

	ISTRUZIONE OPERATIVA: VALORE DEL BLU DI METILENE	IO/LAB04/85
		REV00 DEL 03/04/09
		Pagina 1 di 6

SETTORE	<input type="checkbox"/> LI leganti idraulici	<input type="checkbox"/> CA calcestruzzi	<input checked="" type="checkbox"/> AG aggregati	<input type="checkbox"/> LM laterizi per murature	<input type="checkbox"/> LS laterizi per solai	<input type="checkbox"/> AC acciai da c. a.	<input type="checkbox"/> AP acciai da c. a. p.	<input type="checkbox"/> AL Acciai da laminati e profilati
----------------	--	--	--	---	--	--	---	--

INDICE:

- 1) Scopo
- 2) Campo di applicazione
- 3) Norma di riferimento
- 4) Definizioni e simboli
- 5) Responsabilità
- 6) Apparecchiature
- 7) Modalità esecutive
- 8) Esposizione dei risultati

1. Scopo

Lo scopo della prova è quello di determinare il valore del blu di metilene della classe granulometrica 0/2 mm negli aggregati fini e negli aggregati misti. Ai fini della prova gocce di una soluzione di blu di metilene vengono aggiunte in successione ad una sospensione del campione in acqua. L'assorbimento della soluzione colorata da parte del campione viene verificato dopo ogni aggiunta di soluzione osservando la macchia su carta filtrante per rilevare la presenza di colorante libero. Quando la presenza di colorante non assorbito viene confermata, il valore del blu di metilene (MB) viene calcolato ed espresso come grammi di colorante assorbito per kilogrammo della frazione provata.

2. Campo di applicazione

La prova si applica agli aggregati naturali, secondo quanto espresso dalla norma di riferimento: UNI EN 933-8 (indicata dalla UNI EN 12620 nell'appendice D e nel prospetto 1 della UNI 8520-1) E' opportuno ricordare che gli aggregati sono classificati dalla UNI EN 12620 come segue:

Aggregato	Dimensione
Grosso	$D/d \leq 2$ o $D \leq 11,2$ mm
	$D/d > 2$ e $D > 11,2$ mm
Fine	$D \leq 4$ mm e $d = 0$
Naturale 0/8	$D = 8$ mm e $d = 0$
Misto	$D \leq 45$ mm e $d = 0$

3. Norma di riferimento

- UNI EN 933-8 (Prove per determinare le caratteristiche geometriche degli aggregati – Valutazione dei fini – Prova dell'equivalente in sabbia)
- UNI EN 12620 (Aggregati per calcestruzzo)
- UNI 8520-1 (Aggregati per calcestruzzo-Istruzioni complementari per l'applicazione della EN 12620-Parte 1: Designazione e criteri di conformità)
- UNI 8520-2 (Aggregati per calcestruzzo-Istruzioni complementari per l'applicazione della EN 12620-Parte 2: Requisiti)

	ISTRUZIONE OPERATIVA: VALORE DEL BLU DI METILENE	IO/LAB04/85
		REV00
		DEL 03/04/09 Pagina 2 di 6

SETTORE	<input type="checkbox"/> LI leganti idraulici	<input type="checkbox"/> CA calcestruzzi	<input checked="" type="checkbox"/> AG aggregati	<input type="checkbox"/> LM laterizi per murature	<input type="checkbox"/> LS laterizi per solai	<input type="checkbox"/> AC acciai da c. a.	<input type="checkbox"/> AP acciai da c. a. p.	<input type="checkbox"/> AL Acciai da laminati e profilati
----------------	--	--	--	---	--	--	---	--

4. Definizioni e simboli

SPE	Sperimentatore
DL	Direttore del Laboratorio
MIN	Minuta di prova

5. Responsabilità

5.1 Responsabilità dello Sperimentatore

Lo sperimentatore è responsabile:

- della precisa e puntuale applicazione di quanto previsto dal MQ del Sistema di Qualità Aziendale;
- della corretta esecuzione della prova;
- della corretta trascrizione ed elaborazione dei dati;
- del corretto uso della strumentazione utilizzata.

5.2 Responsabilità del DL

Il Direttore del Laboratorio è responsabile:

- Della precisa e puntuale applicazione di quanto previsto dal MQ del Sistema di Qualità Aziendale;
- Della correttezza delle elaborazioni;
- Della certificazione emessa a fronte della prova fatta.

6. Apparecchiature

- Soluzione colorante, soluzione di blu di metilene di qualità normale o tecnica, (10,0±0,1)g/l. Il periodo massimo di uso della soluzione deve essere 28 giorni. La soluzione deve essere conservata al riparo dalla luce
- Acqua distillata o demineralizzata
- Buretta, con capacità da 100 ml o da 50 ml graduata ad 1/10 ml o a 1/5 ml, o una micro buretta da 5 ml e una da 2 ml
- Carta da filtro, quantitativa ed esente da ceneri (< 0,010%); 95 g/m²; spessore 0,20 mm; velocità di filtraggio 75 s; dimensione dei pori 8µm
- Bacchetta in vetro, lunghezza 300mm; diametro 8mm
- Agitatore rotante, in grado di rotare a velocità variabili fino a (600±60) giri/min⁻¹ con tre o quattro lame rotanti di diametro (75±10) mm
- Bilancia, precisa allo 0,1% della massa da pesare
- Cronometro o temporizzatore, graduato in secondi
- Staccio di prova, apertura 2mm, con stacci di protezione (se necessario)
- Bicchiere, di vetro o di plastica, capacità circa da 1l a 2l
- Flacone, di vetro, capacità 1l
- Forno ventilato, controllato termostaticamente per mantenere una temperatura di (110±5)°C
- Termometro, graduato in gradi Celsius
- Spatola
- Essiccatore

	ISTRUZIONE OPERATIVA: VALORE DEL BLU DI METILENE						IO/LAB04/85	
							REV00	
							DEL 03/04/09 Pagina 3 di 6	

SETTORE	<input type="checkbox"/> LI leganti idraulici	<input type="checkbox"/> CA calcestruzzi	<input checked="" type="checkbox"/> AG aggregati	<input type="checkbox"/> LM laterizi per murature	<input type="checkbox"/> LS laterizi per solai	<input type="checkbox"/> AC acciai da c. a.	<input type="checkbox"/> AP acciai da c. a. p.	<input type="checkbox"/> AL Acciai da laminati e profilati
----------------	--	--	--	---	--	--	---	--

7. Modalità Esecutive

7.1. Operazioni preliminari:

- a. Individuazione del materiale da sottoporre a prova
Lo sperimentatore, dalla lavagna sita in laboratorio evince il campione di laboratorio da mettere in lavorazione.
- b. Preparazione dei campioni di prova
Identificato il campione procede alla riduzione dello stesso, in conformità alla UNI EN 932-2 , al fine di ottenere una porzione di prova contenente almeno 200g della frazione 0/2mm. Essicca la porzione di prova a $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ fino a massa costante e la lascia raffreddare. Staccia la porzione di prova essiccata su uno staccio da 2mm, protetto se necessario da un altro staccio, ed utilizza una spazzola sullo staccio per garantire l'effettiva separazione e raccolta di tutte le particelle della frazione 0/2 mm. Scarta ogni particella trattenuta dallo staccio da 2mm e, se necessario, riduce ulteriormente la parte passante allo staccio da 2mm in conformità alla UNI EN 932-2 per ottenere un campione di massa pari ad almeno 200g. La massa del campione deve essere maggiore di 200 g, ma non deve avere un valore esatto determinato in precedenza. Determinare la massa del campione, che provvederà a riportare sulla MIN, e la annota come M_1 arrotondandola al grammo più vicino.
- c. Preparazione della soluzione al blu di metilene a 10g/l
Lo sperimentatore, in conformità al procedimento indicato nell'appendice C della UNI EN 933-9, procede alla preparazione della soluzione colorante da utilizzare in fase di prova utilizzando il blu di metilene; ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$, $n\text{H}_2\text{O}$ ($n =$ da 2a3) purezza $\geq 98,5\%$).
Determina il contenuto di acqua, W, della polvere di blu di metilene nel modo seguente:
Pesa approssimativamente 5g di polvere di blu di metilene e ne registra la massa arrotondandola al più vicino 0,01g come M_h
Essicca la suddetta polvere a $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ fino a massa costante
La lascia raffreddare nell'essiccatore, quindi la pesa immediatamente dopo averla tolta dal medesimo
Registra la massa secca arrotondando al più vicino 0,01 g come M_g
Calcola e registra il contenuto di acqua, W, fino al primo decimale utilizzando l'equazione seguente:

$$W = \frac{M_h - M_g}{M_g} \cdot 100 \text{ dove:}$$

M_h è la massa della polvere di blu di metilene, in grammi;

M_g è la massa della polvere di blu di metilene essiccata, in grammi.

(Tale contenuto di acqua deve essere determinato per la preparazione di ogni nuovo lotto di soluzione colorante.)

	ISTRUZIONE OPERATIVA: VALORE DEL BLU DI METILENE	IO/LAB04/85
		REV00 DEL 03/04/09
		Pagina 4 di 6

SETTORE	<input type="checkbox"/> LI leganti idraulici	<input type="checkbox"/> CA calcestruzzi	<input checked="" type="checkbox"/> AG aggregati	<input type="checkbox"/> LM laterizi per murature	<input type="checkbox"/> LS laterizi per solai	<input type="checkbox"/> AC acciai da c. a.	<input type="checkbox"/> AP acciai da c. a. p.	<input type="checkbox"/> AL Acciai da laminati e profilati
----------------	--	--	--	---	--	--	---	--

Preleva una massa di polvere di blu di metilene di $[(100 + W)/10]$ g \pm 0,01g (equivalente a 10 g di polvere secca)

Riscalda da 500 ml a 700 ml di acqua demineralizzata o distillata in un bicchiere, fino ad una temperatura non maggiore di 40°C

Agita il contenuto del bicchiere e contemporaneamente versa la polvere di blu di metilene nell'acqua calda

Continua ad agitare per 45 min, fino al completo scioglimento della polvere, quindi lasciare raffreddare fino a 20°C

Versare in un flacone da 1l di capacità, risciacquando con acqua demineralizzata o distillata per assicurare il completo trasferimento di tutto il colorante nel flacone, assicurandosi che il flacone e l'acqua siano ad una temperatura di (20 ± 1) °C per essere conformi alla taratura del flacone, quindi aggiunge altra acqua demineralizzata o distillata fino al segno indicante 1litro.

Agita il flacone per assicurare il completo scioglimento della polvere e versa il tutto in una bottiglia di vetro scuro per la conservazione

Provvede a riportare sulla bottiglia di conservazione le informazioni seguenti:

- a) soluzione al blu di metilene 10 g/l;
- b) data di preparazione;
- c) data limite per l'utilizzo

La soluzione al blu di metilene così preparata non deve essere utilizzata oltre 28 giorni dopo la data di preparazione.

La rimanenza della soluzione colorante deve essere conservata al buio

d. Minuta di Prova

Si munisce della Minuta di Prova per la registrazione dei dati della prova

7.2. Esecuzione della prova

7.2.1 Descrizione della prova macchia

- Lo sperimentatore, ai fini dell'esecuzione della prova, riporta preliminarmente sulla MIN il valore, in grammi, della massa M_1 del campione di prova ottenuto dal campione originario
- Dopo ogni iniezione di colorante, la prova macchia consiste nel prelevare una goccia di sospensione per mezzo della bacchetta di vetro e depositarla sulla carta da filtro
- La macchia che si forma è costituita da un deposito centrale di materiale, generalmente di colore blu intenso, circondata da una zona bagnata e incolore
- La quantità di sospensione presa per ogni goccia deve essere tale che il diametro del deposito misuri tra 8mm e 12mm
- Lo sperimentatore deve considerare la prova macchia positiva se, nella zona bagnata, si forma attorno al deposito centrale un alone, consistente in un anello persistente di colore blu chiaro di circa 1mm

7.2.2 Preparazione della sospensione

- Lo sperimentatore, ai fini della preparazione della sospensione, versa (500 ± 5) ml di acqua distillata o demineralizzata nel bicchiere ed aggiunge il campione essiccato

	ISTRUZIONE OPERATIVA: VALORE DEL BLU DI METILENE	IO/LAB04/85 REV00 DEL 03/04/09 Pagina 5 di 6
---	---	--

SETTORE	<input type="checkbox"/> LI leganti idraulici	<input type="checkbox"/> CA calcestruzzi	<input checked="" type="checkbox"/> AG aggregati	<input type="checkbox"/> LM laterizi per murature	<input type="checkbox"/> LS laterizi per solai	<input type="checkbox"/> AC acciai da c. a.	<input type="checkbox"/> AP acciai da c. a. p.	<input type="checkbox"/> AL Acciai da laminati e profilati
----------------	--	--	--	---	--	--	---	--

- Mescola bene il tutto con la spatola
- Agita la soluzione colorante (preparata o recuperata come descritto nelle operazioni preliminari della presente istruzione operativa)
- Riempie la provetta con la soluzione colorante e rimettere al buio il resto della soluzione colorante
- Imposta l'agitatore ad una velocità di 600 giri/min⁻¹ e pone l'agitatore a circa 10mm dalla base del bicchiere

7.2.3 Determinazione della quantità di colorante assorbito

- Lo sperimentatore, ai fini della determinazione della quantità di colorante assorbito, pone la carta filtro sopra un bicchiere vuoto, o altro supporto adatto, in modo che la maggiore parte della sua superficie non sia in contatto con qualsiasi solido o liquido
- Dopo avere agitato la sospensione per 5 min a (600±60) giri/min⁻¹, inietta una dose di 5 ml di soluzione colorante nel bicchiere; agitare a (400±40) giri/min⁻¹ per almeno 1 min ed esegue la prova macchia sulla carta da filtro
- Se dopo l'apporto di questi 5 ml iniziali di soluzione colorante l'alone non compare, aggiungere ulteriori 5 ml di soluzione colorante, continuando ad agitare per 1 min ed esegue un'altra prova macchia
- Se l'alone non compare ancora, continuare ad agitare, aggiungendo colorante ed eseguendo prove macchia in questo modo fino a quando non si osserva la formazione di un alone
- Quando questo stadio viene raggiunto, continua ad agitare e, senza ulteriori aggiunte di soluzione colorante, esegue le prove macchia ad intervalli di 1 min
- Se l'alone scompare nel corso dei primi 4 min, aggiunge ulteriori 5 ml di soluzione colorante
- Se l'alone scompare nel corso dei primi 5 min, aggiungere solo 2 ml di soluzione colorante
- In ogni caso, continua ad agitare ed eseguire prove macchia fino a quando l'alone persiste per 5 min
- Registra sulla MIN il volume totale della soluzione colorante V₁, in ml, aggiunta per ottenere un alone che persista per 5 min, arrotondandolo al millilitro più vicino
- Al termine dell'ultima operazione di prova, ripone il residuo del campione di prova sul carrello che successivamente sarà depositato nell'area di stoccaggio del materiale provato per almeno 20 gg.
- Firma la Minuta di Prova

7.3. Riferimenti di calcolo

Il valore del blu di metilene, MB, espresso in grammi di colorante per kilogrammo, della frazione 0/2 mm, viene dato dall'equazione seguente: $MB = \frac{V_1}{M_1} \cdot 10$ in cui

- V₁ è il volume totale della soluzione colorante iniettata, in millilitri
- M₁ è la massa del campione, in grammi

Il valore del blu di metilene, MB, deve essere arrotondando al più vicino 0,1g di colorante per kilogrammo di frazione 0/2 mm

	ISTRUZIONE OPERATIVA: VALORE DEL BLU DI METILENE	IO/LAB04/85 REV00 DEL 03/04/09 Pagina 6 di 6
---	---	--

SETTORE	<input type="checkbox"/> LI leganti idraulici	<input type="checkbox"/> CA calcestruzzi	<input checked="" type="checkbox"/> AG aggregati	<input type="checkbox"/> LM laterizi per murature	<input type="checkbox"/> LS laterizi per solai	<input type="checkbox"/> AC acciai da c. a.	<input type="checkbox"/> AP acciai da c. a. p.	<input type="checkbox"/> AL Acciai da laminati e profilati
----------------	---	---	---	--	---	---	--	---

8. Esposizione dei risultati

I dati riportati sulla MIN servono per la successiva certificazione che oltre ai dati individuativi del certificato di prova ed alle notizie fornite dal Committente conterrà:

- Normativa di riferimento
- Identificazione del campione e i dati inerenti gli aggregati costituenti il campione (dichiarati)
- Riferimenti del verbale di prelievo del campione (data e numero dichiarati)
- Il valore della massa del campione di prova
- Il valore del blu di metilene, MB, per il campione di prova, arrotondato al più vicino 0,1 g/kg
- La data di prova