TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 7709 : 2007

Xuất bản lần 1

VẬT LIỆU CHỊU LỬA – VỮA MANHÊDI

Refractories – Magnesia mortars

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 7709 : 2007 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC33 *Vật liệu chịu lửa* hoàn thiện trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện Vật liệu xây dựng – Bộ Xây dựng, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xuất bản lần 1

Vật liệu chịu lửa – Vữa manhêdi

Refractories – Magnesia mortars

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho vữa manhêdi dùng để xây lót gạch chịu lửa kiềm tính trong các lò công nghiệp và các thiết bị nhiệt.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 6530-4 : 1999 Vật liệu chịu lửa – Phương pháp thử – Phần 4: Xác định độ chịu lửa.

TCVN 6533 : 1999 Vật liệu chịu lửa alumosilicat – Phương pháp phân tích hoá học.

TCVN 7190-1 : 2002 Vật liệu chịu lửa – Phương pháp lấy mẫu – Phần 1: Lấy mẫu nguyên liệu và sản phẩm không định hình.

TCVN 7708 : 2007 Vật liệu chịu lửa – Vữa cao alumin.

3 Phân loại

Theo hàm lượng magiê oxit (MgO) vữa manhêdi được phân thành 2 loại:

Loại 1 - VM 1 : $MgO \geq 80$ %;

Loại 2 - VM 2 : $80\ \% > MgO \geq 70$ %.

4 Yêu cầu kỹ thuật

Vữa manhêdi có các chỉ tiêu kỹ thuật được quy định tại Bảng 1.

Bảng 1 – Các chỉ tiêu kỹ thuật của vữa chịu lửa manhêdi

Tên chỉ tiêu	Loại vữa	
	VM1	VM2
1. Hàm lượng magiê oxit (MgO), %	≥ 80	80 > MgO ≥ 70
2. Độ chịu lửa, °C, không nhỏ hơn	1 800	
3. Cỡ hạt, %		
Qua sàng 0,5 mm	100	
Qua sàng 0,075 mm, không nhỏ hơn	50	
4. Hàm lượng mất khi nung (MKN), %, không lớn hơn	2	
5. Độ co (nở) dài, %, sau nung ở 1400 °C lưu 3 giờ	+1 đến - 5	

5 Phương pháp thử

5.1 Lấy mẫu

Theo TCVN 7190-1 : 2002.

5.2 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

Theo Phụ lục A.

5.3 Xác định độ chịu lửa

Theo TCVN 6530-4 : 1999.

5.4 Xác định thành phần cỡ hạt

Theo Phụ lục B.

5.5 Xác định hàm lượng mất khi nung

Theo TCVN 6533 : 1999.

5.6 Xác định độ co (nở) dài sau nung

Theo TCVN 7708 : 2007.

6 Bao gói, ghi nhãn, vận chuyển và bảo quản

6.1 Bao gói

Vữa manhêdi được đóng trong các bao có lớp chống ẩm. Khối lượng mỗi bao là 25 kg hoặc 50 kg.

6.2 Ghi nhãn

a) Trên vỏ bao, ngoài nhãn hiệu đã đăng ký cần ghi đủ các thông tin sau:

– tên, loại vữa theo tiêu chuẩn này;

– tên cơ sở sản xuất;

– khối lượng mỗi bao và số hiệu lô;

– chỉ tiêu chất lượng chủ yếu;

– ngày sản xuất;

– thời hạn sử dụng.

b) Giấy chứng nhận xuất xưởng cần có đủ các nội dung sau:

– tên cơ sở sản xuất;

– tên loại vữa;

– kết quả kiểm định chất lượng giá trị hàm lượng MgO, độ chịu lửa, thành phần cỡ hạt, hàm lượng mất khi nung, độ co (nở) dài sau nung 1400 °C);

– khối lượng xuất và số hiệu lô;

– ngày, tháng, năm sản xuất.

6.3 Vận chuyển

Vữa được vận chuyển bằng mọi phương tiện giao thông có mái che và không lẫn với vật liệu khác.

6.4 Bảo quản

Vữa manhêdi được bảo quản theo từng lô trong kho có mái che, xếp cách nền, cách tường và không lẫn với vật liệu khác.

Phụ lục A

(quy định)

Phương pháp xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

A.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn theo chỉ thị eriocrôm T đen (ETOO) ở pH = 10,6.

Xác định hàm lượng magiê oxit theo hiệu số thể tích EDTA tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê ở pH bằng 10,6 và khi chuẩn độ riêng canxi ở pH lớn hơn12.

A.2 Hoá chất và thuốc thử

A.2.1 Yêu cầu chung

Hoá chất dùng trong phân tích có độ tinh khiết không thấp hơn “tinh khiết phân tích” (TKPT). Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987).

A.2.2 Kali pyrosulfat ($K_2S_2O_7$) hoặc **kali hydrosulfat ($KHSO_4$)**.

A.2.3 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, d = 1,19.

A.2.4 Axit clohydric (HCl), dung dịch (1+1).

A.2.5 Axit flohydric (HF) đậm đặc, d = 1,12.

A.2.6 Axit sulfuric (H_2SO_4) đậm đặc, d = 1,84.

A.2.7 Axit sulfuric (H_2SO_4) dung dịch (1+1).

A.2.8 Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

A.2.9 Amoni hydroxyt (NH_4OH) đậm đặc, d = 0,88 (25 %).

A.2.10 Kali xyanua (KCN), dung dịch 5 %. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

A.2.11 Dung dịch hydroxyl amin.

A.2.12 Chỉ thị eriocrom T đen (ETOO), dung dịch 0,1 %

Hoà tan 0,1 g chỉ thị ETOO trong 100 ml rượu etylic 96 %, thêm 3 g hydroxylaminhydroclorua, khuấy đều. Bảo quản trong chai thuỷ tinh tối mầu.

A.2.13 Dung dịch đệm pH = 10,6

Hoà tan 54 g amoni clorua vào 500 ml nước, thêm 350 ml amoni hydroxyt đậm đặc, thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

A.2.14 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M

Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) EDTA 0,01 M.

A.2.15 Chất chỉ thị fluorexon 1 %

Dùng cối chày thuỷ tinh nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 g kali clorua, bảo quản trong lọ thuỷ tinh màu.

A.3 Thiết bị, dụng cụ

- **Cân phân tích** có độ chính xác đến 0,0001 g;
- **Tủ sấy** đạt nhiệt độ 300 ^{0}C, có bộ phận điều khiển nhiệt độ tự động;
- **Lò nung** đạt nhiệt độ 1000 ^{0}C $\pm$ 50 ^{0}C có bộ phận điều khiển nhiệt độ tự động;
- **Chén bạch kim** dung tích 30 ml;
- **Chày, cối** nghiền mẫu bằng mã não;
- **Máy cất nước**;
- **Tủ hút hơi độc**;
- **Bếp điện**;
- **Bình định mức** dung tích 25 ml, 100 ml, 200 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml;
- **Pipet** dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml;
- **Ống đong** dung tích 10 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 500 ml;
- **Sàng** có kích thước lỗ: 0,063 mm; 0,10 mm; 0,20 mm.

A.4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử dùng cho phân tích hoá học được lấy theo các quy định về lấy và chuẩn bị mẫu theo các tiêu chuẩn tương ứng về nguyên vật liệu và sản phẩm chịu lửa.

Mẫu thử đưa tới phòng phân tích hoá học có khối lượng không ít hơn 300 g, kích thước hạt không lớn hơn 5 mm.

Trộn đều mẫu thử, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,20 mm; dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 50 g, tiếp tục nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,10 mm. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 12 g đến 15 g làm mẫu phân tích hoá học, phần còn lại bảo quản làm mẫu lưu.

Khi gia công mẫu thử, nếu sử dụng dụng cụ bằng thép, phải dùng nam châm để loại sắt lẫn vào mẫu, sau đó mới nghiền mịn mẫu phân tích hoá học bằng cối mã não, đến lọt qua sàng 0,063.

Mẫu để phân tích hoá học được sấy ở nhiệt độ 105 °C ± 5 °C, đến khối lượng không đổi.

Việc xây dựng lại đồ thị chuẩn (cho phương pháp so màu; quang phổ hấp thụ nguyên tử...) tiến hành hai tháng một lần theo cách làm đã nêu trong tiêu chuẩn này.

A.5 Phân giải mẫu thử

Phương pháp này áp dụng cho mẫu chỉ xác định hàm lượng MgO.

Cân 0,1 g mẫu thử trên cân có độ chính xác đến 0,0001 g chuyển vào chén bạch kim tẩm ướt bằng vài giọt nước, thêm tiếp vào chén 0,5 ml axit sulfuric (1+1) và 15 ml axit flohydric, làm bay hơi từ từ trên bếp điện đến khô.

Thêm vào chén từ 8 ml đến 10 ml axit flohydric và làm bay hơi đến khi chén ngừng bốc khói trắng. Nung cặn còn lại trong chén bạch kim với khoảng 2 g đến 3 g kalipyrosulfat ở nhiệt độ 750 ^{0}C ± 50 ^{0}C đến tan trong. Làm nguội chén bạch kim và hoà tan khối chảy trong cốc thuỷ tinh đã có 50 ml nước và 10 ml axit clohydric đậm đặc, đun tới tan trong rồi làm nguội. Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước tới vạch, lắc đều.

Dung dịch này dùng để xác định thành phần magiê oxit có trong mẫu, được ký hiệu là dung dịch A.

A.6 Cách tiến hành

A.6.1 Lấy 25 ml dung dịch A (A.5) cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm nước cất đến khoảng 100 ml. Thêm tiếp vào cốc 20 ml KOH 25 %, 2 ml KCN 5 % và một ít chỉ thị fluorexon 1 %.

Đặt cốc lên một nền đen, dùng dung dịch EDTA 0,01 M chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang màu hồng. Ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_1).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng canxi có trong dung dịch và thuốc thử. Ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_{01}).

A.6.2 Lấy 25 ml dung dịch A (A.5) cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm nước đến khoảng 100 ml, thêm tiếp vào cốc 20 ml dung dịch đệm pH = 10,6, 2ml KCN 5 %, 2 ml dung dịch hydroxylamin và 2 - 3 giọt chỉ thị eriocrom T đen 0,1 %. Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê bằng dung dịch EDTA 0,01 M đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ nho sang màu xanh nước biển. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu thụ (V_2).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh tổng lượng canxi và magiê có trong các thuốc thử. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu thụ (V_{02}).

A.7 Tính kết quả

Hàm lượng magiê oxit tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{ MgO} = \frac{0{,}000403\left[\left(V_2 - V_{02}\right) - \left(V_1 - V_{01}\right)\right]}{m} \text{ x100}$$

trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ lượng canxi trong dung dịch mẫu, tính bằng mililít;

V_{01} là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ lượng canxi trong mẫu trắng, tính bằng mililít;

V_2 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong dung dịch mẫu, tính bằng mililít;

V_{02} là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu trắng, tính bằng mililít;

m là lượng mẫu lấy để xác định magiê oxit, tính bằng gam;

0,000403 là khối lượng magiê oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả song song không lớn hơn 0,4 % (giá trị tuyệt đối).

Phụ lục B

(quy định)

Xác định thành phần cỡ hạt theo phương pháp sàng khí

B.1 Nguyên tắc

Xác định khối lượng mẫu lọt qua sàng 0,075 mm.

B.2 Thiết bị, dụng cụ

– **Cân kỹ thuật**, có độ chính xác tới 0,01 g;

– **Tủ sấy** có nhiệt độ không nhỏ hơn110 °C;

– **Bình hút ẩm**;

– **Hộp đựng mẫu**;

– **Chổi quét mẫu** (chổi lông nhỏ);

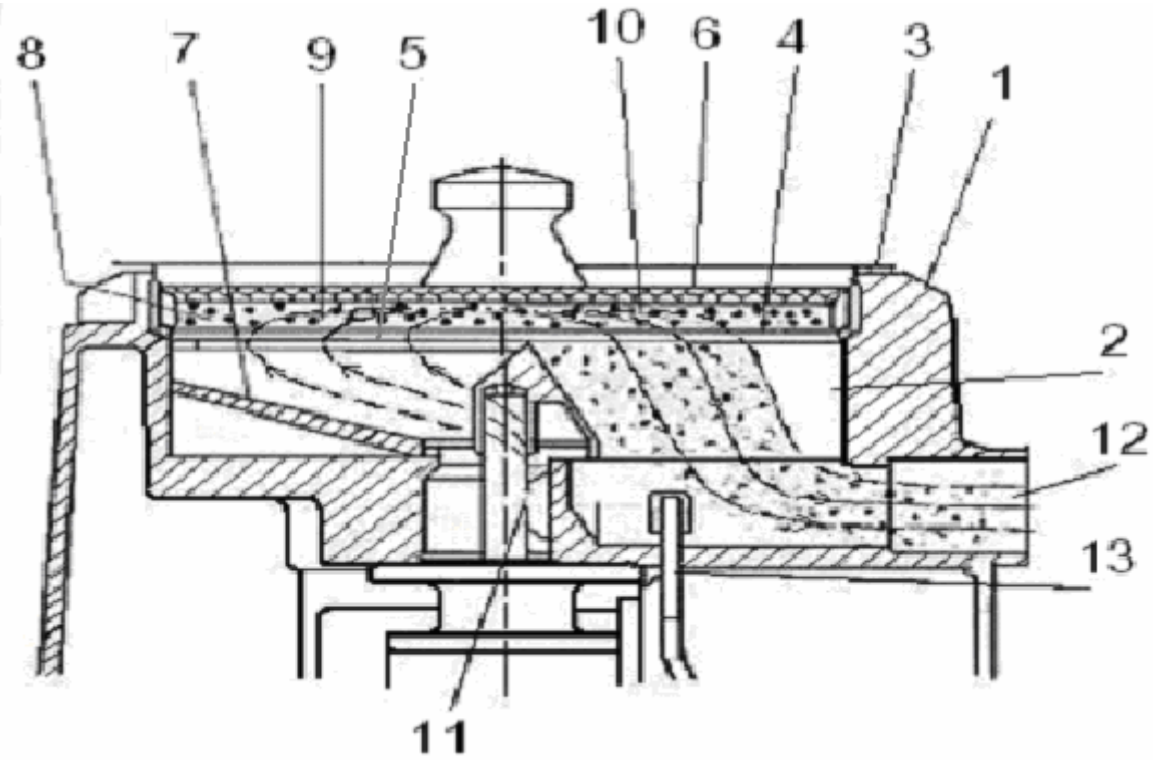
– **Thiết bị sàng khí**

+ Cấu tạo:

Kích thước và cấu tạo máy sàng khí phụ thuộc vào thiết kế của nhà sản xuất. Cấu tạo và nguyên lý sàng khí được thể hiện trong Hình B.1.

+ Nguyên lý hoạt động

Không khí được thổi qua cửa (11) vào trong buồng vật liệu (8). Tại buồng vật liệu các hạt nhỏ dưới tác dụng của khí và áp suất sẽ theo cửa (12) ra ngoài. Các hạt vật liệu to nằm lại trên sàng ở buồng vật liệu (8).



CHÚ DẪN:

1. Vỏ máy;
2. Buồng hút bụi;
3. Đai sàng;
4. Gạt vật liệu;
5. Lưới sàng;
6. Nắp đậy;
7. Vòi hút;
8. Buồng vật liệu;
9. Vật liệu thô;
10. Vật liệu mịn;
11. Khí vào;
12. Khí và hạt mịn;
13. Vị trí thử áp suất.

Hình B.1 – Sơ đồ nguyên lý của sàng khí

B.3 Cách tiến hành

Lấy mẫu kiểm tra theo TCVN 7190-1 : 2002.

Làm sạch hộp đựng mẫu và sấy đến khối lượng không đổi.

Làm sạch sàng và để khô (sàng 0,5 mm và sàng 0,075 mm).

Chuẩn bị song song 3 mẫu, mỗi mẫu cân khoảng 300 g. Mẫu được sấy ở nhiệt độ 110 °C đến khối lượng không đổi và để nguội trong bình hút ẩm.

Sàng mẫu bằng sàng khí (Hình B.1) theo quy trình sau:

Cân 100 g mẫu chính xác đến 0,01 g (đã được sấy đến khối lượng không đổi) cho vào sàng 0,5 mm, đậy nắp sàng lại và tăng áp lực bơm hút bụi tới 3 000 MPa, cho máy chạy sàng vật liệu trong 3 phút. Sau đó lấy sàng ra, kiểm tra toàn bộ lượng mẫu đã qua sàng 0,5 mm và cân 100 g mẫu (m_o) cho vào sàng 0,075 mm, lặp lại quy trình sàng như trên.

Sau 3 phút dừng máy, lấy sàng ra và cân lượng mẫu (m_1) còn lại trên sàng .

B.4 Tính kết quả

Phần trăm lượng mẫu qua sàng, X, được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_o - m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó:

X là lượng mẫu qua sàng, tính bằng phần trăm (%);

m_1 là lượng mẫu còn lại trên sàng, tính bằng gam (g);

m_0 là lượng mẫu ban đầu trước khi sàng, tính bằng gam (g).

Kết quả thử là trung bình của ba lần xác định song song, lấy chính xác tới 1 %.