

BUDOWNICTWO I MATERIAŁY BUDOWLANE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Popioły lotne z węgla kamiennego do produkcji betonu komórkowego	6713-02
		Zamiast BN-75/6713-02
		Grupa katalogowa 0717

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są popioły lotne z węgla kamiennego przeznaczone do produkcji betonu komórkowego odmian M-400, M-500, M-600 i M-700.

1.2. Określenia — wg BN-79/6722-09.

2. WYMAGANIA

Tablica 1

Lp.	Badania właściwości	Wymagania
1	2	3
1	Zawartość ziarn przechodzących przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %.	65 ÷ 85
2	Zmiana masy przy prażeniu, nie więcej niż, %.	7
3	Zawartość siarki całkowitej w przeliczeniu na SO ₃ , nie więcej niż, %.	2
4	Zawartość krzemionki (SiO ₂), nie mniej niż, %.	40
5	Dopuszczalne stężenia pierwiastków promieniotwórczych: aktywność sumaryczna pierwiastków promieniotwórczych $f_1 = 0,00027S_K + 0,0027S_{Ra} + 0,0043S_{Th}$ stężenie radu $f_2 = S_{Ra}, B_q/kg$	≤1 185

3. PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Przechowywanie. Popioły lotne powinny być przechowywane w warunkach zabezpieczających je przed zawilgoceniem i zanieczyszczeniem.

3.2. Transport. Popioły lotne należy dostarczać transportem pneumatycznym lub kołowym przystosowanym do przewozu materiałów sypkich luzem w warunkach zabezpieczających je przed zawilgoceniem i zanieczyszczeniem. W przypadku transportu kolejowego należy przestrzegać odpowiednich przepisów¹⁾.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

4. BADANIA

4.1. Rodzaje badań

4.1.1. Badania pełne obejmują sprawdzenie:

- a) zawartości ziarn przechodzących przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 mm (tabl. 1 lp. 1),
- b) zmiany masy przy prażeniu (tabl. 1 lp. 2),
- c) zawartości siarki całkowitej w przeliczeniu na SO₃ (tabl. 1 lp. 3),
- d) zawartości krzemionki (SiO₂) (tabl. 1 lp. 4),
- e) stężenia pierwiastków promieniotwórczych (tabl. 1 lp. 5).

4.1.2. Badania niepełne obejmują sprawdzenia wymienione w 4.1.1a), b), c), e).

4.2. Przeprowadzanie badań

4.2.1. Wybór rodzaju badań. Badania niepełne powinny być przeprowadzone przez producenta na podstawie reprezentatywnej próbki popiołu przed jego transportem do odbiorcy, tj. zakładu betonu komórkowego.

Badania pełne powinny być wykonywane na żądanie odbiorców lub producentów popiołów.

4.2.2. Częstotliwość przeprowadzania badań niepełnych popiołów lotnych powinna być zgodna z tabl. 2.

Tablica 2

Lp.	Rodzaj oznaczenia	Częstotliwość przeprowadzania badań ¹⁾	Miejsce przeprowadzenia badań
1	2	3	4
1	Zawartość ziarn przechodzących przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 mm	1 raz na dobę	u odbiorcy
2	Zmiana masy przy prażeniu	1 raz na tydzień	u odbiorcy i dostawcy
3	Zawartość siarki całkowitej w przeliczeniu na SO ₃	1 raz na tydzień	u dostawcy
4	Stężenie pierwiastków promieniotwórczych	1 raz w miesiącu	u dostawcy i odbiorcy

¹⁾ W przypadku zmian gatunku spalnego węgla lub parametrów technologicznych procesu spalania, należy wykonać badania pełne dla określonej partii popiołów.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Betonów CEBET
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Techniki Budowlanej, dnia 24 lutego 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1987, poz. 13)

4.2.3. Częstotliwość przeprowadzania badań pełnych.

Badania pełne należy przeprowadzać co najmniej 1 raz w roku oraz na wniosek producenta lub odbiorcy popiołów (np. w przypadku uruchomienia nowych kotłów przy rozbudowie elektrowni, zmian gatunku węgla lub procesu spalania).

4.3. Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

4.3.1. Miejsce pobierania próbek do badań

4.3.1.1. Miejsce pobierania próbek u odbiorcy popiołów. Próbkę do badań wykonywanych u odbiorcy popiołów należy pobierać w zakładzie produkcji betonu komórkowego z miejsc i w sposób zapewniający reprezentatywność próbki, wg Instrukcji oceny popiołów lotnych stosowanych do produkcji betonu komórkowego.

4.3.1.2. Miejsce pobierania próbek u dostawcy popiołów. Próbkę popiołów do badań należy pobierać w elektrowni z miejsc umożliwiających pobieranie próbek najbardziej reprezentatywnych dla rozwiązań układu odpielania i przekazywania popiołów do zakładów betonów komórkowych w danej elektrowni — wg BN-81/0623-01 p. 3.2.1.

4.3.2. Sposób przygotowania próbek do badań

4.3.2.1. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej — wg BN-81/0623-01 p. 4.2.

4.3.2.2. Przygotowanie próbki analitycznej — wg BN-82/6722-10/00 p. 2.1.2.

Dodatkowo, przed przystąpieniem do rozdrabniania próbki, należy wydzielić ze średniej próbki laboratoryjnej w stanie powietrznosuchym około 200 g popiołu, który posłuży do badania rozdrobnienia.

4.4. Metody badań

4.4.1. Oznaczanie zawartości ziarn przechodzących przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 mm

4.4.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na przesiewaniu przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 mm określonej ilości popiołu, zważeniu przesiewu oraz obliczeniu jego procentowej zawartości.

Przesiewanie należy wykonać ręcznie lub za pomocą wstrząsarki mechanicznej.

4.4.1.2. Przyrządy

a) Sito z tkaniny fosforobrazowej o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,063 mm.

b) Pędzel płaski.

c) Wstrząsarka mechaniczna.

4.4.1.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki wydzielonej ze średniej próbki laboratoryjnej wg 4.3.2.2, odważyć 20 g popiołu z dokładnością do 0,01 g, przenieść na czyste i suche sito. Pod sitem umieścić denko, od góry sito zamknąć pokrywą. Przesiewanie wykonać za pomocą mechanicznego lub ręcznego wstrząsania sit w ciągu około 10 min (około 30 wstrząsów na minutę).

Przesiewanie zakończyć ręcznie, a przesiew zważyć na wadze technicznej. Przesiewanie uważa się za zakończone, jeżeli w ciągu 1 min przechodzi przez sito nie więcej niż 0,1 g próbki. Sprawdzanie przeprowadza się na arkuszu gładkiego papieru.

4.4.1.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Przesiew przez sito (x) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$x = \frac{a}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

a — masa przesiewu przez sito, g,

m — odważka próbki popiołu, g.

4.4.1.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, jeżeli różnica między nimi nie przekracza 0,5% bezwzględnego.

4.4.2. Oznaczanie zmiany masy przy prażeniu — wg BN-82/6722-10/02.

4.4.3. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej w przeliczeniu na SO_3 metodą spalania w wysokiej temperaturze z miareczkowaniem jodometrycznym — wg PN-81/G-04514/05 (metoda rozjemcza).

4.4.4. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej w przeliczeniu na SO_3 metodą wagową

4.4.4.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na spieczeniu próbki popiołu lotnego z mieszaniną tlenku cynkowego i węglanu sodowego, wylugowaniu spieku wodą, odsączeniu osadu i wytrąceniu z przesączu jonu SO_4^{2-} roztworem chlorku barowego w postaci siarczanu barowego, a następnie wyprażeniu osadu i przeliczeniu masy tego osadu na procentową zawartość bezwodnika kwasu siarkowego.

4.4.4.2. Aparatura i przyrządy

a) Płyta grzejna.

b) Piec elektryczny z termoregulacją umożliwiającą utrzymanie temperatury $900 \pm 20^\circ C$.

c) Moździerz agatowy.

d) Moździerz porcelanowy.

4.4.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Węglan sodowy cz.d.a. roztwór 2% (m/m).

c) Woda utleniona, roztwór 3% (V/V).

d) Chlorek barowy, roztwór 10% (m/m) — **substancja toksyczna**.

e) Czerwień metylowa, roztwór 0,1% (m/V), w alkoholu etylowym.

f) Woda destylowana.

g) Mieszanina do spiekania: tlenek cynkowy cz.d.a. i węglan sodowy bezwodny cz.d.a. zmieszane w stosunku wagowym 1:4 o oznaczonej zawartości związków siarki.

Mieszaninę należy przygotować rozcierając ją w moździerzu porcelanowym. Oznaczanie zawartości związków siarki przeprowadzić w sposób następujący: do tygla porcelanowego odważyć 6 g mieszaniny z dokładnością do 0,0002 g. Tygiel z zawartością ogrzać w ciągu 30 min do temperatury $850^\circ C$ i utrzymywać w tej temperaturze przez 1 h. Następnie tygiel ochłodzić do temperatury około $20^\circ C$ i wylugować spiek 50 ml wody. Do otrzymanego roztworu dodać 2 — 3 krople wody utlenionej (4.4.4.3 c), dokładnie wymieszać i po kilku minutach roztwór sączyć przez średni sączek. Osad na sączku przemywać roztworem węglanu sodowego. Do przesączu dodać kilka kropli czerwieni metylowej, a następnie dodawać kwasu solnego do zmiany barwy żółtej na różową, po czym dodać 1 ml nadmiaru tego

kwasu. Ciecz ogrzać do wrzenia, wlać strumieniem 10 ml gorącego roztworu chlorku barowego, zagotować i przetrzymać na łaźni wodnej do opadnięcia osadu, zdjąć z łaźni i pozostawić na co najmniej 7 h, sączyć przez gęsty sączek. Osad na sączku przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy. Osad z sączkiem przenieść do uprzednio wyprażonego do stałej masy i zważonego tygla porcelanowego (m_1), wysuszyć, spopielić i wyprażyć w temperaturze $850 \div 900^\circ\text{C}$. Po wyjęciu z pieca i ochłodzeniu w eksykatorze — zważyć (m_2).

Zawartość siarki całkowitej w 6 g mieszaniny do spiekania w przeliczeniu na BaSO_4 (m_3) należy obliczyć w gramach wg wzoru

$$m_3 = m_2 - m_1 \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa tygla porcelanowego, g,

m_2 — masa tygla z wyprażonym siarczanem barowym, g.

4.4.4.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki analitycznej przygotowanej wg 4.3.2.2 odważyć 1 g popiołu lotnego z dokładnością do 0,0002 g i zmieszać ją z 6 g mieszaniny do spiekania w sposób następujący: na dno tygla porcelanowego nasypać ciekłą warstwę mieszaniny do spiekania, około $\frac{3}{4}$ mieszaniny rozetrzeć w moździerzu agatowym razem z próbką popiołu, roztartą próbkę przenieść ilościowo do tygla, a na wierzch dać ponownie ciekłą warstwę mieszaniny do spiekania. Tygiel z zawartością ogrzać w ciągu 30 min do temperatury 850°C i utrzymywać w tej temperaturze przez 1 h. Następnie postępować tak jak w 4.4.4.3 g). Osad z sączkiem przenieść do uprzednio wyprażonego do stałej masy i zważonego tygla porcelanowego (m_4), wysuszyć, spopielić i wyprażyć w temperaturze $850 \div 900^\circ\text{C}$. Po wyjęciu z pieca i ochłodzeniu w eksykatorze — zważyć (m_5).

4.4.4.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość siarki całkowitej w przeliczeniu na SO_3 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_2 = \frac{(m_5 - m_3 - m_4) \cdot 0,343 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

m_3 — masa siarczanu barowego w 6 g mieszaniny do spiekania, g,

m_4 — masa tygla porcelanowego, g,

m_5 — masa tygla z wyprażonym siarczanem barowym w badanej próbce, g,

m — odważka popiołu lotnego, g,

0,343 — współczynnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząstkowej SO_3 do masy cząsteczkowej BaSO_4 .

4.4.4.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, jeżeli wartość bezwzględna ich różnicy nie przekracza 0,2%.

4.4.5. Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO_2) metodą spektrofotometryczną i wagową — wg PN-77/G-04528/03 (metoda rozjemcza).

4.4.6. Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO_2) metodą wagową z zastosowaniem kwasu nadchlorowego

4.4.6.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na stopieniu próbki popiołu z węglanem sodowym, wydzielaniu kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem nadchlorowym, wyprażeniu odsączonego kwasu krzemowego i odpędzeniu bezwodnika kwasu krzemowego z kwasem fluorowodorowym.

4.4.6.2. Aparatura i przyrządy

a) Piec elektryczny z termoregulacją umożliwiającą utrzymanie stałej temperatury w zakresie do 1100°C .

b) Płyta grzejna.

c) Siatka azbestowa.

d) Tygiel platynowy pojemności $30 \div 40$ ml z pokrywką.

e) Palnik gazowy Mohera lub piec elektryczny z termoregulacją umożliwiającą wymianę powietrza.

4.4.6.3. Odczynniki i roztwory

a) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., sproszkowany.

b) Kwas solny cz.d.a. (1.19).

c) Kwas nadchlorowy cz.d.a., roztwór $60 \div 70\% \text{V/V}$ — w obecności substancji organicznych **substancja wybuchowa** w podwyższonych temperaturach.

d) Kwas fluorowodorowy cz.d.a. (1.12) — **substancja żrąca**.

e) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór (1÷1).

f) Woda destylowana.

4.4.6.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki popiołu wyprażonej wg 4.4.2.3 odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,0002 g i zmieszać go z 4 g węglanu sodowego w sposób następujący: na dno tygla platynowego nasypać ciekłą warstwę węglanu sodowego, około $\frac{3}{4}$ węglanu sodowego wymieszać z odważką popiołu i przenieść ilościowo do tygla, a na wierzch dać ponownie ciekłą warstwę węglanu sodowego, tygiel przykryć pokrywką platynową, pozostawiając tylko wąską szczelinę. Tygiel z zawartością ogrzać na palniku Mohera stopniowo zwiększając ogrzewanie aż do uzyskania jednolitego stopu, po czym ogrzewać jeszcze pełnym płomieniem palnika około 30 min (stapianie można również przeprowadzić w piecu elektrycznym umożliwiającym wymianę powietrza).

Po zakończeniu stapiania ochłodzić tygiel przez ostrożne zanurzenie go w wodzie destylowanej w taki sposób, aby woda nie dostała się do wnętrza tygla. Następnie tygiel ogrzać po obrzeżach i ponownie szybko ochłodzić do temperatury około 20°C . Stop łągować gorącą wodą do zlewki pojemności 400 ml. Wewnętrzne ścianki tygla obmyć kilkoma kroplami kwasu solnego, tygiel lekko ogrzać i wypłukać gorącą wodą do zlewki z zawartością. W taki sam sposób należy obmyć pokrywkę tygla. Roztwór w zlewce ochłodzić do temperatury pokojowej i dodać małymi porcjami w zależności od stężenia $35 \div 40$ ml kwasu nadchlorowego. Odparowywać na płycie grzejnej z siatką azbestową do wydzielania się obfitych białych dymów, mieszając co kilka minut przecikiem szklanym. Po 10 min dymienia

przerwać ogrzewanie, zlewkę z zawartością ochłodzić do temperatury około 20°C, dodać około 200 ml wrzącej wody, dokładnie wymieszać i sączyć przez miękki sączek. Zlewkę i sączek przemywać małymi porcjami gorącej wody. Należy starannie obmyć brzegi sączka sprawdzając odczyn papierkiem wskaźnikowym. Resztki osadu ze zlewki zetrzeć kawałkiem sączka i włączyć do osadu. Osad z sączkiem przenieść do uprzednio wyprażonego do stałej masy tygla platynowego, wysuszyć, spopielić i prażyć w temperaturze 1100°C przez 30 min; po ochłodzeniu w eksykatorze — zważyć (m_1). Następnie zawartość tygla zwilżyć 2-3 kroplami roztworu kwasu siarkowego i dodać 5 ml kwasu fluorowodorowego. Zawartość tygla odparować do zaniku białych dymów trójtlenku siarki. Dodawanie roztworu kwasu siarkowego i kwasu fluorowodorowego oraz odparowywanie zawartości tygla powtórzyć jeszcze raz, po czym tygiel prażyć w piecu, w temperaturze 1100°C przez 10 min. Po wyjściu z pieca i ochłodzeniu — zważyć (m_2).

4.4.6.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość krzemionki (SiO_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_3 = \frac{(m_1 - m_2)(100 - x_1)}{m} \quad (4)$$

w którym:

- m_1 — masa osadu, po odparowaniu bez dodatku kwasu fluorowodorowego, g,
- m_2 — masa osadu, po odparowaniu z dodatkiem kwasu fluorowodorowego, g,
- x_1 — zmiany masy przy prażeniu popiołu, %,
- m — odważka próbki popiołu, g.

4.4.6.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, jeżeli wartość bezwzględna ich różnicy nie przekracza 0,5%.

4.4.7. Badanie radioaktywności naturalnej — wg BN-85/6722-11.

4.5. Ocena wyników badań. Popioły należy uważać za zgodne z wymaganiami normy, jeżeli wyniki poszczególnych oznaczeń są zgodne z wymaganiami wg tabl. 1.

Przy obliczaniu wyników badań wg wzorów (1) ÷ (4) zaokrąglanie i zapisywanie liczb dotyczących końcowych wyników oznaczania badanych parametrów zaleca się stosować wg PN-70/N-02120.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Betonów CEBET, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-75/6713-02

- a) rozszerzone wymagania dotyczące popiołów, określając dopuszczalne stężenia pierwiastków promieniotwórczych,
- b) wprowadzone zmiany dotyczące pobierania i przygotowania próbek wg postulatów przemysłu energetycznego,
- c) wprowadzono równolegle metody oznaczania zawartości siarki całkowitej zgodnie z PN-81/G-04514/05 (metoda rozjemcza) oraz wg ustaleń Międzyresortowego Zespołu d/s Ujednolicenia Metod Badań Popiołów Lotnych i Żużli, stosowaną w przemyśle betonów komórkowych,
- d) wprowadzono równolegle metody oznaczania zawartości krzemionki zgodnie z kierunkami rozwoju metodyki badań w analityce materiałów budowlanych, tj. metodą wagową z zastosowaniem kwasu nadchlorowego i wg PN-77/G-04528/03 (metoda rozjemcza),
- e) uaktualniono normy i dokumenty związane.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-81/G-04514/05 Paliwa stałe. Oznaczanie zawartości siarki. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej metodą spalania w wysokiej temperaturze z miareczkowaniem jodometrycznym
- PN-77/G-04528/03 Paliwa stałe. Oznaczanie składu chemicznego popiołu. Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO_2).
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- BN-81/0623-01 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Pobieranie i przygotowywanie próbek
- BN-79/6722-09 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Podział, nazwy i określenia
- BN-82/6722-10/00 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Badania chemiczne. Postanowienia ogólnie

BN-82/6722-10/02 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Badania chemiczne. Oznaczanie zmiany masy przy prażeniu

BN-85/6722-11 Paliwa stałe oraz popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Badania radioaktywności naturalnej

Instrukcja oceny popiołów lotnych stosowanych do produkcji betonu komórkowego, COBRPB CEBET 1987

„Zalecana Metodyka Badania Odpadów Elektrownianych” opracowana przez Międzyresortowy Zespół d/s Ujednolicenia Metod Badań i Atestacji Popiołów Lotnych i Żużli

Prawo przewozowe — Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. (Dz. U. nr 53 poz. 272)

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu

i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9/85 poz. 68)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123)

4. Normy zagraniczne

CSRS ČSN 722067 Popilek pro výrobu pórabetonu. Materialovy list

5. Autorzy projektu normy: mgr inż. Anna Morawska, dr inż. Renata Tabak, dr inż. Genowefa Zapotoczna-Sytek — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Betonów CEBET, Warszawa, inż. Jerzy Kmicik — Zakłady Energetyczne Okręgu Południowego — Katowice.

6. Zalecenia technologiczne

a) Wodozdrożność popiołów lotnych stosowanych do produkcji betonu komórkowego powinna wynosić nie więcej niż 50%.

b) Jednorodność uziarnienia popiołów lotnych (rozrzut w rozdrobnieniu) przy zawartości ziarn przechodzących przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 wynoszącej 65÷85% nie powinna być większa niż ±5%.