

A Case Study of the Effect of Clinker Microstructural Changes with the Help of Microscopic Studies on the Technical Characteristics of Cement and its Performance in Concrete

Ali Akbar Kafash Bazari*

*Chief of research and development of Tehran cement Co, Tehran, Iran
kafash@tehrancement.co.ir*

Mahdi Chini

Assistant Professor of Road, Housing and Urban Development Research Centre, Tehran, Iran

Zivar Nikfal

Chief of physical Laboratory of Tehran cement Co, Tehran, Iran

Research paper

Abstract

The portion of phases and the quality of clinker crystal formation have a great impact on the performance of cement and concrete obtained from it; however, cement and concrete manufacturers often base their evaluation on chemical analysis or XRF and the values of phases with the help of Bogue formula. Therefore, in this extensive applied study, the relationship between the results of microscopic studies and the technical characteristics of cement and its performance in concrete has been traced. In the first stage, one hundred samples of Portland clinker type II were prepared from Tehran cement and microscopic studies and chemical analysis were performed on them. All clinker samples were grinded in industrial mill and physical and mechanical tests were performed on cement samples. Then laboratory concrete mixtures were made to evaluate the technical characteristics of cement and their performance in concrete. Based on the results of this extensive laboratory operation, innovatively, the microscopic results were summarized quantitatively (numerically). The relationship between the microscopic indicators and the properties of concrete mixtures was observed and its relationships were presented.

Keywords: *Clinker, Cement, Microscope, Concrete.*

****Corresponding Author: Ali Akbar Kafash Bazari***

Kafash Bazari, A. A., Chini, M., Nikfal, Z. A Case Study of the Effect of Clinker Microstructural Changes with the Help of Microscopic Studies on the Technical Characteristics of Cement and its Performance in Concrete. Journal of Concrete Structures and Materials, 2022; 7(2): 128-141.

<http://doi.org/10.30478/jcsm.2023.368888.1299>

2538-5828/ © 2021 The Authors. Published by Iranian Concrete Society

This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

بررسی موردی تاثیر تغییرات ریزساختاری کلینکر به کمک مطالعات میکروسکوپی بر مشخصات فنی سیمان و عملکرد آن در بتن

علی اکبر کفاش بازاری

رئیس مرکز تحقیق و توسعه مجتمع صنعتی سیمان تهران، تهران، ایران

kafash@tehrancement.co.ir

(نویسنده مسئول)

مهدی چینی

استادیار مرکز تحقیقات وزارت راه، مسکن و شهرسازی تهران، ایران

زیور نیکفال

رئیس آزمایشگاه فیزیک مجتمع صنعتی سیمان تهران، تهران، ایران

نوع مقاله: مقاله پژوهشی

چکیده

سهام فازها و کیفیت شکل‌گیری بلورهای کلینکر تاثیر بسزائی بر عملکرد سیمان و بتن حاصل از آن دارد؛ حال آنکه تولیدکنندگان سیمان و بتن غالباً ارزیابی خود برای آنالیز شیمی یا XRF و مقادیر فازها به کمک روابط بوگ پایه‌گذاری می‌نمایند. از این‌رو در این مطالعه گسترده کاربردی، به ردیابی ارتباط نتایج مطالعات میکروسکوپی با مشخصات فنی سیمان و عملکرد آن در بتن پرداخته شده است. در مرحله اول تعداد یکصد نمونه کلینکر پرتلند نوع ۲ از سیمان تهران تهیه شدند و بر روی آنها مطالعات میکروسکوپی و آنالیز شیمیائی انجام گردید. کلیه نمونه‌های کلینکر در آسیای صنعتی سایش گردید و بر روی نمونه‌های سیمان آزمایش‌های فیزیکی و مکانیکی انجام گرفت. سپس مخلوط‌های بتن آزمایشگاهی ساخته شدند تا مشخصات فنی سیمان و عملکرد آنها در بتن ارزیابی گردد. بر اساس نتایج این عملیات آزمایشگاهی گسترده، بطور نوآورانه نتایج میکروسکوپی به صورت کمی (عددی) جمع‌بندی شد و ارتباط بین شاخص‌های میکروسکوپی و خصیصه‌های مخلوط‌های بتن مشاهده و روابط آن ارائه گردید.

واژه‌های کلیدی: کلینکر، سیمان، میکروسکوپ، بتن.

از مهمترین عوامل موثر بر کیفیت سیمان می‌توان به ریزساختار کلینکر بالاخص میزان فازها و واکنش‌پذیری آنها اشاره نمود. ریزساختار کلینکر یک عامل اصلی در تعیین خواص سیمان بوده و ممکن است با تغییرات در شیمی کلینکر، پروفایل پخت کلینکر و فرآیندهای تولید اصلاح شود [۱]. پر واضح است که فازهای کلینکر در آنالیز شیمی بر طبق روابط بوگ محاسبه می‌شوند، اما در مطالعات میکروسکوپی بطور مستقیم مشاهده می‌گردند. از کلینکر با عنوان "جعبه سیاه" فرآیند پخت در کوره یاد می‌شود و واضح است که مطالعات میکروسکوپی بیشترین اطلاعات از فرآیند پخت در کوره سیمان را ارائه می‌دهد. مشکلات کیفی خاص با استفاده از روش‌های میکروسکوپی تشخیص داده می‌شوند و اقدامات اصلاحی متناسب پیشنهاد شده است [۲-۳]. روش‌های میکروسکوپی برای تعیین کمی درصد فازهای کلینکر سیمان پرتلند و سایر مواد ترکیبی، اگرچه زمان‌بر است، اما از معتبرترین تکنیک‌های موجود می‌باشد [۴]. یکی از مهم ترین ارزیابی‌های مبتنی بر عملکرد هر نوع سیمان، ویژگی توسعه مقاومت آن است. مقاومت سیمان بر اساس نوع سیمان تولیدی، درجه مقاومت، الزامات استانداردهای ملی/بین‌المللی محصول، کاربرد/تقاضای مشتری و رقابت در بازار حفظ، کنترل و بهینه‌سازی می‌شود. این شاخص در کارخانه سیمان بیشترین اولویت را دارد، همچنین در تبلیغات و بازاریابی دارای بیشترین اهمیت برای کاربر نهایی (مشتری/مصرف‌کننده) است. توسعه مقاومت سیمان در درجه اول به عوامل زیر بستگی دارد: ۱. ترکیب شیمیایی کلینکر/سیمان، ۲. شرایط مواد خام، ۳. شرایط آسیاب سیمان، ۴. مصرف (احتمالی) مواد فعال‌کننده کلینکر، ۵. پیش‌هیدراته شدن (احتمالی) کلینکر [۵].

بطور خلاصه و بر اساس منابع علمی مختلف [۶-۲۱] نکات بسیار خلاصه زیر برای تولید کلینکر و سیمان مهم می‌باشد که غالباً از اطلاعات حاصل از مطالعات میکروسکوپی قابل پایش است:

۱. افزایش سریع دمای کوره تا حدود ۱۴۰۰-۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد توسط ابعاد و اندازه فاز آلایت (C_3S) مشخص می‌گردد؛ بلورهای ریز آلایت بیانگر شرایط مطلوب است که واکنش‌پذیری سیمان را افزایش می‌دهد و منجر به بهبود مقاومت فشاری [۲۲] و دوام بتن می‌گردد (منحنی شکل ۱). همچنین پخت سخت‌تر منجر به تولید کلینکر با ریزدانه بیشتر می‌شود که آسیاب کردن آن دشوارتر است [۲۳]؛

۲. بی‌فرزانس یا دو شکستگی فاز آلایت، به حداکثر درجه حرارت پخت بستگی دارد که بر واکنش‌پذیری موثر است؛

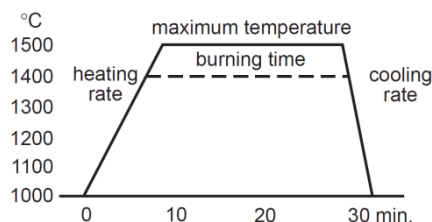
۳. ابعاد فاز بلیت (C_2S) بیانگر مدت زمان ماندگاری مواد در منطقه پخت در دمای بالاتر از ۱۴۰۰ درجه است. بلورهای درشت مبین این شرایط مطلوب است و موجب بهبود واکنش‌پذیری سیمان در بتن می‌شود؛

۴. خنک کردن سریع کلینکر ضروری است و رنگ روشن بلیت بیانگر این موضوع می‌باشد (جدول ۱)؛

۵. پخت آرام از طریق شعله بلند کوره سیمان، تولید بلورهای آلایت با ابعاد بزرگ می‌نماید که نامطلوب است. از طرفی دیگر پخت سریع از طریق شعله کوتاه، تولید بلورهای آلایت با ابعاد کوچک‌تر و واکنش‌پذیرتر می‌نماید؛

۶. آهک آزاد ۱/۵-۱٪ به عنوان مقدار بهینه پخت کلینکر پیشنهاد شده است، اما در هر خط تولید باید بطور بومی تعریف شود [۲۴]. آهک آزاد پائین باعث کاهش مقاومت فشاری ۵ تا ۱۰ MPa در مقاومت فشاری ۲۸ روزه می‌گردد؛

شکل ۱- منحنی شماتیک رابطه حرارت-زمان پخت کلینکر (اونو، ۱۹۸۰)



جدول ۱- شرایط پخت و شاخصه‌های میکروسکوپی فازهای آلایت و بلیت کلینکر و تاثیر آن بر فعالیت هیدرولیکی کلینکر و سیمان-اونو، ۱۹۸۱

Burning condition	Hydraulic activity			
	4 Excellent (+)	3 Good (vv)	2 Average (v)	1 Poor (-)
Heating Rate Size of alite (μm)	Quick 15-20	— 20-30	— (25) 30-40	Slow 40-60 (120)
Maximum Temperature Birefringence of alite	High 0.010-0.008	— 0.007-0.006	— 0.006-0.005	Low 0.005-0.002
Burning Time Size of belite (μm)	Long (20) 25-40 (60)	— (15) 20-25	— (10) 15-20	Short 5-10
Cooling Rate Color of belite	Quick Clear (C)	— Faint yellow (FY)	— Yellow (Y)	Slow Amber (A)
Birefringence of belite	0.012	0.015	0.017	0.018
Content of alpha	Abundant (40%)	Medium (20%)	Few (10%)	Nil (0%)

۷. وجود سیلیس آزاد و کربنات درشت باعث ایجاد آشیانه بلیتی و تجمع آنها موجب خوشه بلیتی می‌شود؛ اساساً کانی‌شناسی و درجه نرمی مواد خام در پخت‌پذیری کلینکر و مقاومت سیمان حاصله تاثیر زیادی دارد [۲۵]؛
۸. وجود خوشه‌های بلیتی بیانگر کمبود یکنواختی، سایش نامناسب و سیلیس آزاد در مواد خام است و واکنش‌پذیری سیمان را کاهش می‌دهد [۲۶]؛

۹. با افزایش بیش از حد دمای کوره (پخت داغ) و یا افزایش مدت زمان اقامت مواد خام در کوره، اصطلاحاً پخت بیش از حد^۱ اتفاق می‌افتد که احتمالاً علاوه بر تشکیل نامناسب فازها (از دید آلایت با ابعاد بیش از ۵۰ میکرون و بیرفرژانس کم، کمبود فاز بلیت، ازدیاد فریت و رنگ زرد در کلینکر [۲۸-۲۷]) به افزایش خاصیت جذب آب سیمان در بتن می‌انجامد. در نهایت برای رسیدن به کارایی و اسلامپ آب به بتن افزوده و از مقاومت بتن کاسته می‌شود. از طرفی کاهش بیش از حد دمای کوره (پخت سرد^۲) و یا کاهش مدت ماند مواد در کوره، موجب افزایش آهک آزاد، چگالی پائین، دانه‌بندی ریز و متخلخل که به سیمان با کیفیت پائین منتهی می‌گردد [۳۰-۲۹].
امانوئل و همکاران (۲۰۰۳) با استفاده از مطالعات میکروسکوپی و آنالیز شیمی (XRF)، مقایسه‌ای برای کلینکرهای دو واحد تولیدی مختلف انجام و روند هیدراته شدن کلینکرهای مختلف [۳۱] را نشان دادند [۳۲].

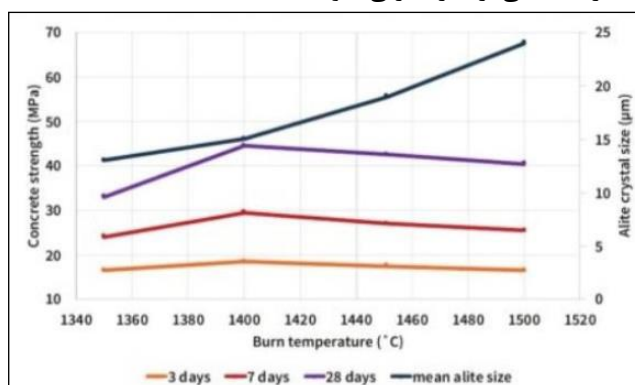
بر اساس گزارش انستیتو ملی استاندارد و فناوری آمریکا (NIST) شناسایی فازهای کلینکر به سه روش XRF و XRD و مطالعات میکروسکوپی انجام شده است. داده‌های این گزارش، به طور کلی توافق منطقی را در برآورد فراوانی فازها نشان داده‌اند. لیکن نتایج برآورد فازهای آلومینات و فریت همواره یکسان نیستند. علت آن ممکن است نتیجه اندازه ریزبلورهای ماده میان بافتی و مشکلات ناشی از آن در مطالعات میکروسکوپی باشد. داده‌های XRD به طور کلی دقت بیشتری نسبت به روش میکروسکوپی نشان داده‌اند و علت آن ممکن است اختلاف در همگن‌سازی نمونه آسیاب شده در آنالیز XRD و حجم نمونه بزرگتر (حدود دو برابر) در مقایسه با روش انعکاسی میکروسکوپ باشد. در مقادیر فازها به روش میکروسکوپی، بافت درشت کلینکر امکان شناسایی فازها را آسان‌تر می‌نماید. برای ایجاد بهترین مقادیر، تجمیع و عدم قطعیت معنی‌دار، از ترکیب داده‌های سه روش استفاده شده است. مقادیر متوسط فراوانی فازها از روشی به روش دیگر متفاوت نیست، اما بسته به نوع روش، مقادیر عدم اطمینان ۹۵٪ است [۳۳].

متیو و همکاران (۲۰۱۶) تلاش کردند تا شاخص‌های ریزساختاری را با توسعه مقاومت و سایش‌پذیری کلینکر مرتبط نمایند که برای کنترل بهتر فرآیند تولید سیمان و نظارت بر کیفیت مناسب باشد. این محققان ۷ شاخص را معرفی نمودند: ۱- همگنی (حجم خوشه و آشیانه نسبت به حجم کل بلیت‌ها)؛ ۲- فاز (درصد آلایت نسبت به

¹ Over Burning

² Under Burning

مجموع فازهای بلیت، آلومینات و فریت؛ $(C3S/C2S+C3A+C4AF)$ ؛ ۳- مورفولوژی (نسبت سطح به تعداد بلورها)؛ ۴- اندازه آلیت $(C3S mic)$ ؛ ۵- اندازه بلیت $(C2S mic)$ ؛ ۶- آکورد آلیت (درصد آلیت به اندازه آلیت نسبت به درصد بلیت به اندازه بلیت $[(C3S\%/C3S mic)/(C2S\%/C2S mic)]$)؛ ۷- آلیت (درصد آلیت به اندازه میانگین آلیت $C3S\%/C3S mic$). بر اساس روابط معرفی شده و نتایج مطالعه مذکور، این محققان به خوبی مقاومت بتن ۱، ۳ و ۲۸ روزه و نیز انرژی لازم جهت سایش کلینکر را پیش‌بینی نمودند [۳۴]. هریسون (۲۰۲۲) ارتباط بین اندازه بلورهای آلیت در کلینکرهای صنعتی و مقاومت فشاری بتن را نشان داد (نمودار شکل ۲) و حد بهینه حدود ۱۵ میکرون (در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد) را معرفی نمود [۳۵].



شکل ۲- تغییرات مقاومت فشاری بتن نسبت به دمای پخت کلینکر و اندازه بلورهای آلیت [۳۵]

سوابق مطالعاتی نشان می‌دهد که تاثیر تغییرات ریزساختاری کلینکر به کمک مطالعات میکروسکوپی بر مشخصات فنی سیمان و عملکرد آن در بتن بطور بومی بررسی نشده است. بنابراین هدف این مقاله، دستیابی به میزان دقیق تاثیر پارامترهای میکروسکوپی کلینکر بر مشخصات فنی بتن سخت شده می‌باشد. لذا در این پروژه مطالعاتی- کاربردی، تعداد بسیار زیادی نمونه کلینکر پرتلند نوع ۲ با دامنه تغییرات نسبتاً متنوع و در محدوده استاندارد سیمان (INSO 389) [۳۶] تهیه شد و مطالعات میکروسکوپی گردید. سپس با ساخت سیمان و مخلوطهای بتنی و آزمایش بتن سخت شده، شاخص‌ها بررسی گردید.

با توجه به اینکه در روش میکروسکوپی بسیار کاربردی بتن سخت شده با نور پلاریزه، تجزیه و تحلیل تصاویر میکروسکوپی بتن به دلیل ترکیب بسیار ناهمگن آن دشوار بوده [۳۷-۴۲] و هم‌راستا با هدف این مطالعه نبود، استفاده نشد.

۲- برنامه آزمایشگاهی

در این مطالعه ۱۰۰ نمونه کلینکر سیمان پرتلند نوع ۲ از کارخانه سیمان تهران تهیه شدند. آماده‌سازی مقاطع صیقلی به روش کمپل [۴۳] و مطالعات میکروسکوپی با نور انعکاسی برای همه نمونه‌ها انجام شد [۴۴] (شکل ۳). سپس آنالیز شیمیائی به روش تر [۴۵] بر روی آنها صورت گرفت. جدول ۲ خلاصه نتایج این آزمایش‌ها و مطالعات را نشان می‌دهد.



شکل ۳- انجام مطالعات میکروسکوپی بر روی نمونه‌های کلینکر

جدول ۲- خلاصه نتایج آزمایش‌های شیمی و مطالعات میکروسکوپی نمونه‌های کلینکر

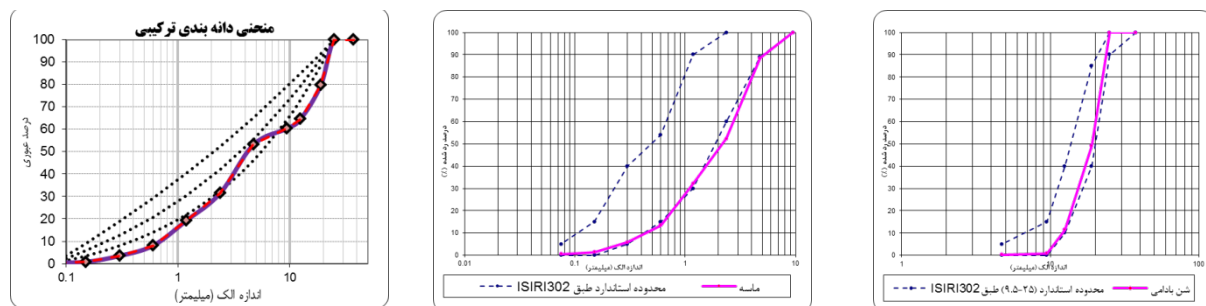
شاخص	مطالعات میکروسکوپی						آنالیز شیمی						
	مقادیر فازهای کلینکر (%)			میانگین ابعاد (میکرون)			مقادیر فازهای کلینکر (%)			مقادیر فازهای کلینکر (%)			
	آلیت	بلیت	آلومینات	فريت	آهک آزاد	آلیت	بلیت	خوشه بلیتی	آلیت	بلیت	آلومینات	فريت	آهک آزاد
حدافل	۱۸	۰	۰	۲	۰	۱۰	۱۰	۰	۳۰	۱۲	۲	۱۱	۰
میانگین	۶۱	۲۶	۳	۹	۱	۲۲	۲۱	۱۵۶	۵۲	۲۵	۶	۱۲	۱
حداکثر	۹۱	۷۴	۷	۱۷	۳	۴۰	۳۴	۴۵۷	۶۵	۴۴	۸	۱۶	۴

پس از سایش نمونه‌های کلینکر به همراه گچ در آسیای صنعتی، ۱۰۰ نمونه سیمان تهیه گردید. بر روی نمونه‌ها آزمایش‌های فیزیکی سیمان شامل تعیین ریزی یا نرمی به روش بلین، مانده روی الک‌های ۹۰ و ۴۵ میکرون، زمان گیرش اولیه و نهائی، تعیین مقاومت ملات استاندارد ۲، ۷ و ۲۸ روزه انجام شد که خلاصه نتایج آن در جدول ۳ دیده می‌شود.

جدول ۳- خلاصه نتایج آزمایش‌های فیزیکی و شیمیایی نمونه‌های سیمان

شاخص	گیرش (دقیقه)		بلین	مانده روی الک (%)		مقاومت فشاری ملات استاندارد (مگاپاسکال)		
	نهایی	اولیه		۴۵ میکرون	۹۰ میکرون	۲۸ روزه	۷ روزه	۲ روزه
حدافل	۱۹۰	۱۳۰	۲۸۱	۴/۵	۰/۲	۴۵/۴	۳۲/۳	۱۵/۹
میانگین	۲۶۰	۱۸۲	۳۰۸	۱۰/۹	۱/۸	۵۳/۴	۳۸/۱	۲۱/۹
حداکثر	۳۴۰	۲۴۵	۳۳۷	۲۳/۵	۴/۴	۶۲/۱	۴۳/۷	۲۹/۸

در گام بعدی، با نمونه سیمان‌های مذکور، مخلوط‌های بتنی آزمایشگاهی تهیه شدند. شکل ۴ و جدول ۴ مشخصات سنگدانه‌های مصرفی در این مطالعه را نشان می‌دهد.



شکل ۴- نمودارهای دانه‌بندی شن (سمت راست)، ماسه (وسط) و ترکیب مصالح (سمت چپ) مصرفی در مخلوط‌های بتن

جدول ۴- مشخصات فنی مصالح مورد استفاده در طرح‌های مخلوط بتنی

نوع مصالح	مدول نرمی (FM)	جذب آب (%)	وزن مخصوص (SSD)	درصد شکستگی	درصد عبوری از الک ۲۰۰
شن متوسط نیمه شکسته (بادامی)	۷/۱	۲/۲۰	۲/۵۶	۴۵	۰/۲
ماسه نیمه شکسته	۳/۸	۳/۶	۲/۵۱	*	۴/۳

معیار انتخاب طرح مخلوط بتن بر اساس پرمصرف‌ترین بتن‌های تجاری بوده است [۴۶]. در کلیه طرح‌های مخلوط بتنی، کیفیت مصالح سنگدانه‌ای و آب، مقادیر وزنی مصالح و افزودنی‌ها، شرایط فیزیکی همچون دما، ابزار مورد استفاده، آزمون‌ها، شرایط عمل‌آوری و غیره تا حد امکان ثابت بوده‌اند تا با ایجاد شرایطی یکسان تنها متغیر سیمان مصرفی باشد (شکل ۲). عیار سیمان مورد استفاده در کلیه طرح‌ها نیز همان نوع پرکاربرد 350 kg/m^3 بود.

طراحی اولیه مخلوط‌ها به روش ملی انجام شد [۴۷] و حدود نسبت آب به سیمان ۰/۵۵ تعیین گردید (شکل ۵)؛ لیکن در این پروژه مبنای تهیه مخلوط‌های بتن آزمایشگاهی، رسیدن به کارایی مناسب (اسلامپ ۰/۵±۸ سانتی‌متر) می‌باشد؛ بنابراین $w/c: 0.52-0.58$ حاصل شد. مقاومت آزمونه‌های بتنی در سنین ۷ و ۲۸ روزه اندازه‌گیری شدند.



شکل ۵-انجام آزمایش بر روی مخلوطهای بتنی

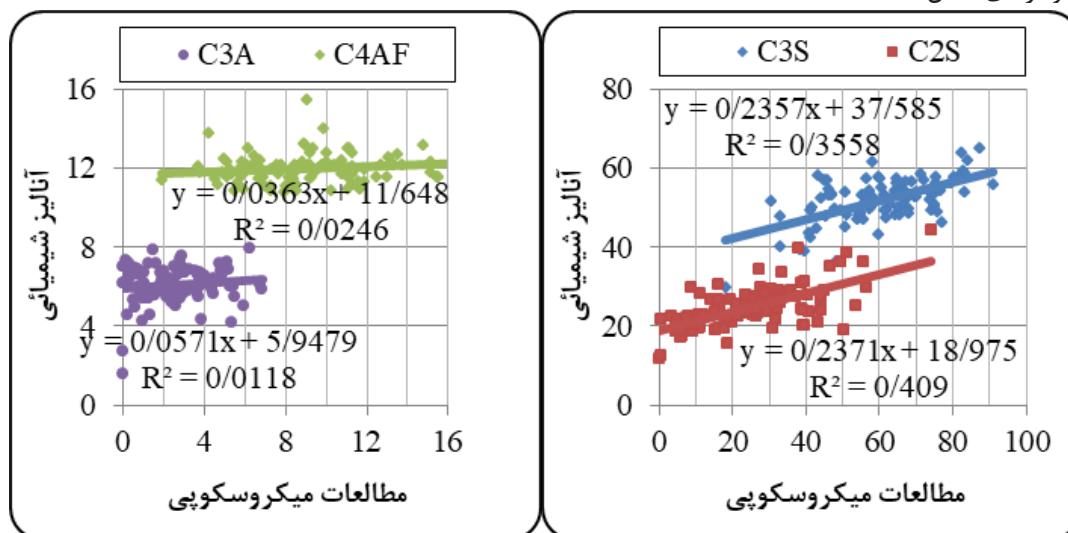
خلاصه نتایج مخلوطهای بتنی در جدول ۵ دیده می‌شود.

جدول ۵-خلاصه نتایج آزمایش مخلوطهای بتنی

شاخص	W/C	اسلامپ (سانتی‌متر)	مقاومت فشاری (مگاپاسکال)	
			۷ روزه	۲۸ روزه
حداقل	۰/۵۲	۸/۰	۲۰/۵	۲۷/۲
میانگین	۰/۵۴	۸/۱	۲۵/۲	۳۰/۸
حداکثر	۰/۵۸	۸/۵	۲۹/۹	۳۴/۷

۳-نتایج، بحث و تحلیل:

در گام اول نتایج مقادیر فازهای اصلی کلینکر به دو روش مطالعات میکروسکوپی و آنالیز شیمیائی بررسی و مقایسه گردید (نمودارهای شکل ۶)

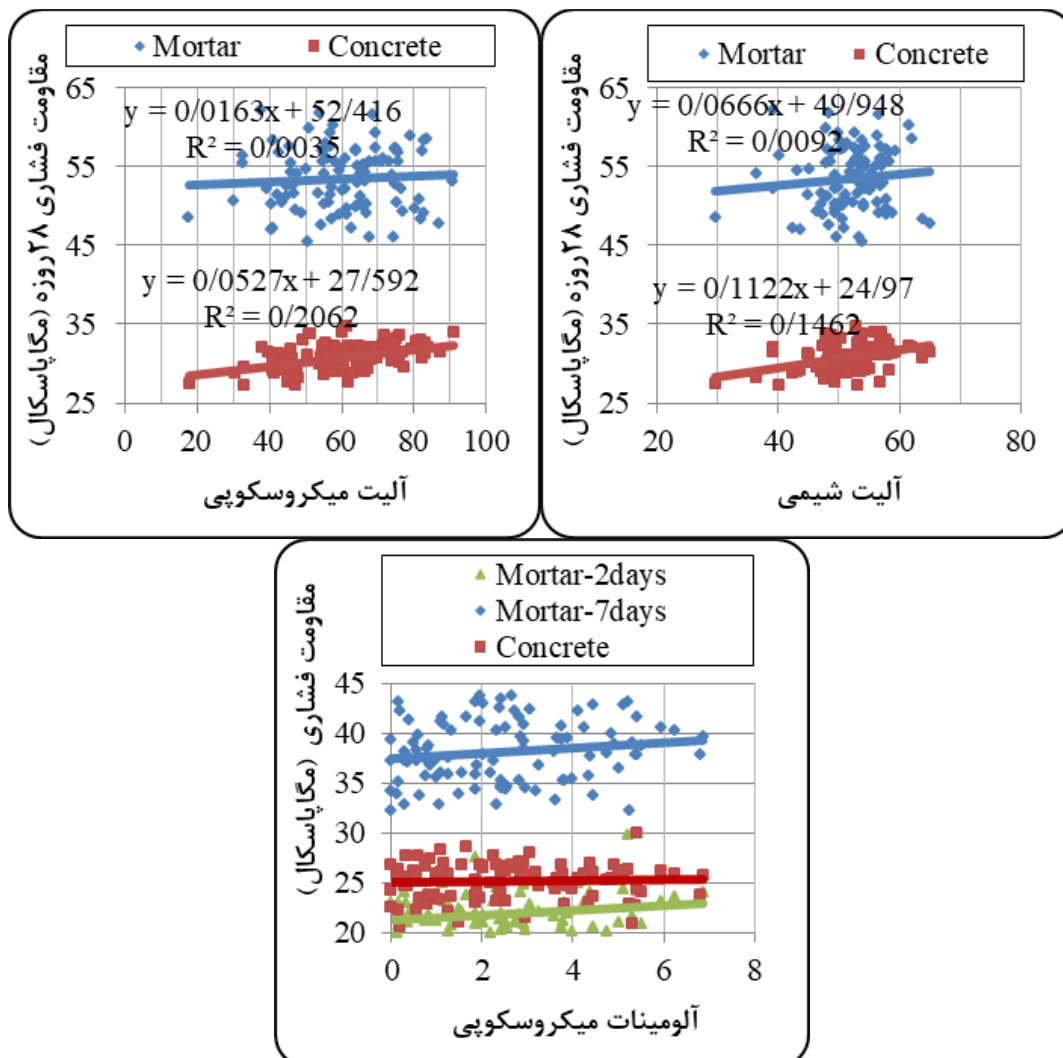


شکل ۶-مقایسه نتایج مطالعات میکروسکوپی و آنالیز شیمی برای فازهای یکصد نمونه کلینکر

این بررسی نشان می‌دهد که نتایج مقادیر فازهای آلایت و بلیت در هر دو روش همبستگی ضعیفی دارد، اما مقادیر فازهای زمینه (آلومینات و فریت) رابطه دقیقی ندارند. علت این اختلاف بدین شرح است. الف- تعیین مقادیر فازهای کلینکر، بر مبنای آنالیز شیمیائی و محاسبات به کمک روابط بوگ^۳ می‌باشد، اما در واقع نتایج مطالعات میکروسکوپی (به دو روش مقطع نازک- نور عبوری و مقطع صیقلی-نور انعکاسی) برای تعیین مقادیر فازها، مشاهدات واقعی می‌باشد؛ زیرا که ماهیت کلینکر به گونه‌ای بوده که با تغییرات شرایط پخت کوره، مقادیر فازها تغییر خواهد کرد و باید تشکیل فازها را مشاهده نمود تا از میزان آنها اطمینان حاصل نمود. علت آنست که برای انجام کامل واکنش‌ها و شکل‌گیری فازها (به ویژه C_3S) مناسب بودن حرارت-زمان وابسته به پروفایل حرارتی داخل کوره و به میزان کافی در دسترس بودن اکسیدها می‌باشد، وگرنه نقصان کیفی قطعی خواهد بود. به عبارتی دیگر اپراتور کوره با اعمال تغییراتی در بارخور کوره، مقدار سوخت، سرعت گردش کوره، میزان هوا (اکسیژن) در داخل کوره به کمک فن‌ها و غیره سعی بر پایداری شرایط کوره، ممانعت از ایجاد آسیب به سامانه پخت، افزایش کیفیت پخت کلینکر با پایش مستمر پارامترها (به ویژه دانه‌بندی، چگالی و آهک آزاد) دارد. به صورت تجربی اثبات شده است که در شرایط مختلف تولید کلینکر با مواد خام یکسان، اگر راهبری کوره توسط دو اپراتور مختلف با عملکردهای (عکس‌العمل‌ها و عادات کاری) متفاوت صورت پذیرد، اثراتی در پارامترهای کیفی مشاهده می‌شود [۱۳]؛ ب- اساس کار در روش روش شیمیائی وزنی است، اما در روش‌های میکروسکوپی، حجم و تعداد بلورها مبنای می‌باشد. البته خطاهای ناشی از شمارش چشمی بلورها در روش میکروسکوپی بر مقادیر عدم قطعیت این روش اثرگذار می‌باشد؛ ج- در روش شیمیائی از حفرات و فضای خالی صرف‌نظر می‌گردد، حال آنکه در مطالعات میکروسکوپی شناسائی می‌گردند. باید دقت داشت که نتایج مطالعات میکروسکوپی به دو روش مقطع نازک و صیقلی کمی با هم تفاوت دارند، حال آنکه در مرجع اصلی، روش مقطع صیقلی-نور انعکاسی برای مطالعه کلینکر در نظر گرفته شده است. در این مطالعه از روش مطالعه مقطع صیقلی به کمک نور انعکاسی استفاده شد. با توجه به اینکه انتخاب یک ذره (نودول یا دانه) کلینکر برای مطالعه میکروسکوپی نمی‌تواند بیانگر خصوصیات کل ذرات با ابعاد مختلف باشد، در این مطالعه یک روش مطمئن استفاده شد؛ بدین صورت که حداقل یک کیلوگرم نمونه کلینکر همگن شده حاوی ذرات با ابعاد مختلف تهیه و کاملاً خرد شد تا ریز از ۲/۴ میلی‌متر شوند. سپس از ذرات خرد شده، یک مقطع صیقلی میکروسکوپی تهیه گردید تا اطمینان نسبی جهت تعمیم آزمون به نمونه کلینکر و محصولات کوره حاصل شود.

در مجموع ارتباط مستقیم مقدار فازها در آنالیز شیمیائی و میکروسکوپی، مشابه گزارش *NIST* مشاهده گردید. در گام بعدی ارتباط مقاومت فشاری ۷ و ۲۸ روزه بتن (و ملات استاندارد) با مقدار فازهای آلومینات و آلایت (به دو روش شیمیائی و میکروسکوپی) بررسی شد (نمودارهای شکل ۷).

³ Bogue



شکل ۷- مقایسه نتایج مقادیر آلومینات و آلیت (روش شیمیایی و میکروسکوپی) و نتایج مقاومت فشاری (ملات و بتن)

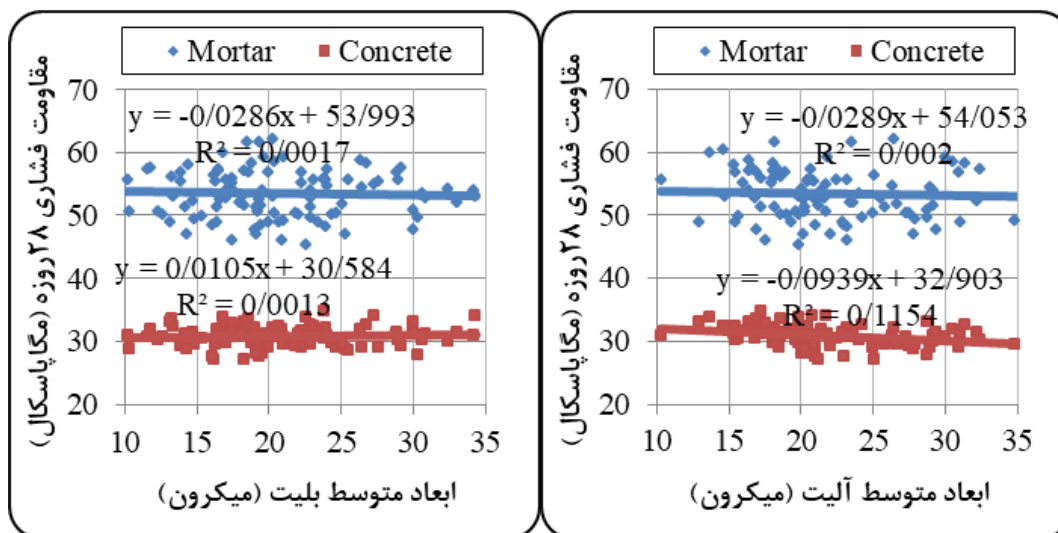
همانطور که اشاره شد ریزساختار کلینکر تأثیر قابل توجهی بر اکثر ویژگی‌های عملکرد سیمان در بتن، از جمله تقاضای آب^۴، کارایی^۵، گیرش^۶ بتن تازه و توسعه مقاومت فشاری بتن سخت شده دارد. بر اساس نتایج کسب شده: الف-مقدار آلیت (روش شیمیایی یا میکروسکوپی) رابطه مستقیمی با میزان مقاومت فشاری ۲۸ روزه بتن دارد و همبستگی ضعیفی را نشان می‌دهد که به روش ساخت (اسلامپ محور) آن نیز مرتبط است. با توجه به اینکه در روش سنتی تولید بتن، جهت دستیابی به کارایی مناسب (نتیجه آزمایش اسلامپ ۱۰-۸ سانتی‌متر) از اضافه کردن آب به بتن استفاده می‌شود و از طرفی با افزایش آلیت، آبخواهی سیمان افزایش می‌یابد، بنابراین همواره افزایش آلیت مطلوب نیست و به افزایش مقاومت بتن منتهی نمی‌شود؛ ب-این ارتباط در ملات چندان دیده نمی‌شود که به w/c ثابت ارتباط دارد. البته به تاثیر سایر پارامترها مانند نرمی سیمان باید توجه داشت؛ ج-بر اساس نمودارهای

⁴ Water demand

⁵ workability

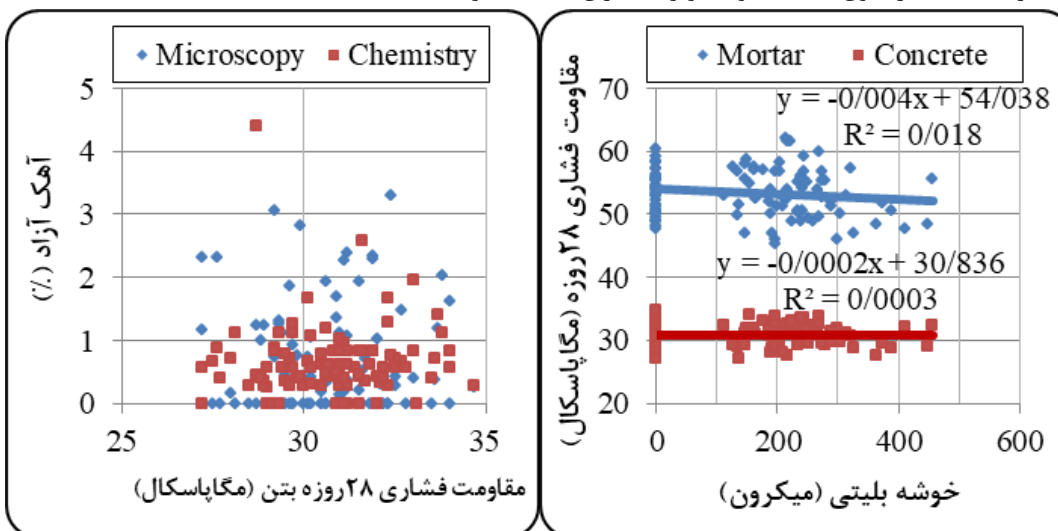
⁶ Setting time

حاصله، همبستگی نتایج میکروسکوپی با مقاومت بتن نسبت به نتایج روش شیمیایی با مقاومت بتن، اندکی بیشتر است؛ د- نتایج مقاومت ۲۸ روزه ملات استاندارد با مقدار الومینات میکروسکوپی رابطه مستقیم داشت. ارتباط مقاومت فشاری بتن ۲۸ روزه بتن (و ملات) با مقدار فاز آلیت و میانگین اندازه بلورهای آن بررسی شد (شکل ۸).



شکل ۸- مقایسه تغییرات اندازه متوسط بلورهای آلیت و بلیت بر مقاومت ۲۸ روزه (ملات استاندارد و بتن)

بر اساس نتایج حاصله: الف- با کاهش اندازه بلورهای آلیت، مقاومت فشاری بتن ۲۸ روزه اندکی بهبود می‌یابد و مبین آنست که بلورهای ریز آلیت مطلوب بوده و واکنش‌پذیری سیمان را افزایش می‌دهد؛ ب- با افزایش اندازه بلورهای بلیت، مقاومت فشاری بتن ۲۸ روزه اندکی بهبود می‌یابد و نشان دهنده مطلوبیت بلورهای ریز بلیت و بهبود واکنش‌پذیری سیمان می‌باشد؛ ج- این روابط در ملات استاندارد چندان مشاهده نگردید (شکل ۹). این مقایسه صحه‌گذاری بر مطالعات هریسون (۲۰۲۲) و متیو و همکاران (۲۰۱۶) بود.



شکل ۹- اثر تغییرات آهک آزاد بر مقاومت ۲۸ روزه بتن (راست) و اندازه خوشه بلیتی بر مقاومت ۲۸ روزه (ملات استاندارد و بتن) (چپ)

در آخرین مرحله اثر مقدار آهک آزاد (به دو روش شیمیایی و میکروسکوپی) بر مقاومت فشاری بتن ۲۸ روزه بررسی گردید. در نمونه‌های مورد مطالعه مقدار آهک آزاد غالباً کمتر از ۰.۲٪ بوده است. بنابراین رصد دقیقی میسر نبوده است. مقایسه اندازه خوشه‌های بلیتی با مقادیر مقاومت فشاری ملات و بتن ۲۸ روزه نیز ارتباط واضحی را نشان نداد.

۴- نتیجه گیری

بر اساس نتایج این مطالعه که با مطالعات قبلی مقایسه گردید:

۱. مقادیر فازهای آلایت، بلیت، آلومینات، فریت و آهک آزاد در یکصد نمونه کلینکر برای روش شیمی به ترتیب ۰/۵۲، ۰/۲۵، ۰/۶، ۰/۱۲ و ۰/۱ بود؛ این مقادیر در روش میکروسکوپی به ترتیب ۰/۶۱، ۰/۲۶، ۰/۳، ۰/۹ و ۰/۱ حاصل شده است؛
۲. با توجه به تنوع در مشخصات سیمان‌ها، مقاومت فشاری ۲۸ روزه ملات استاندارد برای ۱۰۰ نمونه سیمان پرتلند استفاده شده حدود ۴۵/۴-۶۲/۱ مگاپاسکال بوده است. مقاومت فشاری مخلوطهای بتن آزمایشگاهی ۲۸ روزه ۲۷/۲-۳۴/۷ حاصل شده است؛
۳. نتایج مقادیر فازهای آلایت و بلیت در هر دو روش شیمیایی و میکروسکوپی همبستگی نسبتاً ضعیفی دارد، اما مقادیر فازهای زمینه (آلومینات و فریت) رابطه دقیقی ندارند؛
۴. مقدار آلایت (روش شیمیایی یا میکروسکوپی) رابطه مستقیمی با میزان مقاومت فشاری ۲۸ روزه بتن دارد و همبستگی نسبتاً ضعیفی را نشان می‌دهد؛
۵. ارتباط نتایج مقاومت ۲ روزه ملات استاندارد با مقدار آلومینات میکروسکوپی مستقیم و واضح بود؛
۶. با کاهش اندازه بلورهای آلایت، مقاومت فشاری بتن ۲۸ روزه اندکی بهبود می‌یابد و مبین آنست که بلورهای ریز آلایت مطلوب بوده و واکنش پذیری سیمان را افزایش می‌دهد؛
۷. با افزایش اندازه بلورهای بلیت، مقاومت فشاری بتن ۲۸ روزه اندکی بهبود می‌یابد و نشان دهنده مطلوبیت بلورهای ریز بلیت و بهبود واکنش پذیری سیمان می‌باشد.

۵- قدردانی

از مدیران، کارشناسان و تکنسین‌های محترم شرکت سیمان تهران بسیار سپاسگذاریم.

منابع

- [1]. – G. R. Long, S. Sprung, R. W. Davidge and D. Pearson. (1983). "Microstructure and Chemistry of Unhydrated Cements". *Developments in the Science and Technology of Hydraulic Cements (Sep. 24, 1983), pp. 43-51*
- [2]. F. Mac Gregor Miller (1979). "Clinker Microscopic Methods as a Tool for Cement Quality Control". *IEEE Transactions on Industry Applications (Volume: IA-15, Issue: 4, July 1979)*
- [3]. R. G. Sibbick. (2015). "Cement Clinker Microscopy as an Aid to Determine Performance Differences in the Presence of Chemical Additives". From: www.researchgate.com
- [4]. Campbell and J. Galehouse, (1991) "Quantitative Clinker Microscopy with the Light Microscope," *Cement, Concrete and Aggregates 13, no. 2 (0): 94-96*
- [5]. Nohman Mahmud (2021). "Optimizing cement strength". ARIF HABIB GROUP PAKISTAN, ZKG, cement, lime, gypsum
- [6]. Duda, w. (1976). "Cement data book". Volume 2.
- [7]. Neville AM, Brooks JJ (2002). "Concrete Properties". Prentice Hall
- [8]. Harrison A (2022). "Influencers of strength" from: www.cemnet.com.
- [9]. Kafash, A. "Investigating the effect of physical properties of clinker on cement". *Cement Scientific, Technical, Economic Monthly, 24th year, April 1997, number 235, pages 25-31.*
- [10]. Tadayon, A. Golbahari, A. Ahmadi, Z. (2014). "Handbook of new and special cements". Naghous Publication.
- [11]. Chehargani, H. (2016 Feb). "Technology and operation handbook of the cement factory" *Publications of the specialized scientific monthly of cement technology.*
- [12]. Neville AM, Brooks JJ (2002). "Concrete technology". Prentice Hall.
- [13]. Bokaiian, M. (2007). "Pocket handbook of cement engineering". *Publications of Manpower Training Center of Abyek cement Industrial Complex. P. 85.*

- [14]. Pavel Martauz (2005). "Optimization and stabilities of clinker production". *WORLD CEMENT*, December 2005, p99-106.
- [15]. Linda m Hills & F Macgregor. "Burning the mix". *International cement review*, September 2002, p 79-84.
- [16]. Hebert Insley and Howard F. Mc Murdie. (1938). "Minor constituents in Portland cement clinker". *Part of journal of research of the national bureau of standard*, Vol. 12, February 1938.
- [17]. -Y Ono. (1973). "Microscopic analysis of clinker". *Onoda Cement Co., Central Research Laboratory*.
- [18]. Mehta, K. & Menterio, (2006). "Concrete Microstructure, Properties, and Materials.". P207-214.
- [19]. Sanusi Nuhu. (2020) "Effect of Free Lime and Lime Saturation Factor on Grind ability of Cement Clinker". *International Journal of Engineering Research and Reviews*, Vol. 7, Issue1, pp.: (61-66)
- [20]. M. Vargas Mufioz, F. Gonzdlez Garda, M. Gonz~lez Rodriguez and M. C. Gonzdlez Vflchez. (1994). "INFLUENCE OF THE MINERALOGICAL COMPOSITION, SPECIFIC SURFACE AREA AND STRAINS - CRYSTALLITE SIZE OF ALITE ON THE COMPRESSIVE MECHANICAL STRENGTH OF PORTLAND MORTARS. I. CLINKERS OF LOW TRICALCIUM ALUMINATE CONTENTS". *Cement and Concrete Research*, Vol. 24, No. 4, pp. 776-790, 1994.
- [21]. M. Kristmann. (1977). "PORTLAND CEMENT CLINKER: MINERALOGICAL AND CHEMICAL INVESTIGATIONS PART I. MICROSCOPY. X-RAY FLUORESCENCE AND X-RAY DIFFRACTION". *CEMENT and CONCRETE RESEARCH*. Vol. 7, pp. 64g-658, 1977.
- [22]. H S Patel, Y Z Pathak Ravindra K. Dhir, Moray D. Newlands, and Laszlo J. Csetenyi. (2015). "MICROSTRUCTURE OF CEMENT CLINKER: ITS RELATION WITH PROCESS PARAMETERS AND EFFECT ON HYDRAULIC BEHAVIOUR". *Role of Cement Science in Sustainable Development*,
- [23]. GCP Applied Technologies (September 15, 2020) "The benefits of clinker microscopy". From: www.gcpat.com
- [24]. Matthias Böhm, Klaus Lipus (2015). "Evaluation of Portland cement clinker with optical microscopy - case studies III". *15th Euro seminar on Microscopy Applied to Building Materials • 17-19 June 2015 • Delft, The Netherlands*.
- [25]. Raine Isaksson and Neil Taylor (2013) "living up to strength potential". *world cement 2013 September*, p107-110
- [26]. Soumaya Ibrahimy & Nejib Ben Jamaa & Khaoula Mliki & Mohamed Bagane (2011). "Comparative Study for Grinding of Two Cement Clinkers". *International Journal of Concrete Structures and Materials*, Vol.5, No.2, pp.113~117, December 2011.
- [27]. Kafash (2022) "Brown clinker core under the microscope" *ICR*, September 2022, p 100-102
- [28]. Kafash A. & Tadayon M. (2021). "Changing colour" *ICR*, November 2021
- [29]. Sabouri Amlashi, A. (1997) "The role of grading on clinker quality". *Expert thesis, University of Elm o Sanat*.
- [30]. Kurt E. Peray, Joseph J. Waddell (1986). "The Rotary Cement Kiln". *Chemical Publishing Company*.
- [31]. Wm. Lerch and R. H. Bogue. (1934). "Heat of hydration of Portland cement pastes". *Part of bureau of standard journal of research*, Vol. 12, May 1934.
- [32]. Anna Emanuelson & Staffan Hansen & Erik Vigg. "A comparative study of ordinary and mineralized Portland cement clinker from two different production units: Part I: Composition and hydration of the clinkers". *Cement and Concrete Research*, Volume 33, Issue 10, October 2003, Pages 1613-1621.
- [33]. Paul Stutzman, Stefan Leigh (2002). "Phase Composition Analysis of the NIST Reference Clinkers by Optical Microscopy and X-ray Powder Diffraction" *NIST Technical Note 1441*.
- [34]. Biju Mathew & Sumesh Erikandath & Gabriel Lele & Shreesh Khadilkar (2016). "PROCESS CONTROL & CLINKER QUALITY MONITORING THROUGH MINERALOGICAL AND MICRO-

STRUCTURAL INDICES". December 2016, Conference: NCB INTERNATIONAL SEMINAR ON CEMENT AND BUILDING MATERIALS At: New Delhi.

[35]. Arthur Harrisson (2022). "Alite size and quality vs kiln conditions and raw mix" *International Cement Review (ICR)*, August 2022, p63

[36]. INSO 389 (2019). "Portland Cement-Properties". National Standard Organization of Iran

[37]. B. Hilloulin & I. Bekrine & E. Schmitt & A. Loukili (2022). "Open-source deep learning-based air-void detection algorithm for concrete microscopic images". *Journal of microscopy*, May 2022. Volume 286, Issue 2, Special Issue: 18th Euro seminar on Microscopy Applied to Building Materials, Pages: 55-197

[38]. Mengesha Beyene & Richard Meininger (2021) "A case studies of distress mechanism(s) in a concrete structure foundation in the saturated zone and above the saturated zone". *Journal of Microscopy*, October 2021 286(2).

[39]. Buehler (2010). "Preparation of Concrete Samples for Microscopic Examination". From: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=5217>.

[40]. R.J. Sewell & S.D.G. Campbell (2001). "PETROGRAPHIC EXAMINATION OF CONCRETE SAMPLES". GEO REPORT No. 119

[41]. D.M. Roy & M.W. Grutzeck & B.E. Scheetz & G.M. Idom & Neils Thaulow & K.T. Andersen (1993). "Concrete Microscopy". Strategic Highway Research Program National Academy of Sciences.

[42]. Karen Louise (1988) "The microstructural of concrete". *Material science of concrete*, p127-161

[43]. Campbell, D. (1999). "Microscopical Examination and Interpretation of Portland Cement and Clinker". PCA SP030. ISBN-0-89312-084-7. P145.

[44]. ASTM C1356 "Standard Test Method for Quantitative Determination of Phases in Portland Cement Clinker by Microscopical Point-Count Procedure"

[45]. ISRI 1692 (1992). "Hydraulic cements - chemical test methods - measurement of main elements" Institute of Standards and Industrial Research.

[46]. Kafash Bazari A & Chini M & Nikfal Z. (2022). "A case study of the changes in the fineness of Portland cement type 2 on the performance of high-use commercial concretes in Tehran and Alborz states". The 6th National Conference of Cement Industry and oncoming Horizons, 12 & 13 Nov 2022, Tehran.

[47]. Guide to the National Concrete Mix Design Method" Center for Building and Housing Research, p. 33.