

REPRINTS

CEMENT

▶ PROCESSING ▶ PERFORMANCE ▶ APPLICATION

INTERNATIONAL

The worldwide importance of normsand, monitoring of cement quality and of Normensand GmbH

Die weltweite Bedeutung von Normsand, der Zement-Qualitätsüberwachung und der Normensand GmbH

Всемирная значимость стандартного песка, мониторинг качества цемента и производства компании Normensand GmbH

Contents Pages

CEMENT INTERNATIONAL,
Issue No.: 1/2013, pp. 72-77 2-7
(English / German)

CEMENT INTERNATIONAL,
RUSSIAN Edition
Issue No.: 1/2013, pp. 48-52 8-11
(Russian)

HeidelbergCement AG,
Newsletter Technik,
October 2010, pp. 4-7 12-15
(English / German)

Authors Information 16



NORMENSAND GMBH

Hans-Böckler-Straße 20
D-59269 Beckum

Tel.: +49 (0) 25 21/8 28 88-0

Fax: +49 (0) 25 21/8 28 88-20

E-Mail: normensand@zemnet.de

Internet: www.normensand.de

SUMMARY

Quality assurance and production monitoring are important parts of cement production. In order to ensure uniform quality standards the various countries and regions have standards that give a precise description of the nature, implementation, scope and evaluation of the testing to be carried out. The cement tests required of the cement producers are, as a rule, carried out on cement mortars. It is appropriate to use standard sand to ensure the precision and reproducibility of these tests. The world's largest supplier of standard sand is Normensand GmbH from Beckum, Germany. Its production of standard sand goes back to 1945. The company has prepared the CEN reference sand and has stored large quantities of it on behalf of the CEMBUREAU so that even in the future it will be possible to ensure comparable precision within the European standardization region when testing the standard strength. The finding that the sand used in the mortar has a substantial influence on the results of the mortar strength test has caused Normensand GmbH to use a special plant technology to produce sand with an artificially uniform particle size distribution. Because of the great importance of the sand for the cement industry the amount of testing during third-party and in-house monitoring is far greater than is required by the standard. Some of the important aspects of this are described in the article. ◀

ZUSAMMENFASSUNG

Ein wichtiger Teil der Zementproduktion ist die Qualitätssicherung und die Produktionsüberwachung. Um einheitliche Qualitätsstandards zu gewährleisten, existieren in den verschiedenen Ländern und Regionen Normen, in denen Art, Ausführung, Umfang und Auswertung der durchzuführenden Prüfung genau beschrieben sind. Die von den Zementherstellern geforderten Zementprüfungen werden in der Regel an Zementmörteln durchgeführt. Um die Präzision und Reproduzierbarkeit der Prüfungen sicher gewährleisten zu können, ist der Einsatz von genormtem Sand, dem so genannten Normsand, sinnvoll. Der weltweit größte Anbieter von Normsand ist die Normensand GmbH aus Beckum, Deutschland, deren Prüfsandproduktion bis in das Jahr 1945 zurückreicht. Das Unternehmen hat den CEN-Referenzsand erstellt und im Auftrag des CEMBUREAU größere Mengen davon eingelagert, um auch in Zukunft innerhalb des europäischen Normungsbereichs eine vergleichbare Präzision bei der Prüfung der Normfestigkeit sicherstellen zu können. Die Erkenntnis, dass der im Mörtel verwendete Sand erheblichen Einfluss auf die Ergebnisse der Mörtelfestigkeitsprüfung hat, führte dazu, dass die Normensand GmbH mit einer speziellen Anlagentechnik einen Sand mit synthetisch gleichmäßiger Kornverteilung produziert. Aufgrund der hohen Bedeutung des Sands für die Zementindustrie liegt der Prüfaufwand der Fremd- und Eigenüberwachung weit über dem normativ geforderten Prüfumfang. Einige wichtige Aspekte daraus werden in dem Beitrag beschrieben. ◀

РЕЗЮМЕ

Обеспечение качества и мониторинг технологического процесса являются важными составляющими производства цемента. Для того, чтобы обеспечить однородное качество, в разных странах и регионах имеются стандарты, которые дают точное описание вида цемента, области его применения, требования к нему и испытания, которые будут выполняться на соответствие этим требованиям. Испытания цемента, требуемые производителями цемента, как правило, проводятся на образцах из раствора. Для того, чтобы обеспечить точность и воспроизводимость результатов этих испытаний необходимо использовать стандартный песок. Самым крупным поставщиком стандартного песка является компания Normensand GmbH из Беккума, Германия. Производство стандартного песка этой компанией началось в 1945 году. По поручению ЦЕМБЮРО (CEMBUREAU) компания Normensand GmbH изготовила эталонный песок по

CEN и сохранила его большие количества для того, чтобы в будущем было бы возможным обеспечить сравнимую точность при стандартном испытании прочности цемента в пределах региона, охваченного европейской стандартизацией. Установление того, что песок, используемый для приготовления цементного раствора, имеет существенное влияние на результаты испытаний прочности, заставило компанию Normensand GmbH использовать специальную технологию производства песка с искусственно созданным стабильным распределением частиц по размеру. Из-за того, что песок имеет важное значение для испытаний цемента в цементной промышленности, количество испытаний в процессе независимого и так называемого «внутреннего», то есть внутризаводского, мониторинга намного превышает количество испытаний, требуемых по стандарту. Некоторые важные аспекты этого описываются в настоящей статье. ◀

Standard sand as the standard for worldwide monitoring of cement quality

Normensand als Standard der weltweiten Qualitätsüberwachung von Zement

1 Introduction

Quality assurance and production monitoring have a long tradition in the cement industry that goes back to the time of the first product standard in the years 1877/78. Then, as now, the current product standard specified the minimum amount of testing needed to ensure that the cements conformed to the standards. Ever since the beginning of cement production the strength development has been an important cement characteristic for assessing the quality. At an early stage it was recognized that strength testing on mortar, i.e. on a mixture of cement, sand and water, is more meaningful than just testing the hardened cement paste. So far the subdivision of cements into strength classes in the standards has been taken into account in concrete technology. Modern concrete design, for example, is also based on the strength class of the cement to be used.

The precision of the testing, determined statistically as the variation around the mean value, is crucial for testing in the context of production control. The overall variation is made up of the variation due to the test method and the variation due to the quality of the product. The variation due to the test method must be as small as possible if the quality of the cement is to be assessed by its compressive strength. Extensive investigations in the middle of the last century showed that the precision of the mortar compressive strength test is affected not only by the temperature and production procedure but also, and in particular, by the sand used. In 1965 it was reported in the laboratory committee of the VDZ (German Cement Works Association) that "test sands of differing origin [...] lead to different strengths even if the variations in the particle size distribution do not exceed the stipulated limits". No natural sand exhibits this required uniformity in particle size range or in chemical and mineralogical composition so this has resulted in test sands that are assembled industrially, i.e. by selective mechanical means [1].

Normensand GmbH was commissioned by the CEMBU-REAU to produce and store a large stock of CEN reference sand with a specified particle size distribution so that even in the future it would be possible to ensure comparable precision within the European standardization region when testing the standard strength. For the CEN reference sand this involves, in accordance with the provisions of the standard, a naturally rounded quartz sand with a silicon dioxide content of at least 98 % in units of 1350 ± 5 g.

The performance of all CEN standard sands must be compared with this reference sand, which is considered the fundamental standard for test sand. In accordance with EN 196-1 the cement compressive strength that is obtained with a CEN standard sand must therefore not deviate significantly from that determined with the CEN reference sand.

1 Einleitung

Die Qualitätssicherung und Produktionsüberwachung in der Zementindustrie haben eine lange Tradition, die bis in die Zeit der ersten Produktnormung in den Jahren 1877/78 zurückreicht. Damals wie heute gibt die gültige Produktnorm den Mindestprüfaufwand vor, mit dem die Normkonformität der Zemente sichergestellt wird. Seit Beginn der Zementproduktion ist dabei die Festigkeitsentwicklung eine wesentliche Zementcharakteristik, mit der die Qualität beurteilt wird. Schon frühzeitig wurde erkannt, dass die Festigkeitsprüfung am Mörtel, also dem Gemisch aus Zement, Sand und Wasser, sinnvoller ist als die alleinige Prüfung des Zementsteins. Die normative Unterteilung der Zemente in Festigkeitsklassen findet bis heute Berücksichtigung in der Betontechnologie. So basiert das moderne Betondesign auch auf der Festigkeitsklasse des zu verwendenden Zements.

Entscheidend für eine Prüfung im Rahmen der Produktionskontrolle ist die Präzision der Prüfung, die als Streuung um den Mittelwert statistisch ermittelt wird. Die Gesamtstreuung setzt sich aus der Streuung des Prüfverfahrens und aus der Produktqualitätsstreuung zusammen. Um die Qualität eines Zements mit der Druckfestigkeit beurteilen zu können, muss die Streuung des Prüfverfahrens möglichst gering ausfallen. Umfangreiche Untersuchungen in der Mitte des vergangenen Jahrhunderts zeigten, dass neben der Temperatur und dem Herstellungsprozedere insbesondere der verwendete Sand die Präzision der Mörteldruckfestigkeitsprüfung beeinflusst. So wurde im Rahmen des Laboraussschusses des Vereins Deutscher Zementwerke (VDZ) 1965 berichtet, dass „Prüfsande verschiedener Herkunft [...] zu unterschiedlichen Festigkeiten führen, auch wenn die Abweichungen in der Kornzusammensetzung die festgelegten Grenzen nicht überschreiten“. Da kein Natursand diese erforderliche Gleichmäßigkeit im Kornband sowie in der chemisch-mineralogischen Zusammensetzung aufweist, resultierten in der Folge industrielle, d.h. gezielt maschinell zusammengesetzte Prüfsande [1].

Um auch in Zukunft innerhalb des europäischen Normungsbereichs eine vergleichbare Präzision bei der Prüfung der Normfestigkeit sicherstellen zu können, wurde die Normensand GmbH vom CEMBU-REAU damit beauftragt, einen großen Vorrat an CEN-Referenzsand mit definierter Kornverteilung herzustellen und einzulagern. Gemäß den Normvorgaben handelt es sich bei dem CEN-Referenzsand um natürlich gerundeten Quarzsand mit einem Siliziumdioxidgehalt von mindestens 98 % in Einheiten von 1350 ± 5 g.

Mit diesem CEN-Referenzsand, der als das Urmeter des Prüfsands verstanden wird, muss die Leistungsfähigkeit aller CEN-Normsande abgeglichen werden. So gilt gemäß EN 196-1, dass die Zementdruckfestigkeit, die mit einem CEN-Normsand erhalten wird, nicht wesentlich von der abweicht, die mit dem CEN-Referenzsand ermittelt wird.

Table 1: Validation testing for standard sand in accordance with EN 196-1

Tabelle 1: Validierungsprüfung für Normsand gemäß EN 196-1

1. Certification testing
Initial certification testing and annual compliance testing, based on which the certification body draws up a certificate of conformity
<ul style="list-style-type: none"> ▶ One requirement is that CEN standard sand is currently in production ▶ Three samples to be taken within three months under the supervision of the certifier ▶ 20 mortar mixes are made up with each standard sand sample and are compared with 20 mortar mixes made with CEN reference sand. Three cements from different strength classes are used for this purpose. ▶ The evaluation criteria are the 28-day compressive strength of the series and the coefficient of variation (which must always be < 2.0 %) as well as the validation criterion $D < 5.0 \%$, which is calculated from the average compressive strength value of the sand to be validated x and that of the reference sand y: $D = 100 \times (x - y)/y$. ▶ The compliance testing is carried out over twelve months with one of the three samples
Annual reverification testing
<ul style="list-style-type: none"> ▶ Checking of the in-house monitoring reports by the certifier ▶ Testing a random sample against the CEN reference sand with a CEM I 42,5 N, CEM I 42,5 R or CEM I 52,5 N cement that is taken under the supervision of the certifier
2. Compliance testing: continuous in-house monitoring
<ul style="list-style-type: none"> ▶ Daily check of the particle size distribution and moisture content of the CEN standard sand production on one sample ▶ Monthly check of a CEN standard sand sample in comparison with the CEN standard sand sample taken under the supervision of the certifier; sample size: ten mortar pairs ▶ The evaluation criteria are the 28-day compressive strength of the series and the coefficient of variation (which must always be < 2.0 %) as well as the validation criterion $D < 5.0 \%$, which is calculated from the average compressive strength value of the CEN standard sand from current production x and the results of the sand sample y taken under the supervision of the certifier ▶ In a series of twelve successive monthly tests D must not be greater than $2 \times 2.5 \%$

2 Monitoring the production of standard sand

EN 196-1 [2] specifies the minimum amount of testing that will ensure that a CEN standard sand conforms to the standard. The standard differentiates between certification testing and compliance testing (▶ Table 1). The certification testing consists of the initial certification testing of the standard sand and the annual reverification testing by a third-party inspection body. One precondition for the certification testing is the ongoing production of CEN standard sand. The continuous compliance testing then corresponds to the in-house monitoring of the standard sand production.

2.1 In-house monitoring

The uniformity of the standard sand is so important in cement production control that the amount of testing by Normensand GmbH far exceeds the requirements of the standard. The main aim is to provide the customer with products that are as uniform as possible. For example, the monitoring of the particle size distribution (grading curve) at the production site of Normensand GmbH in Beckum does not take place just once per day – as required by the standard – but is checked and recorded on every fiftieth pouch. More than 10 000 particle size distributions were determined in the past years. With this amount of data it is possible to show that the particle size range has an artificial uniformity that can only be achieved by optimized and strictly monitored production conditions [3].

2 Produktionsüberwachung der Normsandproduktion

Die EN 196-1 [2] gibt den Mindestprüfaufwand vor, mit dem die Normkonformität eines CEN-Normsands sichergestellt wird. Die Norm unterscheidet zwischen Zertifizierungsprüfung und Nachweisprüfung (▶ Tabelle 1). Die Zertifizierungsprüfung besteht aus der ersten Zertifizierungsprüfung des Normsands und der jährlichen Bestätigungsprüfung durch einen Fremdüberwacher. Voraussetzung für die Zertifizierungsprüfung ist eine laufende Produktion von CEN-Normsand. Die kontinuierliche Nachweisprüfung entspricht dann der Eigenüberwachung der Normsandproduktion.

2.1 Eigenüberwachung

Da die Gleichmäßigkeit des Normsands eine so hohe Bedeutung bei der Zementproduktionskontrolle weltweit hat, übersteigt der Prüfaufwand der Normensand GmbH den normativ geforderten Aufwand erheblich. Das oberste Ziel ist, dem Kunden Produkte mit der höchstmöglichen Gleichmäßigkeit zu bieten. So findet die Überwachung der Kornverteilung (Sieblinie) am Produktionsstandort der Normensand GmbH in Beckum nicht wie von der Norm gefordert nur einmal täglich statt, sondern wird an jedem fünfzigsten Sack überprüft und dokumentiert. In den vergangenen Jahren wurden mehr als 10 000 Kornverteilungen ermittelt. Mit dieser Datenlage ist es möglich, aufzuzeigen, dass das Kornband eine synthetische Gleichmäßigkeit aufweist, die nur durch optimierte und streng überwachte Produktionsbedingungen darstellbar ist [3].

Da der CEN-Normsand bei der Eigenüberwachung der Festigkeitsentwicklung von Zement eingesetzt wird, ist das Hauptkriterium der Überwachung des Sands, d. h. das Hauptkriterium der Nachweisprüfung die 28-Tage-Mörteldruckfestigkeit. Für diese gemäß EN 196-1 monatlich durchzuführende Nachweisprüfung wird eine Portlandzementcharge über zwölf Monate eingesetzt, die einmal im Jahr genommen und vor der Verwendung homogenisiert wird. Um die Gleichmäßigkeit der laufenden Normsandproduktion nachzuweisen, wird nun die 28-Tage-Mörteldruckfestigkeit des Sands aus der laufenden Produktion derjenigen aus der Produktion des vergangenen Jahres gegenübergestellt. Die hierzu verwendete Rückstellprobe, d. h. die Sandcharge des vergangenen Jahres, wird unter Aufsicht des Fremdüberwachers genommen. Zehn Normsandbeutel der Nachweisprüfung werden an zwei Arbeitstagen der Produktion aus nummerierten Säcken entnommen.

So kann jeder einzelne Normsandbeutel einer genauen Produktionszeit zugeordnet werden. Die zehn Mörtelmischungen aus laufender Produktion und die zehn aus der Rückstellprobe werden unmittelbar nacheinander in einer zufälligen Reihenfolge im Prüflabor hergestellt.

Aus den 28-Tage-Druckfestigkeiten der beiden Probenreihen werden die Monatsmittelwerte und die zugehörigen Standardabweichungen ermittelt. Der Variationskoeffizient der Probenreihen sollte unter 2,0 % liegen. Aus dem Monatsmittelwert der laufenden Produktion x und dem der Rückstellprobe y ergibt sich dann das Validierungskriterium D :

$$D = 100 (x - y)/y$$

Innerhalb von zwölf aufeinanderfolgenden Monatsprüfungen darf der D -Wert maximal zweimal größer sein als 2,5 %.



Figure 1: In accordance with EN 196-1, CEN standard sand must be packed in pouches containing 1350 ± 5 g. Three mortar prisms can be produced with one pouch. Specifying the pouch weight minimizes weighing errors in the laboratory. The CEN reference sand, i.e. the fundamental standard for the CEN test sand, is stored and sold in glass jars packed by Normensand GmbH.

Bild 1: Gemäß EN 196-1 muss ein CEN-Normsand in Beuteln mit 1350 ± 5 g Inhalt verpackt sein. Mit einem Beutel werden drei Mörtelprismen hergestellt. Durch das Vorschreiben des Beuteltgewichts wird der Wiegefehler im Labor minimiert. Der CEN-Referenzsand, d.h. das Urmeter des CEN-Prüfsands, wird in Gläsern verpackt von der Normensand GmbH gelagert und vertrieben.

CEN standard sand is used for in-house monitoring of the strength development of cement, so the main criterion when monitoring the sand – i.e. the main criterion for the compliance testing – is the 28-day mortar compressive strength. For this compliance testing, which in accordance with EN 196-1 has to be carried out monthly, a batch of Portland cement that is taken once per year and homogenized before use is used over a period of twelve months. In order to demonstrate the uniformity of the current standard sand production the 28-day mortar compressive strength of the sand from current production is then compared with that of the production from the previous year. The retention sample used for this purpose, i.e. the sand batch from the previous year, is taken under the supervision of the third-party inspection body. Ten pouches of standard sand for compliance testing are taken from numbered bags on two production working days.

This means that each individual pouch of standard sand can be assigned to a precise production time. The ten mortar mixes from current production and the ten from the retention sample are produced immediately after one another in a random sequence in the test laboratory.

The monthly average values and the associated standard deviations are determined from the 28-day compressive strengths of the two series of samples. The coefficients of variation of the sample series should be less than 2.0 %. The validation criterion D is then obtained from the monthly average value of the current production x and that of the retention sample y :

$$D = 100 (x - y) / y$$

Within twelve successive monthly tests the D value is allowed to have a maximum value of 2×2.5 %. If the standard sand production does not meet these requirements this must be immediately reported to the certifier, the cause

Wenn die Normsandproduktion diese Anforderung nicht erfüllt, muss dies umgehend dem Zertifizierer gemeldet, die Ursache ermittelt und die Erstzertifizierung wiederholt werden. Dieser Fall ist bei der Normensand GmbH in der mehr als 50-jährigen Geschichte noch nie vorgekommen.

Über diese Normforderung hinaus werden zusätzlich bei laufender Produktion zwei Proben wöchentlich für eine ergänzende Eigenüberwachung genommen. An diesen Proben wird ebenfalls die 28-Tage-Mörteldruckfestigkeit (unter Verwendung der gleichen Portlandzementrückstellprobe wie bei der Nachweisprüfung) im Vergleich mit der der Sandrückstellprobe des vergangenen Jahres ermittelt. Außerdem wird an zwei Proben der laufenden Produktion sowie an zwei Normsandrückstellproben des vergangenen Jahres die 28-Tage-Mörteldruckfestigkeit unter Verwendung eines CEM III/B Zements ermittelt.

Mit den ermittelten Mörteldruckfestigkeiten wird wiederum der D-Wert berechnet. Auch bei diesen ergänzenden Untersuchungen gilt, dass der D-Wert kleiner als 2,5 % sein muss.

Grundsätzlich wird von allen bei der Nachweisprüfung und der Eigenüberwachung eingesetzten Normsandbeuteln das Gewicht bestimmt und dokumentiert. So wird sichergestellt, dass die Normvorgabe 1350 ± 5 g eingehalten wird. Als weitere Parameter werden regelmäßig an Normsandproben das Mörtelausbreitmaß und der Luftporengehalt bestimmt. Mit dem Ausbreitmaß kann auf Kornformänderungen geschlossen werden, die das rheologische Verhalten eines Normmörtels beeinflussen würden. Ein steigender Luftporengehalt würde auf Probleme mit der Sandtrocknungsanlage hinweisen. Ein NaOH-Test wird zudem regelmäßig genutzt, um sicherzustellen, dass die Sandkomponenten nicht organisch verunreinigt sind.

2.2 Fremdüberwachung

Mit dem Verein Deutscher Zementwerke (VDZ) hat die Normensand GmbH einen besonders kritischen CEN-Normsand Kunden. Der VDZ legt als national und international tätige Prüf-, Überwachungs- und Zertifizierungsstelle besonderen Wert auf die über Jahre konstante Qualität des Sands. Daher wird vor der Abnahme der Jahresmenge an CEN-Normsand die laufende Produktion in einem weiteren umfangreichen Untersuchungsprogramm bewertet und die Sandqualität aus dem Vorjahr der laufenden Produktion gegenübergestellt. Bei dieser Sonderprüfung werden sowohl im Labor des VDZ als auch im Prüflabor der Normensand GmbH drei unterschiedliche Zemente und vier Sandchargen in kurzer Zeit geprüft. Da neben der 28-Tage-Druckfestigkeit auch die 2-Tage-Druckfestigkeit ermittelt wird, werden in beiden Laboren jeweils 540 Einzelwerte generiert. Mit diesem Vergleichstest stellt der VDZ die Prüfgenauigkeit bei der Fremdüberwachung des jeweiligen Jahres sicher. Außerdem kann er mit diesem seit Jahren durchgeführten Untersuchungsprogramm belegen, dass sich die Sandqualität der Normensand GmbH nicht geändert hat, was für die Zementindustrie, die Normensand GmbH und die Reputation des VDZ als Fremdüberwacher äußerst wichtig ist.

Die Nachweisprüfungen sowie ergänzenden Prüfungen der Normsandproduktion werden im Auftrag der Normensand GmbH im Zentrallabor der HeidelbergCement AG in Enniger-

must be determined and the initial certification must be repeated. This situation has never yet occurred at Normensand GmbH in its more than 50-year history.

In addition to this requirement of the standard two samples are taken every week while production is in progress for supplementary in-house monitoring. The 28-day mortar compressive strengths of these samples (using the same Portland cement retention sample as for the compliance testing) are also determined and compared with those of the sand retention samples. The 28-day mortar compressive strengths are also determined on two samples from current production and on two standard sand retention samples from the previous year using a CEM III/B cement.

The D value is calculated again using the measured mortar compressive strengths and in these supplementary investigations must be less than 2.5 %.

Basically, the weight of every standard sand pouch, particularly those used in compliance testing and in-house monitoring, is measured and recorded. This ensures that the standard specification of $1350 \pm 5 \text{ g}$ is met. The mortar flow-table spread and the air void content are also determined regularly on standard sand samples as further parameters. Changes in particle shape that would affect the rheological behaviour of a standard mortar can be deduced from the flow-table spread. A rising air void content would indicate problems with the sand drying plant. An NaOH test is also used regularly to ensure that the sand components are not organically contaminated.

2.2 Third-party inspection

The VDZ (German Cement Works Association) is a particularly critical customer of Normensand GmbH for CEN standard sand. As a nationally and internationally active testing laboratory, inspection and certification body the VDZ places particular emphasis on consistent sand quality over the years. Before the annual quantity of CEN standard sand is accepted the current production is therefore evaluated in another extensive investigative programme and the quality of the sand from the previous year is compared with that of the current production. In this special test three different cements and four batches of sand are tested in a short space of time both in the VDZ's laboratory and in Normensand GmbH's test laboratory. The compressive strengths are measured at 2 days as well as at 28 days so 540 individual values were generated in each of the two laboratories. The VDZ uses this comparison test to ensure the accuracy of testing in the third-party inspection for the particular year. With this investigative programme, which has been carried out for years, it can also confirm that the quality of sand supplied by Normensand GmbH has not changed – which is extremely important for the cement industry, for Normensand GmbH and for the reputation of the VDZ as a third-party body.

The compliance tests as well as the supplementary tests on the standard sand production are carried out in the central laboratory of HeidelbergCement AG in Ennigerloh (■ Fig. 2) on behalf of Normensand GmbH. The central laboratory was chosen because of its location close to the standard sand production – the production sites are only 15 km away – and because the organizational structure of the laboratory is geared to a large number of construction material tests with a low testing error.



Figures 2–4: HeidelbergCement AG's central laboratory in Ennigerloh has been optimized for high product throughput. The standard mortars are stored in special steel basins. The results of the mortar compressive strengths are automatically assigned to the sample recorded in the LIMS and evaluated statistically.

Bilder 2–4: Das Zentrallabor Ennigerloh der HC AG ist für einen hohen Probandurchsatz optimiert worden. Die Normmörtellagerung erfolgt in Edelstahlbecken. Die Ergebnisse der Mörteldruckfestigkeiten werden automatisch der im LIMS erfassten Probe zugeordnet und statistisch ausgewertet.

loh durchgeführt (■ Bild 2). Die Wahl fiel auf das Zentrallabor aufgrund der örtlichen Nähe zur Normensandproduktion – die Produktionsstandorte liegen lediglich 15 Kilometer auseinander – und weil die Organisationsstruktur des Labors auf eine hohe Anzahl an Baustoffprüfungen bei geringem Prüffehler ausgerichtet ist.

Anmerkung dazu: Die Prüfgenaugigkeit eines Labors wird mit der Langzeitwiederholbarkeit beschrieben. Als Langzeitwiederholbarkeit wird in der EN 196-1 der Übereinstimmungsgrad der Prüfergebnisse verstanden, der durch häufiges Prüfen verschiedener Teilmengen aus derselben homogenisierten Zementprobe von unterschiedlichen Laboranten

A note on this subject: The testing accuracy of a laboratory is described by the long-term repeatability. EN 196-1 describes long-term repeatability as the level of agreement of the test results that are obtained by frequent testing of different subsamples of the same homogenized cement sample by different laboratory assistants using different equipment with the same CEN standard sand over a period of one year in the same laboratory. Because of the standardized testing procedures and the first-class personnel (mainly educated in-house) the test variations in the central laboratory are very small. In 2010 and 2011 an external certifier had the 28-day mortar compressive strengths measured in the central laboratory in Ennigerloh as part of long-term repeatability measurements. The certifier determined coefficients of variation v of 1.5 % and 1.8 % respectively. According to EN 196-1 the coefficient of variation for normal work should be less than 3.5 %. Better laboratories have coefficients of variation of 2.5 %.

When each sample is delivered to Ennigerloh it is assigned a laboratory number and a testing catalogue in the central laboratory's laboratory information and management system (LIMS). The LIMS also generates a label with a barcode so that each sample is uniquely recorded. The results of the mortar compressive strengths generated with a sample are, for example, immediately assigned to the sample number in the system and automatically transferred to the database. This structured laboratory procedure makes it possible to investigate a large number of samples with a low test variation. About 20 000 mortar compressive strengths are determined every year in the Ennigerloh central laboratory.

The characteristic variables of the results are calculated automatically in the LIMS, evaluated statistically and issued in special reports. These are forwarded immediately to Normensand GmbH.

3 Final comments

The constantly rising demands made on the performance of modern cements mean that the test sand must continue to have a high level of uniformity. Both Normensand GmbH and the central laboratory therefore have certified management systems. The high quality requirements for the production are ensured by the regular external audits. This quality requirement is appreciated by cement producers throughout the world: 70 % of the production of Normensand GmbH is exported. ◀

an unterschiedlichen Geräten mit dem gleichen CEN-Normsand über einen Zeitraum von einem Jahr im selben Labor erzielt wird. Aufgrund der standardisierten Prüfungsabläufe und des qualifizierten (weitgehend selbst ausgebildeten) Personals sind die Prüfstreuungen im Zentrallabor sehr niedrig. In 2010 bzw. 2011 hat ein externer Zertifizierer im Rahmen einer Langzeitwiederholbarkeitsmessung die 28-Tage-Mörteldruckfestigkeiten im Zentrallabor Ennigerloh bestimmen lassen. Dabei ermittelte der Zertifizierer einen Variationskoeffizient v von $v = 1,5\%$ bzw. $1,8\%$. Gemäß EN 196-1 sollte bei normaler Leistung der Variationskoeffizient kleiner 3,5 % sein. Bessere Labore weisen Variationskoeffizienten von 2,5 % auf.

Bei der Anlieferung in Ennigerloh werden jeder Probe im Laborinformations- und Managementsystem (LIMS) des Zentrallabors eine Labornummer und ein Prüfkatalog zugeordnet. Zudem generiert das LIMS ein Etikett mit Barcode, sodass jede Probe unverwechselbar erfasst ist. Die z.B. mit einer Probe generierten Ergebnisse der Mörteldruckfestigkeit werden im System direkt der Probennummer zugeordnet und automatisch in die Datenbank übernommen. Durch diesen strukturierten Laborablauf ist es möglich, eine hohe Probenanzahl mit geringer Prüfstreuung zu untersuchen. So werden jährlich im Zentrallabor Ennigerloh rund 20 000 Mörteldruckfestigkeiten ermittelt.

Mit den Ergebnissen werden im LIMS automatisch die Kenngrößen berechnet, statistisch ausgewertet und in speziellen Reports ausgegeben. Diese werden unverzüglich der Normensand GmbH übermittelt.

3 Schlussbemerkung

Die ständig steigenden Anforderungen an die Leistungsfähigkeit moderner Zemente erfordern auch in Zukunft eine hohe Gleichmäßigkeit beim Prüfsand. Sowohl die Normensand GmbH als auch das Zentrallabor besitzen daher ein zertifiziertes Managementsystem. Durch die regelmäßig durchgeführten externen Audits wird der hohe Qualitätsanspruch der Produktion sichergestellt. Diesen Qualitätsanspruch honorieren die Zementhersteller weltweit: 70 % der Produktion der Normensand GmbH werden exportiert. ◀

LITERATURE / LITERATUR

- [1] Rendchen, K.; Manns, W.; Loch, W.: Normsand nach DIN 1164 Teil 7. Zement-Kalk-Gips 42 (1989) No. 6, pp. 306–310.
- [2] EN 196-1: 2005-05 Methods of testing cement Part 1: Determination of strength.
- [3] H. Schellhorn, R. Struth, F. Sybertz, CEN standard sand – a proven quality control product. CEMENT INTERNATIONAL 5 (2007) No. 2, pp. 54–62.

Стандартный песок как эталонный для международного мониторинга качества цемента

► Dr. P. Boos, Normensand GmbH, Беккум, Dr. S. Baetzner, Forschungsinstitut der Zementindustrie GmbH, Дюссельдорф, Германия

1 Введение

Обеспечение качества и мониторинг производства в цементной промышленности имеют длительную традицию и начались с момента появления первого стандарта на цемент в 1877/78 годах. С тех пор и до настоящего времени действующий стандарт на цемент специфицирует минимальное количество испытаний, требуемых для того, чтобы обеспечить соответствие цемента стандартам. С самого начала производства цемента развитие прочности является важной характеристикой цемента для оценки его качества. На ранних этапах было установлено, что прочность при сжатии цементного раствора, то есть смеси цемента, песка и воды, имеет более важное значение, чем испытание прочности затвердевшей цементной пасты. До настоящего времени разделение в стандартах цементов на классы по прочности учитывается в технологии бетона. Современный подход к подбору состава бетона, например, также основывается на классе прочности цемента, который будет использоваться.

Испытание точности, определяемой статистически как отклонение от средней величины, является критическим при контроле качества производственного процесса. Общее отклонение включает отклонение из-за метода испытания и отклонение из-за качества продукта. Отклонение из-за метода испытания должно быть насколько возможно минимальным при оценке качества цемента по прочности при сжатии. Обширные исследования в середине прошлого столетия показали, что на точность испытания прочности при сжатии цементного раствора влияет не только температура и технологический процесс производства, но также и качество используемого песка. Так, в 1965 году в отчете в рамках работ комитета по лабораториям ассоциации VDZ (German Cement Works Association) было отмечено, что «используемые пески различного происхождения [...] приводят к различным прочностям, даже если отклонения в гранулометрическом составе не превышают установленных пределов.» Ни один из природных песков не отвечает установленным требованиям в отношении распределения частиц по размеру, а также химического и минералогического состава. В результате этого возникла необходимость производства в промышленных масштабах песков для проведения испытаний с искусственно подобранной гранулометрией [1].

ЦЕМБЮРО поручило компании Normensand GmbH произвести и хранить большой запас эталонного песка

по CEN со специфицированным распределением частиц по размеру для того, чтобы даже в будущем было бы возможно обеспечить сравнимую точность при испытаниях стандартной прочности цемента в пределах региона, охваченного европейской стандартизацией. Для производства эталонного песка по CEN, который упаковывается в пакеты весом 1350 ± 5 г, используется природный кварцевый песок округлой формы с содержанием диоксида кремнезема не менее 98 %.

Характеристики всех песков по CEN должно сравниваться с этим эталонным песком, который считается базовым при сравнительных испытаниях песков. В соответствии со стандартом EN 196-1, прочность при сжатии цемента, которая получена при использовании стандартного песка по CEN, не должна значительно отличаться от прочности, определенной при использовании эталонного песка по CEN.

2 Мониторинг производства стандартного песка

Стандарт EN 196-1 [2] специфицирует минимальное количество испытаний, которое требуется для подтверждения соответствия производимого песка стандарту CEN. Стандарт делает различие между сертификационными испытаниями и испытаниями соответствия (см. таблицу). Сертификационные испытания состоят из первичных сертификационных испытаний стандартного песка и ежегодных контрольных испытаний (перепроверка) независимым инспекционным органом. Одним из условий для проведения сертификационных испытаний является наличие действующего производства стандартного песка по CEN. Непрерывные испытания соответствия проводятся в соответствии с процедурой внутризаводского мониторинга производства стандартного песка.

2.1 Внутризаводской мониторинг

Однородность стандартного песка является настолько важной в контроле производства цемента, что количество испытаний, проводимых компанией Normensand GmbH намного превышает требования стандарта. Основной целью является обеспечить потребителя продуктами, которые являются максимально возможно однородными. Например, мониторинг распределения частиц по размеру (построение гранулометрической кривой) на

производственной площадке компании Normensand GmbH в Беккуме осуществляется не только один раз в сутки — как требуется по стандарту — а проверяется и фиксируется на каждом пятидесятом пакете. Более, чем 10000 измерений распределения частиц по размеру было выполнено за последние годы. Такое большое количество данных дает возможность показать, что распределение частиц по размеру имеет искусственно достигаемую однородность, которая может быть достигнута только оптимизированными и строго контролируруемыми путем мониторинга производственными условиями [3].

Стандартный песок по CEN используется для внутривзаводского мониторинга развития прочности цемента, поэтому основным критерием при мониторинге песка — то есть основным критерием для испытания соответствия — является прочность при сжатии в возрасте 28 суток цементного раствора. Для этого испытания соответствия, которое в соответствии с EN 196-1 должно проводиться ежемесячно, партия портландцемента, который отбирается один раз в год и гомогенизирован до использования, используется на протяжении двенадцати месяцев. Для того, чтобы продемонстрировать однородность текущего производства стандартного песка, прочность при сжатии в возрасте 28 суток цементного раствора с песком из текущего производства сравнивается с прочностью цементного раствора с песком, произведенным в предыдущем году. Для этого образец песка из партии песка, произведенной в предыдущем году, отбирается под контролем независимого инспекционного органа. Десять пакетов со стандартным песком для испытания соответствия отбирается из пронумерованных мешков с песком, произведенным в течение двух рабочих дней.

Это означает, что каждый индивидуальный пакет со стандартным песком может быть идентифицирован в соответствии с точным временем производства. Десять растворных смесей с песком из текущего производства и десять с песком из производства предыдущего года изготавливаются последовательно друг за другом в случайной последовательности в испытательной лаборатории.

Среднемесячные величины и соответствующие отклонения от стандарта определяются из значений прочностей при сжатии в возрасте 28 суток двух серий образцов. Коэффициенты вариации в сериях образцов должны быть менее 2,0 %. Критерий достоверности «D» затем вычисляется из среднемесячной величины, полученной при использовании песка текущего производства «x» и с песком производства предыдущего года «y»:

$$D = 100 (x - y) / y$$

В пределах двенадцати последовательных ежемесячных испытаний допускается максимальная величина «D» $2 \times 2,5$ %. В случае, если производство стандартного песка не удовлетворяет этим требованиям, это должно быть немедленно сообщено в сертифицирующий орган, причина этого должна быть установлена и первичная сертификация должна

Таблица: Процедура проверки стандартного песка на соответствие требованиям EN 196-1

1. Сертификационные испытания

- 1] Первичные сертификационные испытания и ежегодные испытания соответствия, на основе которых сертифицирующий орган выдает сертификат соответствия.
- 2] Одним из требований является наличие действующего промышленного производства стандартного песка по CEN.
- 3] Три образца песка должны отбираться на протяжении трех месяцев под контролем сертифицирующего органа.
- 4] 20 растворных смесей изготавливаются с каждым образцом стандартного песка и сравниваются с 20 растворными смесями, изготовленными с использованием эталонного песка по CEN; три цемента различных классов прочности используются с этой целью.
- 5] Критериями оценки являются прочность при сжатии в возрасте 28 суток в серии образцов и коэффициент вариации (который всегда должен быть $< 2,0$ %), а также критерий достоверности «D» $< 5,0$ %. Последний рассчитывается из средней величины прочности при сжатии цементного раствора, изготовленного с песком, который должен быть проверен «x» и с эталонным песком «y»: $D = 100 \times (x - y) / y$.
- 6] Испытания соответствия выполняются за период в двенадцать месяцев на одном из трех образцов.

Ежегодные контрольные испытания

- 1] Проверка отчетов по результатам внутривзаводского мониторинга сертифицирующим органом.
- 2] Испытание произвольно выбранного образца, который отбирается под контролем сертифицирующего органа, в сравнении с эталонным песком по CEN, используя цемент CEM I 42,5 N, CEM I 42,5 R или CEM I 52,5 N.

2. Испытания соответствия: непрерывный внутривзаводской мониторинг

- 1] Ежедневная проверка гранулометрического состава и влажности производимого стандартного песка по CEN на одном образце.
- 2] Ежемесячная проверка образца стандартного песка по CEN из текущего производства в сравнении с образцом стандартного песка по CEN, отобранным под контролем сертифицирующего органа; объем испытаний: серия из десяти цементных растворов для каждого образца песка (десять пар).
- 3] Критериями оценки являются прочность при сжатии в возрасте 28 суток серии образцов и коэффициент вариации (который всегда должен быть $< 2,0$ %), а также критерий достоверности «D» $< 5,0$ %, который рассчитывается из средней величины прочности при сжатии цементного раствора со стандартным песком по CEN из текущего производства «x» и результатов с образцом песка «y», отобранного под контролем сертифицирующего органа.
- 4] В серии из двенадцати последовательных ежемесячных испытаний критерий достоверности «D» не должен быть более, чем $2 \times 2,5$ %.

быть проведена снова. Такая ситуация еще никогда не случалась в компании Normensand GmbH за более, чем 50-летнюю историю.

Дополнительно к этому требованию стандарта два образца отбирается каждую неделю во время действующего производства для дополнительного внутривзаводского мониторинга. Прочности при сжатии в возрасте 28 суток цементных растворов с этим песком (используя тот же портландцемент, что и при испытании соответствия) также определяются и сравниваются с прочностями цементных растворов с песком из производства предыдущего года. Прочность при сжатии в возрасте 28 суток цементных растворов также определяется с использованием двух образцов песка из текущего производства и двух образцов стандартного песка, произведенного в предыдущем году, используя при этом цемент СЕМ III/B.

Величина «D» рассчитывается снова, используя полученные величины прочности при сжатии цементных растворов, и в этих дополнительных исследованиях величина «D» должна быть менее, чем 2,5%.

Принципиально важным является то, что вес каждого пакета со стандартным песком, особенно тех, которые используются при испытании соответствия и внутривзаводского мониторинга, измеряется и записывается. Это позволяет обеспечить специфицированный стандартом вес (1350 ± 5 г). Величина распыла цементного раствора и содержание вовлеченного воздуха также регулярно определяются в качестве дополнительных параметров, используя образцы цементного раствора со стандартным песком. Реологические характеристики стандартного раствора, на которые влияет изменение формы частиц, могут быть получены из величины распыла. Увеличивающееся содержание вовлеченного воздуха будет означать, что необходима предварительная сушка песка. Испытание с применением NaOH (NaOH-test) также регулярно используется для того, чтобы проверить, не загрязнены ли компоненты песка органическими примесями.

2.2 Инспекция независимой стороной

Ассоциация цементных заводов Германии VDZ (German Cement Works Association) является особенно важным покупателем стандартного песка по CEN у компании Normensand GmbH. В качестве национальной и международной действующей испытательной лаборатории, инспекционного и сертифицирующего органа ассоциация VDZ обращает особое внимание на стабильное качество песка на протяжении длительного времени. До того, как закупается необходимое на год количество стандартного песка по CEN, текущее производство соответственно оценивается по другой обширной исследовательской программе и качество песка от предыдущего года сравнивается с качеством песка текущего производства. При этом специальном испытании три различных цемента и четыре партии песка испытываются в течение короткого времени в лаборатории VDZ и в испытательной лаборатории



Рис. 1: В соответствии с EN 196-1, стандартный песок по CEN должен быть упакован в пакеты весом 1350 ± 5 г. Три растворные балочки могут быть изготовлены из одного пакета. Специфицированный вес пакета минимизирует ошибки взвешивания в лаборатории. Эталонный песок по CEN, то есть фундаментальный стандарт для испытываемого песка, хранится и продается в стеклянных банках, упакованных компанией Normensand GmbH.

компании Normensand GmbH. Прочность при сжатии измеряется в возрасте 2 суток, а также в возрасте 28 суток, поэтому 540 индивидуальных величин получают каждый раз в обеих лабораториях. VDZ использует это сравнительное испытание для того, чтобы обеспечить точность испытания во время проведения инспекции независимым органом в определенном году. По результатам этой исследовательской программы, которая выполнялась многие годы, можно также сделать вывод, что качество песка, поставляемого компанией Normensand GmbH, не изменилось — что является особенно важным для цементной промышленности, компании Normensand GmbH и для репутации ассоциации VDZ в качестве независимого органа.

Испытания соответствия, также как и дополнительные испытания стандартного песка выполняются по поручению компании Normensand GmbH в центральной лаборатории компании HeidelbergCement AG в городе Эннигерло (Ennigerloh) (рис. 2). Центральная лаборатория была выбрана из-за ее близкого расположения к производству стандартного песка компании Normensand — производственные площадки находятся на расстоянии только 15 км — и из-за того, организационная структура лаборатории приспособлена для проведения большого количества испытаний строительного материала с низкой погрешностью испытания.

Примечания к этому: погрешность испытания в лаборатории описывается воспроизводимостью во времени. Стандарт EN 196-1 определяет воспроизводимую во времени как уровень согласованности результатов испытания, которые получены регулярными испытаниями различных образцов на одном и том же гомогенизированном образце цемента различным персоналом лаборатории, используя различное оборудование, и с одним и тем же стандартным песком по CEN в течение периода в



Рис. : 2–4: Центральная лаборатория компании HeidelbergCement AG в городе Эннигерло была оптимизирована для проведения испытаний большого количества образцов. Стандартные цементные растворы хранятся в специальных стальных емкостях. Результаты испытаний прочности при сжатии цементных растворов автоматически присваиваются образцу, зарегистрированному в системе лабораторной информации и управления (LIMS) центральной лаборатории и оцениваются статистически.

один год в одной и той же лаборатории. Благодаря стандартизированным процедурам испытаний и высококвалифицированному персоналу (в основном самостоятельно обученному) отклонения результатов испытаний в центральной лаборатории являются очень незначительными. В 2010 и 2011 гг. независимый сертифицирующий орган определил прочности при сжатии в возрасте 28 суток на цементных растворах, измеренные в центральной лаборатории в Эннигерло, для определения воспроизводимости результатов испытаний во времени и получил коэффициенты вариации «v» – 1,5 и 1,8 % соответственно. В соответствии с EN 196-1, коэффициент вариации для нормальной работы должен не более, чем 3,5 %. Лучшие лаборатории достигают коэффициентов вариации 2,5%.

При доставке образца в Эннигерло ему присваивается лабораторный номер и формируется соответствующий каталог испытаний в системе LIMS центральной лаборатории. Система LIMS также создает наклейку со штрих-кодом, таким образом каждый образец регистрируется для дальнейшей идентификации. Полученные результаты испытаний прочности при сжатии образца цементного раствора немедленно соотносятся с номером образца в системе и автоматически передаются в базу данных. Эта структурированная лабораторная процедура делает возможным исследовать большое количество образцов с незначительными отклонениями результатов испытаний. Примерно 20000 испытаний прочности при сжатии цементных растворов проводится каждый год в центральной лаборатории в Эннигерло.

Используя результаты, параметры автоматически рассчитываются системой LIMS, представляются статически в количественной форме и издаются в виде специальных отчетов, которые немедленно направляются компании Normensand GmbH.

3 Заключительные выводы

Постоянно возрастающие требования к эксплуатационным свойствам современных цементов требуют, чтобы песок сохранял высокую степень однородности. Для этого как компания Normensand GmbH, так и центральная лаборатория имеют сертифицированные системы управления. Соблюдение высоких требований к производству в отношении качества обеспечиваются регулярно проводимыми независимыми аудитами. Это требование в отношении качества высоко оценивают производители цемента по всему миру, в следствие чего 70 % продукции Normensand GmbH поставляется на экспорт. ◀

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Rendchen, K.; Manns, W.; Loch, W.: Normsand nach DIN 1164 Teil 7. Zement-Kalk-Gips 42 (1989) No. 6, pp. 306–310.
- [2] EN 196-1: 2005-05 Methods of testing cement Part 1: Determination of strength.
- [3] H. Schellhorn, R. Struth, F. Sybertz, CEN standard sand – a proven quality control product. CEMENT INTERNATIONAL 5 (2007) No. 2, pp. 54–62.

Quality assurance and process control in a modern cement works^{*)}

Qualitätssicherung und Prozesskontrolle im modernen Zementwerk^{*)}

► **Dr. P. Boos, HeidelbergCement AG, Head of the Central Laboratory in Ennigerloh; Technical Managing Director of Normensand GmbH, Beckum, Germany**

Quality assurance and production monitoring have a long tradition in the cement industry dating as far back as the product standardization of 1877/78. Just as it did then, the valid product standard indicates the minimum amount of testing required to ensure that the cements comply with the standards.

The tasks of a modern works laboratory are varied, must be performed promptly and exceed the level of testing required by the standards. In addition to ensuring routine compliance of the products with the standards, the overriding objective of HeidelbergCement is to be able to offer customers products of consistently high quality.

To meet this quality objective the product must be monitored through regular sampling during each production step in the cement works, starting with the basic materials through to shipment.

At the Ennigerloh site, production control and self-monitoring of the cement works are carried out in a three-shift operation over 24 hours. In addition to the shift operation, quality assurance at the central laboratory in Ennigerloh includes a physical and a chemical-mineralogical laboratory and a concrete laboratory.

Although the production stages in the various cement works are essentially comparable, they differ in their detail, meaning that the quality assurance priorities at the individual plants can differ.

This begins right at the start with the raw materials from the quarries; for example, the limestone and lime marl used in Ennigerloh are extremely uniform, so that only one daily average sample is needed to check the daily average of the quality criteria, namely calcium carbonate content, loss on ignition and chemical composition each day.

The laboratory assistants on shift take regular samples of the raw materials. If the raw meal grinding plants are in operation, manual samples are taken twice per shift from the conveyor under the crushed limestone silos. All of the samples are mixed to form the daily average sample mentioned above, and transferred to the chemical-mineralogical laboratory.

In the first process step in the cement works the kiln-ready raw meal is produced from the basic materials in the raw meal grinding plant. An average sample is taken fully automatically every 30 minutes after the grinding plant and before the raw meal silo. It is emptied into a container and transported to the central laboratory via a pneumatic dispatch system. In the laboratory, the fully automatic laboratory automation system (POLAB®) receives the samples every half an hour, prepares them and determines the

Die Qualitätssicherung und Produktionsüberwachung in der Zementindustrie hat eine lange Tradition, die bis in die Zeit der Produktnormung in den Jahren 1877/78 zurückreicht. Damals wie heute gibt die gültige Produktnorm den Mindestprüfaufwand vor, mit dem die Normkonformität der Zemente sichergestellt wird.

Die Aufgaben eines heutigen Werklabors sind vielfältig, müssen zeitnah erfolgen und übersteigen den normativ geforderten Prüfaufwand. Neben der selbstverständlichen Sicherstellung der Normkonformität der Produkte ist das übergeordnete Ziel von HeidelbergCement, den Kunden Produkte von gleichmäßig hoher Qualität zu bieten.

Um diesem Qualitätsziel gerecht zu werden, muss an jedem Produktionsschritt in den Zementwerken, beginnend bei den Ausgangsstoffen bis hin zur Verladung, das Produkt durch regelmäßige Probenahmen überwacht werden.

Am Standort Ennigerloh wird die Produktionskontrolle und Eigenüberwachung des Zementwerkes im Dreischichtbetrieb über 24 Stunden sichergestellt. Neben dem Schichtbetrieb gehören zur Qualitätssicherung des zuständigen Zentrallabors Ennigerloh ein physikalisches und ein chemisch-mineralogisches Labor sowie ein Betonlabor.

Obwohl die Produktionsschritte in den Zementwerken prinzipiell vergleichbar sind, unterscheiden sie sich dennoch in Details, so dass sich die Akzente der Qualitätssicherung in den einzelnen Werken unterscheiden können.

Das beginnt bereits bei den vorhandenen Rohmaterialien aus den Steinbrüchen: beispielsweise besitzen in Ennigerloh die eingesetzten Kalksteine bzw. Kalksteinmergel eine sehr hohe Gleichmäßigkeit, so dass pro Tag lediglich an einer Tagesdurchschnittsprobe die Qualitätskriterien Calciumcarbonatgehalt, Glühverlust und chemische Zusammensetzung überprüft werden müssen.

Die Probenahme der Ausgangsstoffe erfolgt regelmäßig durch den Schichtlaboranten. Sind die Rohmehlmahlanlagen in Betrieb, erfolgt je Schicht zweimal eine händische Probenahme an den Bandwaagen unterhalb der Kalksteinschotter-silos. Alle Proben werden zu der obengenannten Tagesdurchschnittsprobe gemischt und vom chemisch-mineralogischen Labor übernommen.

Im ersten Prozessschritt wird im Zementwerk in der Rohmehlmahlanlage aus den Ausgangsstoffen das ofenfertige Rohmehl hergestellt. Jeweils über 30 Minuten wird hinter der Mahlanlage vor dem Rohmehlsilo vollautomatisch eine Durchschnittsprobe gesammelt, in einen Behälter gefüllt und mit einer Rohrpostanlage zum Zentrallabor transportiert. Im Labor wird dann im vollautomatischen Laborautomatonsystem (POLAB®) halbstündlich die Probe entgegenge-

^{*)} Authorized reprint of parts of the German text from Newsletter Technik 10/2010 of the HeidelbergCement AG, pp 4-7

^{*)} Genehmigter Nachdruck von Teilen des deutschen Textes aus Newsletter Technik 10/2010 der HeidelbergCement AG, Seite 4-7

chemical composition using the X-ray fluorescence unit. The digitally produced results of the analyses are constantly reviewed by the shift operation. Variations in the chemical composition of the raw meal from the target value are automatically corrected.

This ensures that even small fluctuations in the chemistry of the natural limestone and lime marl can be smoothed out. This results in a raw meal with a very homogeneous composition, which is a prerequisite for qualitatively uniform clinker production.

In the following production step, the kiln process, the raw meal is fed continuously via a screw at the top of the two-string cyclone preheater into the kiln system. The cyclone preheater is an important part of an economically optimum cement kiln system. The raw meal is fed in the gas flow and carried with the gas flow into the next lower-lying cyclone level.

The Ennigerloh plant has a four-stage cyclone preheater. A daily average hot meal sample is taken continuously and automatically from the kiln plant at the lowest cyclone and analysed chemically and mineralogically. The results from this sample allow conclusions to be drawn on the stability of the cement kiln atmosphere.

Within about 45 minutes, the material from the cyclone preheater passes through the rotary kiln in the direction of the main burner to the clinker cooler. The hottest zone reaches temperatures of more than 1450°C. This partially melts the material and allows the main cement clinker phases (C3S, C2S) to form. In order to obtain the cement clinker properties, the clinker must be cooled quickly with air to < 250-300 °C in the clinker cooler located immediately downstream from the main burner. The clinker is transported on apron conveyors to the clinker silos. An automatic sampler is installed en route to the silos. Specific sample quantities are taken from the material stream every hour and collected in a container. These combined samples are tested daily in the laboratory to determine the chemical and mineralogical production parameters. For example, quantitative X-ray diffraction (Rietveld) is used to monitor the mineral content of the clinker. This records in real time any deviations in the mineral content from the works' target values and allows corrective action to be initiated very quickly in the clinker production process by the laboratory in close cooperation with the production department.

nommen, aufbereitet und die chemische Zusammensetzung mit dem Röntgen-Fluoreszenz(RF)-Gerät ermittelt. Die digital erstellten Ergebnisprotokolle der Analysen werden kontinuierlich vom Schichtbetrieb überprüft. Abweichungen in der chemischen Zusammensetzung des Rohmehls vom Soll-Wert werden automatisch korrigiert.

Auf diese Weise können selbst geringe Schwankungen im Chemismus des natürlichen Kalksteins und Kalksteinmergels ausgeglichen werden. Daraus resultiert ein sehr homogen zusammengesetztes Rohmehl, welches eine Grundvoraussetzung für eine qualitativ gleichmäßige Klinkerherstellung ist.

Im folgenden Produktionsschritt, dem Ofenprozess, wird das Rohmehl über eine Schnecke am oberen Ende des zweisträngigen Zyklonvorwärmers kontinuierlich in das Ofensystem eingeschleust. Der Zyklonvorwärmer ist ein wichtiger Bestandteil wirtschaftlich optimaler Zementofensysteme. Das Rohmehl wird in den Gasstrom aufgegeben und mit dem Gasstrom der jeweils tiefer gelegenen Zyklonenstufe zugeführt.

Das Werk Ennigerloh hat einen vierstufigen Zyklonvorwärmer. Am untersten Zyklonen wird kontinuierlich und automatisch eine Tagesmittelheißmehlprobe aus dem Ofenbetrieb genommen und chemisch-mineralogisch untersucht. Aus den Analyseergebnissen dieser Probe kann auf die Stabilität der Drehofenatmosphäre rückgeschlossen werden.

Innerhalb von rund 45 Minuten wandert das Material vom Zyklonvorwärmer durch den Drehrohrföfen in Richtung Hauptbrenner zum Klinkerkühler. In der heißesten Zone werden Temperaturen von mehr als 1.450°C erreicht, so dass das Material teilweise aufgeschmolzen ist und sich die Hauptzementklinkerphasen (C3S, C2S) bilden können. Um die Eigenschaften des Zementklinkers zu erhalten, muss der Klinker unmittelbar hinter dem Hauptbrenner im Klinkerkühler schnell mit Luft auf < 250-300 °C abgekühlt werden. Der Klinker wird auf Plattenbändern zu den Klinkersilos transportiert. Auf dem Weg zu den Silos ist ein automatischer Probennehmer installiert. Stündlich werden definierte Probemengen aus dem Materialstrom gezogen und in einem Behälter gesammelt. An dieser Sammelprobe werden täglich die chemisch-mineralogischen Produktionsparameter im Labor ermittelt. Beispielsweise wird mit der quantitativen Röntgenbeugungsdiffraktometrie (Rietveld) der Mineralbestand im Klinker überwacht. Auf diese Weise werden Abweichungen des Mineralbestandes von den Zielvorgaben des Werkes zeitnah registriert und Korrekturmaßnahmen können sehr schnell vom Labor in



Figure 1: Fused tablets are produced from the clinker and cement samples for the X-ray fluorescence analysis.

Figure 1: Für die Röntgen-Fluoreszenz-Analyse (RFA) werden aus den Klinker- und Zementproben Schmelztabletten hergestellt.



Figure 2: In addition to the standard physical and mechanical measurements (compressive and bending tensile strength), polarisation microscopy and atomic absorption spectrometry (AAS) are also used in the central laboratory to deal with specific problems.

Figure 2: Neben standardmäßig durchgeführten physikomechanischen Messungen (Druck- und Biegezugfestigkeit) werden im Zentrallabor bei speziellen Fragestellungen auch die Polarisationsmikroskopie und die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) angewendet.

Thanks to the site-specific conditions, daily average samples of clinker are more than sufficient in Ennigerloh, because the required homogeneity of the product is ensured in advance by means of the half-hourly raw meal checks. In other HeidelbergCement works, additional corrective substances are, for example, added at the kiln inlet the input quantity of which is controlled by the chemical and mineralogical parameters of the clinker. In these works, the clinker is analyzed continuously (e.g. hourly). Both methods guarantee the required uniformity of the products.

In addition to the materials produced in the works itself, modern cement works also make use of other basic materials such as granulated blastfurnace slag, fly ash, trass, gypsum, anhydrite, etc. An initial sample is taken of all the supplied basic materials to check the respective site-specific chemical and physical product requirements. So at the Ennigerloh site, for example, the chemical composition of the incoming granulated blastfurnace slag is determined by X-ray fluorescence analysis, along with the chemical and physical water content, the SO₃ content and other parameters.

The clinker production process is followed by the grinding of the material to make cement. As with the raw meal samples, average cement samples are taken continuously and fully automatically between the cement mills and the silo and transported to the automated laboratory system via the works' pneumatic delivery system. During the production process, the particle size distribution and the sulfate content are checked every hour; in the case of cement containing granulated blastfurnace slag, X-ray fluorescence analysis is also used to check the cement's slag content. The shift laboratory assistant compares the results of the analysis with the target values specified by the quality department. If the analysis values of a sample lie outside the tolerance range, the laboratory assistant contacts the control room and the shift supervisor. While the control room instigates the specified corrective actions or, where appropriate, stops the grinding process, the shift supervisor checks the plant.

European cement standard DIN EN 197-1 defines the properties and requirements for common cements and their constituents. In a standard-compliant production process the product must be continuously assessed by checking spot samples. The standard defines the minimum test fre-

enger Zusammenarbeit mit der Produktion in die Klinkerproduktion eingeleitet werden.

Durch die standortspezifischen Gegebenheiten sind in Ennigerloh Tagesmittelproben des Klinkers mehr als ausreichend, da im Vorfeld mit der halbstündlichen Rohmehlkontrolle die notwendige Homogenität im Produkt sichergestellt ist. In anderen Werken von HeidelbergCement werden z.B. im Ofeneinlauf noch weitere Korrekturstoffe aufgegeben, deren Zugabemengen über die chemisch-mineralogischen Parameter des Klinkers gesteuert werden. In diesen Werken wird der Klinker kontinuierlich (z. B. stündlich) analysiert. Beide Methoden gewährleisten die erforderliche Gleichmäßigkeit der Produkte.

Neben den im Werk selbst produzierten Materialien werden in modernen Zementwerken weitere Ausgangsstoffe wie Hüttsand, Flugasche, Trass, Gips, Anhydrit, usw. eingesetzt. Von allen angelieferten Ausgangsstoffen werden Eingangspröben genommen und die jeweiligen werkspezifischen chemisch-physikalischen Produkthanforderungen überprüft. So werden am Standort Ennigerloh beispielsweise an den angelieferten Hüttsanden die chemische Zusammensetzung mittels Röntgenfluoreszenzanalyse, der chemische und physikalische Wassergehalt, der SO₃-Gehalt und weitere Parameter ermittelt.

Der Klinkerproduktion schließt sich die Mahlung der Ausgangsstoffe zum Zement an. Wie die Rohmehlproben werden vollautomatisch Zementdurchschnittspröben kontinuierlich zwischen den Zementmühlen und dem Silo genommen und mit dem Rohrpostsystem des Werkes zum Laborautomations-system transportiert. Während der Produktion wird stündlich die Korngrößenverteilung sowie der Sulfatgehalt kontrolliert; bei hüttsandhaltigen Zementen wird mit der Röntgenfluoreszenzanalyse zudem der Hüttsandgehalt im Zement überprüft. Der Schichtlaborant vergleicht die Analyseergebnisse mit den von der Qualitätsleitung vorgegebenen Zielwerten. Sollten einmal die Analysenwerte einer Probe außerhalb des Toleranzbereiches liegen, kontaktiert der Laborant den Leitstand und den Schichtmeister. Während der Leitstand die vorgegebenen Korrekturmaßnahmen einleitet oder ggf. die Mahlung stoppt, überprüft der Schichtmeister bereits die Anlage.

Die Europäische Zementnorm DIN EN 197-1 legt die Eigenschaften und Anforderungen an die Normalzemente und ihre Bestandteile fest. Für eine normkonforme Produktion muss das Produkt auf der Grundlage von Stichprobenprüfungen

quency for this. Samples of each cement type must be taken twice a week from the dispatch silo and used to determine the physical standard parameters such as early and standard strength, initial setting time, volume stability, etc. Sampling is carried out manually at the dispatch silos. This means that in total the central laboratory at Ennigerloh determines the physical standard parameters of around 4700 cement spot samples per year. In addition, the chemical parameters (loss on ignition [CEM I CEM III], insoluble residue [CEM I, CEM III], sulfate content, chloride content, pozzolanicity [CEM IV], composition) of average samples are also documented each month. In the case of newly produced cement types, the normative level of testing in the initial period of production is doubled.

All results are recorded in the corporate laboratory information system (LIMS) in Ennigerloh and regularly compared against the site-specific target values by the laboratory supervisor.

In addition to the testing requirements set out in DIN EN 197-1, there are other test requirements for special properties and country-specific monitoring tests for markets outside Germany. As part of the self-monitoring of the three HeidelbergCement works at Ennigerloh, Paderborn and Geseke, the central laboratory in Ennigerloh carried out more than 20000 strength tests in the 2009 test period.

Compliance of the cement production process with the standards is ensured by a recognized certification body. This third party inspection body carries out its own regular unannounced sampling and inspects in detail all the company production monitoring control parameters of the quality laboratory.

In addition to its round-the-clock quality assurance role, the central laboratory is also the contact point for customers at all times. Working together with the building consultancy department across multiple disciplines, solutions are quickly developed for customer applications or production problems. This special, additional service requires considerable commitment and a high level of technical expertise on the part of the laboratory staff.

Due to the high technical competence of the laboratory assistants in all three laboratory units, the extensive instrumental equipment, the close proximity to the cement production operation, and the diverse range of products produced at the three monitored sites, the central laboratory is absolutely ideal as a training laboratory. Six young people are currently being trained at Ennigerloh as construction material inspectors. This will ensure that the cement industry will also be able to count on highly skilled staff in the future for quality assurance, production control and product development.

fortlaufend bewertet werden. Die Norm definiert hierfür die Mindestprüfhäufigkeit. Von jeder Zementsorte müssen zweimal pro Woche Proben am Versandsilo gezogen werden, an denen die physikalischen Normparameter, wie Anfangs- und Normfestigkeit, Erstarrungsbeginn, Raumbeständigkeit usw., bestimmt werden. Die Probennahme erfolgt händisch an den Versandsilos. Insgesamt werden so im Zentrallabor Ennigerloh an rd. 4.700 Zementstichproben im Jahr die physikalischen Normparameter ermittelt. Darüber hinaus werden monatlich an Durchschnittsproben chemische Parameter (Glühverlust [CEM I, CEM III], unlöslicher Rückstand [CEM I, CEM III], Sulfatgehalt, Chloridgehalt, Puzzolanität [CEM IV], Zusammensetzung) dokumentiert. Bei neu produzierten Zementarten verdoppelt sich der normative Prüfaufwand im Anfangszeitraum der Produktion.

Alle Ergebnisse werden in Ennigerloh in das unternehmensinterne Laborinformations- und Managementsystem (LIMS) eingetragen und von der Laborleitung regelmäßig mit den werksspezifischen Zielwerten abgeglichen.

Zusätzlich zu den Prüfanforderungen nach DIN EN 197-1 kommen noch Prüfanforderungen bzgl. Sondereigenschaften und länderspezifische Überwachungsprüfungen für Märkte außerhalb Deutschlands hinzu. So wurden im Rahmen der Eigenüberwachung im Zentrallabor Ennigerloh im Prüfzeitraum 2009 mehr als 20000 Festigkeitsprüfungen durchgeführt.

Die Normkonformität der Zementproduktion wird durch eine anerkannte Zertifizierungsstelle sichergestellt. Dieser Fremdüberwacher führt regelmäßig unangekündigt eigene Probennahmen durch und prüft detailliert alle die werkseigene Produktionskontrolle betreffenden Parameter des Qualitätslabors.

Neben der Qualitätssicherung rund um die Uhr ist das Zentrallabor auch stets Ansprechpartner für Kunden. In interdisziplinärer Zusammenarbeit mit der Bauberatung werden schnell Lösungen für Anwendungen oder Produktionsprobleme der Kunden erarbeitet. Dieser spezielle Service ist eine zusätzliche Leistung, die ein hohes Engagement sowie hohe Fachkompetenz bei den Mitarbeitern im Labor voraussetzt.

Das Zentrallabor ist aufgrund der hohen fachlichen Kompetenz der Laboranten in allen drei Laboreinheiten, der umfangreichen instrumentellen Ausstattung, der unmittelbaren Nähe zur Zementproduktion sowie der Produktvielfalt der drei überwachten Standorte als Ausbildungslabor geradezu prädestiniert. Derzeit werden sechs junge Menschen in Ennigerloh zum Baustoffprüfer ausgebildet: Damit wird die Zementindustrie auch in Zukunft bei der Qualitätssicherung, Produktionsüberwachung und Produktentwicklung auf hochqualifizierte Mitarbeiter zählen können

Autoren der Fachartikel / Authors of the articles:



Dr. Peter Boos
 Normensand GmbH, Beckum,
 Deutschland/Germany
 Internet: www.normensand.de



Dr. Silvan Baetzer
 Forschungsinstitut der Zementindustrie GmbH,
 Düsseldorf, Deutschland/Germany
 Internet: www.vdz-online.de



PR-Unterstützung durch / Public relations support by:



Joachim Polzin M.A.
 Pott's Holte 26
 D-59302 Oelde
 Mobil: +49 15208705264
 E-Mail: info@polzinkomm.de
 Internet: www.polzinkomm.de

DIN EN ISO 9001 Zertifikat und
 BG-Gütesiegel „Sicher mit System“ /
 DIN EN ISO 9001 Certificate and
 BG quality seal „secure by system“



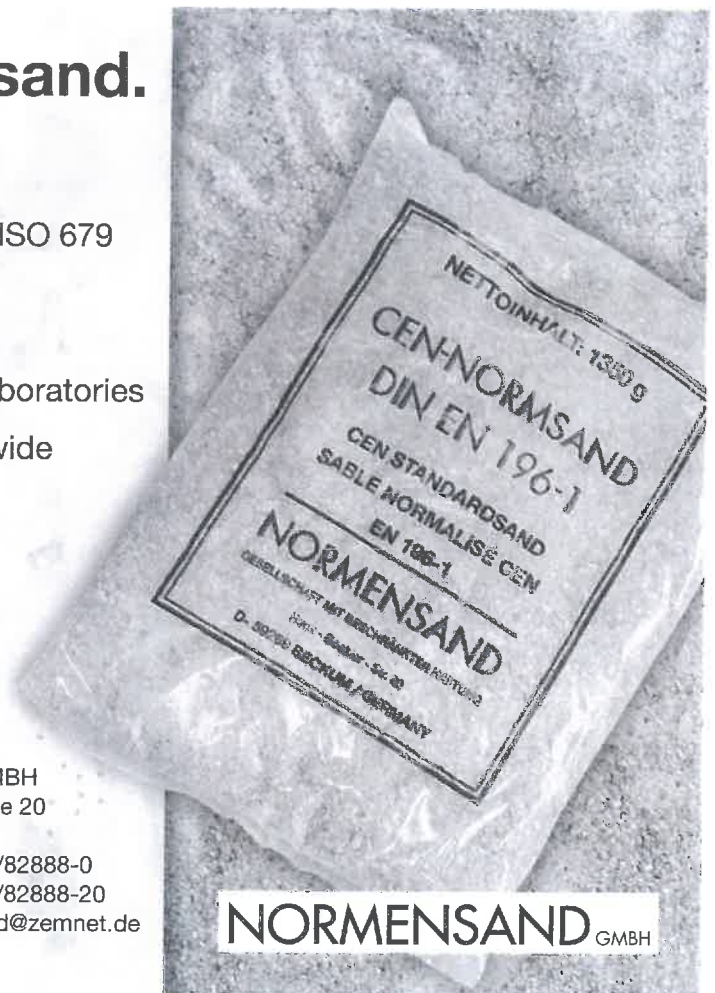
**German standard sand.
 Quality worldwide.**

- Conforming to DIN EN 196-1 and ISO 679
- More than 50 years experience in standard sand
- Partner of cement industry and laboratories
- Customers in 70 countries worldwide

www.normensand.de



NORMENSAND GMBH
 Hans-Böckler-Straße 20
 D-59269 Beckum
 Phone: +49(0)2521/82888-0
 Fax: +49(0)2521/82888-20
 E-Mail: normensand@zemnet.de



NORMENSAND GMBH