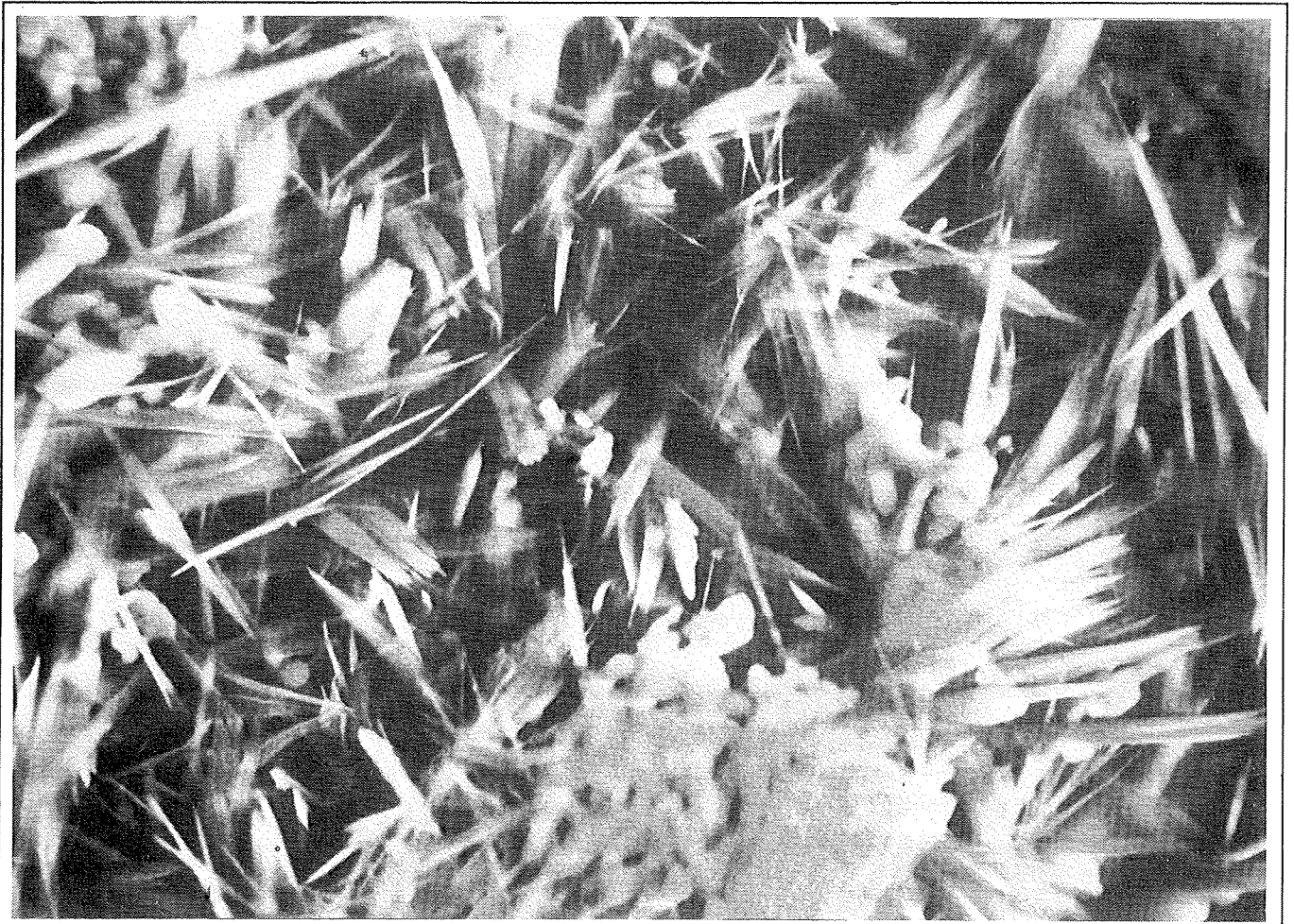




Martti Keppo, Risto Mannonen, Thorborg Perander,  
Hannu Pyy, Tuula Råman & Erkki Vesikari

## Betoni- ja silikaattimateriaalien analyysimenetelmiä







## **BETONI- JA SILIKAATTIMATERIAALIEN ANALYYSIMENETELMIÄ**

**Martti Keppo**

**Risto Mannonen**

**Thorborg Perander**

**Hannu Pyy**

**Tuula Råman**

**Erkki Vesikari**

Betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio

ISBN 951-38-2068-8

ISSN 0358-5085

Copyright © Valtion teknillinen tutkimuskeskus (VTT) 1984

**Julkaisija -- Utgivare -- Publisher**

Valtion teknillinen tutkimuskeskus (VTT), Vuorimiehentie 5, 02150 Espoo 15  
puh. vaihde (90) 4561, teleks 122972 vttha sf

Statens tekniska forskningscentral (VTT), Bergsmansvägen 5, 02150 Esbo 15  
tel. växel (90) 4561, telex 122972 vttha sf

Technical Research Centre of Finland (VTT), Vuorimiehentie 5, SF-02150 Espoo 15, Finland  
phone internat. + 358 0 4561, telex 122972 vttha sf

VTT, Betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio, Betonimiehenkuja 5, 02150 Espoo 15  
puh. vaihde (90) 4561

VTT, Betong- och silikattekniska laboratoriet, Betongblandargränden 5, 02150 Esbo 15  
tel. växel (90) 4561

VTT, Concrete and Silicate Laboratory, Betonimiehenkuja 5, SF-02150 Espoo 15, Finland  
phone internat. + 358 0 4561

KEPPO, Martti, MANNONEN, Risto, PERANDER, Thorborg, PYY, Hannu, RÄMAN, Tuula & VESIKARI, Erkki, Betoni- ja silikaattimateriaalien analyysimenetelmiä [Analytical methods for concrete and silicate materials]. Espoo 1984. Valtion teknillinen tutkimuskeskus, Tiedotteita – Statens tekniska forskningscentral, Meddelanden – Technical Research Centre of Finland, Research Notes 344. 53 s./p. + liitt. 5 s./app. 5 p.

**UDK** 691.32:543

**Key words** silicate minerals, chemical analysis, concrete, analyzing, optical tests, porosity

## TIIVISTELMÄ

Betoni- ja silikaattimateriaalien laadunvalvonnassa, tuotekehityksessä ja vauriotutkimuksissa ilmeni tarvetta kehittää uusia analyysimenetelmiä, joilla voitaisiin kohottaa tutkimuksen tasoa. Menetelmien kehittämisprojekti käynnistyi vuonna 1980, ja työtä on tehty neljän vuoden ajan. Projektin tavoitteena on ollut kehittää kemiallinen analyysi, optiset menetelmät ja huokoisuusmääritykset toimiviksi tutkimuksen välineiksi sekä samalla lisätä henkilökunnan osaamista ja käyttövalmiuksia. Tutkimus jakaantui kolmeen osaprojektiin: kemiallisiin analyysimenetelmiin, optisiin menetelmiin ja fysikaaliseen huokosanalyysiin. Julkaisussa esitetään projektin vaiheet osaprojekteittain sekä projektin kuluessa kehitetyt testimenetelmät. Menetelmäkuvauksissa kerrotaan suppeasti menetelmien periaatteista ja soveltuvuudesta, näytteiden preparoinnista, menetelmien työvaiheista ja tulosten oikeellisuudesta.

KEPPO, Martti, MANNONEN, Risto, PERANDER, Thorborg, PYY, Hannu, RÄMAN, Tuula & VESIKARI, Erkki, Betoni- ja silikaattimateriaalien analyysimenetelmiä [Analytical methods for concrete and silicate materials]. Espoo 1984. Valtion teknillinen tutkimuskeskus, Tiedotteita - Statens tekniska forskningscentral, Meddelanden - Technical Research Centre of Finland, Research Notes 344. 53 s./p. + liitt. 5 s./app. 5 p.

UDK 691.32:543

Key words silicate minerals, chemical analysis, concrete, analyzing, optical tests, porosity

## ABSTRACT

In conjunction with the quality control and product development of materials as well as in damage investigation the need arose to develop new analytical methods, by means of which the level of research could be raised. The research project dealing with the development of analytical methods for concrete and silicate materials was started in April 1980. The development work on analytical methods has been going on within the limits of the project during the last four years. The goal of the project was to improve the chemical analysis, the optical methods and the porosity determinations to such an extent that they could be used as working tools of research, and simultaneously to raise the level of the personnel's knowledge and their preparedness to make good use of them. According to the goal set the research was divided into three sub-projects: chemical analytical methods, optical methods and physical porosity analyses. In this final report, the phases of the project are discussed in their respective sub-projects, and the test methods developed within the limits of the project are compiled. In the method descriptions, the principles and applicability of the methods, the preparation of the samples, the working procedure of these methods and the accuracy of the results are briefly outlined.

## ALKUSANAT

Monet Valtion teknillisen tutkimuskeskuksen (VTT) betoni- ja silikaattitekniikan laboratorion materiaalitutkimuksen menetelmät ovat olleet vanhanaikaisia ja hitaita. Mm. materiaalien laadunvalvonnan, tuotekehityksen ja vauriotutkimusten analyysimenetelmiä on täytynyt kehittää, jotta voidaan kohottaa tutkimuksen tasoa.

Kemiallinen analyysipalvelu on pyritty uudenaikaistamaan ja saattamaan paremmin kilpailukykyiseksi VTT:n ulkopuolisten laboratoriopalvelujen kanssa.

Optisten menetelmien käyttöönotto on katsottu välttämättömäksi mikrorakennetutkimuksen alalla viime aikoina tapahtuneen huomattavan edistymisen johdosta. Optisten menetelmien soveltaminen tekee myös mahdolliseksi osallistumisen pohjoismaiseen yhteistyöhön tällä alalla.

Yksityiskohtaisia rakennetutkimuksia varten on katsottu tarpeelliseksi kehittää fysikaalisia huokoisuuden mittaamenetelmiä, koska näillä alueilla kansainvälinen perustutkimus on edennyt pitkälle ja mahdollisuudet menetelmien tehokkaaseen soveltamiseen ovat olemassa.

Betoni- ja silikaattimateriaalien analyysimenetelmien kehittämisprojekti toteutettiin yhteistyössä VTT:n poltto- ja voiteluainelaboratorion sekä kemian laboratorion kanssa. Poltto- ja voiteluainelaboratorion asiantuntemusta ja kokemusta käytettiin fysikaalisten huokoisuuden mittaamenetelmien kehittämisessä. Kemian laboratorion työpanos kohdistui kemiallisten analyysimenetelmien kehittämiseen. Optisia ja kemiallisia menetelmiä kehitettiin myös yhteistyönä Oy Partek Ab:n kanssa.

Projektiorganisaatio oli seuraava:

Projektin johtoryhmä:

Prof.	Asko Sarja, puh.joht.,	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio
Dipl.ins.	Heikki Kukko,	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio
Fil. kand.	Jussi Ranta,	VTT, poltto- ja voiteluainelaboratorio
Tutkija	Asko Visapää,	VTT, kemian laboratorio
Dipl.ins.	Aulis Miettunen,	Oy Partek Ab, 14.11.1980 saakka
Fil. maist.	Johan Larsson	Oy Partek Ab, 14.11.1980 lähtien

Projektipäällikkö: Tekn. lis. Martti Keppo

Osaprojektien toteutuksesta ovat vastanneet:

1. Kemialliset analyysimenetelmät

Dipl.ins.	Jukka Metso	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio, 30.4.1982 saakka
Fil. kand.	Maija Lappi	VTT, poltto- ja voiteluainelaboratorio
Tekn. lis.	Martti Keppo	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio
Tutkija	Asko Visapää	VTT, kemian laboratorio

2. Optiset menetelmät

Dipl.ins.	Erkki Vesikari,	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio
Fil. maist.	Thorborg Perander	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio
Fil. maist.	Hannu Pyy	VTT, betoni- ja silikaattitekniikan laboratorio



### 3. Fysikaalinen huokosanalyysi

Fil. maist. Thorborg Perander      VTT, betoni- ja silikaattitekniikan  
laboratorio

Dipl.ins. Erkki Vesikari            VTT, betoni- ja silikaattitekniikan  
laboratorio

Fil. kand. Jussi Ranta              VTT, poltto- ja voiteluainelaboratorio

Projektin raportointiin on osallistunut dipl.ins. Tuula Råman.

## SISÄLLYSLUETTELO

	sivu
TIIVISTELMA	3
ABSTRACT	4
ALKUSANAT	5
1 PROJEKTIN TAVOITTEET	11
2 PROJEKTIN TOTEUTUS	12
3 KEMIAALLISET ANALYYSIMENETELMÄT	12
3.1 Laitteet	12
3.2 Laastitutkimus	13
3.3 Sementti- ja betonitutkimukset	13
3.4 Lisä- ja seosainetutkimukset	14
3.5 Saavutettu tutkimusvalmius	14
4 OPTISET MENETELMÄT	15
4.1 Laitteet	15
4.2 Mikroskooppien käyttö	16
4.3 Automaattinen optinen kuva-analyysi	17
4.4 Saavutettu tutkimusvalmius	17
4.4.1 Stereo-, polarisaatio- ja fluoresenssi- mikroskopia sekä pyyhkäisyelektroni- mikroskopia (SEM)	17
4.4.2 Automaattinen optinen kuva-analyysi	18
5 FYSIKAALINEN HUOKOSANALYYSI	19
5.1 Laitteet	19
5.2 Analyysilaitteiden käyttö tutkimustyössä	19
5.3 Saavutettu tutkimusvalmius	20
6 ESIMERKKEJÄ PROJEKTIN AIKANA KEHITETYISTÄ ANALYYSI- MENETELMISTÄ	21
6.1 Kemialliset analyysimenetelmät	22
6.1.1 Röntgendiffraktioon perustuvat menetelmät	22

	sivu
6.1.1.1 Röntgendiffraktio DRON 3-diffraktometrillä	22
6.1.2 Termoanalyttiset menetelmät	24
6.1.2.1 $\text{Ca(OH)}_2$ -analyysi termovaa'alla	24
6.1.2.2 Laastin pika-analyysi termoanalyttisesti	25
6.1.2.3 Vuolukiven ja talkin termoanalyttinen mineraalianalyysi	26
6.1.2.4 Saven kvartsipitoisuuden mittaaminen dilatometrillä	27
6.1.2.5 Rakennusmateriaalien muodonmuutokset simuloi- taessa jäätymis- ja sulamiskiertoa	28
6.1.2.6 Kovettuneen betonin ja sementtiliiman tutkiminen semi-isotermisellä termogravimetrialla ja derivatii- visella termogravimetrialla	30
6.1.3 Röntgenfluoresenssimenetelmät	30
6.1.3.1 Savien pääkomponenttien määrittäminen röntgenfluore- senssispektrometrillä	30
6.1.4 Atomiabsorptiospektrofotometriset menetelmät	31
6.1.4.1 Sementin alkuaineiden Ca, Si, Al, Fe, Mg, Na, K, Mn, Ti ja Cr määrittäminen atomiabsorptiospektro- fotometrisesti	31
6.1.5 Spektrofotometriset menetelmät	32
6.1.5.1 Lignosulfonaatin määrittäminen sementistä spektro- fotometrisesti	32
6.1.5.2 Lignosulfonaatin määrittäminen betonista spektro- fotometrisesti	32
6.1.6 Gravimetriset, titrimetriset ym. menetelmät	33
6.1.6.1 Laastianalyysi märkämääräisesti Florentin- menetelmällä	34
6.1.6.2 Litiummetaboraattisulfaatin mineraalinäytteen (esim. lentotuhkan) kokonaisanalyysia varten; Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, $\text{SO}_3$ , Si, Sr, Ti	35
6.1.6.3 Betonianalyysi orgaanista liuotinta käyttäen	35
6.1.6.4 Lisäaineiden kemiallinen analyysi	36
6.1.6.5 Vapaan kalkin määrittäminen sementistä ja klinkkeristä	37
6.1.6.6 Kloridin määrittäminen kloridiselektiivisellä elektrodilla	37

	sivu
6.1.6.7 Lentotuhkapitoisuuden määrittäminen sementistä suola- happo-salisyylihappo-metanoliliuotuksella	38
6.2 Optiset menetelmät	38
6.2.1 Mineraalianalyysi optisesti	38
6.2.2 Kuonan lasimaisuuden määrittäminen optisesti	39
6.2.3 Vesiliukoisten suolojen kuvaaminen optisesti	39
6.2.4 Tiilen, laastin ja betonin ohuthietutkimus	40
6.2.5 Betonin optinen ilmahuokosanalyysi	41
6.2.6 Partikkelikokojakauman määrittäminen mikroskoopilla ja kuva-analyysaattorilla	42
6.2.7 Partikkelikoon määrittäminen SEM:llä	45
6.3 Fysikaaliset huokosanalyysit	47
6.3.1 BET-ominaispinta-alan määrittäminen	47
6.3.2 Huokoskokojakauman määrittäminen elohopea- porosimetrillä	48
6.3.3 Kapillaarisen vedelläkyllästysasteen $S_{CAP}$ määrittäminen	49

KIRJALLISUUSLUETTELO

52

LIITTEET

## 1 PROJEKTIN TAVOITTEET

Tavoitteena oli kehittää kemiallinen analyysi, optiset menetelmät sekä huokoisuusmääritykset toimiviksi tutkimuksen välineiksi ja samalla lisätä henkilökunnan osaamista ja käyttövalmiuksia.

Tavoitteen mukaisesti tutkimus jakaantui kolmeen osaprojektiin:

1. kemialliset analyysimenetelmät
2. optiset menetelmät
3. fysikaalinen huokoisanalyysi.

Kemiallisten analyysimenetelmien tutkimuksissa pyritään kehittämään omassa laboratoriossa tutkittavien materiaalien röntgen- ja termoanalytiikkaa. Projektin osatavoitteena oli lisäksi betonianalyysin kehittäminen tämän hetken vaatimuksia vastaavaksi.

Projektin painopiste oli optisissa menetelmissä. Tavoitteena oli kehittää mikrorakennetutkimuksissa käytettävät menetelmät kansainväliselle tasolle. Valomikroskopian avulla haluttiin erityisesti kehittää ohut-hietutkimusta, koska sillä katsottiin olevan huomattavan laajat sovellutusnäkökulmat erityyppisissä tutkimuksissa.

Yksi projektin tavoitteista oli automaattisen optisen kuva-analyysin kehittäminen. Kuva-analyysia pyrittiin soveltamaan ensisijassa betonin ilmahuokosten analysointiin.

Pyyhkäisyelektronimikroskopian (SEM) kehittämisen tavoitteena oli selvittää näytteen preparointitekniikkaan liittyviä ongelmia eri materiaaleilla sekä edistää SEM:n röntgenanalysointin käyttöä.

Fysikaalisen huokoisuusanalyysin kehittämisen tavoitteena oli selvittää, miten elohopean tunkeutumiseen, typen adsorptioon ja veden imeytymiseen perustuvat huokoisuudenmittausmenetelmät sopivat betoni- ja siliikaattimateriaaleille.

## 2 PROJEKTIN TOTEUTUS

Kaikissa osaprojekteissa sovellettiin seuraavaa vaiheittaista toteutus-  
tapaa:

1. Lähtökohtavaihe, jossa hankittiin mahdollisesti puuttuvat laitteet, otettiin yhteyksiä ulkopuolisiin laboratorioihin, perehdyttiin kirjallisuuteen sekä laitteiden toimintatapaan ja sovellusmahdollisuuksiin.
2. Menetelmien testausvaihe, jossa kokeiltiin vaihtoehtoisia näytteen valmistus- ja mittaustapoja ja lopuksi valittiin käyttöön parhaiten sopivat menetelmät.
3. Menetelmien käyttöönottovaihe, jossa selvitettiin valittujen analyysimenetelmien soveltamisessa olevia ongelmia ja kehitettiin käyttörutiinia edustavien näytesarjojen ja vertailumateriaalien avulla.

Luvuissa 3 - 5 esitetään projektin vaiheet osaprojekteittain.

## 3 KEMIALLISET ANALYYSIMENETELMÄT

### 3.1 Laitteet

Analyysimenetelmien kehittämiseen käytettiin VTT:n betoni- ja silikaattitekniikan laboratorion laitteista mm. Netzsch STA 429 -termoanalyysilaitteistoa, DRON 3-röntgendiffraktometria, Perkin-Elmerin atomiabsorptiospektrofotometria sekä mikroskooppeja. Muiden VTT:n laboratorioden laitteista käytettiin IR- ja UV-spektrofotometrejä sekä röntgenfluorenssilaitetta.

### 3.2 Laastitutkimus

Laboratorion käyttämää brittiläisen standardin mukaista laasti-analyysimenetelmää pidettiin epätyytyttävänä, ja tarkoituksena oli löytää uusi, käyttökelpoisempi laastianalyysimenetelmä. Kirjallisuuskartoituksen perusteella valittiin laastianalyysimenetelmistä kokeiltavaksi uudempi versio brittiläisestä standardista. Sittemmin tutkimuksen tärkeimmäksi kohteeksi asetettiin Florentin-kylmäliuotusmenetelmä. Nopeamman  $\text{SiO}_2$ -määritysmenetelmän löytämiseksi tutkittiin myös piin määrittämistä spektrofotometrisesti.

Laastien happoliuotuskokeet tehtiin pääosaltaan syksyn 1980 aikana, spektrofotometritutkimukset keväällä 1981. Laastianalyysitutkimus Florentin-kylmäliuotusmenetelmällä sekä laastien seossuhteiden laskeutamenetelmien kehittäminen analyysitulosten perusteella suoritettiin kesän ja syksyn 1981 aikana. Laastin märkäkemiallisen analysoinnin rinnalle on vuoden 1982 aikana kehitetty laastin hydraulisten aineiden analysointi termovaa'alla.

Laboratoriossa kehitettyä laastianalyysimenetelmää on ehdotettu NORDTEST-menetelmäksi. Lisäksi laastianalyysiin liittyvät tutkimukset ja tutkimustulokset tullaan julkaisemaan erillisenä englanninkielisenä raporttina.

### 3.3 Sementti- ja betonitutkimukset

Sementtitutkimuksissa keskityttiin vapaan kalkin, kalsiumin, piin, alumiinin, raudan, magnesiumin, natriumin, kaliumin, mangaanin, titaanin, kromin ja kloridin analysoimiseen. Vapaan kalkin määrittämisessä päädyttiin käyttämään märkäkemiallista menetelmää ja alkuaineanalyyseissa kloridia lukuun ottamatta atomiabsorptiospektrofotometriaa. Kloridin määrittämiseen kehitettiin potentiometrinen titraus kloridiselektiivistä elektrodia hyväksi käyttäen. Tämän menetelmän todettiin soveltuvan erilaisten sementtilaatujen lisäksi myös betonin, laastin, kiviaineksen ja lisäaineiden kloridipitoisuuden määrittämiseen.

Betonitutkimuksissa kohdistui kiinnostus lähinnä betonianalyysin tekemiseen tapauksissa, joissa runkoaineena on käytetty kalkkikiveä. Kehitetyn märkäkemiallisen analyysin perusteella voidaan betonista määrittää tiheys, kemiallisesti sitoutunut vesi sekä sementti- ja runkoainemäärät. Lisäksi kehitettiin semi-isotermistä termogravimetriä hyväksi käyttäen menetelmä, jolla voidaan DTA-, DTG-, TG- ja EGD-käyristä laskea hydratoituneesta sementti-, laasti- tai betoninäytteestä sementin hydrataatio tuotteiden laatu ja määrä, hydrataatio- ja karbonatisoitumisaste, sitoutuneen ja vapaan veden määrä sekä dolomiitti- ja kalsiittirunkoaineen määrä.

### 3.4 Lisä- ja seosainetutkimukset

Lisäaineiden käyttöselostemenettelyä varten kehitettiin kemiallinen menetelmä, jonka avulla voidaan sekä arvioida lisäaineen betonille vaarallisia ominaisuuksia että valvoa lisäaineiden laatua. Lentotuhkan kokonaisanalyysin tekemiseksi kehitettiin märkäkemiallinen menetelmä.

Lisäksi kehitettiin kaksi spektrofotometrasta menetelmää lignosulfonaattien kvantitatiiviseen määrittämiseen sementistä ja betonista. Toinen menetelmistä soveltuu myös muiden lisäaineina käytettävien sulfonaattien, kuten sulfonoitujen naftaleeniformaldehydikondensaattien, sulfonoitujen melamiiniformaldehydikondensaattien sekä alkyli-aryylisulfonaattien kvantitatiiviseen määrittämiseen betonista.

### 3.5 Saavutettu tutkimusvalmius

Kehitetyillä menetelmillä voidaan tutkia kovettuneen rapaus- ja muurauslaastin koostumusta. Kalkin, sementin ja hiekan osuus laastista voidaan selvittää termoanalyttisesti ja kemiallisen kylmäliuotusmenetelmän avulla.

Sementti- ja betonitutkimuksiin kehitettyjen analyysimenetelmien avulla voidaan paremmin arvioida betoninäytteen ominaisuuksia ja koostumusta sekä tehdä luotettavampia analyyseja betonin eri osa-aineista.



## 4 OPTISET MENETELMÄT

### 4.1 Laitteet

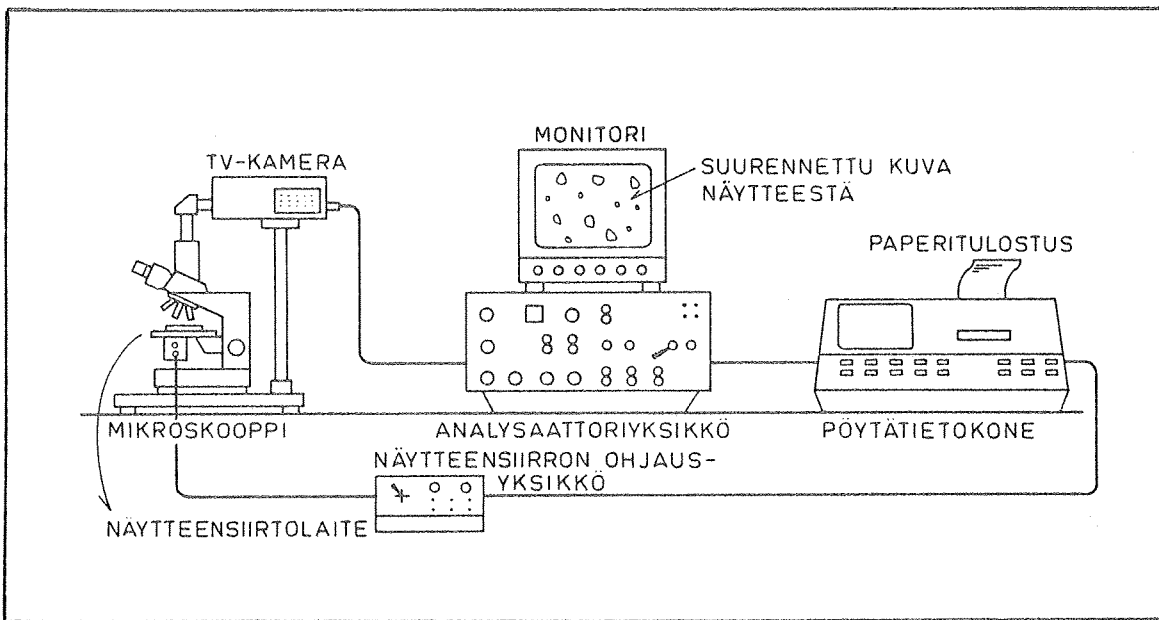
Optisten menetelmien kehittämisessä käytettiin seuraavia kolmea valomikroskooppityyppiä :

1. stereomikroskooppi
2. polarisaatiomikroskooppi
3. fluoresenssimikroskooppi.

Valomikroskooppien lisäksi optisten menetelmien kehittämisessä käytettiin pyyhkäiselektronimikroskooppia ja siihen liittyvää röntgenanalyysiaattoria.

Huokos- ja partikkelikokojakaumamäärittämismenetelmiä kehitettiin käyttäen automaattista optista kuva-analyysilaitteistoa, jonka pääkomponentit ovat analysaattoriyksikkö, TV-kamera, monitori, pöytätietokone ja piirturi.

Pöytätietokoneen liittämiseksi laitteistoon toimitti analysaattorin valmistaja liitännäiskaapelin. Näytteen siirtolaitteeseen jouduttiin itse tekemään ulkopuolinen ohjausautomaatti ja liitäntä tietokoneeseen. Tämä toteutus tapahtui VTT:n ATK-palvelutoimiston avustuksella. Kuva-analyysilaitteisto nähdään kuvassa 1. Kuvasta puuttuu pöytätietokoneen yhteyteen myöhemmin liitetty piirturi.



Kuva 1. Kuva-analyysilaitteisto.

#### 4.2 Mikroskooppien käyttö

Stereomikroskooppia käytetään suhteellisen pienillä suurennoksilla yleiskuvan saamiseen tutkittavan materiaalin mikrorakenteista, sekä jatkotutkimusten kannalta mielenkiintoisten alueiden rajaamiseen. Näytteet voivat olla pintahie-, ohuthie- tai murtopintanäytteitä.

Mikroskooppimenetelmiä käytetään lähinnä materiaalien rakenteen, rakennevirheiden, vanhenemisilmiöiden yms. yksityiskohtaiseen tutkimiseen. Näillä menetelmillä saadaan tiedot sideaineesta ja sen hydratoitumisesta tai karbonatisoitumisesta, huokoisuudesta, huokosverkostosta, säröistä, mikro- ja makrohalkeamista, tartunnoista sekä runkoaineesta ja sen laadusta.

Polarisaatiomikroskoopilla voidaan selvittää kvalitatiivisesti ja osin kvantitatiivisesti materiaalien mineraalikoostumusta. Portland-sementti voidaan erottaa kuonasementistä. Hydratoitumattoman sementtiklinkkerin ja kalsiumhydroksidin jakautuminen sideaineessa voidaan selvittää. Kapillaari- ja ilmahuokosten täyttyminen korroosiotuotteilla voidaan nähdä.

Fluoresenssimikroskooppia käytetään materiaalien morfologisiin tutkimuksiin. Sillä nähdään erityisen selvästi säröt, suuret huokokset ja tiheyden erot.

Pyyhkäisyelektronimikroskoopilla voidaan tutkia betonin, laastien ja tiilikiven pinta- ja huokosrakennetta aina 10 000-kertaiseen suurennokseen asti. Samalla voidaan tunnistaa materiaalissa olevia pieniä aineosia, esimerkiksi vaurioiden aiheuttajia kvalitatiivisen alkuaineanalyysin avulla.

#### 4.3 Automaattinen optinen kuva-analyysi

Betonin tai muun huokoisen rakennusaineen ilmahuokosten tilavuusosuus, ominaispinta-ala, huokosjako ja erilaiset kokojakaumat voidaan määrittää optisella kuva-analysointitekniikalla.

Ilmahuokosanalyysin laskentaprosessi on kokonaan ohjelmoitu tietokoneelle. Tietokone rytmittää laskennan ajallisesti (näytteen siirto ym.), käskytää laskennan kohteet (analysointiryksikkö analysoi varsinaisen kuvan), tallentaa tiedot, käsittelee laskennan loputtua tiedot tilastollisesti ja antaa tulostuksen numeerisessa ja graafisessa taulukkomuodossa.

Ohjelmointityö tehtiin betoni- ja silikaattitekniikan laboratoriossa vuoden 1982 helmikuuhun mennessä. Ohjelman keskeisenä osana on muunnosprosessi huokosten tasojakaumasta tilavuusjakaumaan, minkä teoriapohja on osittain myös kehitetty omassa laboratoriossa.

Kuva-analyysilaitteiston japanilaiselta valmistajalta hankittiin tietokoneohjelma jauhemaisten näytteiden raekoon analysointia varten.

#### 4.4 Saavutettu tutkimusvalmius

##### 4.4.1 Stereo-, polarisaatio- ja fluoresenssimikroskopia sekä pyyhkäisyelektronimikroskopia (SEM)

Betonin pinta- ja ohuthieiden preparointi on hallinnassa, samoin muurauskiven. Laastien ohuthieiden preparointitekniikka hallitaan, mutta hauraiden laastien pintahieiden preparointitekniikkaa on vielä kehitettävä.

Hiontalaite, jolla ohuthieitä valmistetaan, vaihdettiin tammikuussa 1983 tulleeseen tehokkaampaan laitetyyppiin. Tutkimukset ovat osoittaneet, että rakennusmateriaalien hiontaan vaaditaan erityyppiset laitteet kuin tavallisten luonnonkivinäytteiden hiontaan.

Laastinäytteiden analysointi, kuten sideainetyyppien erottaminen, lisäainesten tunnistaminen, huokosverkoston tutkiminen jne., onnistuu kehityllä menetelmällä hyvin. Laastianalyysitulosten kytkemistä tiettyihin ominaisuuksiin, kuten pakkasenkestävyyteen, ei vielä nykyisillä menetelmillä voida tehdä.

Muurauskivinäytteistä voidaan selvittää säröt, halkeamat, suuntautuneisuutta, tiiviyttä ja huokosverkostoa.

Pyynkäisyelektronimikroskooppia on käytetty betoni- ja tiilituotteiden sekä laastien tutkimuksen lisäksi vesiliukoisten suolojen kidemuotojen tutkimiseen.

#### 4.4.2 Automaattinen optinen kuva-analyysi

Betonin ilmahuokosanalyysi tehdään käyttäen värjättyjä pintahieitä kuten Tanskassa ja Norjassa. Hieiden preparointitekniikka on kehitetty varsin luotettavaksi. Eräissä tapauksissa betonipinta joudutaan vahvistamaan lakalla hionnan ajaksi. Betonin ilmahuokoslaskentaa on käytetty pääasiassa pakkasenkestävyys- ja vauriotutkimusten yhteydessä sekä laadunvalvonnassa.

Kuva-analysaattorilla on kokeiltu myös betonin runkoaineanalyysia (kokojakautuman määrittäminen). Periaatteessa analyysi voidaan tehdä pintahieestä, jonka pinta on etsattu lyhytaikaisella happoliuotuksella ja tämän jälkeen värjätty samalla tavoin kuin ilmahuokosanalyysissä. Käytettävissä olevat tietokoneohjelmat eivät kuitenkaan sovellu suoraan runkoaineanalyysiin.

Ilmahuokos- tai runkoaineanalyysia ohuthieistä ei ole toistaiseksi saatu onnistumaan fluoresenssivalon heikon voimakkuuden johdosta. Joulukuussa 1982 hankittiin uusi pintavalofluoresenssilisäke. Tällä laitteella saadaan huomattavasti voimakkaampi fluoresenssivalo. Kokeilut tällä

laitteella ovat käynnissä.

Kuva-analyysilaitteistoa on käytetty myös jauhemaisten näytteiden rae-kokojakautuman selvittämiseksi. Jauhenäytteestä, joka on seulottu rae-kokoon  $d < 70 \mu\text{m}$ , valmistetaan näytepreparaatti, joka analysoidaan automaattisella kuva-analyysilaitteistolla.

Analysaattorin soveltuvuutta masuunikuonan lasimaisuusasteen määrittämiseen on kokeiltu, mutta toistaiseksi analyysi on suoritettava point-counting-tekniikalla.

## 5 FYSIKAALINEN HUOKOSANALYYSI

### 5.1 Laitteet

Analyysien kehittämisessä käytettiin VTT:ssa olemassa olevaa laitekantaa. Laitteet olivat

1. typpiadsorptiometri (Poltto- ja voiteluainelaboratorio, POV)
2. heliumpyknometri (POV)
3. elohopeaporosimetri (Rakennetekniikan laboratorio, RAT; POV).

Omassa laboratoriossa kehitettiin laitteistot veden imeytymiseen ja jäätymiseen perustuviin huokoisuuden mittaamenetelmiin.

### 5.2 Analyysilaitteiden käyttö tutkimustyössä

Typpiadsorptiometrillä (MIC 2200) voidaan määrittää aineen ominaispinta-ala eli huokosseinämien pinta-ala painoyksikköä kohti. Projektin aikana mittauksia tehtiin mm. betoni-, tiili-, kalkkihiekkakivi- ja luonnonkivinäytteistä.

Elohopeaporosimetrillä (POV, RAT) voidaan määrittää huokosten kokojakautumia välillä  $100 - 0,01 \mu\text{m}$ . Projektin aikana kokeiltiin laitteita mm. betoni-, tiili- ja kalkkihiekkakivinäytteisiin.

Projektin aikana kehitettiin menetelmät, joiden avulla voidaan määrittää nk. kapillaarinen ja kriittinen vedelläkyllästysaste. Kapillaarisessa kokeessa määritetään kapillaarisesti materiaaliin imeytyvän veden tila-

vuus ja kokonaishuokostilavuus. Kapillaarinen vedelläkyllästysaste tarkoittaa näiden suhdetta.

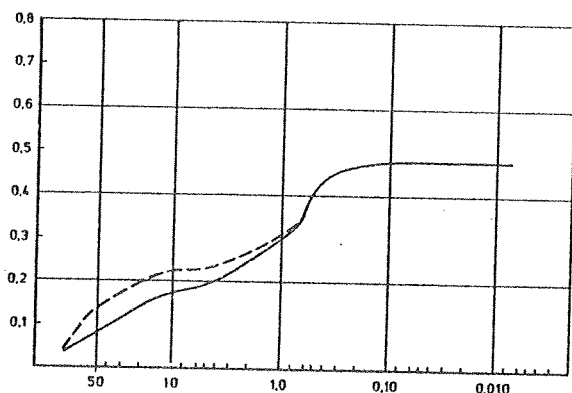
Kriittinen vedelläkyllästysaste tarkoittaa sitä kyllästysastetta, jonka yläpuolella materiaali ei kestä rikkoutumatta jäätymistilanteessa, mutta jonka alapuolella rikkoontumista ei tapahdu. Testaus suoritetaan useilla eri kyllästysasteisiin säädetyillä koekappaleilla pakkasarkussa.

### 5.3 Saavutettu tutkimusvalmius

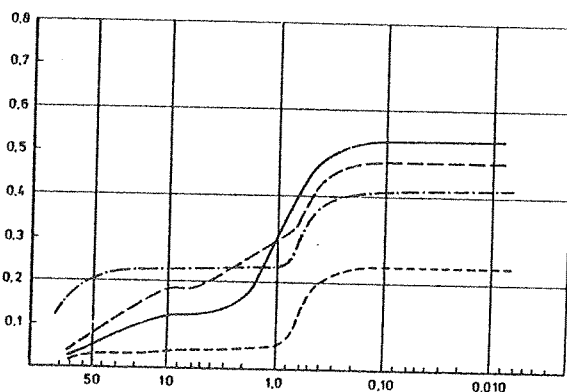
Huokoisuusanalyysija on käytetty useissa tutkimuksissa, joissa on pyritty selvittämään mm. huonon tiiviuden, lujuuden tai pakkasenkestävyyden syitä.

Millään yhdellä menetelmällä ei voida tutkia huokoisuuden koko skaalaa, eivätkä kaikki menetelmät anna huokosrakenteesta täysin todellista kuvaa. Jos kuitenkin käytetään useampia menetelmiä täydentämään toisiaan mutta verrataan keskenään vain yhdellä mittausmenetelmällä saatuja tuloksia, saadaan vertailusta ilmeisesti varsin totuudenmukainen kuva.

Projektin puitteissa selvitettiin eri tekijöiden vaikutuksia tiilen ja laastin huokoskokojakaumiin, kun mittausmenetelmänä oli elohopeaporosimetria. Kuvissa 2 - 5 on esitetty Micromeritics Pore Sizer 9300 -porosimetrillä tiilille tehtyjen testiajojen tuloksia. Testiajoissa tutkittiin rinnakkaisajojen toistettavuutta, preparoinnin ja jauhatustasteen vaikutusta huokoskokojakaumiin, pala- ja jauhenäytteen porosimetriaajojen välisiä eroja sekä verrattiin eri lämpötiloissa poltetujen tiilien ja toisaalta erilaisten laastien huokoskokojakaumia.



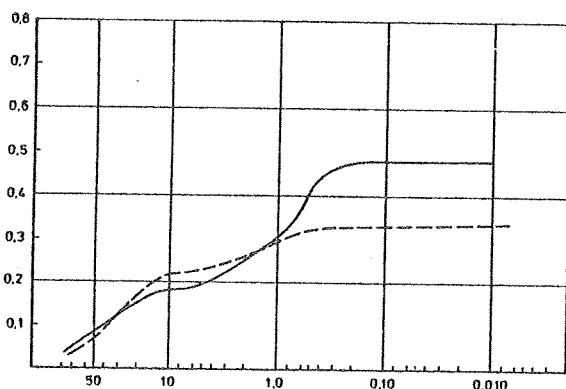
— Lappila RT 25- < 1 mm  
 - - - " " "



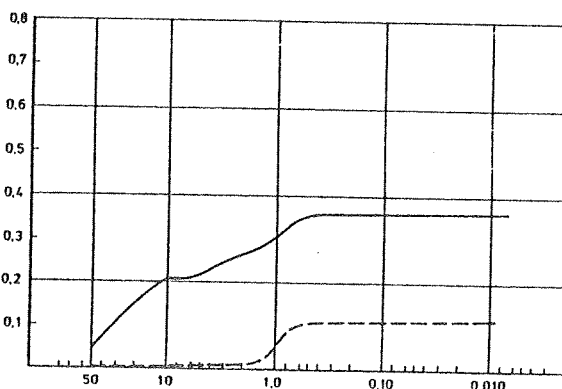
— Lappila RT 25 < 0,25 mm  
 - - - " < 1 mm  
 - . - . " 0,25 mm < x < 1 mm  
 . . . " < 4 mm

Kuva 2. Saman näytteen kahden Hg-porosimetriaajon vertailu.

Kuva 3. Jauhatusasteen vaikutus huokosjakautumaan.



— Lappila RT 25, vaalea < 1 mm  
 - - - " NRT 33, tumma < 1 mm



— Lappila NRT 33, jauhe < 0,1 mm  
 - - - " pala

Kuva 4. Tiilen polttoasteen vaikutus huokosjakaumakäyriin.

Kuva 5. Pala- ja jauhenäytteen Hg-porosimetriaajojen väliset erot.

## 6 ESIMERKKEJÄ PROJEKTIN AIKANA KEHITETYISTÄ ANALYYSIMENETELMISTÄ

Muutamien menetelmien kehittäminen on vaatinut enemmän työtä kuin projektin alkuvaiheessa oli suunniteltu. Siksi kaikkia osa-alueita ei ole voitu kehittää täysipainoisesti, esim. pyyhkäisyelektronimikroskoopin analysaattorin soveltamisesta kvantitatiivisiin määrittäisiin sekä elohopeaporosimetrimäärityksen soveltamisesta pakkasenkestävyyden arviointimenetelmäksi.

Tähän lukuun on koottu projektin puitteissa kehitetyt testimenetelmät. Menetelmäkuvauksissa kerrotaan suppeasti menetelmien periaatteista, käytömahdollisuuksista, näytteiden preparoinnista, menetelmien työvaiheista ja tulosten oikeellisuudesta. Menetelmäkuvauksen tarkoituksena on kertoa informatiivisesti menetelmästä, mutta ei toimia ohjeina, joiden avulla testausta tulisi suorittaa.

Menetelmäkuvaukset on jaoteltu osaprojekteittain:

- kemiallisiin analyysimenetelmiin (6.1)
- optisiin menetelmiin (6.2)
- fysikaalisiin huokosanalyysiin (6.3).

Liitteessä 1 esitetään yleisesimerkkinä eri menetelmien käytöstä eräs tutkimusselostus, josta käy ilmi tutkimuksen tarkoitus, käsitellyt näytteet, suoritettut tutkimukset sekä tutkimustulokset.

Analyysimenetelmäprojektiin liittyviksi on lisäksi laadittu neljä esitettä, joiden tarkoituksena on antaa tietoa betoni- ja silikaattitekniikan laboratorion tutkimusmenetelmistä sekä edistää laboratorion palveluiden kysyntää /1, 7, 10 ja 16/.

## 6.1 Kemialliset analyysimenetelmät

### 6.1.1 Röntgendiffraktioon perustuvat menetelmät

#### 6.1.1.1 Röntgendiffraktio DRON 3-diffraktiometrillä

**PERIAATE** Jauhenäytteestä ajetun röntgendiffraktiokäyrän diffraktiopiikkien perusteella tunnistetaan kiteisen näytteen mineraalikoostumus kvalitatiivisesti. Mineraalien kvalitatiivisen tunnistamisen lisäksi voidaan määrittää myös sisäisen standardin ja kalibrointikäyrän avulla näytteen mineraalikoostumus puolikvantitatiivisesti.

**SOVELTUVUUS** Mm. mineraalinäytteet, savi-, tiili-, masuunikuona- ja sementtinäytteet.



## PREPAROINTI JA RÖNTGENDIFFRAKTOGRAMMIN AJO

Kuivatusta jauhenäytteestä ajetaan röntgendiffraktogrammi, (kuva 6), käyttäen seuraavia ajoparametreja:

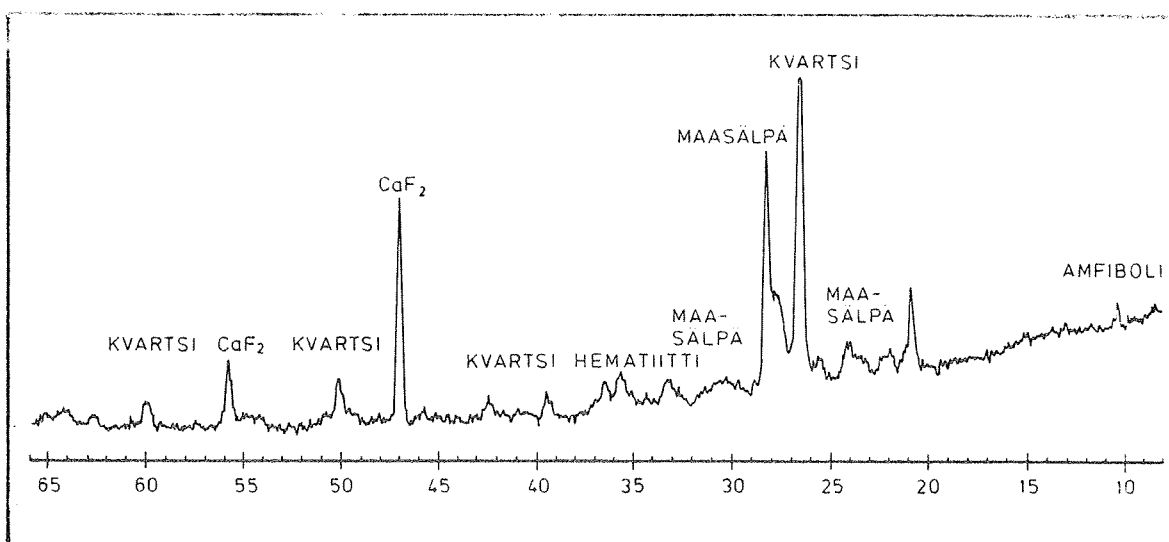
- jännite 40 kV
- virta 25 mA
- aikavakio 2.5
- goniometrin kulmanopeus  $1^{\circ}/\text{min}$
- piirturin nopeus 600 mm/h
- slitit 0,5 - 1 - 6 - 0,5 - 12
- soller 2.5
- grafiittimonokromaattori.

**ANALYSOINTI** Muunnostaulukoiden avulla saadaan heijastuskulmia vastaavat d-arvot. Mineraalit tunnistetaan JCPDS-korttien avulla.

Puolikvantitatiivisessa määrittämisessä diffraktiokäyrän ja vertailukäyrien avulla mitataan haluttujen mineraalien määrät.

## MAÄRITYSAIKA

Näytteen mineraalikoostumuksen kvalitatiivinen määrittäminen 2,5 h.



Kuva 6. 960 °C:n lämpötilassa poltetun tiilikiven diffraktiokäyrä. Näytteessä on käytetty  $\text{CaF}_2$ :ta sisäisenä standardina.

## 6.1.2 Termoanalyttiset menetelmät

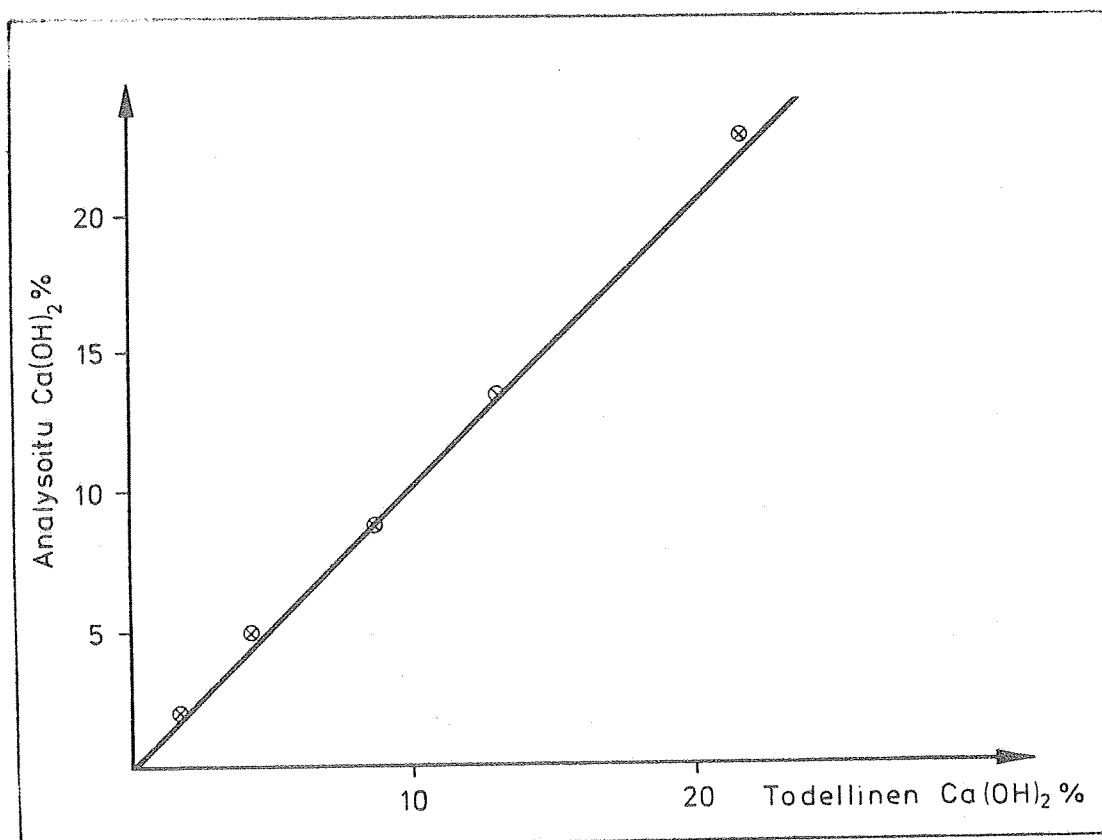
### 6.1.2.1 $\text{Ca(OH)}_2$ -analyysi termovaa'alla

**PERIAATE** Kalsiumhydroksidin määrä kovettuneessa betonissa tai laastissa voidaan määrittää termogravimetrisesti ajamalla näyte termovaa'alla  $\text{N}_2$ -atmosfäärissä. TG-käyrältä arvioidaan kalsiumhydroksidin aiheuttama painonmuutos.

**SOVELTUVUUS** Betoni- ja laastinäytteet.

**TOTEUTUS** Jauhenäytteen ( $< 80 \mu\text{m}$ ) ajo typpi-atmosfäärissä käyttäen Netzsch STA 429 -termoanalyysilaitteistoa.  $\text{Ca(OH)}_2$ -analyysiin riittää n.  $600^\circ\text{C}$ :n näytelämpötila.

**TULOSTEN TARKASTELU** Menetelmän tarkkuutta on tutkittu lisäämällä erilaisia määriä kalsiumhydroksidia jauhettua hiekkaa ja hydratoitumatonta sementtiä sisältävään pohjamateriaaliin. TG-käyrästä luetut painonalentumat ja näistä lasketut tulokset verrattuna todellisiin lisättyihin kalsiumhydroksidimääriin on esitetty graafisesti kuvassa 7.



Kuva 7. Menetelmän oikeellisuus graafisesti esitettynä.

MÄÄRITYSAIKA Analyysin kokonaismäärittäysaika on 4,5 h.

### 6.1.2.2 Laastin pika-analyysi termoanalyttisesti

PERIAATE TG- ja DTG-käyrien avulla määritetään näytteestä

1. happoliukoisen  $\text{SiO}_2$ :n määrä painonalentumasta alueella n. 100 - 200 °C nojautuen vertailukäyrään
2.  $\text{Ca(OH)}_2$ :n ja  $\text{CaCO}_3$ :n määrä TG-käyrästä saatavien painonalentumien avulla
3. sementin ja kalkin osuus laastireseptissä lasketaan laastianalyysiohjeen mukaisesti
4. kiviaineksen määrä (%) on  $100 - (\text{sementti-\%} + \text{kalkki-\%})$ .

SOVELTUVUUS Erilaiset laastit.

TOTEUTUS Kuivatun jauhenäytteen (n. 250 mg) ajo typpi-atmosfäärissä käyttäen Netzsch STA 429 -termoanalyysilaitteistoa. Laastinäyte ajetaan 1120 °C:n lämpötilaan.

TULOSTEN TARKASTELU  $\text{SiO}_2$ -määrityksessä aiheuttavat virhettä kaikki ne tekijät (lentotuhka, masuunikuona, luonnon pozzolaanit ym.), jotka saattavat aiheuttaa lämpötila-alueella 100 - 200 °C ylimääräistä painonmuutosta.

Tutkittujen laboratoriolaastien määrä on vielä liian vähäinen ja tulokset saattavat antaa erheellisesti liian myönteisen kuvan pika-analyysistä.

Poikkeamat ovat olleet seuraavaa suuruusluokkaa:

pika-analyysin suhteellinen virhe

kalkki	0 - 15 %
sementti	2 - 18 %
hiekkä	1 - 9 %

Laboratoriolaastien pika-analyysissä on kaikissa tapauksissa suhteellinen virhe ollut pienempi kuin 20%. Tällöin kuitenkin on tunnettu sementin ja kalkin laatu sekä hiekan liukoisuus. Kun näitä ei tunneta, kasvaa virhe edellä esitetystä.

### 6.1.2.3 Vuolukiven ja talkin termoaalyttinen mineraalialalyysi /8, 9, 11/

PERIAATE Vuolukivi ja siitä rikastamalla erotettu talkki koostuvat lähinnä seuraavista mineraaleista: talkki, magnesiitti ja kloriitti. Näistä vapautuu kuumennuksen aikana joko hiilidioksidia tai vettä. Ajamalla näyte hiilidioksidiatmosfäärissä voidaan mineraalit analysoida kvantitatiivisesti kokonaispainohäviötä osoittavan TG-käyrän sekä veden irtaantumista osoittavan EGD-käyrän avulla.

SOVELTUVUUS Vuolukivi, talkki, magnesiitti.

TOTEUTUS Jauhenäytteen ajo hiilidioksidiatmosfäärissä käyttäen Netzsch STA 429 -termoanalyysilaitteistoa.

TULOSTEN TARKASTELU Vuolukiven termoaalyttisen mineraalialalyysin tuloksia on verrattu rinnakkaisnäytteen optisesti point-counting-menettelmällä analysoituihin tuloksiin. Tulokset on esitetty taulukossa 1.

Taulukko 1. Vuolukiven mineraalikoostumus optisesti ja TG-EGD-menettelmällä.

Mineraali	TG-EGD-anal. p-%			Opt. p-%
	1	2	k.a.	
Talkki	42,6	42,5	42,6	39,1
Kloriitti	10,6	11,8	11,2	8,5
Magnesiitti	34,7	34,7	34,7	33,3
Yht.	87,9	89,0	88,5	80,9

Tulosten toistettavuutta on tutkittu analysoimalla talkkiteollisuuden prosessin syöte-, rikaste- ja jätenäytteet TG-EGD-menettelmällä, kukin kolmen rinnakkaisnäytteen avulla. Tulosten toistettavuus mineraalien erilaisilla

pitoisuusalueilla säilyy varsin hyvänä:

	mineraalin pitoisuusalue %	tuloksen suht. hajonta %
talkki	7 - 86	1,4 - 0,6
kloriitti	5 - 15	12 - 3
magnesiitti	5 - 80	7 - 0,3

Virhelähteet: Laskelmissa magnesiitin  $\text{FeCO}_3$ -pitoisuus on arvioitu vakioksi, samoin kloriitin painohäviö. Todellisuudessa magnesiitin  $\text{FeCO}_3$ -pitoisuus suomalaisessa vuolukivessä saattaa vaihdella samoin kuin kloriitin vesipitoisuuskin.

Jos näyte sisältää dolomiittia tai kalkkikiveä, TG-käyrältä voidaan tunnistaa näistä aiheutuvat karakteristiset muutokset.

Lämpötila-alueella 500 - 1000 °C hajoavat mineraalit, joita ei kyetä tunnistamaan ja ottamaan huomioon laskelmissa, synnyttävät analyysiin virhettä.

**MÄÄRITYSAIKA** Määritys vaatii assistentin työaikaa 2,5 h ja koneaikaa 5,5 h.

#### 6.1.2.4 Saven kvartsipitoisuuden mittaaminen dilatometrillä

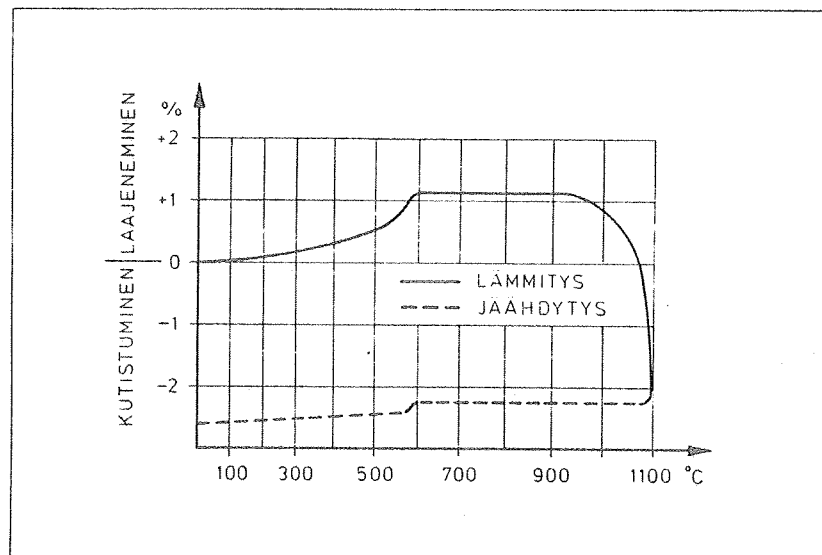
**PERIAATE** Saven kvartsipitoisuuden määrittäminen dilatometrillä perustuu kvartsin  $\alpha$ - $\beta$ -muutokseen liittyvään suureen pituuslaajentumaan kuumennuksen aikana. Kvartsin pituuslaajentuma mitataan lämpötilavälillä 500 - 600 °C ja vertailukäyrän perusteella lasketaan saven kvartsipitoisuus.

**SOVELTUVUUS** Savi.

PREPAROINTI Savesta valmistetaan massa, jonka kosteusprosentti on 16 - 20 ja Pfefferkorn-luku on 2. Massasta tehdään puristuskoneella savitankoja ( $\emptyset$  10 mm, pituus n. 50 mm), jotka kuivataan huoneenlämmössä. Dilatometrisauvat esipoltetaan  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ :ssa savimineraalien häiriövaikutuksen poistamiseksi.

TOTEUTUS Dilatometrisauvan ajo dilatometrissa. Pituuslaajentuman mittaus ilma-atmosfäärissä lämpötila-alueella  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  -  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Lämmitysnopeus  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Kuvassa 8 nähdään mitaustulosten perusteella piirretty saven DS-käyrä.

MÄÄRITYSAIKA Saven muokkaus, dilatometrisauvan valmistus ja tulosten laskenta vievät aikaa 5 h. Koneaikaa määrittämiseen kuuluu 3 h.



Kuva 8. Saven suuri kvartsipitoisuus näkyy DS-käyrän kuumennusvaiheessa jyrkkänä nousuna  $574\text{ }^{\circ}\text{C}$ :n alueella ja jäähdytysvaiheessa jyrkkänä laskuna.

#### 6.1.2.5 Rakennusmateriaalien muodonmuutokset simuloitaessa jäätymis- ja sulamiskiertoa

PERIAATE Vedellä kyllästettyjen koekappaleiden muodonmuutokset mitataan jäätymis- ja sulamisvaiheissa dilatometrin avulla.

SOVELTUVUUS Laastit, tiili- ja betonituotteet.

PREPAROINTI

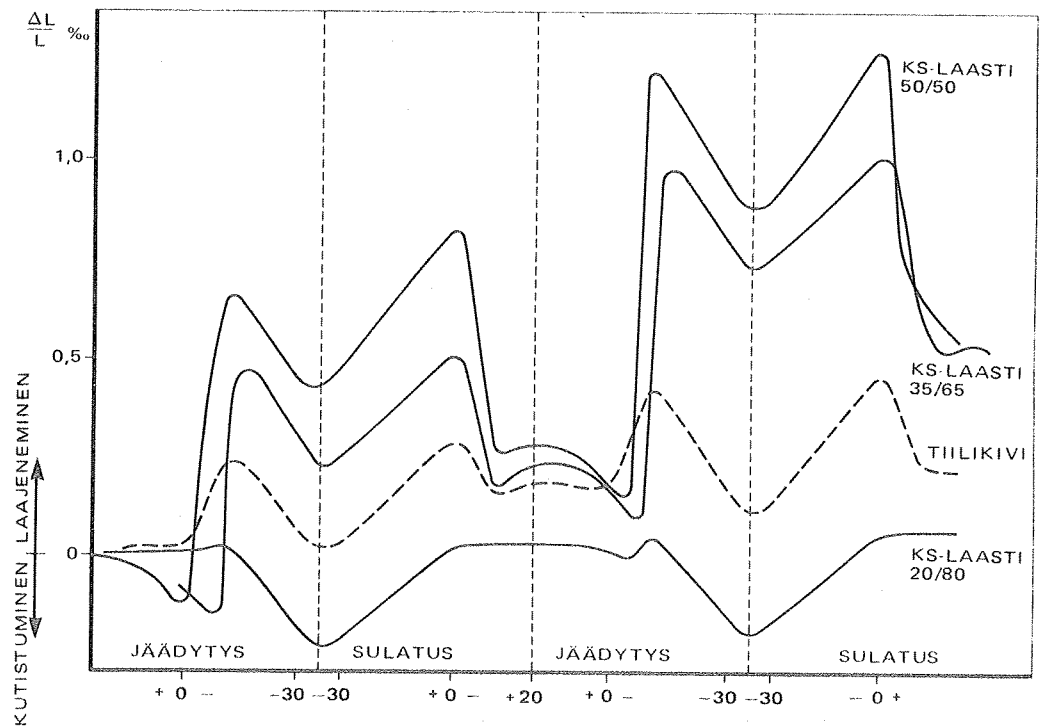
Tiilituotteista sahataan dilatometrisauvoja, joiden pituus on noin 50 mm ja pohja 9 x 9 mm. Laasti ja betoni valetaan dilatometrimuotteihin. Kovettuneet laasti- ja betonisauvat irrotetaan muoteista ja noin kuukauden kovettuttuaan kappaleet kyllästetään vedellä ja kääritään parafiinikalvoon kosteuden haihtumisen estämiseksi ajon aikana. Tiilisauvat kyllästetään vedellä samoin kuin laasti- ja betonisauvat ja kääritään parafiinikalvoon.

TOTEUTUS

Dilatometrisauvan ajo dilatometrissa. Pituuslaajentuman mitaus staattisessa ilma-atmosfäärissä kahden kierroksen ajan lämpötila-alueella  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  -  $+20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Lämmitysnopeus  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Kuvassa 9 on esitetty eräiden rakennusmateriaalien muodonmuutokset simuloitaessa jäätymis- ja sulamiskiertoa.

MÄÄRITYSAIKA

Näytteen valmistus ja dilatometrisauvan ajon manuaalinen ohjaus vievät aikaa 2 h. Koneaikaa määrittämiseen kuuluu n. 4 h.



Kuva 9. Eräiden rakennusmateriaalien muodonmuutokset simuloitaessa jäätymis- ja sulamiskiertoa.

#### 6.1.2.6 Kovettuneen betonin ja sementtiliiman tutkiminen semi-isotermisellä termogravimetrialla ja derivatiivisella termogravimetrialla

- PERIAATE** Hienoksi jauhettu kovettunut betoni tai hydratoitunut sementtiliima ajetaan termoanalyssaattorissa  $N_2$ -atmosfäärissä semi-isotermisesti huoneenlämpötilasta noin  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ :seen. DTG-käyrän huippu määrää isotermin paikan. TG-käyrän painonmuutoksista arvioidaan sementin hydrataatio tuotteiden laatua ja määrää, hydrataatioastetta, karbonatisoitumista ja sitoutuneen veden määrää. Betonista arvioidaan sitoutunut vesi, karbonatisoituneisuus sekä karbonaattiperäinen runkoaine. EGD-käyrää käytetään  $CO_2$ -määritykseen.
- SOVELTUVUUS** Menettely sopii hydratoituneiden sementti-, laasti- ja betonimateriaalien tutkimiseen.
- TOTEUTUS** Näyte (63 - 100  $\mu\text{m}$ ) ajetaan typpi-atmosfäärissä semi-isotermisesti lämpötilavälillä 20 -  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  käyttäen Netzsch STA 429 -termoanalyysilaitteistoa.

#### 6.1.3 Röntgenfluoresenssimenetelmät

##### 6.1.3.1 Savien pääkomponenttien määrittäminen röntgenfluoresenssispektrometrillä

- PERIAATE** Savesta ja sideaineesta valmistetuista briketeistä mitataan alumiinin, piin, kaliumin, kalsiumin ja raudan aiheuttamat fluoresenssi-intensiteetit. Mittaustulokset muutetaan pitoisuuksiksi standardisarjan ja matemaattisen matriisi-korjausmenetelmän avulla.
- SOVELTUVUUS** Soveltuu suomalaisille savinäytteille.
- TOTEUTUS** Jauhetusta ja kuivatusta näytteestä (1,00 g) sekä sideaineena käytettävästä kromatografisesta selluloosasta (5,00 g) puristetaan briketti. Näytteestä mitataan alumiini-



nin, piin, kaliumin, kalsiumin ja raudan  $K\alpha$ -viivojen intensiteetit ja tarvittavat tausta-arvot röntgenspektrometrillä Philips PW 1410, jossa on kromianodiputki ja PE-kide. Tulosten laskennassa käytetään hyväksi standardisarjaa, joka on valmistettu analysoiduista savista.

TULOSTEN  
TARKASTELU Kirjallisuuden mukaan suomalaisten savien oksidipitoisuuksien summa tässä määritettyjen komponenttien osalta on noin 90 prosenttia. Joidenkin savityyppien kohdalla saatu tulos poikkeaa huomattavasti tästä summasta, missä tapauksissa tulosta on pidettävä virheellisenä.

#### 6.1.4 Atomiabsorptiospektrofotometriset menetelmät

##### 6.1.4.1 Sementin alkuaineiden Ca, Si, Al, Fe, Mg, Na, K, Mn, Ti ja Cr määrittäminen atomiabsorptiospektrofotometrisesti

PERIAATE Sementti liuotetaan märkäpolttamalla väkevän suolahapon kanssa. Suodoksesta määritetään Ca, Al, Fe, Mg, Na, K, Mn, Cr ja osa Ti:stä. Sakasta tehdään  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -sulate, josta määritetään Si ja osa Ti:stä.

SOVELTUVUUS Menettely on tarkoitettu sementtien alkuaineanalyysiin.

TOTEUTUS Näyteliuoksesta määritetään analysoitavat alkuaineet Perkin-Elmer 303 -atomiabsorptiospektrofotometrillä.

TULOSTEN AAS-määritysten suhteellinen virhe on 1 - 5 %.

TARKASTELU

MÄÄRITYSAIKA 1 h/analysoitava alkuaine.

## 6.1.5 Spektrofotometriset menetelmät

### 6.1.5.1 Lignosulfonaatin määrittäminen sementistä spektrofotometrisesti

**PERIAATE** Lignosulfonaatit uutetaan sementistä 10 %:n natriumkarbonaattiliuoksella ja uutteen absorptiossa mitataan 280 nm:n aallonpituudella sokeakoetta vastaan.

**SOVELTUVUUS** Menetelmä soveltuu sementin ja betonin lignosulfonaattilisiä aineiden kvantitatiiviseen määrittämiseen. Sopiva mitattava pitoisuus on 10 - 80 ppm lignosulfonaattia 10 %  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :ssa eli 0,25 - 2 mg/25 ml 1 cm:n kyvetissä mitattuna.

**TOTEUTUS** Sementistä  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -liuokseen uutetun lignosulfonaatin pitoisuus mitataan spektrofotometrisesti aallonpituudella 280 nm.

**TULOSTEN TARKASTELU** Mikäli halutaan tietää vain näytteen lignosulfonaattipitoisuuden suuruusluokka, riittää kun mitataan näyte, sokeakoe ja yksi standardi.

### 6.1.5.2 Lignosulfonaatin määrittäminen betonista spektrofotometrisesti

**PERIAATE** Betonin lignosulfonaatit hapetetaan mangaanidioksidilla vaniliiniksi ja uutetaan kloroformilla eron matriisista. 2,4-dinitrofenyylihydratsiini muodostaa vaniliinin kanssa punertavan värin, jonka voimakkuus mitataan 415 nm:n aallonpituudella.

**SOVELTUVUUS** Menetelmä soveltuu kovettuneen betonin ja sementin lignosulfonaattien kvantitatiiviseen määrittämiseen. Lisäksi saadaan vesifaasista haluttaessa määräksi betonin sisältämät muut sulfonaatit. Sopiva mitattavien liuosten pitoisuus on lignosulfonaateille 25 - 100 ppm eli 5 - 20 mg/200 ml ja muille sulfonaateille 80 - 330 ppm eli 5 - 20 mg/60 ml.

**TOTEUTUS** Betoninäytettä refluksoidaan emäksisessä liuoksessa mangaanidioksidin kanssa. Liuos tehdään happamaksi ja

lignosulfonaatista hapettunut vaniliini uutetaan kloroformiin. Syntyneen vaniliinin määrä mitataan spektrofotometrisesti.

Kloroformilla käsitellystä vesifaasista voidaan määrittää muut lisäaineena käytettävät sulfonaatit spektrofotometrisesti.

TULOSTEN TARKASTELU Sokerit häiritsevät lignosulfonaatin määrittämistä.

MÄÄRITYSAIKA 4 h.

#### 6.1.6 Gravimetriset, titrimetriset ym. menetelmät

##### 6.1.6.1 Laastianalyysi märkäkemiallisesti Florentin-menetelmällä / 2, 3, 5/

PERIAATE Laastianalyysillä selvitetään laastin perusaineiden määrisuhteet; kalkin, sementin ja hiekan osuus laastista. Hiekan osuus saadaan suoraan happoon liukenemattomana aineksena. Sementin ja kalkin osuudet saadaan laskettua, kun on määritetty liukenevan sideaineosuuden  $\text{SiO}_2$ -pitoisuus ja CaO-pitoisuus.

SOVELTUVUUS Erilaiset laastit.

TOTEUTUS <0,1mm:n raekokoon jauhettu laastinäyte liuotetaan nopeasti kylmään (< +5 °C) väkevään suolahappoon. Hiekan osuus saadaan suoraan happoon liukenemattomana aineksena. Näytteen liukenevan sideaineosuuden  $\text{SiO}_2$ -pitoisuus saadaan liukoisen osan kuiviinhaihdutusten jälkeen jäljelle jääneen pestyn ja 920 °C:ssa hehkutetun sakan massasta laskemalla. Liukenevan sideaineosuuden CaO-pitoisuus määritetään AAS:lla tai titraamalla. Sementin ja kalkin osuudet voidaan laskea, kun  $\text{SiO}_2$ - ja CaO-pitoisuudet tunnetaan.

TULOSTEN TARKASTELU Tulosten oikeellisuutta on arvioitu siten, että on verrattu lähtöaineiden analyysien ja tunnettujen seossuhteiden avulla

la laskettua tulosta analyytisesti ja standardin BS 4551:1970 laskentakaavojen avulla saatuun tulokseen. Taulukossa 2 on esitetty KS 35/65/500 -laastin analyysitulokset verrattuna raaka-aineiden analyysien perusteella laskettuihin tuloksiin.

Taulukko 2. KS 35/65/500-laastin analyysitulokset verrattuina raaka-aineiden analyysien perusteella laskettuihin tuloksiin.

	CaO %	SiO <sub>2</sub> %	hiekkä %
Analyysissa saatu	9,55	2,57	80,5
Raaka-aineanalyysin perusteella	9,88	2,20	81,1
Poikkeama lasketuista tuloksista	-3,3 %	+16,8 %	-0,7 %

Toisaalta on analyysien oikeellisuutta tarkasteltu siten, millaisiin seossuhteisiin niiden pohjalta päädytään käyttäen standardien BS 4551:1970, BS 4551:1980 ja Florentin + TG -laskentamenetelmiä ja analyyseilla saatuja raaka-aineiden SiO<sub>2</sub>- ja CaO -pitoisuuksia. Taulukossa 3 on esitetty analyysien perusteella lasketut seossuhteet koeprismoille.

Taulukko 3. Analyysien perusteella saadut seossuhteet koeprismoille eri laskentamenetelmiä käyttäen.

Prisman seossuhteet	BS 4551:1970	BS 4551:1980	Florentin + T6
23/80/450	0/100/425	10/90/454	22/78/471
34/65/500	9/91/486	24/76/504	34/66/521
48/50/600	20/80/595	40/60/617	48/52/576

Taulukossa 2 on oletettu, että kalkin paino alenee hehkutetta-

essa 17,9 %, mikä on kokeellinen tulos. Muita hehkutettaessa tapahtuvia painonmuutoksia ei ole otettu huomioon.

Vertailtaessa raaka-aineiden analyysien perusteella saatuja tuloksia laastianalyysilla saatuihin tuloksiin kiinnittyy huomio  $\text{SiO}_2$ -pitoisuuden suureen poikkeamaan, analyysillä löydetään n. 17 % liikaa  $\text{SiO}_2$ :ta.

Kuten taulukosta 3 nähdään, päästään seossuhteiden laskennassa sekä Florentin- että termoanalyysituloksia käyttäen varsin todenmukaiseen tulokseen. Sen sijaan standardien BS 4551:1970 ja BS 4551:1980 laskentamenetelmiä käyttäen saadut tulokset ovat erittäin epäluotettavia.

MÄÄRITYSAIKA Analyysin kokonaismääritysaika 5 h.

6.1.6.2 Litiummetaboraattisulfaatin mineraalinäytteen (esim. lentotuhkan) kokonaisanalyysia varten; Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,  $\text{SO}_3$ , Si, Sr ja Ti

PERIAATE Mineraalinäyte hajoitetaan  $\text{LiBO}_2$ -sulatteella, josta suoritetaan kokonaisanalyysi.

SOVELTUVUUS Soveltuu mineraalinäytteille, kuten esimerkiksi lentotuhkalle.

TOTEUTUS  $\text{LiBO}_2$ -sulatteesta valmistetusta liuoksesta määritetään alumiini, rauta, kalsium ja magnesium titraamalla EDTA:lla, kalium ja natrium AAS:llä ja sulfaatti sekä pii gravimetrisesti.

6.1.6.3 Betonianalyysi orgaanista liuotinta käyttäen

PERIAATE Kovettuneen betonin sementti- ja runkoainemäärät arvioidaan liuottamalla sideaine maleiinihappo-metanoliliuokseen. Betonin valmistuksessa käytetty vesi sekä betonin tiheys määrätään totunnaisilla tavoilla.

SOVELTUVUUS	Menetelmä sopii sellaisten luonnonkivi- ja erityisesti kalkkikivirunkoaineisten betonien analysointiin, joissa sideaineena on portlandsementti tai kuonasementti.
TOTEUTUS	Betonikappaleen tiheys ja sen sisältämän vapaan veden määrän määrittämisen jälkeen näyte hienonnetaan (< 0,2 mm) ja siitä hehkutetaan sitoutunut vesi pois. Hienonnettua betoninäytettä käsitellään maleiinihappo-metanoliliuoksella, jolloin sideaine liukenee. Em. analyyseista voidaan laskea betonin koostumus.
TULOSTEN TARKASTELU	Hydratoitumaton $C_4AF$ , joka ei liukene maleiinihappo/MeOH:iin, aiheuttaa pienen negatiivisen virheen.  Menetelmä ei sopine betoneille, jotka sisältävät liukenevaa kuona- tai lentotuhkarunkoainetta.

#### 6.1.6.4 Lisäaineiden kemiallinen analyysi

PERIAATE	Betonin lisäaineista tutkitaan happamuusaste, kuiva-ainepitoisuus, hehkutushäviö, tiheys, kloridi- ja sulfaattipitoisuus. Lisäksi suoritetaan sopiva karakterisoiva instrumentaalianalyysi.
SOVELTUVUUS	Menetelmä soveltuu betonin lisäaineille.
TOTEUTUS	Happamuusaste määritetään pH-mittarilla, kuiva-ainepitoisuus kuivattamalla näyte $105^{\circ}C$ :ssa, hehkutushäviö hehkuttamalla näytettä $900 - 950^{\circ}C$ :ssa, tiheys areometrillä tai pyknometrillä, kloridipitoisuus titraamalla $AgNO_3$ :lla ja sulfaattipitoisuus gravimetrisesti saostamalla $BaSO_4$ :na.
TULOSTEN TARKASTELU	Kloridimäärittäystä häiritseviä anioneja ovat $I^-$ , $Br^-$ , $CN^-$ sekä $S^{2-}$ , joka pilaa lopullisesti elektrodin. Kloridin kanssa kompleksoituvat kationit häiritsevät. Menetelmän suhteellinen tarkkuus on noin 0,5 % ja herkkyys luokkaa 0,02 mg $Cl^-$ . Muut määritykset ovat häiriöttömiä.

#### 6.1.6.5 Vapaan kalkin määrittäminen sementistä ja klinkkeristä

PERIAATE	Vapaa kalsiumoksidi (CaO) ja kalsiumhydroksidi (Ca(OH) <sub>2</sub> ) liuotetaan kuumaan, vedettömään glyserolin ja etanolin seokseen. Liuennut kalkki titrataan ammoniumasetatin (CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> ) etanoliliuoksella fenolftaleiini indikaattorina.
SOVELTUVUUS	Menetelmä sopii portlandsementin ja klinkkerin vapaan kalsiumoksidin määrittämiseen.
TOTEUTUS	Jauhetun sementin, glyserolin ja etanolin seos titrataan asetaattiliuoksella fenolftaleiinin toimiessa indikaattorina.
TULOSTEN TARKASTELU	Tulokseen tulee vapaan kalkin lisäksi mukaan myös kalsiumhydroksidi.
MÄÄRITYSAIKA	4 h.

#### 6.1.6.6 Kloridin määrittäminen kloridiselektiivisellä elektrodilla

PERIAATE	Kloridi titrataan potentiometrisesti hopeanitraatilla typpihappoisesta liuoksesta kloridiselektiivistä indikaattorielektrodia ja kaksoissiltavertailuelektrodia käyttäen.
SOVELTUVUUS	Potentiometrinen määrittäystapa sopii kompleksoitumattomien kloridi-ionien mittaamiseen 10 <sup>-5</sup> - 1 M liuoksista 0 - 14 pH:ssa ja lämpötilavälillä -5 °C - +100 °C. Menetelmä soveltuu betoni-, sementti-, laasti-, kiviaines-, kuona- ja lisäainenäytteille.
TOTEUTUS	Liuotettu näyte titrataan AgNO <sub>3</sub> -liuoksella ja ekvivalenttipiste todetaan mV-mittarilla titrauskäyrän käänne pisteestä.

TULOSTEN  
TARKASTELU Häiritseviä anioneja ovat  $I^-$ ,  $Br^-$ ,  $CN^-$  sekä  $S^{2-}$ , joka pilaa lopullisesti elektrodin. Kloridin kanssa kompleksoituvat kationit häiritsevät. Menetelmän suhteellinen tarkkuus on noin 0,5 % ja herkkyys noin 0,02 mg  $Cl^-$ .

MÄÄRITYSAIKA 1 h.

#### 6.1.6.7 Lentotuhkapitoisuuden määrittäminen sementistä suolahapposalisyylisäilyliuotuksella

PERIAATE Sementtiä liuotetaan suolahapposalisyylisäilyliuokseen. Liukenematon jäännös sisältää sementtiin lisätyn lentotuhkan ja pääosan sitoutumisajan säätämistä varten lisätystä kipsistä.

SOVELTUVUUS Menetelmä soveltuu sementtinäytteille.

TOTEUTUS Sementtinäytteen suolahapposalisyylisäilyliuokseen liukenematon osa punnitaan ja siitä määritetään sulfaattipitoisuus, jota vastaava  $CaSO_4$ -määrä vähennetään liukenemattomasta osasta. Erotus oletetaan lentotuhkaksi.

TULOSTEN  
TARKASTELU Menetelmän suhteellisen tarkkuuden todetaan olevan 15 %:n pozzolaanipitoisuuksilla noin  $\pm 10$  %.

## 6.2 Optiset menetelmät

### 6.2.1 Mineraalianalyysi optisesti

PERIAATE Hiekkanäytteen erilaiset mineraalit: plagioklaasi, kalimaasälpä, kvartsi, kiilteet, amfibolit, kivilaji-fragmentit lasketaan mikroskoopilla polarisoidussa valossa näytteestä valmistetusta ohuthieestä erikseen ja määritetään niiden prosentuaalinen osuus koko näytteestä.

SOVELTUVUUS Hiekkanäytteet, joiden raekoosta  $> 95$  %  $> 37 \mu m$ .



**HUOMAUTUS** Jos näytteessä on hyvin erisuuruisia mineraalirakeita sekä paljon sälemäisiä tai levymäisiä kiteitä, tulos on epätarkka.

**MÄÄRITYSAIKA** 1,5 h

### 6.2.2 Kuonan lasimaisuuden määrittäminen optisesti

**PERIAATE** Kuonan lasimaisuus (kiteisyys) määritetään laskemalla polarisaatiomikroskoopin avulla riittävä määrä lasimaisia ja kiteisiä hiukkasia jauhetusta ja seulotusta näytteestä fraktiosta 62 - 37  $\mu\text{m}$ .

**SOVELTUVUUS** Masuunikuona ym. lasimaisia ja kiteisiä hiukkasia sisältävät aineet.

**TOTEUTUS** Lasi- ja kidepitoisuuksien arvioiminen tapahtuu laskemalla hiukkaset polarisaatiomikroskoopin avulla. Seuraavat tyypit erotetaan:

1. täysin lasimaiset, värittömät hiukkaset
2. vain vähän (< 10 %) kiteytyneet hiukkaset
3. suhteellisen paljon (> 60 %) kiteytyneet hiukkaset
4. kokonaan kiteytyneet hiukkaset
5. opakki, kokonaan läpinäkymättömät mustat partikkelit, jotka saattavat olla metallia tai koksia
6. heikosti anisotrooppinen, pinnaltaan karhea opaali
7. muut partikkelit.

Lasimainen ja kiteytynyt osa lasketaan %:eina lasketuista partikkeleista.

**MÄÄRITYSAIKA** 1,5 h

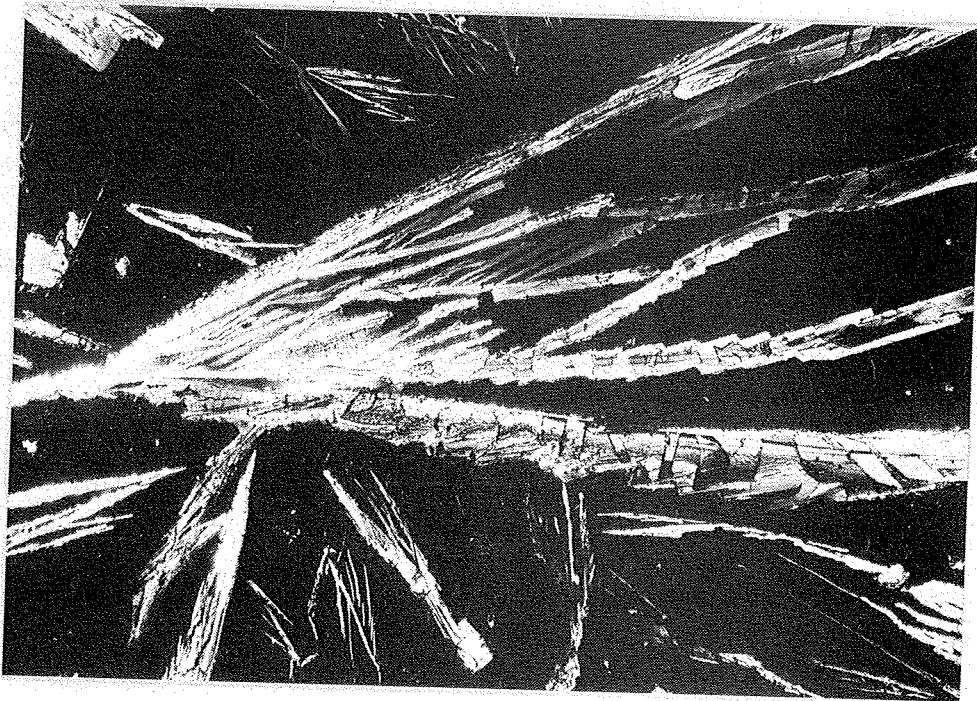
### 6.2.3 Vesiliukoisten suolojen kuvaaminen optisesti

**PERIAATE** Mikroskoopin avulla tarkasteltuna voidaan suoloja tunnistaa ja erottaa toisistaan kidemuotonsa ja -rakenteensa perusteella.

SOVELTUVUUS Vesiliukoiset suolat, kuten esim.  
-  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{NaNO}_3$   
-  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{KNO}_3$   
-  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$

TOTEUTUS Lasilevyille kiteytettyjä suoloja tarkastellaan mikroskooppilla ja suolat kuvataan optisesti. Standardinäytteisiin vertaamalla tunnistetaan eri suolat. Kuvassa 10 nähdään kaliumkarbonaattikiteitä optisesti kuvattuna.

MÄÄRITYSAIKA 0,5 h



Kuva 10.  $\text{K}_2\text{CO}_3$ -kiteitä. Suurennos 10 x.

#### 6.2.4 Tiilen, laastin ja betonin ohuthietutkimus/6/

PERIAATE Tiilen, laastin ja betonin koostumusta, rakennetta ja rakennevikoja tutkitaan näytteestä valmistetusta ohuthieestä stereo-, fluoresenssi- ja polarisaatiomikroskoopeilla.

SOVELTUVUUS Soveltuu yleensä kaikille ko. materiaaleille.

**PREPAROINTI** Sahattu näytepala kyllästetään alkoholilla ja liimataan lasilevyille. Vapaa pinta hiotaan ja näyte impregnoidaan yhdistetyllä tyhjiö-painemenetelmällä epoksilla, johon on lisätty keltaista fluoresoivaa väriainetta. Impregnointiaine kovettuu 24 tunnissa. Pinta hiotaan ja kiillotetaan ja siihen liimataan mikroskooppilasi. Lasi ja noin 2 mm betonia sahataan irti. Näytettä ohennetaan asteittain, kunnes sen lopullinen paksuus on 20 µm - 30 µm arvioituna kvartsin kaksoistaitteisuuden avulla. Irrotettava peitelevy asetetaan näytteen päälle.

**ANALYSOINTI** Tiili-, laasti- ja betoninäytteiden ohuthietutkimuksella voidaan ko. materiaalista selvittää erilaisia ominaisuuksia, jotka on koottu taulukkoon 4.

Taulukko 4. Tiili-, laasti- ja betoninäytteiden ohuthietutkimuksella selvitettäviä asioita.

STEREOMIKROSKOOPPI JA VISUAALINEN TARKASTELU	FLUORESENSSIMIKROSKOOPPI	POLARISAATIOMIKROSKOOPPI
<b>RUNKOAINEET</b> - tyyppi, muoto, koko, suuntaus, jakautuminen  <b>SEMENTTIKIVI</b> - väri (+ tyyppi)	<b>SÄRÖT JA HALKEAMAT</b> - määrä, sijainti (runkoaineessa, sementtikivessä), jakautuminen, pituus, leveys, tyyppi  <b>SEMENTTIKIVI</b> - kapillaarihuokoisuus	<b>RUNKOAINEET</b> - petrografinen määrittäminen, kemialliset reaktiot  <b>SEMENTTIKIVI</b> - hydrataatioaste (hydratoitumattomat sementtimineraalit), karbonatisoituminen, lentotuhka
<b>ILMAHUOKOSET JA SÄRÖT</b> - suuntaus, koko, jakautuminen	<b>ILMAHUOKOSET</b> - muoto, jakautuminen, huokokset runkoaineessa	<b>ILMAHUOKOSET JA SÄRÖT</b> - täyttyminen (ettringiitti, alkali-piihappogeeli, kalsiumhydroksidi jne.)

#### 6.2.5 Betonin optinen ilmahuokosanalyysi /4/

**PERIAATE** Betonin ilmahuokosten tilavuusosuus, ominaispinta-ala, keskinäinen etäisyys (huokosjako) ja erilaiset kokojakautumat voidaan määrittää automaattisella kuva-analysiteknikalla.

niikalla.

SOVELTUVUUS Betonit, joiden kiviainekset eivät sisällä merkittävästi huokosia.

PREPAROINTI Näytteet hiotaan tasaisiksi valurautalaikalla käyttäen hiontanesteenä veden ja butaanidiolin seosta ja hiontajauheena piikarbidijauheita.

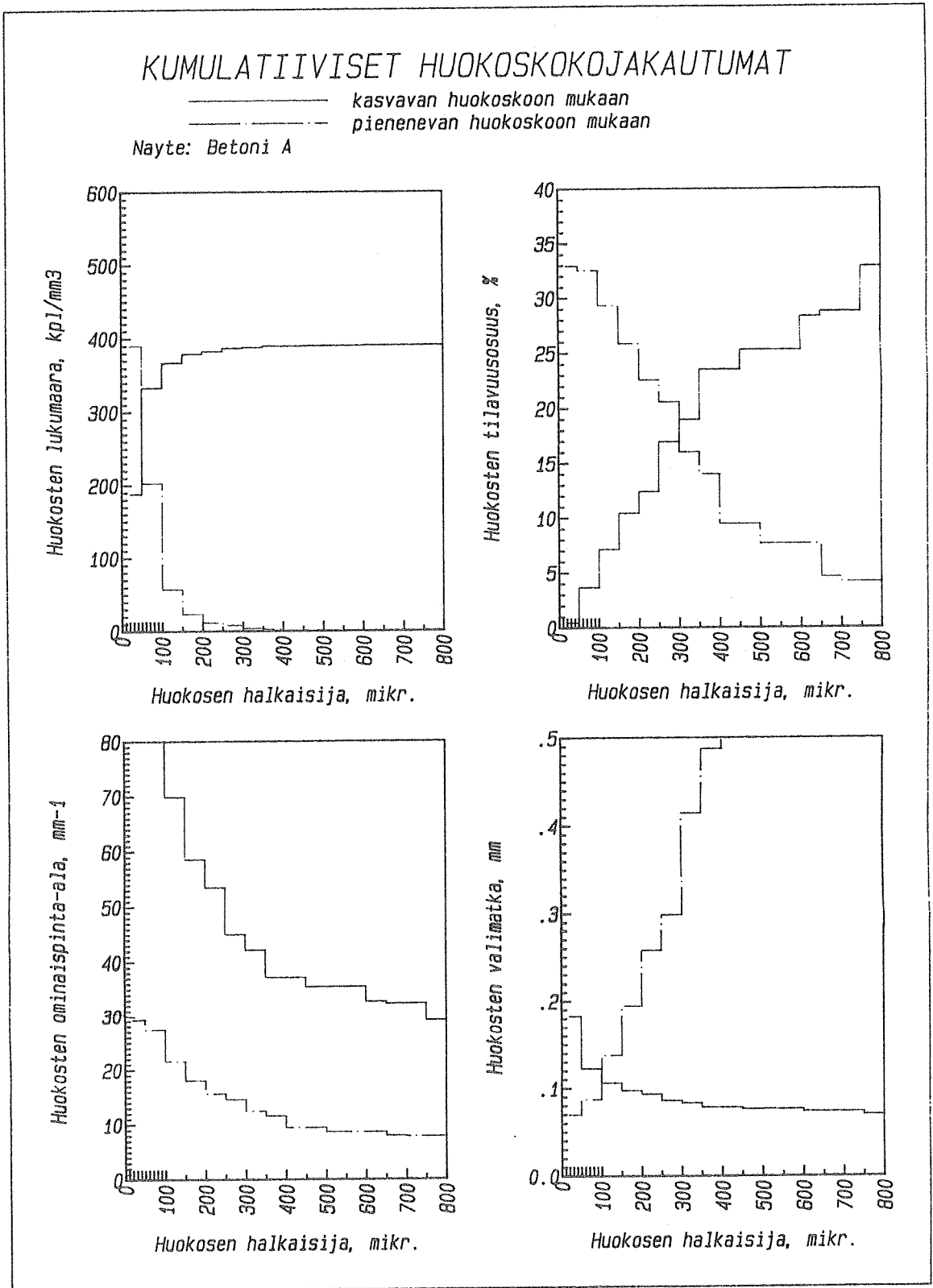
Hiottu pinta värjätään mustaksi leimasinmusteella. Ilmahuokokset täytetään hienolla kipsijauheella, jolloin ne näkyvät valkoisina täplinä tummaa taustaa vasten.

ANALYSOINTI Näyte asetetaan mikroskoopin ristisiirtopöydälle. TV-kamera ottaa näytteestä kuvan ja siirtää sen noin 100-kertaiseksi suurennettuna monitoriin. Analyysattoriyksikkö erottaa huokokset värin perusteella ja laskee automaattisesti niiden pinta-alan, lukumäärän ja kokojakautuman. Tämän jälkeen näyte siirtyy pienen matkan eteenpäin ja laite analysoi seuraavan alueen. Tavallisesti lasketaan noin  $300 \times 3 \text{ mm}^2$ :n kokoista aluetta peräkkäin. Tiedot tallentuvat automaattisesti pöytätietokoneeseen. Laskennan jälkeen pöytätietokone suorittaa tietojen tilastollisen käsittelyn ja tulostuksen paperille. Tietokoneeseen liitetty piirturi piirtää huokosten kokojakautumat (kuva 11).

MÄÄRITYSAIKA Analyysiin kuluva aika on noin 40 minuuttia. Analysoinnin aikana ei tarvita operaattoria, koska laskenta tapahtuu automaattisesti.

6.2.6 Partikkelikokojakautuman määrittäminen mikroskoopilla ja kuva-analyysattorilla /12, 13, 14, 15/

PERIAATE Jauhenäytteiden hienon pään partikkelikokojakauma määritetään optisella kuva-analysointitekniikalla.



Kuva 11. Kumulatiiviset huokoskokojakautumat (tietokoneeseen liitetyn piirturin tulostusliuska).

Date: 24.2.1982

Sample: KVARTSI 2

100 Fields

Obj: 40X

#	Size	Ind	Sum	R (%)
1	0,00	45	2800	29,67
2	1,00	37	1387	14,70
3	2,00	20	1315	13,94
4	3,00	13	1231	13,05
5	4,00	4	1000	10,60
6	5,00	4	509	5,39
7	6,00	0	345	3,66
8	7,00	3	234	2,48
9	8,00	2	143	1,52
10	9,00	1	134	1,42
11	10,00	1	77	0,82
12	11,00	1	56	0,59
13	12,00	1	57	0,60
14	13,00	0	32	0,34
15	14,00	0	21	0,22
16	15,00	1	44	0,47
17	20,00	0	28	0,30
18	30,00	0	15	0,16
19	40,00	0	2	0,02
20	50,00	0	4	0,04
21	60,00	0	2	0,02
22	70,00	0	0	0,00

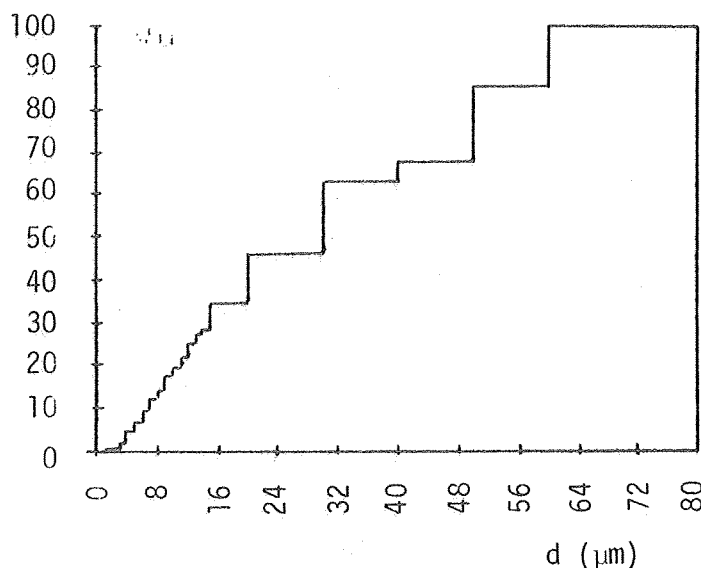
TTL Q`ty 133 9436

23 80,00 0 0

TTL Area 0,0009 0,1268 5,14

FRM Area 0,0247 2,4661 (mm<sup>2</sup>)

R/%



Kuva 12. Osa partikkelikokojakuumäärityksen tulostuksesta.

SOVELTUVUUS	Soveltuu mm. mineraali-, tiili-, lentotuhka- ja savinäytteille.
PREPAROINTI	Näyte seulotaan raekokoon $< 70 \mu\text{m}$ . Seulottu näyte sekoitetaan sulaan kamferi-naftaleeni-seokseen ja seoksen jäähmetyttyä otetaan pala kovettunutta näyteseosta lasilevyllä. Kovettunut näyteseos sulatetaan lasilevyllä, peitetään peitinlasilla ja kamferi-naftaleeni-seos poistetaan sublimoimalla vakuuissa.
ANALYSOINTI	Näytepreparaattien analysointi suoritetaan automaattisella kuva-analysointilaitteistolla. Näyte asetetaan mikroskooppiin, josta TV-kamera ottaa kuvan ja siirtää sen monitoriin. Kerrallaan monitorissa on näkyvissä muutaman $\text{mm}^2$ :n kokoinen alue näytteestä. Analysaattoriyksikkö erottaa kuvasta partikkelit ja laskee niiden halkaisijat. Tiedot siirretään pöytätietokoneelle, joka suorittaa tietojen tilastollisen käsittelyn ja tulostaa paperille halutut partikkelikojakautumat. Kuvassa 12 nähdään osa partikkelikojakautumamäärityksen tulostuksesta.
MÄÄRITYSAIKA	3 h

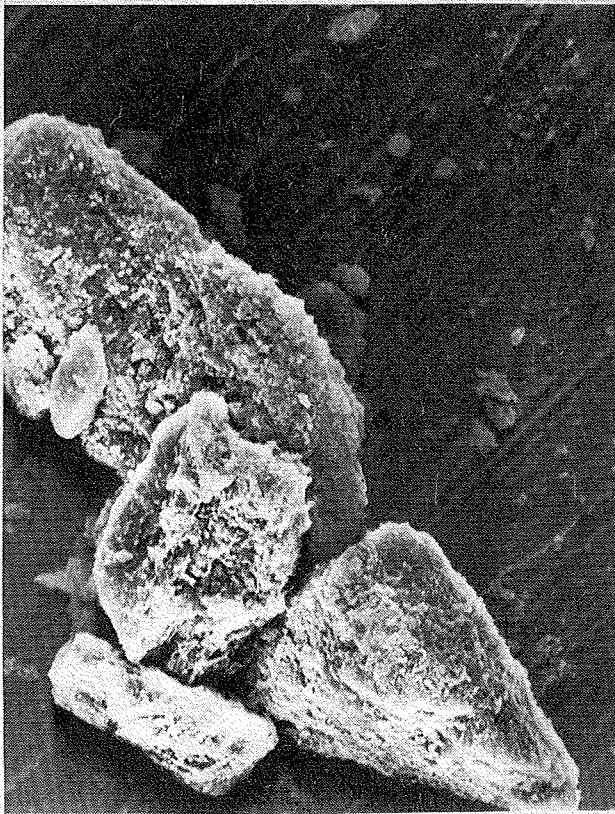
#### 6.2.7 Partikkelikoon määrittäminen SEM:llä

PERIAATE	Pienten partikkelien hiukkaskoon määrittäminen pyyhkäisy-elektronimikroskoopin (SEM) avulla.
SOVELTUVUUS	Soveltuu mm. erilaisille mineraaleille, tiili-, lentotuhka- ja savinäytteille.
PREPAROINTI	1) Näyte seulotaan raekokoon $< 70 \mu\text{m}$ . 2) Hiukkasnäytteen preparointi SEM-kuvausta varten voidaan suorittaa kahdella tavalla: - Halkaisijaltaan 25 mm:n kiillotettu messinkialusta päällystetään kaksipuolisella teipillä. Teipin päälle karistetaan varovasti näytettä. Kuiva näyte päällystetään ohuella kultakerroksella.

- Laimeasta näyte-alkoholi-suspensiosta otetaan tippa messinkialustalle. Alkoholin haihduttua kuiva näyte kullataan.

ANALYSOINTI	Näytepreparaatti tutkitaan SEM:llä ja valokuvataan.
TULOSTEN TARKASTELU	SEM:n avulla partikkeleista saadaan todellinen kuva (kuva 13 ja 14), josta hiukkasten muoto ja pintarakenne käyvät ilmi. SEM-kuvalla voidaan kvalitatiivisesti varmentaa jollakin muulla tavalla mitattu kvantitatiivinen hiukkaskokoanalyysi. Määrityksen vaikeutena on hiukkasten yhteentarrautuminen.
MÄÄRITYSAIKA	Jauhenäytteen partikkelikoon määritykseen kuluva aika näytteen preparoinnista valokuvien tulkintaan on noin 2,0 h/näyte.





Kuva 13. SEM-kuva tiilijauheesta. Tiilijauhe sirotettu kaksipuoliselle teipille. Suurennos 1000 x.



Kuva 14. SEM-kuva tiilijauheesta. Tiilijauhe-alkoholi-suspensiosta otettu tippa messinkialustalle. Suurennos 1000 x.

### 6.3 Fysikaaliset huokosanalyysit

#### 6.3.1 BET-ominaispinta-alan määrittäminen

**PERIAATE** BET-ominaispinta-alan määrittäminen perustuu kaasuaSORPTioon ja ns. BET-isotermin hyväksikäyttöön. Menetelmässä mitataan alhaisessa paineessa ja lämpötilassa näytteen pinnalle adsorboitunut typpikaasumäärä.

**SOVELTUVUUS** Materiaalit, joiden ominaispinta-ala on  $\geq 1 \text{ m}^2/\text{g}$ .

ANALYSOINTI	BET-teorian mukainen materiaalin ominaispinta-ala määritetään MIC-2200 -laitteella. Näyte jäädytetään neste-typen lämpötilaan, jolloin monomolekulaarinen kerros adsorboituu. Typpiadsorptio mitataan yhdessä ennalta asetetussa paineessa, jonka paine-elin säätää männän avulla BET-alueelle. Männän liike kalibroitu siten, että laskurista voidaan lukea suoraan mitatun näytteen pinta-ala.
TULOSTEN ARVIOINTI	Menetelmä antaa tarkemmin hiukkasten pinta-alan kuin esim. permeabiliteettiin perustuvat menetelmät. Menetelmän avulla voidaan arvioida myös hiukkasten pintarakennetta.
MÄÄRITYSAIKA	n. 1,5 h

### 6.3.2 Huokoskokojakauman määrittäminen elohopeaporosimetrillä

PERIAATE	Elohopeaporosimetria perustuu siihen, että elohopean kos-tutuskulma useimpia kiinteitä aineita vastaan on $\alpha > 90^{\circ}$ . Siten elohopeaa saadaan tunkeutumaan vakuoituihin huoko-siin vain käyttämällä sitä suurempaa painetta, mitä pie-nempiä huokosia halutaan täyttää. Elohopean tunkeutumi-nen materiaalin huokosiin mitataan asteittain kasvavilla paineilla. Elohopeaporosimetri mittaa elohopeatunkeuman ja piirtää huokosjakauman paineen tai huokossäteen funktiona.
SOVELTUVUUS	Soveltuu yleensä rakennusmateriaaleille. 7500 - 3,75 nm tai 1000 - 10 nm (säde), kokoisten huokosten kokojakauma voidaan laskea laitteesta riippuen.
ANALYSOINTI	Jauhenäytteen ajo elohopeaporosimetrillä.
HUOMAUTUKSIA	Elohopeaporosimetrimäärittäminen ei ota tarpeeksi huomioon tiilen erilaisten huokosten laatua, kuten <ul style="list-style-type: none"><li>- massan perushuokoisuutta,</li><li>- sahanpuruhuokosia,</li></ul>

- suuntautuneita säröjä (tekstuurivirheitä),
- suljettuja huokosia.

TULOSTEN  
TARKASTELU

Näytteen preparointi vaikuttaa huokosjakaumiin. Kun näyte jauhetaan partikkelikooltaan hienommaksi, kokonaishuokostilavuus kasvaa ja suurten huokosten määrä pienenee.

Samalla tavalla preparoiduista näytteistä elohopeaporosimetrillä suoritettavat rinnakkaismääritykset antavat hyvin toistettavia tuloksia.

MÄÄRITYSAIKA

Elohopeaporosimetrimääritys on nopea. Huokoskokomäärityksen kokonaisaika on yht. 1 h, ja se sisältää näytteen preparoinnin.

### 6.3.3 Kapillaarisen vedelläkyllästysasteen $S_{CAP}$ määrittäminen

PERIAATE

Kapillaarisen vedelläkyllästysasteen  $S_{CAP}$  määrittäminen perustuu huokoisen materiaalin kykyyn imeä vettä kapillaarisesti ja edelleen täyttää vedellä myös varsinaisia kapillaareja suuremmat huokokset (esim. betonin lisähuokokset).

Menetelmässä kapillaarinen vedenimu tapahtuu yhtämittaisesti vakio- $\lambda$ -lämpötilassa ja siten, että veden haihtuminen koekappaleista on täydellisesti estetty.

Materiaalin vedelläkyllästysaste saadaan ajan funktiona ja se ilmaisee absorboituneen vesimäärän suhteessa kokonaishuokosmäärään. Menetelmällä saadaan myös kutakin kyllästysastetta vastaava kosteuspitoisuus painoprosentteina sekä materiaalin maksimikosteuspitoisuus, joka vastaa vedelläkyllästysastetta  $S_{CAP} = 1,0$ .

SOVELTUVUUS

Menetelmä soveltuu kaikille huokoisille rakennusmateriaaleille.

- KOEKAPPALEET Koekappaleiden lukumäärän tulee olla vähintään kolme. Veden kanssa kosketukseen tulevan pinnan tulee olla riittävän suuri (esim. betonilla 3 - 4 kertaa max. raekoko). Koekappaleen korkeuden tulee olla 25 - 30 mm ja sama kaikilla koekappaleilla.
- KOKEEN SUORITTAMINEN Toimenpiteet ovat aikajärjestyksessä seuraavat:
- Koekappaleita kuivatetaan tuuletetussa uunissa, jonka lämpötila on +50 °C vähintään 2 d.
  - Koekappaleet jäädytetään eksikaattorissa, jossa on silikageeliä.
  - Koekappaleet punnitaan ja asetetaan alapinnastaan kosketukseen veden kanssa.
  - Vesiastia peitetään esim. muovikelmulla siten, että veden haihtuminen on täydellisesti estetty.
  - Koekappaleet punnitaan sopivin väliajoin; esim. 1/4, 1/2, 3/4, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 24, 48, 78, 96 jne. tunnin kuluttua kokeen alusta.
  - Kapillaarisen vedenimun annetaan jatkua yleensä vähintään 14 d, minkä jälkeen koekappaleet punnitaan välittömästi vedessä ja ilmassa.
  - Koekappaleet kuivatetaan tuuletetussa uunissa, jonka lämpötila on +105 °C, vakiopainoon (yleensä vähintään 7 d).
  - Koekappaleet punnitaan ja tyhjiökyllästetään:
    - 1) 3 h tyhjiökammiossa, jonka jäännöspaine on 1 - 2 torr
    - 2) pumpun edelleen käydessä koekappaleet peitetään vedellä minuutin kuluessa
    - 3) pumpun annetaan edelleen käydä 1 h:n ajan
    - 4) tyhjiökammioon lasketaan ilmanpaine.
  - Koekappaleita pidetään vedessä, kunnes ne ovat saavuttaneet vakiopainon (yleensä n. 7 d), minkä jälkeen ne punnitaan vedessä ja ilmassa.

LASKELMAT JA  
TULOSTEN  
ESITTÄMINEN

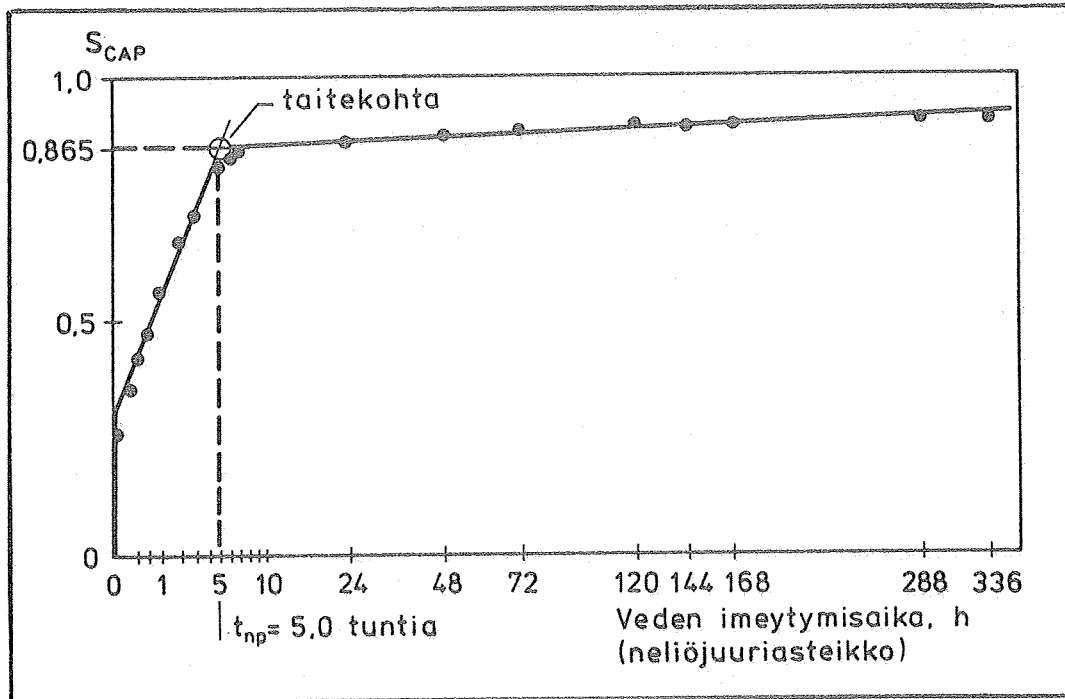
Punnitustuloksista lasketaan seuraavat suureet kullekin koekappaleelle:

- tilavuus  $V$
- huokostilavuus  $V_p$
- huokoisuus  $P$
- täysin kyllästetyn koekappaleen kosteuspitoisuus  $U_s$
- kutakin vedenimuaikaa vastaava kyllästysaste  $S$  ja haluttaessa tätä vastaava kosteuspitoisuus  $U$ .

Edelleen lasketaan koekappaleiden yksityisistä arvoista keskiarvot ja hajonnat suureille  $P$ ,  $U_s$ ,  $S$  ja  $U$ .

Koordinaatistoon piirretään kappaleiden vedelläkyllästysasteiden tai kosteuspitoisuuksien keskiarvo kapillaarisen vedenimuaajan neliöjuuren funktiona (kuva 15). Kuvaan piirrettyjen suorien leikkauspiste vastaa käytännössä esim. betonilla kapillaarihuokosten täyttymistä ja sen koordinaatit saadaan graafisesti tai lineaarisella regressiolla.

Monessa tapauksessa vedenabsorptio-aikakäyrä on lineaarinen logaritmisella ajanasteikolla esitettynä, kun vedenimuaika on ylittänyt taitepisteajan. Näin ollen  $S_{CAP} = A + B \lg t$ , missä vakiot  $A$  ja  $B$  voidaan määrittää lineaarisella regressiolla.



Kuva 15.  $S_{CAP}$  vedenimuaajan funktiona. Taitepisteabsorption ja ajan määrittäminen.

#### KIRJALLISUUSLUETTELO

1. Betonin mikrorakennetutkimus. Esite. Valtion teknillinen tutkimuskeskus. Espoo 1984. 4 s.
2. BS 4551. Methods of testing mortars and specification for mortar testing sand. British Standards Institution, 1970. 79 s.
3. BS 4551. Methods for testing mortars, screeds and plasters. British Standards Institution, 1980. 31 s.
4. Chatterji, S. & Gudmundsson, H., Characterization of entrained air bubble systems in concretes by means of an image analysing microscope. Cement and concrete research 7(1977)4, s. 423 - 428.
5. A comprehensive method for the chemical analysis of hardened concrete. Cembureau test method. Paris, Imp. Union, 1970. 15 s.

6. Dobrolubov, G. & Romer, B., Richtlinien zur Bestimmung und Prüfung der Frost-Tausalzbeständigkeit von Zementbeton. Strasse und Verkehr 1977:10, 1977:11, 10 s.
7. Huokoisuuden tutkiminen. Esite. Valtion teknillinen tutkimuskeskus. Espoo 1983. 2 s.
8. Kaiserberger, E., Gas analytical methods of thermal analysis in comparison. Thermochimica Acta 29 (1979) 2, s. 215 - 220.
9. Koskinen, P., Vuolukiven tulenkestävyysominaisuudet. Diplomityö. Teknillinen korkeakoulu, kemian osasto. Otaniemi 1982. 99 s.
10. Laastitutkimus. Esite. Valtion teknillinen tutkimuskeskus. Espoo 1983. 2 s.
11. Morgan, D. J., Simultaneous DTA-EGA of minerals and natural mixtures. Journal of Thermal Analysis 12(1977)2, s. 245 - 263.
12. Particle size distribution measuring system using particle analyzer LUZEX 45 & personal computer HP-85. Instruction manual QJ 8045.2-E. Tokio, Nihon Regulator Co., Ltd. 78 s.
13. Sample preparation procedure for LUZEX. Part 1. Powder samples. Tokio, Nihon Regulator Co., Ltd., 1981. 8 s.
14. Stiegelschmitt, A. & Tomandi, G., Elektronenmikroskopische Teilchengrößenanalyse von keramischen Pulvern. Bericht der Deutschen Keramischen Gesellschaft. 55(1978)2, s. 76 - 78.
15. Thaulow, N. & White, E. W., General method for dispersing and disaggregating particulate samples for quantitative SEM and optical microscopic studies. Powder Technology 5(1971/72) s. 377 - 379.
16. Tutkimus termooanalyttisin menetelmin. Esite. Valtion teknillinen tutkimuskeskus. Espoo 1983. 2 s.





## TUTKIMUSSELOSTUS

### 1. TUTKIMUKSEN TARKOITUS

Tutkimuksen tarkoituksena oli selvittää erään rakennuksen rappauslaastien kunto sekä käytettyjen laastien koostumus ja huokoisuusominaisuudet. Toisaalta haluttiin tietää, millaisia maaleja pinnoituksessa oli käytetty ja miten vanha maali rakennusta korjattaessa tulisi poistaa. Tietoja laastien huokoisuusominaisuuksista ja koostumuksista tarvitaan mahdollisia korjauslaasteja valittaessa.

### 2. NÄYTTEET

Tutkittavan rakennuksen julkisivusta otettiin laastinäytteitä kaikkiaan 15 kappaletta. Näytteet käsittivät kolmentyyppisiä laasteja: karkeita, sileitä (esim. ikkunoiden välistä) ja koristelistalaasteja.

### 3. TUTKIMUKSET

Näytteille suoritettiin seuraavat tutkimukset:

1. Kaikille näytteille tehtiin laastianalyysi termoanalyysiin perustuvalla pikamenetelmällä sekä muutamille näytteille märkämääräisellä menetelmällä. Analyysitulosten perusteella arvioitiin laastireseptien seossuhteet.
2. Laastinäytteiden huokoisuutta tutkittiin vedelläimeytymiskokeilla, joilla mitattiin vedelläyttyminen normaali-ilmanpaineessa.
3. Laastien sisältämän hiekan raekokajakautuma määritettiin seulanalyysillä.
4. Osalle näytteistä tehtiin ohuthietutkimukset materiaalien mikro-rakenteen ja huokoisuuden selvittämiseksi.
5. Pinnoiteanalyysi suoritettiin samoille näytteille, joista tehtiin ohuthieet.

#### 4. TULOKSET

##### 1) Laastianalyysi

Laastinäytteen koostumuksen selvittämiseksi märkäkemiallisella menetelmällä, nk. Florentin-menetelmällä, tehtiin seuraavat analyysit:

- kiviaineksen määrä
- sideaineen (sementti-kalkki) laatu ja määrä, jossa  $\text{SiO}_2$  ja  $\text{CaO}$  määritettiin happoliuotuksella ja  $\text{Ca(OH)}_2$  sekä  $\text{CaCO}_3$  termoanalyttisesti.

Analyysien tulokset sekä tuloksien perusteella arvioidut laastireseptien seossuhteet esitettiin taulukoituina.

Kaikkien laastinäytteiden reseptit määritettiin käyttämällä pikamenetelmää, joka perustuu näytteistä  $\text{N}_2$ -atmosfäärissä ajettujen termokäyrien tulkintaan ja tunnetun koostumuksen omaavien laastien termokäyristä saatujen vertailusuorien käyttöön.

Ennen analyysia oli kaikista koristelistanäytteistä poistettu niiden pinnalla olleet isokokoiset kivet.

##### 2) Huokoisuus

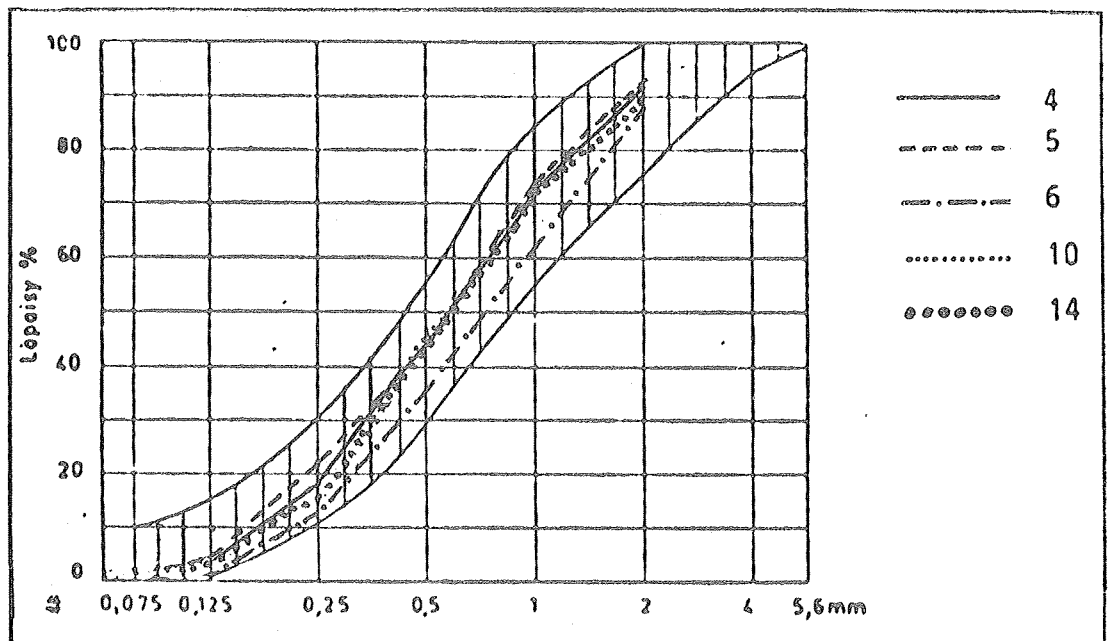
Laastinäytteiden huokoisuus määritettiin niiden vedenimukykyä standardin SFS 2803/1/ mukaan. Laastinäytteille määritellyt vedenimukyvyt on esitetty taulukossa 1.

Taulukko 1. Laastinäytteiden vedenimukyky.

Näyte	Vedenimukyky p-%	Näyte	Vedenimukyky p-%
1	10,0	9	9,5
2	16,5	10	12,9
3	18,0	11	13,5
4	10,3	12	11,6
5	13,5	13	5,1
6	14,6	14	10,7
7	11,0	15	14,8
8	12,1		

### 3) Laastihiekan raekokojakautuma

Laastinäytteiden sisältämän hiekan raekokojakautuma määritettiin liuottamalla näytteiden sideaineosuus suolahappoon ja tekemällä seula-analyysi jäljelle jääneelle, kuivatulle hiekkaosuudelle. Seula-analyysin tulokset on esitetty graafisesti kuvassa 1. Kuvaan on varjostuksella merkitty myös laastiin suositeltavan hiekan rakeisuuskäyrän raja-arvot standardin SFS 2803 ohjeen mukaan [1]. Koriste-listasta otetussa näytteessä 4 oli pinnalla runsaasti isokokoisia kappaleita, jotka oli poistettu ennen seula-analyysia.



Kuva 1. Laastinäytteiden raekokojakautumat.

### 4) Ohuthietutkimus

Näytteistä 4, 5, 6 ja 10 valmistettiin 30  $\mu\text{m}$ :n paksuiset ohuthieet. Tutkimus suoritettiin stereo- ja polarisaatiomikroskooppityöskentelyä. Näytekohtaiset tulokset olivat seuraavat:

- 4: Huokoinen kalkkisementttilaasti. Huokokset ovat enimmäkseen onkalohuokosia, lisäksi tavataan pyöreitä huokosia. Huokosten koko on alle 1,2 mm. Säröjä näytteessä on vähän. Laasti on tasaisesti karbonatisoitunut, ja hydratoitumattomia sementtimineraaleja tavataan. Runkoainerakeet ovat muodoiltaan yleensä

särmikkäitä tai hieman pyöristyneitä. Runkoaineen ja sideaineen tartunta vaikuttaa hyvältä.

- 5: Huokoinen kalkkilaasti. Huokokset, kooltaan alle 1,5 mm, ovat onkalohuokosia. Sideaineessa esiintyy sekä pieniä säröjä että muutama laastin ulkopinnan suuntainen pitkä särö, jotka kulkevat joko kokonaan tai osittain hieen poikki. Laasti on tasaisesti karbonatisoitunut. Runkoainerakeet ovat muodoiltaan särmikkäitä tai pyöristyneitä. Runkoaineen ja sideaineen tartunta vaikuttaa hyvältä.
- 6: Huokoinen KS-laasti. Huokokset (koko alle 2 mm) ovat onkalohuokosia ja suurien onkaloiden määrä on korkea. Säröjä näytteessä on vähän. Laasti on tasaisesti karbonatisoitunut, ja hydratoitumattomia sementtimineraaleja tavataan vain vähän. Runkoainerakeet ovat sekä särmikkäitä että pyöristyneitä. Runkoaineen ja sideaineen tartunta vaikuttaa hyvältä.
- 10: Huokoinen KS-laasti. Huokokset ovat enimmäkseen onkalohuokosia, mutta myös pyöreitä huokosia tavataan. Huokosten koko on alle 1,5 mm (poikkeuksena erään runkoainerakeen pinnassa oleva n. 4 mm:n pituinen onkalo). Säröjä näytteessä on vähän. Laasti on tasaisesti karbonatisoitunut ja hydratoitumattomia sementtimineraaleja tavataan hyvin vähän. Runkoainerakeet eroavat edellisistä vain siinä, että tässä näytteessä on runkoaineena käytetty myös kalkkikiveä. Runkoaineen ja sideaineen tartunta vaikuttaa hyvältä.

#### Tulosten vertailu:

Kaikki muut näytteet paitsi 5 ovat kalkkisementtilaasteja. 5 on kalkkilaasti. Näytteiden huokoisuudessa ei todettu suuria eroja. Laasti 6 on huokoisin. Huokosten kokovaihtelu oli varsin pieni, samoin kaikissa laasteissa olivat onkalohuokokset vallitsevin huokostyyppi. Lisäksi havaittiin suurikokoisten huokosten vähenevän laastin ulkopintaa kohden. Säröjä näytteissä oli varsin vähän, paitsi

kalkkilaastissa 4, jossa todettiin muutama pitkä pinnan suuntainen särö. Kaikki laastit olivat tasaisesti karbonatisoituneet. KS-laasteissa esiintyi hydratoitumattomia sementtimineraaleja. Epätäydellisen polton sekä osittain huonon sammutuksen seurauksena laasteissa esiintyy sideainefragmentteja, joilla osalla on vielä (polttamattoman) kalkkikiven raemuoto jäljellä. Runsaimmin näitä fragmentteja esiintyy laastissa 5. Runkoaineessa ei mineralogisesti ole eri näytteiden välillä suuria eroja, ei myöskään raemuodossa. Laasteissa 4 ja 10 on myös kalkkikiveä runkoaineena. Runkoaineen ja sideaineen tartunta vaikuttaa kaikissa näytteissä hyvältä.

### 5) Pinnoiteanalyysi

Laastinäytteissä 4, 5, 6 ja 10 on vain epäorgaanisia pinnoitteita. Laastinäytteen 10 pinnassa on useampi pinnoitekerros, muiden näytteiden pinnoissa 1 - 2 kerrosta.

Näyte	Huomautukset
4 (karkea)	Pinnassa on kaksi todennäköisesti kalkkimaalikerrosta, joista ulompi on alle 0,1 mm ja sisempi noin 0,8 mm.
5 (sileä)	Pinnoite kauttaaltaan poiskulunut.
6 (koristelista)	Pinnassa on kaksi kalkkimaalikerrosta, joiden yhteispaksuus on n. 0,3 mm. Maali paikoitellen kulunut.
10 (sisäpiha)	Pinnassa on neljä pinnoitekerrosta. Ne ovat sisältä ulospäin: kalkkimaali-kalkkimaali-silikaattimaali-kalkkimaali. Pinnoitekerroksien yhteispaksuus on 0,1 - 0,8 mm. Yksittäisten pinnoitekerroksien paksuudet vaihtelivat paljon.

### KIRJALLISUUS

1. SFS 2803. Muuratut rakenteet tiilikivistä ja kalkkihiekkakivistä. Suomen Rakennusinsinöörien Liitto, RIL 85, Helsinki 1972. 152 s.











Authors Martti Keppo, Risto Mannonen, Thorborg Perander, Hannu Pyy, Tuula Råman & Erkki Vesikari	Name of project Betoni- ja silikaattimateriaalien analyys- ja tutkimusmenetelmien kehittäminen	
Titel ANALYTICAL METHODS FOR CONCRETE AND SILICATE MATERIALS		
Abstract <p>In conjunction with the quality control and product development of materials as well as in damage investigation the need arose to develop new analytical methods, by means of which the level of research could be raised. The research project dealing with the development of analytical methods for concrete and silicate materials was started in April 1980. The development work on analytical methods has been going on within the limits of the project during the last four years. The goal of the project was to improve the chemical analysis, the optical methods and the porosity determinations to such an extent that they could be used as working tools of research, and simultaneously to raise the level of the personnel's knowledge and their preparedness to make good use of them. According to the goal set the research was divided into three sub-projects: chemical analytical methods, optical methods and physical porosity analyses. In this final report, the phases of the project are discussed in their respective sub-projects, and the test methods developed within the limits of the project are compiled. In the method descriptions, the principles and applicability of the methods, the preparation of the samples, the working procedure of these methods and the accuracy of the results are briefly outlined.</p>		
Activity unit Concrete and Silicate Laboratory, Betonimiehenkuja 5,		
ISSN and key name SF-02150 ESPOO, Finland 0358-5085 Tiedotteita - Valtion teknillinen tutkimuskeskus		
ISBN 951-38-2068-8	Language Finnish, Engl. abstr.	
Class (UDC) 691.32:543	Key words silicate minerals, chemical analysis, concrete, analyzing, optical tests, porosity	
Sold by Government Printing Centre P.O. Box 516 SF-00101 HELSINKI 10 phone internat. +358 0 539011	Pages 53 + app. 5 p.	Price FIM 54
Note		

