

**MATERIAU DE REFERENCE
CIMENT PORTLAND (CEM I 52.5N)
REF SN1**

I – Participation et réalisation des essais

Une campagne d'essais Inter laboratoires est organisée chaque année par l'Atilh (Association Technique de l'industrie des Liants Hydrauliques), y participent en particulier les laboratoires de l'Industrie Cimentière en France et en Europe, les laboratoires des Utilisateurs de ciment et des centres de recherches et de contrôles dans le domaine des matériaux de construction.

Cette participation est obligatoire pour les laboratoires accrédités par le Cofrac pour les essais sur les ciments. Les essais sont réalisés selon des méthodes normalisées lorsqu'elles existent et selon des méthodes courantes et traditionnelles dans le cas contraire.

II – Analyse statistique

L'élimination des valeurs aberrantes est effectuée au niveau 98 % par le test de Student. Une réitération est fixée à ce seuil, afin de ne garder que les valeurs rattachées à la distribution « Normale ou Gaussienne » et entièrement définie par les deux paramètres : moyenne et écart type. Le coefficient de variation symbolisé par «V» est le rapport entre l'écart type « σ » et la moyenne «X».

III – Surface spécifique et granulométrie

Pour l'étalonnage de l'appareil de Blaine suivre les prescriptions de la norme NF EN 196-6, notamment pour les corrections de température éventuelles. Pour déterminer le volume de la couche tassée, il n'est pas indispensable d'utiliser le ciment de référence mais celui-ci doit être utilisé systématiquement :

- a) après 1000 essais ;
- b) en cas d'utilisation d'un autre type de liquide manométrique, d'un autre type de papier filtre, d'un nouveau tube de manomètre ou d'un nouveau disque perforé ;
- c) en cas d'écarts systématiques du ciment de référence secondaire.

	Valeurs moyennes \bar{X}	Caractéristiques de dispersion Reproductibilité	
		σ	V (%)
Masse volumique des grains (g/cm ³)	3,11	0,02	0,6
Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	3396	92	2,7

Granulométrie Laser (NF ISO 13320-1)			Granulométrie Alpine (NF X11-640)	
Ouverture de maille équivalente à (μm)	Moyenne % < a	σ (%) (reproductibilité) □	Moyenne % < a	σ (%) (reproductibilité)
2,0	11,4	3,7		
3,15	16,8	4,2		
4	20,1	4,1		
5	23,3	4,1		
6,3	26,9	4,0		
8	31,0	3,8		
12,5	40,4	3,9		
16	46,4	4,6		
25	60,7	4,9		
31,5	68,6	5,1	71,4	6,8
40	77,9	5,0	82,3	2,1
50	85,7	4,6	88,6	2,0
63	92,0	3,5	93,8	1,8
80	96,0	2,2	97,8	1,4
100	98,6	1,2	99,0	1,0
125	99,5	0,7	99,5	0,5
160	99,9	0,3	100	0,04

IV – Composition chimique

Analyse par fluorescence des rayons X (ISO 29581-2)				Analyse par voie chimique (NF EN 196- 2)		
Eléments	Moyenne (%)	Ecart type σ (%) reproductibilité	Coefficient de variation V (%)	Moyenne (%)	Ecart type σ (%) reproductibilité	Coefficient de variation V (%)
Perte au feu	-	-	-	1,39	0,09	6,12
SiO ₂	20,23	0,15	0,76	20,18	0,26	1,29
Al ₂ O ₃	5,24	0,09	1,72	5,32	0,1	1,79
Fe ₂ O ₃	2,00	0,04	1,77	2,03	0,09	4,21
CaO	65,77	0,29	0,45	65,72	0,39	0,6
MgO	1,13	0,04	3,85	1,15	0,1	8,4
SO ₃ ³	3,06	0,06	1,87	3,07	0,1	3,31
CaO libre ²				0,83	0,22	27
Insolubles ³				0,21	0,09	45
Na ₂ O ¹	0,19	0,03	16,14	0,18	0,02	13
K ₂ O ¹	0,28	0,01	5,06	0,28	0,02	8,65
TiO ₂	0,20	0,01	4,23			
P ₂ O ₅	0,57*					
SrO	0,05*					

1 photométrie de flamme 2 toutes méthodes réunies 3 gravimétrie * P₂O₅ ±0,01 % - SrO ±0,004%

V – Conditionnement des échantillons

L'échantillon de ce matériau de référence est conditionné en flacon de 40 g fermé par un bouchon vissé, étanche et sécurisé.

Les propriétés physico-chimiques de l'échantillon sont stables tant que le flacon reste fermé et le bouchon inviolé.

Après l'ouverture du flacon les conditions locales de conservation de l'échantillon (salle à faible hygrométrie, maintien dans un dessiccateur, fermeture immédiate du flacon après usage) permettront sa réutilisation éventuelle.

PORTLAND CEMENT SN1

This standard cement allows the calibration of cement laboratory blainometers.

i. Participation and completion of trials

An inter-laboratory testing campaign is organised annually by the Atilh (Technical Association of the Hydraulic Linkants Industry), in particular the laboratories of the Cement industry in France and Europe, the laboratories of cement users and research and control centres in the field of building materials.

This participation is mandatory for Cofrac-accredited laboratories for cement testing. Tests are conducted using standardized methods where they exist and using common and traditional methods if not.

ii. Statistical Analysis

The elimination of outliers is performed at the 98% level by the Student test. A reiteration is set at this threshold, in order to keep only the values attached to the distribution "Normal or Gaussian" and fully defined by the two parameters: average and standard deviation. The coefficient of variation symbolized by "V" is the ratio between the standard deviation "O" and the "X" average.

iii. Specific surface and granulometry

For the calibration of the Blaine device follow the requirements of the standard NF EN 196-6, especially for possible temperature corrections. To determine the volume of the packed layer, it is not necessary to use the reference cement but it must be used systematically:

a) after 1000 tests;

b) if using another type of manometric fluid, another type of filter paper, a new manometer tube or a new perforated disk.

c) in the case of systematic deviations from secondary reference cement.

	Average values \bar{x}	Dispersion characteristics Reproducibility	
			V (%)
Density of grains (g / cm ³)	3.11	0.02	0.6
Blaine specific surface (cm ² / g)	3396	92	2.7

Laser granulometry (NF ISO 13320-1)			Alpine grain size (NF X11-640)	
Mesh opening equivalent to (μm)	Average% <a	O(%) (reproducibility)	Average% <a	O(%) (reproducibility)
2.0	11.4	3.7		
3.15	16.8	4.2		
4	20.1	4.1		
5	23.3	4.1		
6.3	26.9	4.0		
8	31.0	3.8		
12.5	40.4	3.9		
16	46.4	4.6		
25	60.7	4.9		
31.5	68.6	5.1	71.4	6.8
40	77.9	5.0	82.3	2.1
50	85.7	4.6	88.6	2.0
63	92.0	3.5	93.8	1.8
80	96.0	2.2	97.8	1.4
100	98.6	1.2	99.0	1.0
125	99.5	0.7	99.5	0.5
160	99.9	0.3	100	0.04

X-ray fluorescence analysis (ISO 29581-2)				Chemical analysis (NF EN 196-2)		
Elements	Average (%)	Standard deviation (o) reproducibility	Coefficient of variation V (%)	Average (%)	Standard deviation (o) reproducibility	Coefficient of variation V (%)
Fire loss	-	-	-	1.39	0.09	6.12
SiO ₂	20,23	0,15	0,76	20,18	0,26	1,29
Al ₂ O ₃	5,24	0,09	1,72	5,32	0,1	1,79
Fe ₂ O ₃	2,00	0,04	1,77	2,03	0,09	4,21
CaO	65,77	0,29	0,45	65,72	0,39	0,6
MgO	1,13	0,04	3,85	1,15	0,1	8,4
SO ₃ ³	3,06	0,06	1,87	3,07	0,1	3,31
CaO libre ²				0,83	0,22	27
Insolubles ³				0,21	0,09	45
Na ₂ O ¹	0,19	0,03	16,14	0,18	0,02	13
K ₂ O ¹	0,28	0,01	5,06	0,28	0,02	8,65
TiO ₂	0,20	0,01	4,23			
P ₂ O ₅	0,57*					
SrO	0,05*					

1*flame photometry - 2*all methods combined - 3*gravimetry - * P2O5 \pm 0,01 % -SrO \pm 0,004%

Packaging samples

The sample of this reference material is packaged in a 40 g bottle closed by a screwed, waterproof and secure cap. The physical and chemical properties of the sample are stable as long as the bottle remains closed and the cap is intact. After opening the bottle, the local conditions for preserving the sample (low humidity room, holding in a dryer, immediate closure of the bottle after use) will allow its eventual reuse.