

Cement portlandzki.

Analiza chemiczna.

PN
B-203

1. Analiza chemiczna ma określić: stratę podczas wyżarzania, pozostałość nierozpuszczalną, zawartość SiO_2 , $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$, CaO , MgO i SO_3 oraz zawartość Fe_2O_3 i Al_2O_3 .

Stratę podczas wyżarzania oznacza się według p. 2.

Pozostałość nierozpuszczalną oznacza się według p. 4a.

Zawartość SiO_2 oblicza się z różnicy między znalezioną sumą krzemionki i pozostałości nierozpuszczalnej (p. 3a) oraz pozostałością nierozpuszczalną (p. 4a).

Zawartość $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ oznacza się według p. 3b.

Zawartość CaO oznacza się według p. 3c.

Zawartość MgO oznacza się według p. 3d.

Zawartość SO_3 oznacza się według p. 4b.

Zawartość Fe_2O_3 oznacza się według p. 4c.

Zawartość Al_2O_3 oblicza się z różnicy oznaczonych zawartości $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ i Fe_2O_3 .

2. Strata wskutek wyżarzania. Odważyć 2 g sproszkowanego cementu w tyglu platynowym o pojemności $20 \div 25 \text{ cm}^3$, przykryć szczelnie pokrywką, wstawić w otwór płytki azbestowej do wysokości $\frac{3}{5}$ tygla i ogrzewać kilka minut małym płomieniem palnika Bunsena, a następnie prażyć przez 15 minut w pochyłym płomieniu dmuchawki. Po zważeniu wyżarzyć ponownie i następnie znowu zważyć. Jeżeli dwa ważenia dają wyniki różniące się więcej niż o 0,1%, prażenia należy powtórzyć.

Różnica ciężarów, podzielona przez pierwotny ciężar cementu i pomnożona przez 100, da procentową stratę wskutek wyżarzania.

3. Oznaczenie sumy krzemionki (SiO_2) i pozostałości nierozpuszczalnej, sumy tlenków żelaza i glinu ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$), tlenku wapnia (CaO) oraz tlenku magnezu (MgO).

a) Suma krzemionki i pozostałości nierozpuszczalnej: 1 g sproszkowanego cementu rozrobić w parownicze porcelanowej mniej więcej z 40 cm^3 zimnej wody, rozpuścić go następnie, dolewając podczas ciągłego mieszania około 15 cm^3 kwasu solnego o cięż. właśc. 1,19; następnie odparować do sucha, poczem ogrzewać jeszcze przez godzinę na łaźni wodnej. Po ostygnięciu, pozostałość zwilżyć 5 cm^3 HCl o c. wł. 1,19, pozostawić na 10 minut, poczem rozcieńczyć 10 cm^3 wrzącej wody i ogrzewać kilka minut na łaźni wodnej aż do całkowitego rozpuszczenia związków glinu i żelaza. Następnie dolać około 75 cm^3 wrzącej wody i po opadnięciu osadu zdekantować. Do pozostałości dodać kilka kropeł stężonego HCl , natychmiast zalać wrzącą wodą i zdekantować. Czynności te należy powtarzać 3 do 4 razy, aż przestanie występować żółte zabarwienie w chwili dodawania HCl . Osad przenieść na sączek i przemywać gorącą wodą, aż do zniknięcia reakcji na chlor. Resztki osadu przylegającego do parowniczkę zebrać zapomocą małych kawałków sączka, nie dającego po spaleniu popiołu. Przesącz odparować do sucha na łaźni wodnej, wysuszyć w suszarce w ciągu $1 \div 2$ godzin w temperaturze 110° ; po ostygnięciu zwilżyć 5 cm^3 stęż. HCl (c. wł. 1,19) i postępować dalej jak wyżej, by wydzielić resztki krzemionki. Otrzymany w ten sposób osad SiO_2 przesączyć przez odpowiednio mały sączek i przemyć. Oba sączki, zwinięte, włożyć do tygla platynowego ustawionego pochyło, przykrytego nawpół pokrywką. Palnik z małym płomykiem stawia się początkowo pod pokrywką, a po wyschnięciu sączków przesuwają się pod dno tygla.

Po powolnym zwęgleniu sączka, zwiększają się stopniowo płomień dla całkowitego spalania węgla, a następnie praży się na palniku i 30 minut na dmuchawce.

Wynik: Suma krzemionki i pozostałości nierozpuszczalnej w 1 g cementu. *Handwriting*

b) Suma tlenków żelaza i glinu. Przesącz, pozostały po oddzieleniu krzemionki odparować, jeżeli okaże się potrzeba, do objętości około 150 cm^3 , dodać 3 ÷ 4 krople kwasu azotowego (c. wł. 1,40) i w parownicze lub zlewce ze szkła jenańskiego ogrzać do wrzenia. Usunąć następnie palnik i strącić osad, dolewając kroplami możliwie mały nadmiar amoniaku $2\frac{1}{2}\%$ i po opadnięciu osadu natychmiast przesączyć.

Osad przemywać wrzącą wodą z dodatkiem amoniaku i azotanu amoniowego (na 1 liter wody kilka kropeł stężonego amoniaku i 5 g NH_4NO_3). Po sześciokrotnym mniej więcej przemyciu, osad $\text{Fe}(\text{OH})_3$ i $\text{Al}(\text{OH})_3$ spłókać do parowniczkę lub zlewki, pozostałość na sączku rozpuścić w kwasie solnym (jedna część HCl c. wł. 1,19 na jedną część wody) i w tym przesączu z kolei rozpuścić osad, otrzymany roztwór rozcieńczyć do objętości około 150 cm^3 i strącić ponownie amoniakiem w warunkach podanych wyżej. Przesączyć, osad przemywać aż do zniknięcia reakcji na chlor. Sączek wraz z wilgotnym osadem włożyć do odważonego tygla, wysuszyć nad małym płomieniem, spalić i w końcu silnie wyżarzyć w dostępie powietrza.

Wynik. Suma tlenków żelaza i glinu w 1 g cementu.

c) Tlenek wapnia. Przesącze, otrzymane po strąceniu żelaza i glinu, połączyć i odparować do objętości około 150 cm^3 ; zakwasić bardzo słabo kwasem solnym 2n

ogrzać prawie do wrzenia i dodać 50 cm^3 gorącego, nasyconego roztworu szczawianu amonowego, a następnie amoniaku po kropli tak, aby był jego pewien nadmiar. Następnie ogrzewać nad małym płomieniem tak długo, aż osad osiadzie całkowicie. Po 12-tu godzinach przesączyć, osad przemyć dokładnie gorącą wodą, zawierającą szczawian amonowy. Sączek wraz z wilgotnym osadem wysuszyć i spalić w tyglu platynowym w sposób podany wyżej w p. 2, wyprażyć na palniku Bunsena; w końcu, w ciągu 20-tu minut prażyć na dmuchawce. Kilkakrotne prażenie jest niezbędne dla kontroli stałości ciężaru.

Wynik. Zawartość tlenku wapnia (CaO) w 1 g cementu.

d) Tlenek magnezu. Po odsączeniu szczawianu wapnia, przesącz odparować do objętości około 120 cm^3 , słabo zakwasić kwasem solnym, dodać kilka kropli fenolftaleiny, zadać 8 cm^3 10%-go roztworu fosforanu sodowo-amonowego lub amonowego i ogrzać do wrzenia. Gorący roztwór zobojętnić stężonym roztworem amoniaku, dodając go po kropli aż do słabo-różowego zabarwienia cieczy i skłócając bez przerwy bagietką. Następnie, po ostygnięciu, dodać $\frac{1}{5}$ objętości stęż. amoniaku (c. wł. 0,91). Po upływie 24 godzin przesączyć przez mały sączek, przemyć $2\frac{1}{2}\%$ -ym amoniakiem aż do zniknięcia w przesączu reakcji na chlor. Wilgotny sączek z osadem włożyć do tygla i bardzo powoli powiększając płomień spalić, a następnie wyżarzyć aż do wypalenia węgla. Osad szary, lecz nie zawierający już większych ilości węgla wyprażyć na dmuchawce do stałego ciężaru.

Otrzymany ciężar $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ pomnożyć przez 0,36207 ($\log 0,55879 - 1$).

Wynik. Zawartość tlenku magnezu (MgO) w 1 g cementu.

4. Oznaczenie pozostałości nierozpuszczalnej tlenków żelaza i siarczanów.

a) Pozostałość nierozpuszczalna. 2,5 g sproszkowanego cementu rozrobić w zlewce ze 100 cm^3 zimnej wody i ciągle mieszając dolać 15 cm^3 kwasu solnego (c. wł. 1,19). Dla zupełnego rozkładu cementu ogrzewać przez krótki czas, aż roztwór nabierze barwy jasno-żółtej, natychmiast przesączyć przez mały sączek i przemyć osad gorącą wodą. Sączek z osadem wrzucić do 50 cm^3 5%-go roztworu węglanu sodu w niewielkiej półkulistej parownicze porcelanowej i ogrzewać w ciągu 15 minut na łaźni wodnej, aby przeprowadzić do roztworu znajdującą się w osadzie krzemionkę. Przesączyć ponownie i przemyć początkowo roztworem sody, później gorącą wodą. (Gdyby przesącz zaczął przechodzić mętny, dodać do wody alkoholu). Po przemyciu wodą, przemyć gorącym 2n kwasem solnym, wreszcie znowu gorącą wodą, do zniknięcia reakcji na chlor. Osad spalić wraz z sączkiem i wyprażyć na palniku Bunsena, a następnie na dmuchawce.

Wynik. Pozostałość nierozpuszczalna w 2,5 g cementu.

b) Siarczany w przeliczeniu na SO_3 . Kwaśny przesącz wraz z wodą użytą do przemywania odparować w parownicze porcelanowej i oddzielić krzemionkę jednokrotnie według wskazówek p. 3 a. Przesącz pozostały po tej czynności wlać do kolby miarowej na 250 cm^3 i dopełnić ją do kreski. Odmierzyć pipetą do zlewki 100 cm^3 roztworu, zobojętnić amoniakiem (c. wł. 0,91) i dodać jeszcze 5 cm^3 tego amoniaku; roztwór ogrzewać w ciągu $10 \div 15$ minut do $60^\circ \div 70^\circ\text{C}$, ale nie do wrzenia, przyczem zapach amoniaku powinien być zupełnie wyraźny. Osad wodorotlenków glinu i żelaza odsączyć przez szybko sączący sączek i przemyć wrzącą wodą. Przesącz, którego objętość powinna wynosić około 300 cm^3 , zobojętnić kwasem solnym wobec metyloranżu, dodać 1 cm^3 stężonego kwasu solnego (c. wł. 1,19) ogrzać do wrzenia i strącić siarczany, wlewając od razu 10 cm^3 10%-go roztworu chlorku baru, ogrzanego przedtem do wrzenia. Zlewkę ogrzewać nad małym płomieniem w ciągu $2 \div 3$ godzin, aż osad całkowicie opadnie. Osad przesączyć i przemyć gorącą wodą, aż do zniknięcia reakcji na chlor. Sączek z osadem spalić w tyglu i wyżarzyć na palniku Bunsena. Otrzymany ciężar BaSO_4 pomnożyć przez 0,34293 ($\log 0,53520 - 1$).

Osad wodorotlenku żelaza i glinu może zawierać bardzo nieznaczne ilości siarczanów; należy go rozpuścić w kwasie solnym, rozcieńczyć wodą, ogrzać do wrzenia, dodać roztworu chlorku baru, ogrzewać w ciągu paru godzin i pozostawić do następnego dnia.

Gdyby wytrącił się osad siarczanu baru, należy go przesączyć przez mały sączek, przemyć i spalić razem z osadem głównym.

Wynik. Zawartość siarczanów w przeliczeniu na SO_3 w 1 g cementu.

c) Tlenek żelaza. Drugie 100 cm^3 przesączu (patrz 4 b) odparować do objętości około 30 cm^3 , zadać 10 cm^3 stężonego HCl (c. wł. 1,19), ogrzać do wrzenia i zredukować żelazo przez dodanie roztworu chlorku cynawego.

Roztwór chlorku cynawego przygotowuje się w następujący sposób: 12 g chemicznie czystej cyny rozpuszcza się, ogrzewając na łaźni wodnej w 50 cm^3 kwasu solnego (c. wł. 1,19), rozcieńcza się następnie wodą do 100 cm^3 , przesącza przez sączek z azbestu (wytrawionego uprzednio na gorąco — stężonym HCl do całkowitego usunięcia żelaza) i przesącz wlewa się do mieszaniny 100 cm^3 kwasu solnego (c. wł. 1,19) i 200 cm^3 wody.

Roztwór chlorku cynawego dodaje się po kropli aż do odbarwienia płynu, poczem dodaje się jeszcze parę kropli nadmiaru. Po ostudzeniu płynu rozcieńczyć go do objętości około 100 cm^3 i dodać 10 cm^3 nasyconego roztworu chlorku rtęciowego, przyczem powinien powstać tylko niewielki osad Hg_2Cl_2 . (W razie powstania obfitego, a tembardziej zabarwionego na szaro osadu, należy próbę odrzucić). Następnie płyn rozcieńczyć do $500 - 600 \text{ cm}^3$ wodą, zabarwioną uprzednio do barwy bardzo słabo-różowej 1—2 kroplami KMnO_4 . Dodać 30 cm^3 roztworu, zawierającego siarczan manganu i kwas fosforowy i miareczkować roztworem 0,1n KMnO_4 do słabo różowego zabarwienia, utrzymując się w ciągu kilku sekund.

Roztwór siarczanu manganu i kwasu fosforowego przygotowuje się rozpuszczając 67 g $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ w 500 — 600 cm^3 wody, następnie dodając 138 cm^3 kwasu fosforowego o c. wł. 1,7 i 130 cm^3 stężonego kwasu siarkowego (c. wł. 1,84).

Po zmieszaniu doprowadza się objętość roztworu do jednego litra.

Do nastawiania miana KMnO_4 służy tlenek żelazowy, przyrządzony podług L. Brandta. Preparat ten zawiera nieco wilgoci, którą należy oznaczyć w osobnej próbce przez ostrożne wyżarzenie. Odważoną ilość tlenku żelazowego rozpuszcza się w 15 cm^3 stężonego HCl (c. wł. 1,19) i miareczkuje wyżej podanym sposobem.

Liczbę centymetrów zużytego do miareczkowania 1/10n KMnO_4 pomnożyć przez 0,007984 (log. 0,90222 — 3).

Wynik. Zawartość tlenku żelaza (Fe_2O_3) w 1 g cementu.

5. Obliczenie spólczynnika hydraulicznego.

Spólczynnikiem hydraulicznym nazywamy stosunek zawartości CaO do sumy zawartości SiO_2 , Al_2O_3 i Fe_2O_3 . Oznaczenie wymienionych czynników składowych jest podane w p. 3 i 4.

6. Normy cementu portlandzkiego.

Ustala się, że dla cementu portlandzkiego:

- a) strata ciężaru wskutek wyżarzenia nie powinna przekraczać 3%,
- b) pozostałość nierozpuszczalna nie powinna przekraczać 1,5%,
- c) zawartość SO_3 nie powinna przekraczać 2,5%,
- d) zawartość MgO nie powinna przekraczać 3%,
- e) spólczynnik hydrauliczny powinien być zawarty w granicach 1,70—2,20 (patrz P. N. B-201).

NZB/N 2016