbek pierwotnych pobranych w ciągu 1 doby. Przy piecach szybowych klinkier należy pobierać z wysypu urządzenia śluzowego. Próbkę należy przygotować wg BN-78/6731-11.

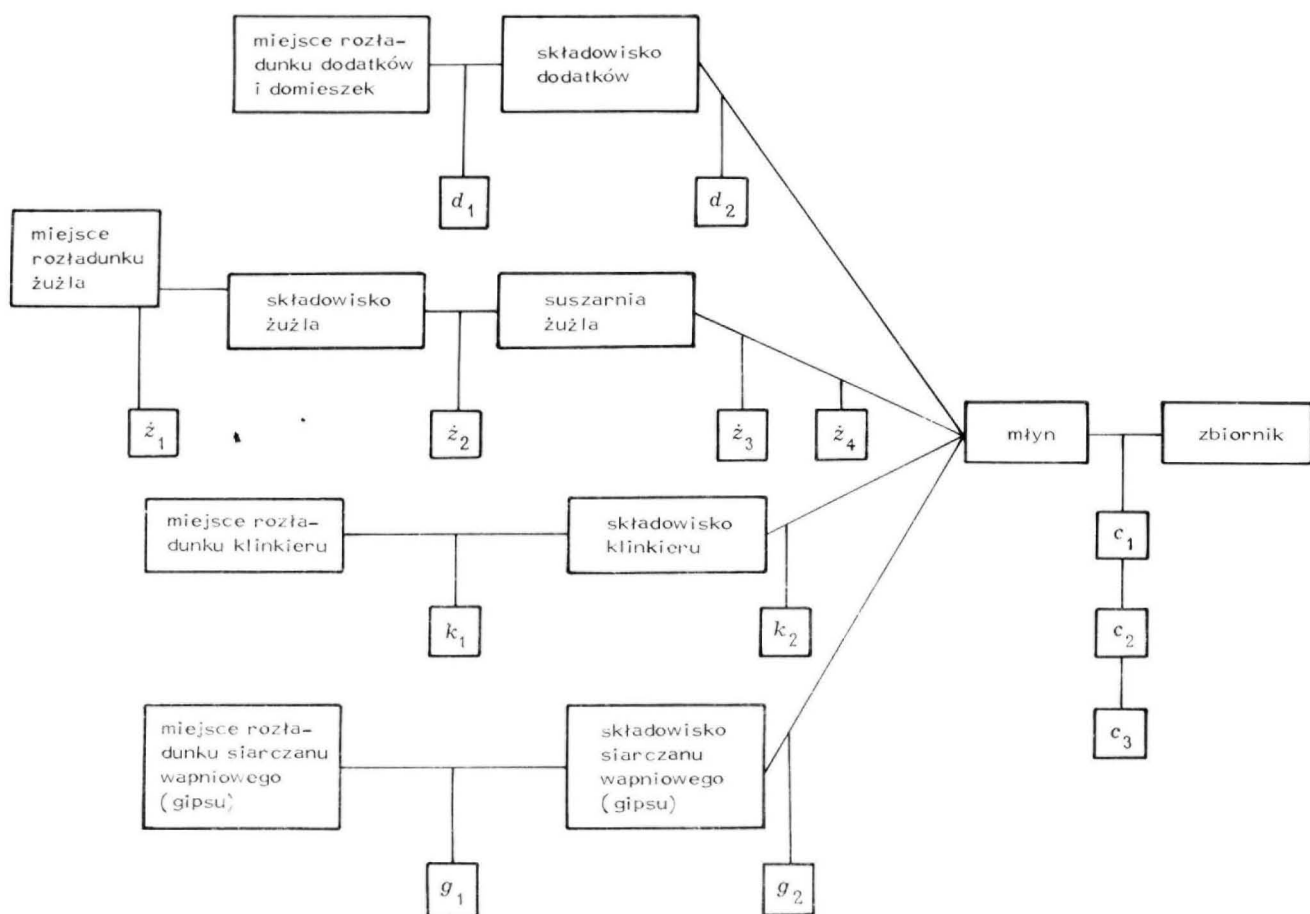
2.3.5. Pobieranie próbek klinkieru z chłodnika – symbol *e* wg rys. 4 – przeznaczonych do oznaczania masy litra klinkieru. Próbkę należy pobrać z wylotu chłodnika w takiej ilości, aby frakcja, która będzie badana ważyła około 3 kg. Przy piecach szybowych klinkier należy pobrać z wysypu urządzenia śluzowego.

2.4. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek podczas procesu mielenia cementu

2.4.1. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek klinkieru z dostaw – symbol *k* wg rys. 5 należy wykonać zgodnie z BN-78/6731-11.

2.4.2. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek żużla wielkopiecowego granulowanego – symbol *z* wg rys. 5 należy wykonać zgodnie z PN-72/B-23002.

2.4.3. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek siarczanu wapniowego – symbol *g* wg rys. 5 należy wykonać zgodnie z BN-69/6732-09.



BN-83/6731-02-5

Rys. 5

2.4.4. Pobieranie i przygotowanie do badań próbek dodatków i domieszek – symbol d , wg rys. 5 należy przeprowadzać zgodnie z normami dotyczącymi danego materiału, a w przypadku materiału nieznormalizowanego warunki pobierania i przygotowania próbek do badań należy uzgodnić na piśmie między producentem, a odbiorcą; w warunkach tych należy uwzględnić postanowienia norm dotyczących statystycznej kontroli jakości. Jako przykład dodatków i domieszek można wymienić dodatki pucolanowe, aktywizatory, plastyfikatory, materiały wybielające.

2.4.5. Pobieranie próbek żużla wielkopiecowego granulowanego przed suszeniem – symbol z , wg rys. 5. Próbkę w ilości około 1 kg należy pobrać z urządzenia podającego żużel do suszarni.

2.4.6. Pobieranie próbek żużla wielkopiecowego granulowanego po suszeniu – symbol z , wg rys. 5. Próbkę w ilości około 1 kg należy pobrać z wylotu suszarni.

2.4.7. Pobieranie próbek klinkieru, żużla, siarczanu wapniowego i dodatków przed mieleniem – symbole k , z , g i d , wg rys. 5 – przeznaczonych do sprawdzenia prawidłowości dozowania. Probki należy pobrać równocześnie przez skierowanie strumienia danego materiału z urządzenia podającego do przygotowanego naczynia (np. skrzyni) o odpowiedniej wielkości. Czas zsypania próbki do naczynia powinien być mierzony czasomierzem. Dla składnika, którego udział w ogólnej ilości nadawy przekracza 10 % wagowo, czas pobierania próbki powinien wynosić co najmniej 1 min. Dla składnika, którego udział w nadawie nie przekracza 10 % wagowo – co najmniej 3 min.

2.4.8. Pobieranie jednorazowych próbek cementu z młyna – symbol c , wg rys. 5. Próbkę należy pobrać z wylotu każdego młyna. Masa próbki powinna wynosić średnio około 2 kg. Dokładne masy próbek z każdego młyna ustala się indywidualnie w każdej cementowni z uwzględnieniem wydajności poszczególnych młynów.

Pobraną próbkę należy podzielić na dwie równe części *A* i *B*. Część *A* służy do badań wymienionych w tabl. 4, część *B* do sporządzenia średniej próbki zmianowej wg 2, 4, 9.

2, 4, 9. Przygotowanie średnich próbek zmianowych cementu z młyna – symbol c_2 wg rys. 5. Należy dokładnie wymieszać wszystkie próbki jednorazowe (część *B*) pobrane wg 2, 4, 8 na danej zmianie roboczej. Tak przygotowaną próbkę należy podzielić na dwie równe części *C* i *D*. Część *C* służy do badań wymienionych w tabl. 4, część *D* do przygotowania średniej próbki dobowej wg 2, 4, 10.

2, 4, 10. Przygotowanie średnich próbek dobowych cementu z młyna – symbol c_3 wg rys. 5. Należy dokładnie wymie-

szać wszystkie średnie próbki zmianowe, przygotowane wg 2, 4, 9 (część *D*), pobrane na trzech zmianach danej doby.

2, 5. Częstotliwość pobierania próbek. We wszystkich przypadkach, w których norma nie podaje częstotliwości pobierania próbek, należy stosować wymagania podane w instrukcji technologicznej obowiązującej w danym zakładzie.

3. ZAKRES BADAŃ

3, 1. Badania surowców przeznaczonych do produkcji klinkieru należy przeprowadzić w zakresie wg tabl. 1.

Tablica 1

Sym- bol wg rys. 1	Nazwa materiału	Próbka pobrana wg	Cechy badane									
			masa litra szlamu	wilgoć	strata po pra- żeniu	SiO ₂ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	granu- lacja	odsiew na sitach 0,2 i 0,08 mm	plyn- ność	cechy obo- wiązujące wg PN, BN lub warun- ków dostaw
a	Kamień wapienny	2, 1, 1	badanie wg									
	-		-	-	-	4, 1	4, 1	4, 1	-	-	-	
	-		-	-	4, 1	4, 1	4, 1	4, 1	-	-	-	
	-		4, 1	-	4, 1	4, 1	4, 1	-	-	-	4, 1	
	-		4, 1	-	4, 1	4, 1	-	4, 1	-	-	-	
	-		4, 1	-	-	-	-	-	-	-	4, 1	
b	Kamień wapienny	2, 1, 2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	Margiel		-	4, 2	4, 3	4, 4	4, 4	4, 4	-	-	-	
	Głina, ily		-	-	-	-	-	-	-	-	-	
c	Surowce kruszo- ne	2, 1, 3	-	4, 2	-	-	-	-	-	-	-	
d	Surowiec suchy	2, 1, 4	-	4, 2	-	-	-	-	-	-	-	
e	Mączka z młyna	2, 1, 5	-	4, 2	-	-	4, 4 lub 4, 6	-	-	4, 15, 1 4, 15, 2	-	-
	Szlam z młyna		-	-	-	-	-	-	-	4, 12	-	
f	Mączka lub szlam ze zbiornika ko- rekcyjnego	2, 1, 6	4, 13	4, 2	-	-	4, 4 lub 4, 6	-	-	-	-	-
g	Mączka lub szlam skorygowany	2, 1, 6	4, 13	4, 2	4, 3	4, 4	-	4, 4 lub 4, 6	-	-	-	-
h	Mączka podawa- na do pieca	2, 1, 7	-	-	-	-	4, 4	4, 4	-	4, 15, 1	-	-
	Szlam podawany do pieca		4, 13	4, 2	4, 3	4, 4	-	4, 4 lub 4, 6	-	4, 15, 2	4, 12	-

Tablica 4

Symbol wg rys. 5	Nazwa materiału	Próbka pobrana wg	Cechy badane									
			cechy znormalizowane wg PN, BN lub warunków dostaw	zawartość wilgotności	zawartość SO ₃	zawartość żużla	kontrola dozowania	zmiana objętości	odsiew na sitach 0,2 i 0,08 mm lub powierzchnia właściwa	początek wiązania	stopień białości	wytrzymałość na ściskanie
k ₁	Klinkier z dostaw	2, 4, 1	badanie wg									
			4, 1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
k ₂	Klinkier przed mieleniem	2, 4, 7	-	-	-	-	4, 17	-	-	-	-	-
ż ₁	Żużel z dostaw	2, 4, 2	4, 1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ż ₂	Żużel przed suszeniem	2, 4, 5	-	4, 2	-	-	-	-	-	-	-	-
ż ₃	Żużel po suszeniu	2, 4, 6	-	4, 2	-	-	-	-	-	-	-	-
ż ₄	Żużel przed mieleniem	2, 4, 7	-	-	-	-	4, 17	-	-	-	-	-
g ₁	Siarczan wapniowy z dostaw	2, 4, 3	4, 1	4, 2	-	-	-	-	-	-	-	-
g ₂	Siarczan wapniowy przed mieleniem	2, 4, 7	-	-	-	-	4, 17	-	-	-	-	-
d ₁	Dodatki lub domieszki z dostaw	2, 4, 4	4, 1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
d ₂	Dodatki przed mieleniem	2, 4, 7	-	-	-	-	4, 17	-	-	-	-	-
c	Cement z młyna	2, 4, 8	-	-	4, 8	4, 19	-	4, 16	4, 15, 1 lub 4, 21	4, 21	-	-
c	Cement z młyna ²⁾	2, 4, 9	-	-	4, 8	-	-	4, 16	-	-	4, 20 ¹⁾	4, 22 ²⁾
c	Cement z młyna ³⁾	2, 4, 10	-	-	4, 8	-	-	-	-	-	-	4, 22 ³⁾
¹⁾ Dotyczy cementu portlandzkiego białego. ²⁾ Zakłady produkujące powyżej 1000 t/dobę. ³⁾ Zakłady produkujące poniżej 1000 t/dobę.												

4. METODY BADAŃ

4.1. Badania materiałów z dostaw należy przeprowadzić zgodnie z obowiązującymi dla danego materiału normami. W przypadku badania materiału nieznormalizowanego, metody badań należy uzgodnić na piśmie z dostawcą materiału.

4.2. Oznaczanie zawartości wilgoci w próbkach surowca, mączki, szlamu, miatu i pyłu węglowego oraz żużla wielkopieczowego (pobranymi wg 2.1.2 + 2.1.7, 2.2.2 + 2.4.6)

4.2.1. Przyrządy

- Suszarka elektryczna.
- Waga techniczna o dokładności ważenia do 0,5 g.
- Naczynko wagowe o średnicy około 100 mm i wysokości około 30 mm lub miseczka porcelanowa pojemności około 200 cm³.

4.2.2. Wykonanie oznaczania. Do wysuszonego i zważonego naczynka wagowego należy odważyć około 50 g próbki, suszyć w temperaturze 105 ± 5 °C w ciągu 60 min i po ochłodzeniu w eksykatorze zważyć. W przypadku badania szlamu próbkę należy odważyć do miseczki porcelanowej.

4.2.3. Obliczanie wyników. Zawartość wilgoci (X) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m – masa próbki przed suszeniem, g,

m_1 – masa próbki po wysuszeniu, g.

4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Dopuszczalna różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,5 % wartości bezwzględnej.

4.3. Oznaczanie strat po prażeniu w próbkach surowca, szlamu, mączki i klinkieru (pobranymi wg 2.1.2, 2.1.5, 2.1.6, 2.3.2 + 2.3.4). Badanie należy przeprowadzić wg PN-78/B-04301 z tym, że próbki szlamu, kamienia wapiennego, marglu, gliny, ilu powinny być przed wykonaniem oznaczania wysuszone w temperaturze 105 ± 5 °C i rozdrobnione do 0,2 mm. W przypadku próbek mączki oznaczenie można wykonać z próbki wilgotnej, z równoległym oznaczeniem wilgoci dla wprowadzenia poprawki.

4.4. Oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu krzemowego, tlenku glinowego, tlenku żelazowego, tlenku wapniowego i tlenku magnezowego w próbkach surowca, szlamu i mączki (pobranymi wg 2.1.2, 2.1.5, 2.1.6, 2.3.2) należy wykonać wg BN-83/6731-15.

4.5. Oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu krzemowego, tlenku glinowego, tlenku żelazowego, tlenku wapniowego i tlenku magnezowego w próbkach klinkieru (pobranymi wg 2.3.3, 2.3.4) należy wykonać wg PN-78/B-04301.

4.6. Oznaczanie zawartości sumy tlenków wapniowego i magnezowego w próbkach szlamu lub mączki z surowców naturalnych (pobranymi wg 2.1.4 + 2.1.6) należy wykonać wg BN-83/6731-15.

4.7. Oznaczanie zawartości wolnego tlenku wapniowego w próbce klinkieru (pobranej wg 2.3.4)

4.7.1. Odczynniki

- Alkohol etylowy cz. d. a., bezwodny.
- Glikol etylenowy cz. d. a., bezwodny.
- Kwas solny cz. d. a., 0,1 N – roztwór nastawiony na węglan sodowy (Na_2CO_3).
- Wskaźnik: odważyć 0,05 g czerwieni metylowej i 0,05 g zieleni bromokrezolowej, rozpuścić oddzielnie w alkoholu etylowym, połączyć obydwa roztwory i dopełnić do objętości 100 cm³.

4.7.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę przygotowaną wg 2.3.4 rozdrobnąć tak, aby całość przeszła przez sito 0,08 mm. Z rozdrobnionej próbki odważyć około 0,750 g do suchej kolby stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 1 ÷ 2 granulek szklanych lub tłuczonej porcelany i zawartość kolby wymieszać. Dodać 40 cm³ glikolu etylenowego i wymieszać, a następnie ogrzewać w temperaturze 65 ± 70 °C przez 30 min, potrząsając kolbą ostrożnie co 5 ÷ 6 min. Sączyć przez sączone szklany G3 lub G4. W czasie sączenia sączone przykryć korkiem zaopatrzonym w rurkę napełnioną wapnem sodowym i bezwodnym chlorkiem wapniowym. Osad na sączku przemyć 3 razy alkoholem etylowym.

Do mycia i spłukania kolby użyć nie więcej niż 25 cm³ alkoholu.

Do przesączu dodać 4 krople wskaźnika i miareczkować kwasem solnym do zmiany barwy zielonej na pomarańczową.

4.7.3. Obliczanie wyników. Zawartość wolnego tlenku wapniowego (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,0028}{a} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

V – objętość użytego do miareczkowania kwasu solnego, cm³,

K – faktor dla roztworu kwasu solnego,

0,0028 – ilość tlenku wapniowego odpowiadająca 1 cm³ ściśniętego 0,1 N kwasu solnego,

a – masa odważonej próbki, g.

4.7.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Dopuszczalna różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,2 % wartości bezwzględnej.

4.8. Oznaczanie bezwodnika kwasu siarkowego w próbkach klinkieru i cementu (pobranymi wg 2.3.4 i 2.4.9) należy wykonać wg PN-78/B-04301 p. 2.5.

4.9. Oznaczanie cech fizycznych i chemicznych próbek paliwa płynnego (pobraných wg 2.2.5 i 2.2.6) należy wykonać następująco:

- oznaczanie zawartości wody wg PN-83/C-04523,
- oznaczanie zawartości siarki wg PN-83/C-04091,
- oznaczanie wartości opałowej wg PN-71/C-04062,
- oznaczanie lepkości wg PN-77/C-04014.

4.10. Oznaczanie cech fizycznych i chemicznych próbek paliwa stałego (pobraných wg 2.2.4 i 2.3.1) należy wykonać następująco:

- oznaczanie wartości opałowej wg PN-81/G-04513,
- oznaczanie zawartości popiołu wg PN-80/G-04512,
- oznaczanie zawartości części lotnych wg PN-81/G-04516,
- oznaczanie zawartości siarki wg PN-76/G-04514/06,
- oznaczanie składu chemicznego popiołu wg PN-77/G-04528/00, PN-77/G-04528/03, PN-77/G-04528/04, PN-78/G-04528/05, PN-77/G-04528/06.

4.11. Obliczanie średniego stopnia absorpcji popiołu

4.11.1. Zasada obliczania. Obliczanie stopnia absorpcji popiołu należy wykonać na podstawie porównania zawartości CaO , SiO_2 , Al_2O_3 i Fe_2O_3 w próbkach mączki lub szlamu podawanego do pieca, popiołu z pyłu węglowego oraz klinkieru, pobraných wg 2.3.1, 2.3.2, 2.3.3.

4.11.2. Symbole. Przy obliczaniu stopnia absorpcji popiołu należy stosować:

- symbole wg tabl. 5 dla procentowej zawartości CaO , SiO_2 , Al_2O_3 i Fe_2O_3 w próbkach mączki surowcowej, popiołu paliwa i klinkieru,
- symbole dla stopnia absorpcji popiołu w odniesieniu do poszczególnych składników:

- $\text{CaO} - q_C$
- $\text{SiO}_2 - q_S$
- $\text{Al}_2\text{O}_3 - q_A$
- $\text{Fe}_2\text{O}_3 - q_F$

c) symbol dla średniego stopnia absorpcji popiołu - q .

Tablica 5

Składnik %	Oznaczanie zawartości				
	w mączce surowcowej		w popiole paliwa	w klinkierze	
	niewyprażonej	wyprażonej		niewyprażonym	wyprażonym
CaO	C_{sn}	C_s	C_p	C_{kn}	C_k
SiO_2	S_{sn}	S_s	S_p	S_{kn}	S_k
Al_2O_3	A_{sn}	A_s	A_p	A_{kn}	A_k
Fe_2O_3	F_{sn}	F_s	F_p	F_{kn}	F_k
Strata przy wżarzaniu	P_s	-	-	P_k	-

4.11.3. Wykonanie obliczania

4.11.3.1. Przeliczenie składników mączki surowcowej i klinkieru na substancje wyprażoną należy wykonać wg wzorów

$$C_s = \frac{C_{sn}}{100 - P_s} \cdot 100 \quad (3)$$

$$S_s = \frac{S_{sn}}{100 - P_s} \cdot 100 \quad (4)$$

$$A_s = \frac{A_{sn}}{100 - P_s} \cdot 100 \quad (5)$$

$$F_s = \frac{F_{sn}}{100 - P_s} \cdot 100 \quad (6)$$

$$C_k = \frac{C_{kn}}{100 - P_k} \cdot 100 \quad (7)$$

$$S_k = \frac{S_{kn}}{100 - P_k} \cdot 100 \quad (8)$$

$$A_k = \frac{A_{kn}}{100 - P_k} \cdot 100 \quad (9)$$

$$F_k = \frac{F_{kn}}{100 - P_k} \cdot 100 \quad (10)$$

w których oznaczenia wg tabl. 5.

4.11.3.2. Obliczanie stopnia absorpcji popiołu wg poszczególnych składników należy wykonać wg wzorów

$$q_C = \frac{C_k - C_s}{C_p - C_s} \cdot 100 \quad (11)$$

$$q_S = \frac{S_k - S_s}{S_p - S_s} \cdot 100 \quad (12)$$

$$q_A = \frac{A_k - A_s}{A_p - A_s} \cdot 100 \quad (13)$$

$$q_F = \frac{F_k - F_s}{F_p - F_s} \cdot 100 \quad (14)$$

w których oznaczenia wg 4.11.2.

ścianię wewnętrznej lejki powinien być oznaczony kreską poziom odpowiadający pojemności około 1200 cm³.

c) Dwa sита o dnach z blachy perforowanej i oczkach okrągłych o średnicy: pierwsze sito – 7 mm, drugie sito – 5 mm. Ramy sit mogą być kwadratowe lub cylindryczne, o boku względnie średnicy około 25 cm i wysokości około 10 cm. Ramy powinny być zaopatrzone w uchwyty.

d) Przy badaniu frakcji klinkieru innej niż 5 ÷ 7 mm, należy stosować sита o odpowiedniej średnicy oczek.

e) Waga o zakresie do 5 kg i dokładności ważenia do 5 g.

4.14.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę klinkieru ochłodzoną do temperatury otoczenia przesiać przez sito o średnicy oczek 7 mm i odrzucić odsiew. Klinkier o ziarnach powyżej 7 mm przesiać przez sito o średnicy oczek 5 mm i odrzucić przesiew. Czynność przesiewania klinkieru może być zmechanizowana.

W przypadku gdy frakcja 5 ÷ 7 mm jest niereprezentatywna dla klinkieru z danego zakładu, należy oznaczenie wykonać z właściwej frakcji.

Zważone naczynie pojemności 1000 cm³ należy umieścić pod lejem wyspowym, w osi otworu wyspowego tak, aby odległość górnej krawędzi naczynia od dolnej krawędzi otworu lejki wynosiła 100 ± 5 mm. Otwór wyspowy lejki powinien być zamknięty korkiem.

Odsiany klinkier wysypywać do lejki, do poziomu oznaczonego kreską.

Następnie wyciągnąć korek i napętnić naczynie swobodnie wysypującym się klinkierem. Po napętnieniu, powierzchnię klinkieru należy wyrównać do poziomu krawędzi naczynia za pomocą pręta lub linijki, a następnie zważyć w g.

4.14.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć różnicę masy naczynia napętnionego klinkierem i masy naczynia pustego. Obliczenie należy wykonać z dokładnością do 5 g.

4.15. Oznaczanie odsiewu na sitach

4.15.1. Oznaczanie odsiewu próbek maczki, pyłu węglowego i cementu (wg 2.1.5, 2.1.6, 2.1.7, 2.2.3, 2.2.4, 2.4.8, 2.4.9 i 2.4.10)

4.15.1.1. Przyrządy

a) Suszarka elektryczna.

b) Waga techniczna o dokładności ważenia do 0,5 g.

c) Sита o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,2 i 0,08 mm, wykonane z tkaniny fosforo-brązowej. Tkanina powinna być napięta sztywno na ramy drewniane lub metalowe, o kształcie kwadratowym lub okrągłym, o boku lub średnicy około 250 mm i wysokości około 100 mm. Tkanina powinna być osadzona na wysokości 10 mm od dolnej krawędzi ramy.

4.15.1.2. Wykonanie oznaczania. Z pobranej próbki należy odważyć około 300 g, suszyć w suszarni przez 1 h w

temperaturze 100 ± 5 °C, przenieść do szczelnie zamkniętego naczynia i oziębć do temperatury otoczenia. Następnie po oziębieniu odważyć 100 g próbki, przenieść na sito o boku oczka kwadratowego 0,08 mm i przesiewać ręcznie lub mechanicznie. Przesiewanie należy uważać za zakończone, jeżeli w ciągu 1 min przesiewania przechodzi przez sito nie więcej niż 0,05 g badanej próbki. Po zakończeniu przesiewania odsiew na sicie zważyć z dokładnością do 0,1 g (b). Otrzymany odsiew przenieść na sito o boku oczka kwadratowego 0,2 mm i przesiewanie przeprowadzić w sposób podany wyżej. Po zakończeniu przesiewania odsiew na sicie zważyć z dokładnością do 0,1 g (c).

4.15.1.3. Obliczanie wyników. Odsiew na sitach o boku oczka kwadratowego 0,08 mm (X_2) i 0,2 mm (X_3) należy obliczyć w procentach wg wzorów

$$X_2 = \frac{b \cdot 100}{a} \quad (16)$$

$$X_3 = \frac{c \cdot 100}{a} \quad (17)$$

w których:

a – masa odważonej próbki, g,

b – odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,08 mm, g,

c – odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,2 mm, g.

4.15.1.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń. Dopuszczalna różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,5 % wartości bezwzględnej.

4.15.2. Oznaczanie odsiewu na sitach próbek szlamu wg 2.1.5, 2.1.6, 2.1.7

4.15.2.1. Przyrządy

a) Suszarka elektryczna.

b) Waga techniczna o dokładności ważenia do 0,5 g.

c) Sита do przesiewania szlamu wg 4.15.1.1c) z tym, że bok lub średnica sita powinna wynosić około 100 mm, a wysokość około 150 mm.

d) Naczynko, parownica lub miseczka o średnicy około 100 mm.

4.15.2.2. Wykonanie oznaczania. Pobraną próbkę szlamu należy bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania dokładnie wymieszać za pomocą łyżki. Natychmiast po wymieszaniu odważyć 100 g w naczynku wg 4.15.2.1d) i przenieść ilościowo na uprzednio zważone suche sito o boku oczka kwadratowego 0,08 mm. Próbkę szlamu na sicie przemywać dokładnie strumieniem wody do chwili, kiedy woda przechodząca przez sito nie będzie zawierała zawiesiny. Następnie

sito z odsiewem umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ do stałej masy. Po ostudzeniu do temperatury otoczenia sito z wysuszonym odsiewem zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Różnica masy sita z odsiewem i sita pustego stanowi odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,08 mm (b).

Otrzymany odsiew przenieść na uprzednio zważone sito o boku oczka kwadratowego 0,2 mm i przesiewać. Przesiewanie należy uważać za zakończone, jeżeli w ciągu 1 min przesiewania przechodzi przez sito nie więcej niż 0,05 g badanej frakcji. Po zakończeniu przesiewania sito z odsiewem zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Różnica masy sita z odsiewem i sita pustego stanowi odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,2 mm (c).

Równocześnie z wykonaniem oznaczania odsiewu na sitach należy wykonać oznaczanie zawartości wody w szlamie wg 4, 2.

4, 15, 2, 3. Obliczanie wyników. Odsiew na sitach o boku oczka kwadratowego 0,08 mm (X_4) i 0,2 mm (X_5) należy obliczyć w procentach wg wzorów

$$X_4 = \frac{b \cdot 100}{100 - w} \quad (18)$$

$$X_5 = \frac{c \cdot 100}{100 - w} \quad (19)$$

w których:

b – odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,08 mm, g,

c – odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,2 mm, g,

w – zawartość wody w badanym szlamie, %.

4, 16. Oznaczanie zmiany objętości próbki cementu

4, 16, 1. Przyrządy

a) Miska metalowa o średnicy około 20 cm, z łyżką metalową.

b) Płytką grzejną.

c) Waga techniczna.

4, 16, 2. Wykonanie oznaczania. Z próbki pobranej wg 2, 4, 8 należy odważyć do miski metalowej 100 g cementu. Następnie dodać tyle wody aby zaczyn miał konsystencję

wilgotnej ziemi i dokładnie mieszać łyżką metalową w ciągu 1 min. Z przygotowanego w ten sposób zaczynu uformować ręcznie kulkę, którą należy umieścić na płytce grzejnej i suszyć do całkowitego odparowania wody. Temperatura powierzchni płytki grzejnej powinna być niższa od temperatury czerwonego żaru.

4, 16, 3. Wynik. Cement wykazuje normalną zmianę objętości, jeżeli kulka po wysuszeniu nie rozsypuje się, nie ma pęknięć ani rys.

4, 17. Sprawdzanie prawidłowości dozowania. Próbkę klinkieru, żużla, gipsu, dodatków i domieszek, pobrane wg 2, 4, 7 należy zważyć na wadze dziesiętnej z dokładnością do 1 kg. W przypadku gdy masa próbki przekracza dopuszczalne obciążenie wagi, próbka powinna być zważona w odpowiednio mniejszych częściach.

Ilość dozowanego materiału (klinkieru, żużla, gipsu, dodatku i domieszki) (X_6) należy obliczyć, w tonach na godzinę, z dokładnością do 0,1 wg wzoru

$$X_6 = \frac{3,6 \cdot G}{t} \quad (20)$$

w którym:

3,6 – mnożnik przeliczeniowy ilości dozowanego materiału w tonach na godzinę,

G – masa pobranej próbki, kg,

t – czas pobierania próbki, s.

4, 18. Oznaczanie cech fizycznych próbek klinkieru wg 2, 3, 4 należy wykonać wg BN-78/6731-11.

4, 19. Oznaczanie zawartości żużla w próbce cementu wg 2, 4, 9 należy wykonać wg BN-79/6730-01.

4, 20. Oznaczanie stopnia białości w próbce cementu wg 2, 4, 9 należy wykonać wg PN-73/B-04309.

4, 21. Oznaczanie powierzchni właściwej próbek cementu wg 2, 4, 8 i 2, 4, 10 należy wykonać wg PN-80/B-04300.

4, 22. Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie próbek cementu wg 2, 4, 9 i 2, 4, 10 należy wykonać wg PN-80/B-04300.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Przemysłu Wiążących Materiałów Budowlanych,

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-72/6731-02

a) zaniechano oznaczania zawartości sumy tlenków wapniowego i magnezowego, a przeniesiono je do BN-81/6731-15,

b) wprowadzono jednostki SI,

3. Normy związane

PN-80/B-04300 Cement, Metody badań, Oznaczanie cech fizycznych

PN-78/B-04301 Cement, Metody badań, Analiza chemiczna

PN-73/B-04309 Cement, Metody badań, Oznaczanie stopnia białości

PN-72/B-23002 Żużel wielkopiecowy granulowany do produkcji cementu

PN-66/C-04000 Ropa naftowa i przetwory naftowe, Pobieranie próbek

PN-77/C-04014 Przetwory naftowe, Oznaczanie lepkości względnej lepkościomierzem Englera

PN-71/C-04062 Przetwory naftowe, Oznaczanie ciepła spalania i wartości opałowej w bombie kalorymetrycznej

PN-83/C-04091 Przetwory naftowe, Oznaczanie zawartości siarki metodą spalania w bombie kalorymetrycznej

PN-83/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylowaną

PN-80/G-04502 Węgiel kamienny i brunatny, Próbki produkcyjne, Pobieranie, przygotowanie i sprawdzanie dokładności

PN-80/G-04512 Paliwa stałe, Oznaczanie zawartości popiołu metodą wagową

PN-81/G-04513 Paliwa stałe, Oznaczanie ciepła spalania i obliczanie wartości opałowej

PN-76/G-04514/06 Paliwa stałe, Oznaczanie zawartości siarki, Oznaczanie zawartości siarki popiołowej metodą wagową

PN-81/G-04516 Paliwa stałe, Oznaczanie zawartości części lotnych metodą wagową

PN-77/G-04528/00 Paliwa stałe, Oznaczanie składu chemicznego popiołu, Przygotowanie próbki popiołu i rozтворów do badań

PN-77/G-04528/03 Paliwa stałe, Oznaczanie składu chemicznego popiołu, Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO_2)

PN-77/G-04528/04 Paliwa stałe, Oznaczanie składu chemicznego popiołu, Oznaczanie zawartości tlenku glinowego (Al_2O_3)

PN-78/G-04528/05 Paliwa stałe, Oznaczanie składu chemicznego popiołu, Oznaczanie zawartości tlenku żelazowego (Fe_2O_3)

PN-77/G-04528/06 Paliwa stałe, Oznaczanie składu chemicznego popiołu, Oznaczanie zawartości tlenku wapniowego (CaO)

PN-81/H-04000 Analiza chemiczna rud żelaza i manganu oraz ich koncentratów, spieków i grudek, Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy chemicznej i oznaczania wilgotności

BN-79/6730-01 Cement, Metody badań, Oznaczanie zawartości żużla w cemencie hutniczym

BN-78/6731-11 Klinkier portlandzki do produkcji cementu

BN-83/6731-15 Cement, Kontrola międzyoperacyjna, Metody analizy chemicznej surowców

BN-69/6732-09 Kamień oraz mączka wapienna i gipsowa, Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

4. Autor projektu normy - inż. Stanisława Błach - Instytut Przemysłu Wiążących Materiałów Budowlanych,

5. Wydanie 2 - stan aktualny; maj 1985 - uaktualniono normy związane ,