

BỘ XÂY DỰNG

TCXDVN 308:2003

**XI MĂNG POỐC LĂNG HỖN HỢP — PHƯƠNG PHÁP
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHỤ GIA KHOÁNG**

Portland blended cement —
Method for determination of content of mineral admixture



Lời nói đầu

Quy trình do Viện Vật liệu xây dựng — Bộ Xây dựng biên soạn.
Vụ Khoa học công nghệ (BXD) đề nghị, Bộ Xây dựng ban hành

Xi măng poóc lăng hỗn hợp □
Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng

Portland blended cement □
Method for determination of content of mineral admixture

1. Phạm vi áp dụng:

Phần I: Xi măng poóc lăng hỗn hợp — Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng biết hợp phần ban đầu.

Quy trình này quy định phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi biết hợp phần ban đầu.

Phần II: Xi măng poóc lăng hỗn hợp — Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng không biết hợp phần ban đầu.

Quy trình này quy định phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi không biết hợp phần ban đầu.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 141:1998 Xi măng - Phương pháp phân tích hoá học

TCVN 4748: 2001 Xi măng — Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

TCVN :2003 Đá vôi - Phương pháp phân tích thành phần hoá học

TCVN 3171:2002 Đất sét - Phương pháp phân tích thành phần hoá học

3. Chuẩn bị mẫu thử.

Lấy mẫu clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng hỗn hợp theo TCVN 4787 : 2001. Phụ gia khoáng có hạt kích thước lớn (cỡ hạt > 2mm) phải đập nhỏ cho đến cỡ hạt nhỏ hơn 2mm. Lấy mẫu theo TCVN 4748:2001 cho vào lọ thủy tinh hoặc túi chất dẻo kín.

Mẫu đưa về phòng thí nghiệm đổ trên tờ giấy, láng, trộn đều. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100g, giã nhỏ đến khi lọt qua sàng 0,25mm. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 25g, đem nghiền trong cối mã não thành bột mịn (lọt qua sàng 0,063mm) để làm mẫu phân tích. Phần còn lại được bảo quản trong lọ thủy tinh đậy kín. Việc chuẩn bị mẫu clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng phải được làm càng nhanh càng tốt, để tránh mẫu tiếp xúc với không khí xung quanh.

Sấy mẫu đã nghiền mịn ở nhiệt độ 105⁰C - 110⁰C đến khối lượng không đổi và trộn đều dùng làm mẫu phân tích.

4. Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng PCB

PHẦN I: XI MĂNG POỐC LĂNG HỖN HỢP — PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHỤ GIA KHOÁNG ĐÃ BIẾT HỢP PHẦN BAN ĐẦU.

(Khuyến khích áp dụng)

I.1. Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng theo hàm lượng ôxit

(Áp dụng cho các loại phụ gia khoáng)

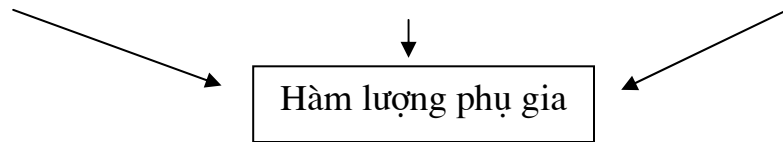
I.1.1. Nguyên tắc của phương pháp.

Tiến hành phân tích hoá học xác định hàm lượng ôxit như: (ôxit silíc: SiO₂- ký hiệu là S, ôxit canxi: CaO - ký hiệu là C, ôxit lưu huỳnh: SO₃- ký hiệu là L,...) trong các mẫu thử hợp phần tạo thành xi măng poóc lăng hỗn hợp. Clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng hỗn hợp theo TCVN 141:1998, xử nhiệt điện theo quy trình phân tích hóa học xử nhiệt điện của Viện vật liệu xây dựng, phụ gia khoáng có nguồn gốc tự nhiên (đá silíc, đá bazan) theo TCVN 3171:2002, thạch cao theo quy trình phân tích hóa học thạch cao của Viện vật liệu xây dựng.

Thiết lập hệ phương trình từ các số liệu phân tích hoá học trên với ẩn số là hàm lượng phần trăm hợp phần (ký hiệu là X₁ ... X_{1m}, X₂, X₃ — Có m+2 ẩn phân tích m+2 thành phần ôxit). Giải hệ phương trình tính hàm lượng hợp phần trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

I.1.2. Cách tiến hành

Tiến hành phân tích xác định hàm lượng ôxit SiO₂ , CaO, SO₃ trong xi măng poóc lăng hỗn hợp và clanhke xi măng poóc lăng, thạch cao, phụ gia khoáng.



Hình 2. Sơ đồ xác định hàm lượng phụ gia cacbonát theo hàm lượng MKN

1.2.2. Cách tiến hành

Tiến hành xác định lượng mất khi nung của clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng hỗn hợp theo TCVN 141 : 1998. Hàm lượng mất khi nung của đá vôi theo quy trình Viện vật liệu Xây dựng.

Cân 1g mẫu thử (g - chuẩn bị theo mục 3) chính xác đến 0,001g cho vào chén sứ (đã nung ở nhiệt độ 950- 1000⁰C và cân đến khối lượng không đổi), cho chén sứ vào lò nung. Nung ở nhiệt độ 950- 1000⁰C trong 1 giờ, lấy mẫu ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ trên 15 phút làm nguội trong bình chống ẩm và cân đến khối lượng không đổi (g₂). Hàm lượng mất khi nung (MKN) tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$MKN (\%) = \frac{g_1 - g_2}{g} \times 100$$

Trong đó:

- g₁ : là khối lượng mẫu và chén trước khi nung, tính bằng gam
- g₂: là khối lượng chén và mẫu sau khi nung, tính bằng gam.
- g: là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam

1.2.3. Tính toán kết quả :

Hàm lượng phụ gia cacbonát (P) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính bằng phần trăm theo công thức sau:

$$P (\%) = \frac{M_u - M_k}{M_p - M_k} \times 100$$

Trong đó :

- M_u : là hàm lượng MKN của xi măng poóc lăng hỗn hợp, tính bằng phần trăm (%)
- M_k : là hàm lượng MKN của xi măng poóc lăng nền, tính bằng phần trăm (%)
- M_p : là hàm lượng MKN của phụ gia, tính bằng phần trăm (%)

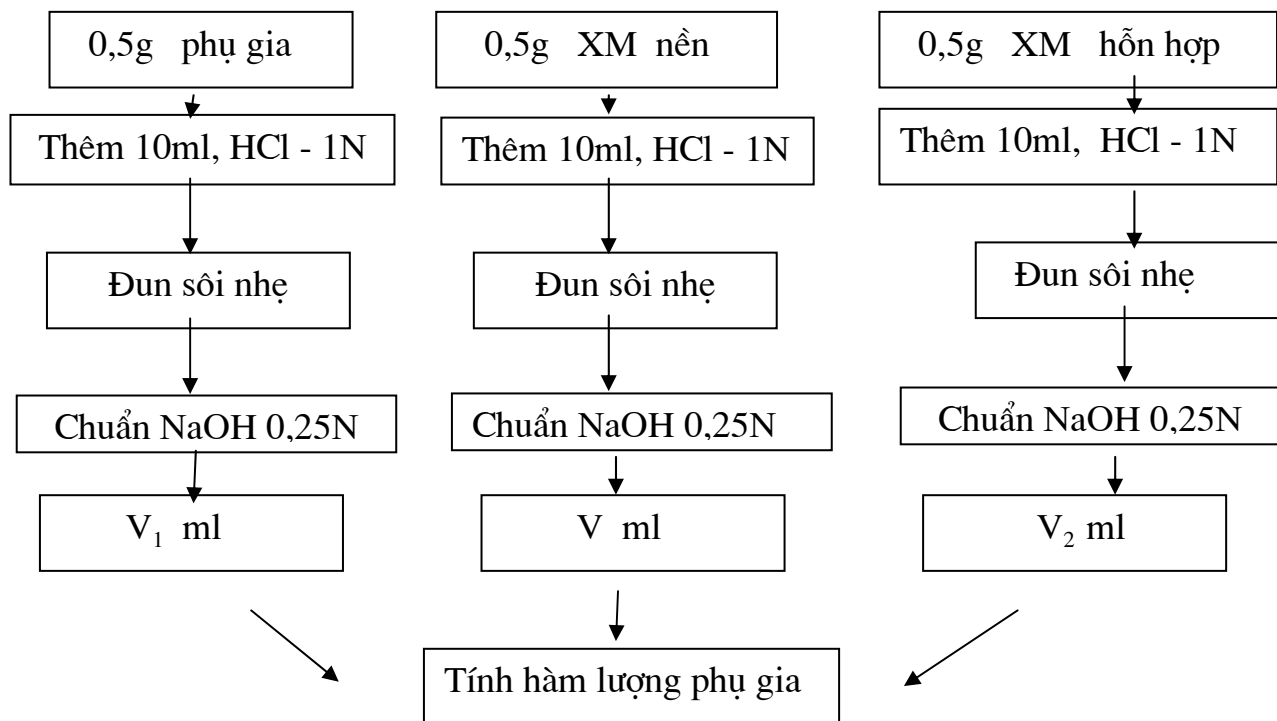
1.3. Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia theo phương pháp hoà tan

(Áp dụng cho phụ khoáng không phải là khoáng cacbonat)

1.3.1. Nguyên tắc và sơ đồ phân tích

Clanhke xi măng poóc lăng dễ hoà tan hoàn toàn trong axit HCl loãng, phụ gia khoáng thuộc nhóm cao silic hoà tan kém hoặc hầu như không tan trong axit HCl loãng.

Dùng lượng dư chính xác HCl 1N hoà tan các mẫu thử : phụ gia khoáng, xi măng poóc lăng nền (chứa 4% thạch cao), xi măng poóc lăng hỗn hợp; lần lượt xác định hàm lượng axit HCl dư bằng dung dịch NaOH 0,25 N cho từng mẫu thử. Từ đó tính ra hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.



Hình 3. Sơ đồ xác định hàm lượng phụ gia theo phương pháp hoà tan

1.3.2. Dụng cụ và hoá chất thí nghiệm

- Bình tam giác thể tích 250ml
- Ống sinh hàn
- Dung dịch HCL - 1N
- Dung dịch NaOH - 0,25N
- Chỉ thị phenolphthalêin 0,1% (trong rượu ethylic)

1.3.3. Cách tiến hành

Tiến hành phân tích theo quy trình sau đây cho các mẫu thử: Xi măng poóc lăng nền, phụ gia khoáng, xi măng poóc lăng hỗn hợp.

Cân 0,5g mẫu thử (chuẩn bị theo mục 3) chính xác đến 0,001gam, cho vào bình tam giác dung tích 250ml, thêm tiếp vào bình khoảng 10ml- 15ml nước cất và lắc đều.

Dùng buret thêm chính xác 10ml axit HCl- 1N vào bình chứa mẫu, lắc đều. Lắp ống sinh hàn hồi lưu và đun sôi lăn tăn trên bếp điện trong 5 phút (đun sôi lâu sẽ làm bay hơi một phần axit). Ngừng đun, dùng bình tia nước cất nguội tráng rửa ống sinh hàn và thành bình, tháo bỏ ống sinh hàn.

Thêm vào bình 1-2 giọt chỉ thị phenolphthalein, chuẩn độ lượng HCl còn lại trong bình bằng dung dịch NaOH - 0,25N đến xuất hiện màu hồng. Ghi lại thể tích NaOH - 0,25N tiêu thụ khi chuẩn độ (V_x ml).

1.3.4. Tính toán kết quả

Hàm lượng phụ gia (P) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính bằng phần trăm, theo công thức sau :

$$P (\%) = \frac{V_2 - V}{V_1 - V} \times 100$$

Trong đó :

V: là thể tích NaOH 0,25N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu xi măng nền, tính bằng ml

V_1 : là thể tích NaOH 0,25N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu phụ gia, tính bằng ml

V_2 : là thể tích NaOH 0,25N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, tính bằng ml

PHẦN II: XI MĂNG POỐC LĂNG HỖN HỢP — PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHỤ GIA KHOÁNG KHÔNG BIẾT HỢP PHẦN BAN ĐẦU.

(Tham khảo)

II.1. Sơ đồ phân tích

Xác định hàm lượng phụ gia khoáng không biết hợp phần ban đầu trong xi măng poóc lăng hỗn hợp thực hiện theo trình tự sau:

Bước 1: Phân tích nhiễu xạ rơnghen để nhận dạng nguồn gốc phụ gia khoáng.

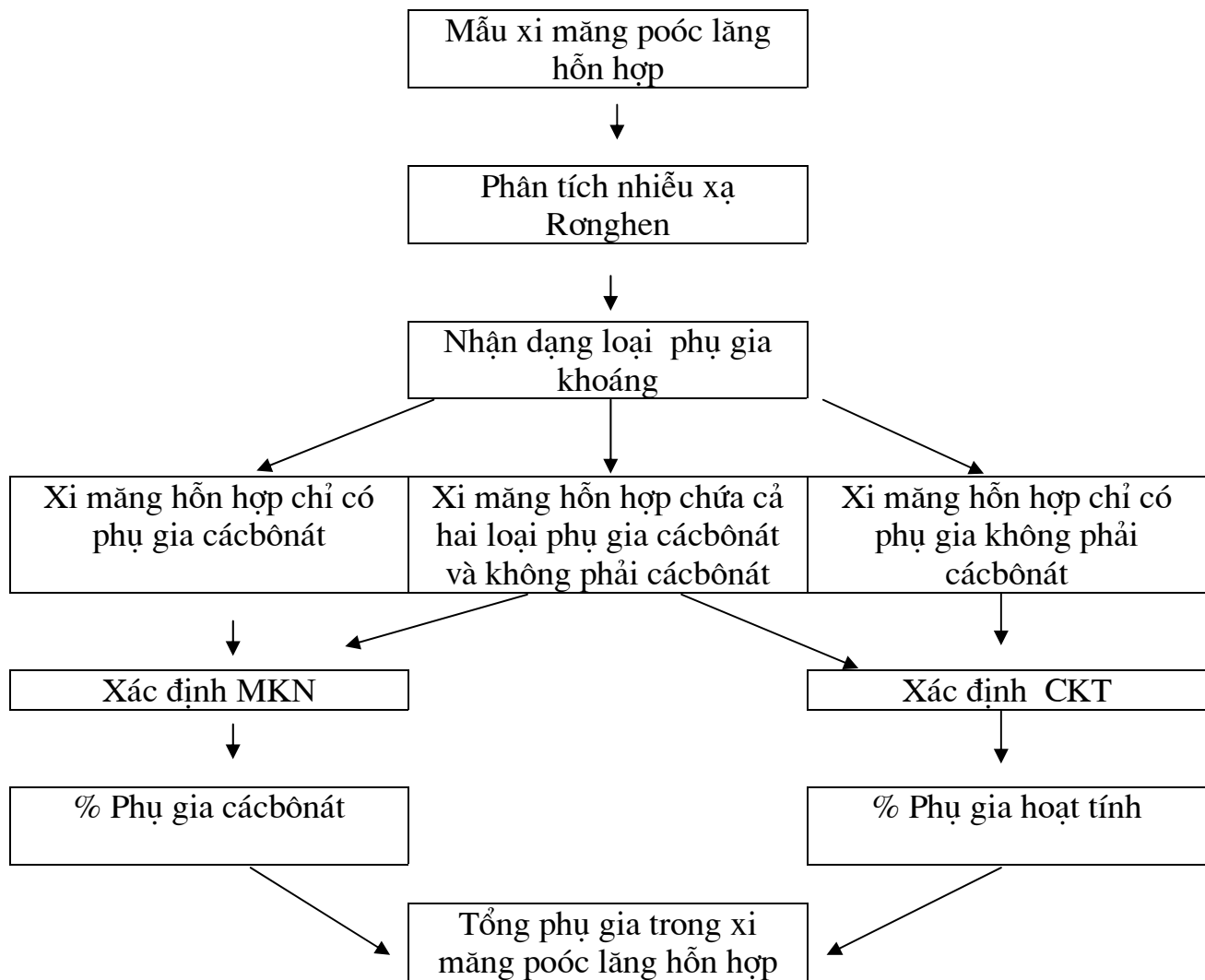
Bước 2: Tùy thuộc vào dạng phụ gia khoáng khác nhau đem sử dụng, dùng phương pháp hoá học phù hợp xác định hàm lượng phụ gia khoáng này:

+ Xi măng poóc lăng hỗn hợp chỉ có phụ gia là cacbônát: Dùng phương pháp xác định hàm lượng mất khi nung (MKN).

+ Xi măng poóc lăng hỗn hợp chỉ có phụ gia không phải cacbonát : Dùng phương pháp xác định cặn không tan (CKT).

+ Xi măng poóc lăng hỗn hợp có cả hai loại là phụ gia cacbonát và không phải cacbonát: Dùng phương pháp xác định hàm lượng mất khi nung và hàm lượng cặn không tan (MKN và CKT)

Dưới đây là sơ đồ phương pháp



Hình 4. Sơ đồ phương pháp xác định phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

II.2. Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp theo hàm lượng cặn không tan (CKT)

(Áp dụng khi dùng phụ gia không phải cacbonat)

II.2.1. Nguyên tắc

Hoà tan mẫu thử bằng dung dịch axit HCl loãng, lọc lấy phần cặn không tan, lọc, rửa, sấy, nung và cân cặn không tan, tính toán hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

II.2.2. Cách tiến hành

Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT) trong mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp theo TCVN 141: 1998. Đối với xi măng poóc lăng hỗn hợp có phụ gia là xỉ nhiệt điện hàm lượng cặn không tan và giấy lọc được sấy ở nhiệt độ 105 - 110⁰C và cân đến khối lượng không đổi (vì trong xỉ nhiệt điện có lẫn một số tạp chất hữu cơ).

II.2.3. Tính toán kết quả

Hàm lượng cặn không tan trong mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp tính theo công thức sau:

$$CKT (\%) = \frac{g_1 - g_2}{g} \times 100$$

- Trong đó: g_1 : Khối lượng của giấy lọc và cặn sau khi sấy, tính bằng gam.
- g_2 : Khối lượng của giấy lọc đã sấy khô, tính bằng gam.
- g : Khối lượng của mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Hàm lượng phụ gia (P_1) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính bằng phần trăm theo công thức sau:

$$P_1 (\%) = CKT(\%) \times K$$

Trong đó:

- CKT: Là chỉ số hàm lượng phần trăm (%) của cặn không tan trong mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp
- K : Là hệ số chuyển đổi từ lượng cặn không tan (của phụ gia) thành lượng phụ gia tương ứng.

<i>Loại phụ gia</i>	<i>Giá trị hệ số K</i>	<i>Hàm lượng CKT có trong phụ gia</i>
Đá Bazan	1,666	60 %
Xỉ nhiệt điện	1,111	90 %
Đá Silic	1,052	95 %

II.3. Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia cacbonát trong xi măng poóc lăng hỗn hợp

(Áp dụng cho phụ gia cacbonat)

II.3.1. Nguyên tắc

Nung mẫu thử ở nhiệt độ từ 600 - 1000°C đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng mẫu (mất khi nung- MKN) tính ra hàm lượng phụ gia các bô nát có trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

II.3.2. Cách tiến hành .

Cân 1g mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp (g) chuẩn bị theo mục 3. vào chén sứ đã được nung trước ở nhiệt độ 950°C - 1000°C (đến khối lượng không đổi).

Cho chén sứ có mẫu vào lò nung, nung ở nhiệt độ 600°C trong 1 giờ, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình nung chén và mẫu 15 phút ở nhiệt độ 600°C, để nguội và cân đến khi khối lượng không đổi (g_1).

Tiếp tục cho chén và mẫu vào lò nung tiếp ở nhiệt độ 1000°C trong 1 giờ, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ 1000°C trong 15 phút để nguội và cân đến khi khối lượng không đổi (g_2).

II.3.3. Tính toán kết quả.

Hàm lượng mất khi nung (MKN) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$MKN (\%) = \frac{g_1 - g_2}{g} \times 100$$

Trong đó:

- g_1 : Khối lượng mẫu và chén sau khi nung ở nhiệt độ 600°C, tính bằng gam
- g_2 : Khối lượng mẫu và chén sau khi nung ở nhiệt độ 1000°C, tính bằng gam
- g : Khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Hàm lượng phần trăm phụ gia cacbonat (P_2) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính theo công thức sau;

$$P_2 (\%) = MKN (\%) \times 2,272$$

Trong đó:

- MKN : là chỉ số hàm lượng phần trăm mất khi nung của mẫu thử.
- 2,272 : là hệ số chuyển đổi từ hàm lượng MKN về lượng đá vôi tương ứng
(100 / 44)

II.4. Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp có phụ gia cacbonát và không phải cacbonát.

II.4.1. Nguyên tắc

Tiến hành xác định cả hai chỉ tiêu hàm lượng MKN và CKT trên mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, từ đó tính ra hàm lượng của phụ gia các bô nát, phụ gia không phải cacbonat và tổng hàm lượng của phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

II.4.2. Cách tiến hành

Cân hai lượng cân mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, lần lượt tiến hành xác định:

* Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT) trong mẫu thử theo cách làm đã nêu trong mục II.2. của quy trình này. Tính ra hàm lượng phần trăm phụ gia không phải các bô nát (P_1) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

* Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN) trong mẫu thử theo cách làm nêu trong mục II.3. của quy trình này. Tính ra hàm lượng phần trăm phụ gia các bô nát (P_2) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

II.4.3. Tính kết quả

Tổng hàm lượng phần trăm phụ gia (P) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp theo công thức:

$$P (\%) = P_1(\%) + P_2(\%)$$