



經濟部標準檢驗局花蓮分局

104 年自行研究計畫

104BSMI-26-60

卜特蘭水泥總添加物項目檢驗技術改進探討

經濟部標準檢驗局花蓮分局 編印

中華民國 104 年 12 月 31 日

標準檢驗局 104 年度 自行研究報告提要表		填表人：林瑞陽 填表日期：104 年 12 月 31 日	
研究報告名稱	卜特蘭水泥總添加物項目檢驗技術改進探討		
研究單位 及研究人員	標準檢驗局花蓮分局 林瑞陽技士、何信輝技士、 陳成碩技士、蔡修裕課長	研究 期程	自 104 年 01 月 01 日 至 104 年 12 月 31 日
報告內容提要			
<p>(一) 研究緣起與目的：卜特蘭水泥為建築工程之重要物質，是混凝土強度之來源，業界有言：『混凝土強度之所在，水泥之所在』，顯示水泥在混凝土材料之重要性，尤其是卜特蘭水泥更是營建業最常使用之水硬性材料。因此，本局將卜特蘭水泥列為應施檢驗品目，以監視查驗方式進行管理。然而，在卜特蘭水泥製造工序中，因應成本降低及其他操作性之需要，是允許添加如石灰石、飛灰或爐渣等添加物的，惟其添加量是被限制的，在 CNS61 國家標準其規定添加量為 5%；而在本局卜特蘭水泥監視查驗相關規定中，規範總添加物之量不得超過 6%。本分局轄區有台灣水泥花蓮廠、台灣水泥和平分公司和平水泥廠、亞洲水泥公司花蓮製造廠及晉瑜水泥研磨公司等卜特蘭水泥製造工廠，其產量約佔全台產量 75%強，是屬於本分局重要的商品管理項目，在管理方式方面，除了採管理系統監視查驗管理外，本分局亦負責其他分局水泥物性、化性及總添加物之檢驗工作，其中又以總添加物項目之檢測在時間人力上耗費較多。為探討這方面之技術問題，104 年度特選此一議題作為自行研究之題目，期能在總添加物項目方面，有一致性之作法，期能達到檢驗流程改善及優化之目的。</p> <p>(二) 研究方法與過程：本自行研究題目以探討卜特蘭水泥中總添加物含量為目標，其依據之檢測方法為『CNS12459 卜特蘭與</p>			

水硬性混合水泥中水淬高爐爐渣、矽質材料、飛灰及石灰石含量之測定法』，本次研究主題係以該 CNS 所規範之方法為主軸，實務執行試驗以驗證其操作適當性及一致性，若於檢測過程中有不適於現場操作之狀況或有不利於試驗順暢性者，即進行探討，並設法解決，惟解決之方法不能逾越 CNS12459 之規範及內容。本次研究內容選定石灰石、飛灰及爐渣等添加物之檢測流程為標的，逐項進行探討，即在各添加物檢項中，將石灰石、飛灰及爐渣之檢測方法作解析，並探討其可能影響數據結果之參數及關鍵點，再以配合之作法進行驗證，以確認其可行性。本研究之檢測參數以溫度之設定、滴定體積之設定及計數方式之調整等作為改進之目標。

- (三) 研究發現與建議：本次研究有三項主軸分別探討：(1)石灰石及飛灰在高溫灼燒後冷卻時間之訂定，以確保秤重之一致性及準確性。(2)爐渣樣品中硫化物硫蒸餾過程煮沸階段之設定，以確認煮沸之時間固定，而確保樣品中硫化物硫完整被蒸餾出來；另一重點在於以碘酸鉀標準液進行滴定时所使用滴定管之容積，當滴定量較低時，使用較大容積之滴定管(如 50mL)進行滴定时，其誤差值會偏大(其最小刻度為 0.1mL)，若依 CNS12459 7.3 節乘以 100 倍，則其數據偏差值會更多，據此，本實驗室係改以較小容積之滴定管(如 10mL)進行滴定时，其誤差值會因最小刻度(0.02mL)之縮小而降低。(3)在水淬高爐爐渣與卜特蘭水泥粒子間粒子數比率之測定方面，依 CNS12459 係以光學顯微鏡法作為計數，其執行計數為 9000 顆以上，若以每個視野 50 顆左右來計數，約需執行 180 次之計數及判定，對於操作者是一項沈重及單調之工作，易造成數據之偏差及錯誤；改善之法為善用現有偏光顯微鏡之計數標記系統，將每個視野拍成二個螢幕，而由二位同仁操作，其中一位進行該視野中全顆粒之計數，

另一位則僅作該視野中爐渣粒子之判定及計數，最後再以彙整方式將各視野全顆粒之計數為分母，以判定爐渣粒子數為分子，即可求算出該樣品中水淬高爐爐渣粒子之比率。該方法之精進之道為利用計數軟體將各視野之全顆粒改以掃描計數，則更可以節省時間及人力。但要作要以機器判讀爐渣粒子，則在技術上仍有待開發及努力。

摘要

卜特蘭水泥為營建工程中的重要材料，水泥品質之良窳則密切關乎國人居住安全，無論進口或運出廠場前，必須完成檢驗程序符合國家標準如 CNS61 之必要項目，在化學性質方面，則依據 CNS1078(水硬性水泥化學分析法)與 CNS12459(卜特蘭與水硬性混合水泥中水淬高爐爐渣、矽質材料、飛灰及石灰石之含量測定法)，檢測不溶殘渣、燒失量、三氧化硫、氧化鎂、水淬高爐爐渣、飛灰及石灰石等項目，並計算其添加物之總添加量，以作為判定卜特蘭水泥是否符合規範之依據。

本分局在執行卜特蘭水泥檢驗工作時發現 CNS12459 規範之實驗操作程序較為複雜繁瑣，其中會影響檢驗流程的變因較多，檢驗結果也時常發生重複性不佳及數據偏差的問題，造成檢驗工作之重複及浪費人力時間之情況發生。

為改善前述檢測流程中重複性不佳及數據偏差之問題，本課以自行研究方式針對 CNS12459 中檢測「飛灰」、檢測「石灰石」、「硫化物硫」檢測及光學顯微鏡法測定「水淬高爐爐渣與卜特蘭水泥粒子間粒子數比率」等流程作探討，再以腦力激盪方式尋找「變因之關鍵點」並予探求較佳之解決方法。本分局根據多年卜特蘭水泥檢驗之實際經驗，對於檢驗之流程「變因關鍵點」作出確認，再以集思廣益之方式探討最佳之改善方法，期盼能改善檢驗流程中重複性不佳及數據偏差的問題，以提供更完整快速之卜特蘭水泥檢驗方式，以引領水泥產業之發展，提昇廠商競爭力及保障消費者之權益。

關鍵字：卜特蘭水泥、飛灰、石灰石、硫化物硫、水淬高爐爐渣

目錄

壹、緣起與目的	1
貳、方法與問題：各項添加物含量之測定方法及關鍵點說明	2
(一)飛灰的測定及關鍵點	2
(二)石灰石含量測定及關鍵點說明	3
(三)硫化物硫含量測定及關鍵點說明	4
(四)水淬高爐爐渣含量-光學顯微鏡法	6
參、結果與建議	8
(一)飛灰含量測定之改良	8
(二)石灰石含量測定之改良	10
(三)硫化物硫測定含量測定之改良	12
(四)水淬高爐爐渣含量測定之改良-光學顯微鏡法	13
肆、結語及未來方向	16
伍、參考資料	18

表目錄

表 1：坩鍋於 40°C、30°C 及 20°C 下之重量(g).....	9
表 2：比較分析表(直覺法及一致性法之比較).....	10
表 3：升溫速率比較分析表.....	11
表 4：沸點判定方式分析比較表.....	12
表 5：滴定改良分析比較表.....	13
表 6：水淬高爐爐渣檢測改良分析比較表.....	16

圖目錄

圖 1 高溫鍛燒流程之儀器	3
圖 2 硫化物硫裝置圖	5
圖 3 硫化鋅滴定前後對照圖	6
圖 4 水淬高爐爐渣含量檢測儀器(光學顯微鏡法).....	7
圖 5 No. 80 坩鍋於不同溫度下秤重	9
圖 6 紅外線電子溫度計	10
圖 7 硫化物硫之儀器圖及測量溫度之位置	12
圖 8 偏光光學顯微鏡(300 倍)下之爐渣粒子與水泥粒子	15

卜特蘭水泥總添加物項目檢驗技術改進探討

林瑞陽/花蓮分局技士 何信輝/花蓮分局技士
陳成碩/花蓮分局技士 蔡修裕/花蓮分局課長

壹、緣起與目的

卜特蘭水泥為營建工程中的重要材料，在混凝土及各種水泥製品如高壓混凝土磚成份中，都為一種骨材的填充劑及黏著劑，因此有「混凝土強度係水泥品質及數量表現」之說法。既然各項水泥製品之強度會由水泥品質及數量來表現或呈現，水泥品質之良窳則密切關乎國人居住安全，尤其是卜特蘭水泥屬普遍型之水泥產品，現今商品檢驗法依風險之考量將該項產品列為應施檢驗商品，無論進口或運出廠場前，必須完成檢驗程序符合國家標準如 CNS61 之必要項目，始得於市面上販售。現今卜特蘭水泥產品之檢驗項目可分為物理性質與化學性質二類，其中物理性質有強度(各天期)、細度、空氣含量、熱壓膨脹等檢項；而在化學性質方面，則依據 CNS1078(水硬性水泥化學分析法)檢測不溶殘渣、燒失量、三氧化硫、氧化鎂等項目，又因 CNS61 第 5 節「組成」中規定「水泥製造廠商得選擇水淬高爐爐渣、飛灰或天然石灰石作為添加劑，但三者總添加量不得超過水泥質量之 5%」。因此，在卜特蘭水泥之化學檢項中除了依 CNS1078 所檢測之化學項目外，也應該依據 CNS12459(卜特蘭與水硬性混合水泥中水淬高爐爐渣、矽質材料、飛灰及石灰石之含量測定法)檢測水淬高爐爐渣、飛灰及石灰石等含量，並計算其添加物之總添加量，以作為判定卜特蘭水泥是否符合規範之依據。

本分局在執行卜特蘭水泥檢驗工作時發現 CNS12459 規範之實驗操作程序較為複雜繁瑣，其中會影響檢驗流程的變因較多，檢驗結果也時常發生重複性不佳及數據偏差的問題，造成檢驗工作之重複及浪

費人力時間之情況發生，尤其遇到出廠檢驗產品或進口水泥產品之檢驗案件時，其中檢驗時程較短及檢測報告數據之壓力，係造成同仁工作壓力較為沈重之原因。

為改善前述檢測流程中重複性不佳及數據偏差之問題，本課以自行研究方式針對 CNS12459 中檢測「飛灰」、檢測「石灰石」、「硫化物硫」檢測及光學顯微鏡法測定「水淬高爐爐渣與卜特蘭水泥粒子間粒子數比率」等流程作探討，再以腦力激盪方式尋找「變因之關鍵點」並予探求較佳之解決方法。本分局根據多年卜特蘭水泥檢驗之實際經驗，對於檢驗之流程「變因關鍵點」作出確認，再以集思廣益之方式探討最佳之改善方法，期盼能改善檢驗流程中重複性不佳及數據偏差的問題，以提供更完整快速之卜特蘭水泥檢驗方式，以引領水泥產業之發展，提昇廠商競爭力及保障消費者之權益。

貳、方法與問題：各項添加物含量之測定方法及關鍵點說明

(一)飛灰的測定及關鍵點

1. 測定：

利用飛灰對稀氫氯酸(1+100)之溶解度較小之特性，以試樣中稀氫氯酸之不溶物定量為飛灰含量。簡述 CNS12459 中檢測飛灰之方法：取水泥試樣(約 1g)與適量焦亞硫酸鈉(sodium pyrosulfite)放入裝有稀氫氯酸之燒杯中攪拌，令其溶解並以濾紙過濾，以溫水洗淨 10 次，將過濾後之樣品殘留物連同濾紙置於陶瓷坩鍋(如圖 1)中，經高溫灰化爐鍛燒至 950°C 灼燒 30 分鐘，取出置於乾燥器中至冷卻後秤重。依以下公式計算飛灰含量：

$F_A = (IR_t - S \times IR_c) / (IR_{FA} - IR_c)$ F_A = 飛灰的質量(g)

IR_t : 全部不溶殘留物之質量(g) S = 取樣之質量(g)

IR_c : 1g 水泥不溶殘渣質量，無參考數據時取 0.004g

IR_{FA} : 1g 飛灰不溶殘渣質量，無參考數據時取 0.9g

若 F_A 為負值時，則 $F_A=0$

2. 檢測關鍵點說明：

當檢測階段至由高溫爐取出後，需置於乾燥器中至冷卻階段，但在置冷後，陶瓷坩鍋連同樣品受到室溫及不同置冷溫度影響使坩鍋及樣品熱漲冷縮，會有浮力之變化進而導致重量變化（約 0.005g），此情況在檢驗其他樣品有重量差值較大時影響不明顯；但在檢測飛灰時，1 克水泥試樣過濾完鍛燒後殘留之重量往往只在(0.01g)左右，樣品殘留重量與浮力影響重量相近的情況下，易受到浮力影響導致檢測重量誤差。因此，坩鍋由高溫灰化爐取出後如何取得浮力之一致性是關鍵點之一。

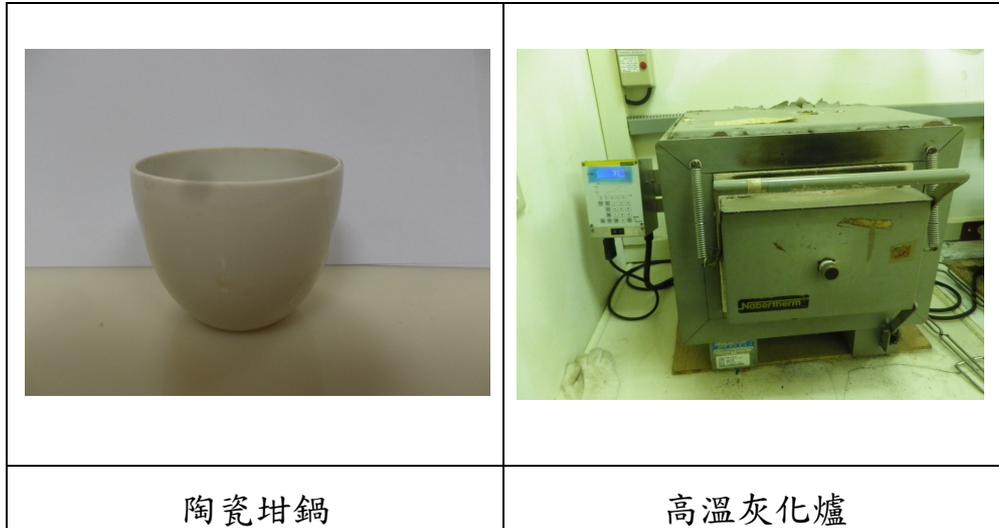


圖 1 高溫鍛燒流程之儀器

(二)石灰石含量測定及關鍵點說明

1. 檢測：(本分局採高溫灰化爐燒失法)

利用水泥樣品在高溫灰化爐中燒失二氧化碳之差值，計算出

水泥樣品中含石灰石之含量。依據 CNS12459 之方法，檢測水泥樣品石灰石含量時，為秤取 1g 水泥樣品於陶瓷坩鍋內後放入高溫灰化爐，鍛燒至 550°C 以去除石灰石以外之雜質後取出秤重，再送入高溫灰化爐升溫鍛燒至 950°C，水泥樣品中的碳酸鈣在 850°C 時會分解為氧化鈣和二氧化碳($\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$)，二氧化碳揮散到大氣中使試樣重量減輕，計算 550°C 及 950°C 下試樣之燒失量差值，推算出水泥樣品中石灰石含量。依以下公式計算石灰石含量：

石灰石含量(%)=

$$[(550^\circ\text{C 灼燒後重} - 950^\circ\text{C 灼燒後重}) / \text{樣品重}] \times 100\%$$

2. 檢測關鍵點說明：

經本分局試驗後發現，升溫速率過快，水泥樣品在快速升溫之下將導致樣品表面產生燒結現象，導致熱傳導不佳，使樣品內部不易受熱，導致 CaCO_3 之轉化率降低，以至於無法測得實際之石灰石含量。

(三) 硫化物硫含量測定及關鍵點說明

1. 檢測：

水泥化性檢驗之重要檢測項目之一為添加物總添加量，總添加量所包含項目飛灰、石灰石及水淬高爐爐渣。其中對於水淬高爐爐渣含量之測定，依 CNS12459 可分為兩種方法，一為推估法，另一為光學顯微鏡法。其中推估法為測定水泥中之硫化物硫含量，進而推算出水淬高爐爐渣之含量，依據 CNS12459 在硫化物硫測定實驗中，係將水泥樣品、去離子水、氫氯酸與氯化亞錫溶液分別注入長頸瓶之後，緩慢通以空氣並「煮沸」其內容物(5~6)分鐘之後停止加熱，再繼續通入空氣(3~4 分鐘)，將加熱後產生

之硫化氫氣體通入含有硫酸鋅銨溶液之高燒杯中反應產生白色沉澱之硫化鋅。如裝置圖 2 所示：

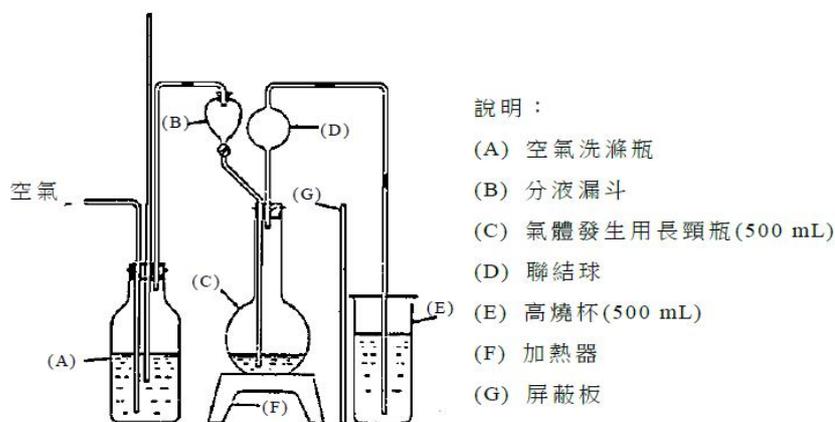


圖 2 硫化物硫裝置圖

在通氣完畢後，將含硫化鋅之高燒杯置冷後，加入澱粉溶液和氫氯酸，立即以碘酸鉀標準溶液(S 濃度=0.00050g/mL)快速以 50mL 容量滴定管滴定之，碘酸鉀標準溶液在酸性條件下生成碘，硫化鋅沉澱物之硫離子被碘氧化生成硫，自身還原成碘離子，滴定過程達碘過量之時，碘與碘離子形成碘酸根離子，碘酸根離子與澱粉反應使溶液變成藍色即為終點(如圖 3)。依以下公式計算硫化物硫含量：

$$X(\%) = [(V \times 0.00050) / S] \times 100\%$$

X：硫化物硫之含量(%)

V：碘酸鉀標準溶液使用量(mL)

S：試樣之質量(g)

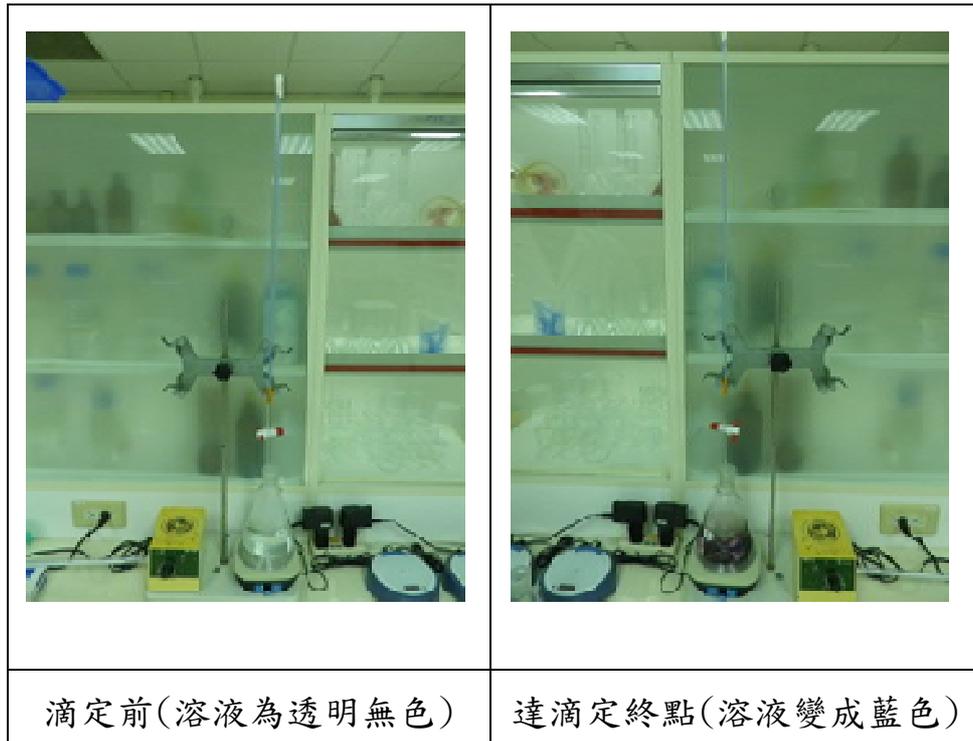


圖 3 硫化鋅滴定前後對照圖

2. 檢測關鍵點說明：

(1)在加熱階段，以往不同檢測人員對於試樣「煮沸」之情況判斷標準不同，開始計時（5~6 分鐘）之起始點亦有不同，導致產生通入之硫化氫氣體量產生差異。

(2)在滴定階段，一般而言，大部分試樣僅需滴定幾滴，約數毫升碘酸鉀標準溶液(S 濃度= 0.00050g/mL)，即達滴定終點，在滴定操作時，滴定達滴定終點前一滴滴下後，受到碘酸鉀標準溶液濃度過高，以及滴定管滴定速率過快影響之下，極易超過滴定終點，造成滴定判定上的誤差，而導致計算之偏差。

(四)水淬高爐爐渣含量-光學顯微鏡法

1. 檢測：

關於水淬高爐爐渣含量之測定，其另一方法為光學顯微鏡

法，其方法為篩分通過試驗篩 $32\mu\text{m}$ 並停留在 $20\mu\text{m}$ 試驗篩之試樣中之水泥試料($20\sim 32\mu\text{m}$)，取適量至於載玻片之上，滴下礦物油(折射率 1.68)1~2 滴後，覆蓋以蓋玻片，並用鑷子等之前端輕敲蓋玻片，使樣品均勻分散於載玻片上，後將載玻片固定於偏光光學顯微鏡上以(200~400)倍觀測，調整視野為 50 顆左右，計算視野內粒子之總數並判斷水淬高爐爐渣的粒子數，檢測之粒子數每個試樣合計 3000 顆，共做三批試樣合計 9000 顆以上，以計算出水淬高爐爐渣與水泥粒子之比例。水淬高爐爐渣含量檢測儀器如圖 4 所示：

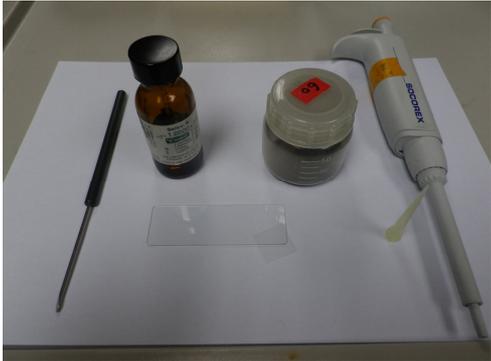
	
<p>噴氣式篩分機</p>	<p>孔徑 $20\ \mu\text{m}$ & $32\ \mu\text{m}$ 不鏽鋼篩</p>
	
<p>偏光光學顯微鏡</p>	<p>試樣製備工具</p>

圖 4 水淬高爐爐渣含量檢測儀器(光學顯微鏡法)

2. 檢測關鍵點說明：

(1)水淬高爐渣粒子與水泥粒子不易區分判定，雖然在 CNS12459 及 CNS12458 中皆提及區分之敘述及特徵方法，但在實務上仍須經過多次之練習及比對，方可以使檢驗者能瞭解其中之作法。

(2)由於計數次數繁多且判斷不易，因此，CNS12459 規範了以計數 9000 顆粒子方式以降低誤差值，但如此之方法操作過程實在太浪費時間，且易造成操作人員眼睛疲勞及計數品質之偏差，且檢驗時間往往需花費 1~2 天來作業，案件量多時往往使得人力不堪負荷，另外，光學顯微鏡法所需判斷數據量大，在判斷時難免出現計數失誤，造成檢測結果易有誤差。若以每個視野 50 顆粒子計數判斷來算，計數 9000 顆則需作 180 個視野之計數及判斷，在人力及眼力之耗費上，易造成損傷及失誤。因此，若能有輔助工具協助計數或標記，則在計數上或判斷上會有不重複或不漏算之優點，但缺點是逐一計數或判斷，在時間上及人力上耗費極大的成本。

參、結果與建議

(一)飛灰含量測定之改良

承貳(一)，為改善不同至冷溫度造成的浮力影響，如下表 1 為陶瓷坩鍋於不同溫度下之重量，由表 1 可得知溫度在 40°C 溫度與 20°C 溫度之重量差距可達 0.005g，此重量差距足以嚴重影響到飛灰含量之計算，是故至冷溫度應有統一標準，本分局改以紅外線電子溫度計(如圖 6) 監控於坩鍋溫度降至 30°C 時，統一開始秤重，以減少溫度浮力所造成之影響。

表 1：坩鍋於 40°C、30°C 及 20°C 下之重量(g)

坩鍋編號／溫度	40°C	30°C	20°C
No. 57	30.7462	30.7478	30.7508
No. 80	30.5662	30.5682	30.5717
No. 105	30.1575	30.1583	30.1619
No. 118	30.3590	30.3600	30.3645
No. 183	28.4711	28.4725	28.4773

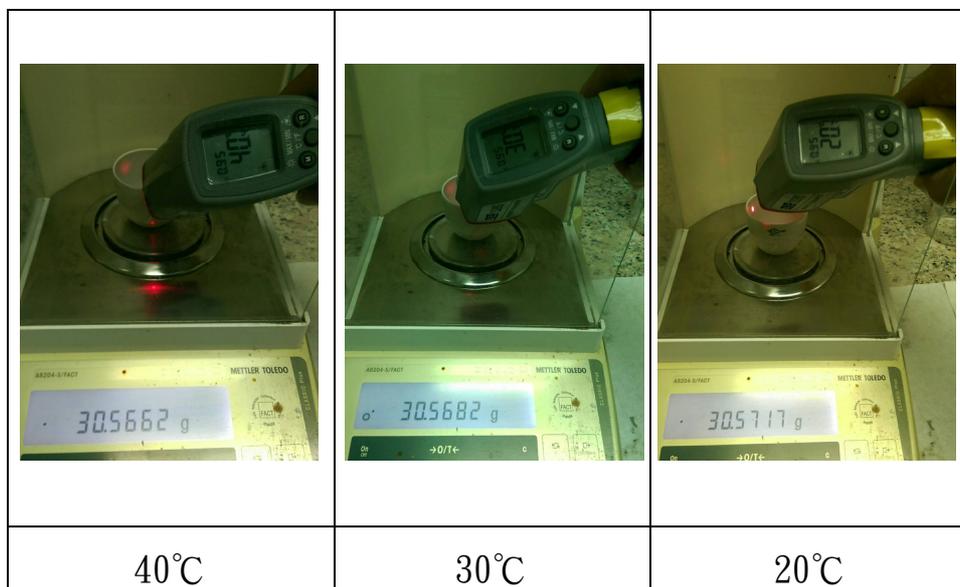


圖 5 No. 80 坩鍋於不同溫度下秤重



圖 6 紅外線電子溫度計

表 2：比較分析表(直覺法及一致性法之比較)

傳統	改良
鍛燒完畢取出，至冷後秤重。	鍛燒完畢取出，以電子溫度計監測至冷卻溫度 30°C 時，統一秤重。
缺點：受四季影響，背景溫度不同，降溫程度亦不同，因測量樣品為微量，不同至冷溫度易受坩鍋熱漲冷縮重量影響，導致誤差	優點：統一坩鍋之測量溫度，排除掉坩鍋熱漲冷縮之重量變化影響，以免坩鍋重量變化影響飛灰含量之秤重。

(二)石灰石含量測定之改良

承貳(二)，經本分局試驗後總結，升溫速率為影響石灰石含量檢驗之重要因素，當溫度從 550°C 升溫至 950°C 時，若控制升溫速率為 400°C/hr，水泥樣品在快速升溫之下將導致樣品表面產

生燒結現象，導致熱傳導不佳，使樣品內部不易受熱，促使 CaCO_3 之轉化率降低，反應無法完全，以至於無法測得實際之石灰石含量。

是故本分局改以緩慢升溫，調整升溫速率為 $100^\circ\text{C}/\text{hr}$ ，緩慢升溫可減少水泥樣品表面之燒結現象產生，以利於高溫熱空氣與樣品之間的熱傳導，防止受熱不均的現象產生，以提高石灰石含量測定之準確性。

另一石灰石含量檢驗之技巧則是於在秤取完水泥樣品之後，可利用湯勺等器具將水泥樣品鋪平，再送入高溫灰化爐鍛燒，此法能提升樣品與熱空氣接觸之表面積，使之受熱均勻，另 CaCO_3 可達幾乎完全轉化，以降低石灰石含量測定之誤差。

表 3：升溫速率比較分析表

傳統	改良
快速升溫($400^\circ\text{C}/\text{hr}$)	緩慢升溫($100^\circ\text{C}/\text{hr}$)
缺點：水泥樣品在快速升溫之下將導致樣品表面產生燒結現象，導致熱傳導不佳，使樣品內部不易受熱，促使 CaCO_3 之轉化率降低，反應無法完全，以至於無法測得實際之石灰石含量	優點：緩慢升溫可減少水泥樣品表面之燒結現象產生，以利於高溫熱空氣與樣品之間的熱傳導，防止受熱不均的現象產生，以提高石灰石含量測定之準確性。

(三)硫化物硫測定含量測定之改良

1. 承貳(三)之1，為改善”煮沸”後開始計時(5~6分鐘)之起始點不同，導致通入之硫化氫氣體量產生差異，是故本分局改以電子溫度偵測器代替人眼直覺觀察，以測量聯結球溫度，統一當溫度測出約93°C左右時(如圖7)，代表底瓶中試液已達沸騰且蒸氣向上流動，蒸氣熱傳導至聯結球玻璃，使玻璃溫度接近試液沸騰溫度，即可開始計時(5~6)分鐘，以減少檢測人員判斷煮沸標準之不同，所造成之誤差。

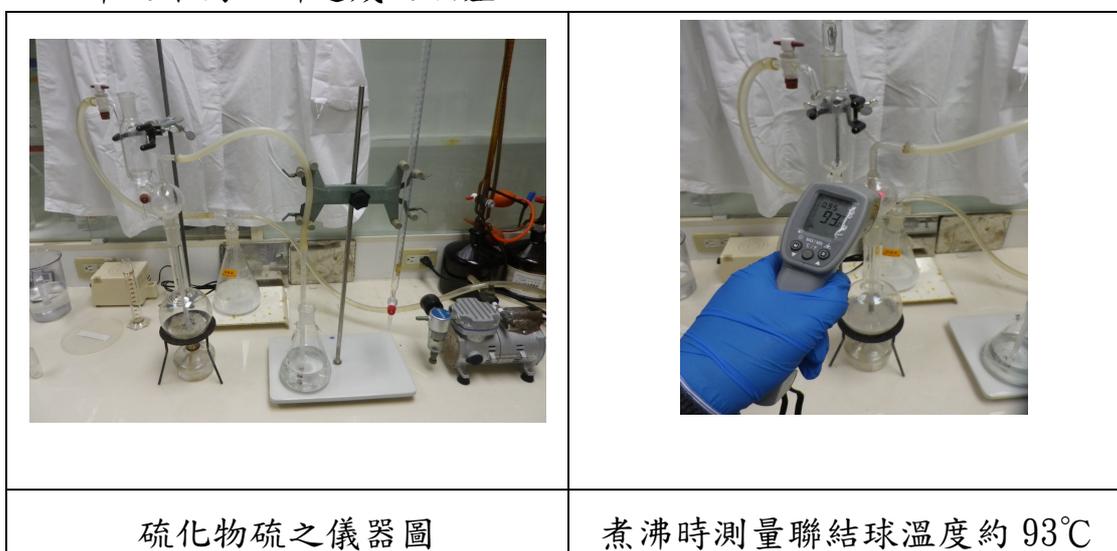


圖7 硫化物硫之儀器圖及測量溫度之位置

表4：沸點判定方式分析比較表

傳統	改良
<p>由檢測人員自行判斷煮沸標準。</p>	<p>由電子溫度槍測量聯結球溫度，統一測量得當溫度93°C左右時，代表底瓶試液開始產生沸騰蒸氣向上流動，即開始計時。</p>
<p>缺點：不同人員判斷煮沸標準不同，導致通氣時間不同，產生誤差。</p>	<p>優點：可統一煮沸標準，減少通氣量誤差。</p>

2. 承貳(三)之2，為求於滴定過程有更精確的操作，以改善容易超過滴定終點的問題，本分局改將碘酸鉀標準溶液由(S 0.00050 g/mL)稀釋至(S 0.00005 g/mL)，將滴定管變細由 50mL 換成 10mL 之規格，以降低濃度與滴定速率，緩和反應速率，使滴定反應能緩慢進行，讀數也較精確，以求滴定时更能精確的達到滴定終點。

表 5：滴定改良分析比較表

傳統	改良
以 50mL 規格滴定管滴定(S 0.00050 g/mL)碘酸鉀標準溶液。(最小刻度 0.1mL)	以 10mL 規格滴定管滴定(S 0.000050 g/mL)碘酸鉀標準溶液(最小刻度 0.02mL)
缺點：滴定速率過快加上標準溶液濃度過高，滴定過程容易超過滴定終點，導致誤差。	優點：改以 10mL 滴定管滴定以緩和滴定速率，稀釋碘酸鉀標準溶液以降低反應速率，以求滴定时能精準的達到滴定終點。

(四)水淬高爐爐渣含量測定之改良-光學顯微鏡法計數方式改良

承貳(四)，為了節省以光學顯微鏡法檢驗水淬高爐爐渣含量所耗費的大量時間，本分局委請廠商開發之「偏光顯微鏡觀測計數系統(Image-Pro)」，該軟體具有顏色標記及逐次計數之功能，對於視野中之顆粒可以用顏色標記區分水泥粒子或爐渣粒子並逐粒計數(如圖)，且該系統具備照相功能，可將該視野之圖像紀錄之，以利追溯之用。如此，對於視野內之顆粒數之可作全數之計數及判斷區

分，對於卜特蘭水泥樣品中爐渣含量之判定檢測具有良好之辨識效果。此種方法在水泥粒子/爐渣粒子之辨識及計數方面具有良好的功能，但是在操作上仍需要人員作「計數」及「辨識」二方面之轉換調整，才得以完成整個檢測工作。由於整個檢測工作需要 180 個視野的「計數」及「辨識」程序，對於操作人員仍有失誤及偏差之可能性。因此，本課發展出以二位操作人員同時檢測水泥樣品中爐渣粒子含量之方法，其分工如下：A 操作者(較具經驗同仁擔任)在取得水泥樣品之偏光顯微鏡視野後，即編號及複製該視野影像圖片至 B 操作者，B 操作者之工作僅作該視野所有顆粒(水泥粒子及爐渣粒子)之計數即可，其計數之結果登錄於 A 操作者之計數表格中；而 A 操作者之工作為「辨識」該視野中之爐渣粒子並計數登錄於表格中，而後由 A 操作者再彙整統計水泥樣品中爐渣粒子之含量。以上方式之改良可減少同仁因大數量操作而造成失誤之狀況，且因二位操作者之參與，亦可對爐渣粒子之辨識具有討論或傳承之功能，也因為在計數中減少轉換調整之步驟，可縮短檢測及計數之時間。更重要的是，若經費許可，建議購置「全自動粒子掃描計數軟體」以取代 B 操作者人工計數之流程，則更可以縮短爐渣檢測之時間及流程。

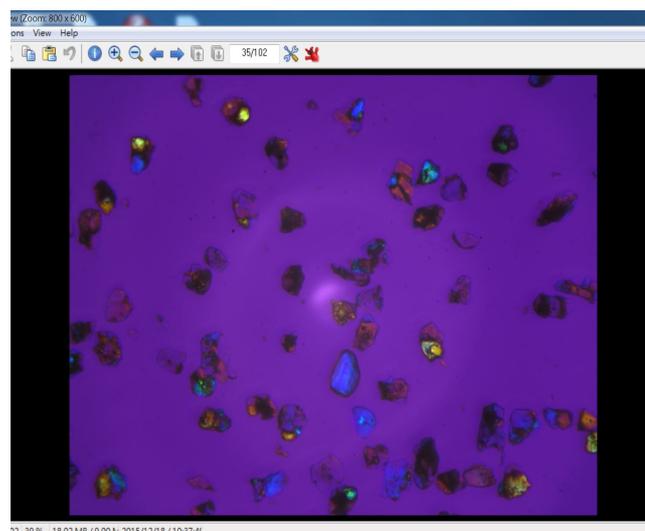


圖 8-1 偏光顯微鏡下未經計數標識之視野畫面(300 倍)

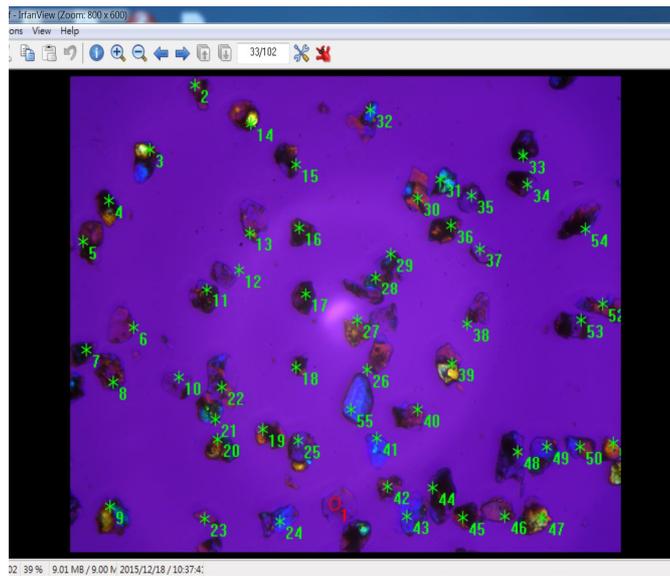


圖 8-2 偏光顯微鏡下計數標識水泥/爐渣粒子視野畫面(300 倍)

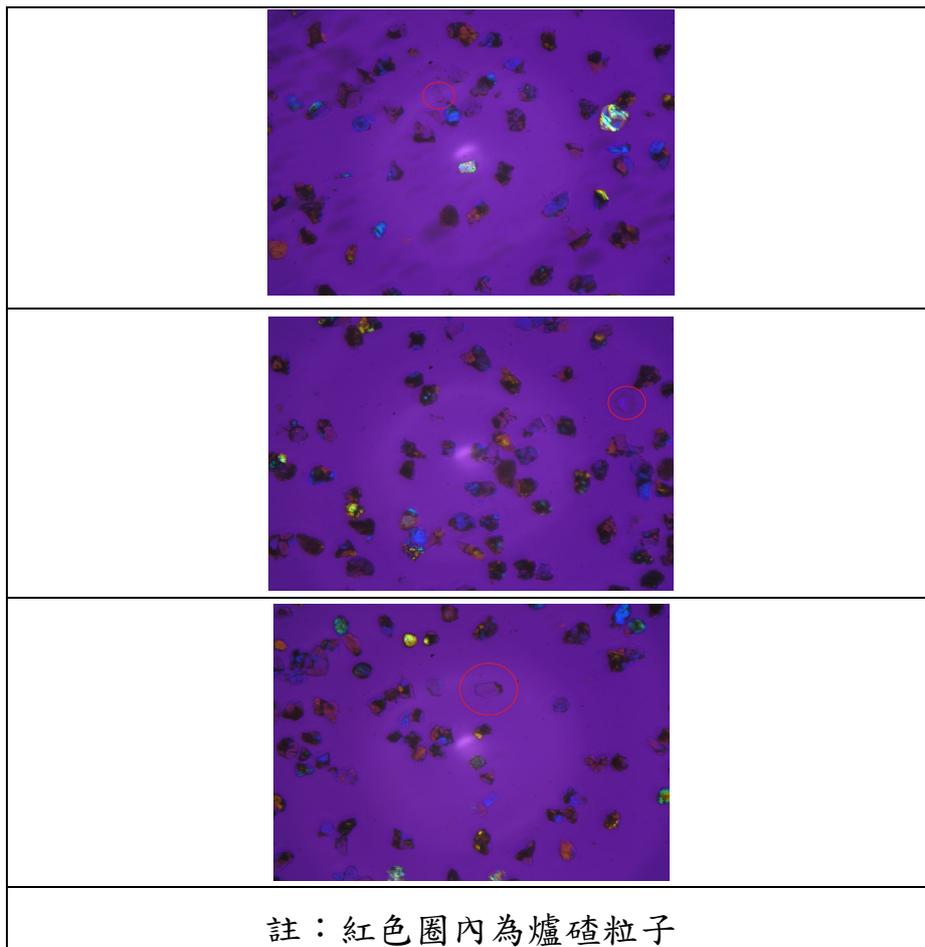


圖 8-3 偏光光學顯微鏡(300 倍)下之爐渣粒子與水泥粒子

表 6：水淬高爐爐渣檢測改良分析比較表

傳統	改良
<p>以單一人工方式計算視野內總粒子數後，再逐一判斷水淬高爐爐渣粒子數，再進行數據登錄及彙整計算。</p>	<p>以二人操作方式，利用系統軟體將偏光顯微鏡視野複製及分送至第 2 操作員作視野中之總粒子數之計數及登錄，主操作員(A 操作員)只需專注於判斷及辨識水淬高爐爐渣粒子數，一般而言，以 CNS61 之總添加物含量小於 5% 之規定，單一視野 50 顆總粒子數中爐渣粒子數應小於 3 顆，在辨識技巧上，可將試樣中之粒子依明亮程度區分，較暗之粒子可直接排除其為水淬高爐爐渣粒子；在辨識上則可針對明亮度較亮之粒子，依爐渣粒子之特性進行水淬高爐爐渣粒子之判斷。</p>
<p>缺點：檢驗時間長，大量數據容易判斷錯誤，易有誤差。</p>	<p>優點：有效縮短檢驗時間，檢測人員只需專注於判斷水淬高爐爐渣粒子數，可減少誤差。</p>

肆、結語及未來方向

1. 本次研究主題旨在改良卜特蘭水泥之檢驗流程，其目的在檢視 CNS12459 卜特蘭水泥之檢測項目及品質規範，本分局透過多次的實驗研究，從中總結出了一些寶貴經驗及方法，故撰寫本次研究報告，使卜特蘭水泥之檢驗更臻完整，以期對於檢驗結果誤差之原因有所改進，以保障消費者權益及提昇廠商競爭力。

2. 針對水淬高爐爐渣含量測定(光學顯微鏡法)進行改良，開發計數軟體協助判定水淬高爐爐渣，以減少檢驗所需時間及提升水淬高爐爐渣判斷之準確性。查訪市面上有已開發之 Malvern 全自動 Morphology G3 計數軟體系統，可在顯微鏡技術框架下，搭配粒子特性分析軟體，具備有粒子形狀及粒徑分布分析與篩選定量分析統計功能，可清楚顯示粒徑、形狀及偏光上差異，該自動化分析軟體可擷取大量粒子資訊。

透過此程式可將視野中之粒子數總量計算出，使操作者無須另外計算視野中之粒子數，只需專注於判斷水淬高爐爐渣之粒子數目即可。從爐渣粒子特性觀察，由於水淬高爐爐渣的大部分是玻璃質的，以光學的觀點，係屬等向性之物質，在顯微鏡之觀測下為透明且明亮之粒子(如圖 8-3)，並於粒子邊緣有明顯之 Becke's 線。因此，藉由以上特性，利用此程式將試樣視野中之粒子依明亮程度排列，較暗之粒子可直接排除其為水淬高爐爐渣，則可針對明亮度較亮之粒子，進行水淬高爐爐渣之判斷。若能善用此軟體工具，以科技替代人力，將可有效減少檢驗所需時間及水淬高爐爐渣判斷之準確性。惟宥於預算，本分局尚無能力購置該項軟體，期於日後能使用該軟體進行檢測。

3. 規劃使用 X 射線繞射分析儀(XRD)試作卜特蘭水泥之化學分析(附件)，XRD 儀器係利用 X 光繞射之分析訊息，快速檢測出水泥材料中物象結構及元素存在的狀態訊息，將檢測出之成份資訊與傳統 CNS12459 之方法做比較，檢討檢驗數值結果之差異，仔細評估以 XRD 儀器檢驗方式代替傳統檢驗方式之可行性，以訂出更加快速、精確及現代化之檢驗流程。

伍、參考資料

1. 中華民國國家標準 CNS61 卜特蘭水泥
2. 中華民國國家標準 CNS1078 水硬性水泥化學分析法
3. 中華民國國家標準 CNS12459 卜特蘭與水硬性混合水泥中水淬高爐爐渣、矽質材料、飛灰及石灰石含量之測定法
4. TES-1326S 紅外線溫度計使用說明書
5. X 射線繞射分析儀在水泥產業之應用研討會資料
6. Malvern 全自動 Morphology G3 計數軟體系統