

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN xxxxx-1:20xx

Xuất bản lần 1

**CỐT LIỆU - PHƯƠNG PHÁP THỬ CÁC TÍNH CHẤT
HÓA HỌC - PHẦN 1: PHÂN TÍCH HOÁ HỌC**

Aggregates - Tests for chemical properties - Part 1: Chemical analysis

HÀ NỘI - 20xx

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn.....	5
3 Thuật ngữ, định nghĩa.....	7
4 Thuốc thử.....	7
5 Thiết bị, dụng cụ.....	14
6 Yêu cầu chung cho thử nghiệm.....	24
7 Xác định hàm lượng các muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp Volhard (Phương pháp tiêu chuẩn).....	25
8 Xác định hàm lượng các muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp chuẩn độ điện thế (Phương pháp thay thế).....	28
9 Xác định hàm lượng các muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp Mohr (Phương pháp thay thế).....	29
10 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước.....	30
11 Xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh.....	34
12 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong acid.....	37
13 Xác định hàm lượng sulfide hoà tan trong acid.....	38
14 Xác định các thành phần ảnh hưởng đến tính hoàn thiện bề mặt của bê tông.....	40
15 Xác định ảnh hưởng của hợp chất hữu cơ đến sự đông kết và đóng rắn của xi măng.....	42
16 Xác định độ hòa tan trong nước.....	47
17 Xác định hàm lượng mất khi nung.....	49
18 Xác định hàm lượng vôi tự do trong xi thép.....	50
19 Xác định tính không ổn định thể tích của xi lò cao và xi thép.....	56
Phụ lục A (tham khảo) Độ chính xác.....	62
Thư mục tài liệu tham khảo.....	64

TCVN xxxxx-1:20xx

Lời nói đầu

TCVN xxxxx-1:20xx được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn BS EN 1744-1:2009+A1:2012, Tests for chemical properties of aggregates - Part 1: Chemical analysis.

TCVN xxxxx-1:20xx do Viện Khoa học Công nghệ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Cốt liệu - Phương pháp thử các tính chất hóa học - Phần 1: Phân tích hoá học

Aggregates - Tests for chemical properties - Part 1: Chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp phân tích hoá học của cốt liệu.

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp thử tiêu chuẩn và trong một số trường hợp nhất định sẽ xem xét đến phương pháp thay thế khi phương pháp này có thể thu được các kết quả thử nghiệm tương đương.

Trừ khi có quy định khác, các phương pháp thử được quy định trong tiêu chuẩn này có thể sử dụng để kiểm soát quá trình sản xuất, thử nghiệm chứng nhận hoặc thử nghiệm điển hình.

Tiêu chuẩn này mô tả phương pháp thử tiêu chuẩn để phân tích hóa học của cốt liệu sử dụng cho thử nghiệm điển hình trong trường hợp có tranh chấp (bao gồm cả tranh chấp do sử dụng một số phương pháp thay thế khác). Khi thực hiện thử nghiệm điển hình và trong trường hợp có tranh chấp, chỉ chấp nhận kết quả của phương pháp thử tiêu chuẩn. Với các mục đích khác, như kiểm soát một quá trình sản xuất cụ thể, có thể sử dụng phương pháp nào đó miễn là chứng minh được kết quả thu được tương đương với phương pháp tiêu chuẩn.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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, bổ sung (nếu có).

EN 196-1, *Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength* (Phương pháp thí nghiệm xi măng - Phần 1: Xác định cường độ);

EN 196-2: 2005, *Methods of testing cement - Part 2: Chemical analysis of cement* (Phương pháp thí nghiệm xi măng - Phần 2: Phân tích hoá học xi măng);

EN 459-2, *Building lime - Part 2: Test methods* (Vôi xây dựng - Phần 2: Phương pháp thử);

EN 932-1, *Tests for general properties of aggregates - Part 1: Method of sampling* (Cốt liệu - Các quy định chung trong thử nghiệm - Phần 1: Phương pháp lấy mẫu);

TCVN xxxxx-1:20xx

EN 932-2, *Tests for general properties of aggregates - Part 2: Method for reducing laboratory samples* (Cốt liệu - Các quy định chung trong thử nghiệm - Phần 2: Phương pháp rút gọn mẫu phòng thí nghiệm);

EN 932-5, *Tests for general properties of aggregates - Part 5: Common equipment and calibration* (Cốt liệu - Các quy định chung trong thử nghiệm - Phần 5: Trang thiết bị thường dùng và hiệu chuẩn);

EN 932-6, *Test for general properties of aggregates - Part 6: Definitions of repeatability and reproducibility* (Cốt liệu - Các quy định chung trong thử nghiệm - Phần 6: Định nghĩa độ lặp lại và độ tái lập);

EN 933-2, *Tests for geometrical properties of aggregates - Part 2: Determination of particle size distribution - Test sieves, nominal size of apertures* (Phương pháp thử các tính chất hình học của cốt liệu - Phần 2: Xác định thành phần hạt - Sàng thử nghiệm, kích thước lỗ danh nghĩa);

EN 1015-4, *Method of test for mortar for masonry - Part 4: Determination of consistence of fresh mortar (by plunger penetration)* (Phương pháp thử vữa xây, vữa trát - Phần 4: Xác định độ lưu động của vữa tươi (Phương pháp kim xuyên));

EN 1015-9, *Method of test for mortar for masonry - Part 9: Determination of workable life and correction time of fresh mortars* (Phương pháp thử vữa xây, vữa trát - Phần 9: Xác định thời gian bắt đầu đông kết và thời gian điều chỉnh của vữa tươi);

EN 1015-11, *Method of test for mortar for masonry - Part 11: Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar* (Phương pháp thử vữa xây, vữa trát - Phần 11: Phương pháp xác định cường độ nén và cường độ uốn của vữa đã đóng rắn);

EN 1097-6, *Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 6: Determination of the particle density and water absorption* (Cốt liệu - Phương pháp thử các tính chất cơ lý - Phần 6: Xác định khối lượng thể tích và độ hút nước);

TCVN 11553 (ISO 384:2015), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh và chất dẻo – Nguyên tắc thiết kế và kết cấu của dụng cụ đo thể tích* (Laboratory glass and plastics ware - Principles of design and construction of volumetric instruments)

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret* (Laboratory glassware - Burettes);

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức* (Laboratory glassware - One-mark pipettes)

TCVN 11082-1:2015 (ISO 649-1:1981), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Tỷ trọng kế cho mục đích sử dụng chung - Phần 1: Yêu cầu kỹ thuật* (Laboratory glassware - Density hydrometers for general purposes - Part 1: Specification);

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức* (Laboratory glassware - One-mark volumetric);

TCVN xxxxx-1:20xx

ISO 4788, TCVN 8488:2010 (ISO 4788:2005), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Ống đong chia độ (Laboratory glassware - Graduated measuring cylinders)*;

DIN 12242-1:1980, *Laboratory glassware; interchangeable conical ground joints, dimensions, tolerances (Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh; các khớp nối hình côn, kích thước, dung sai)*.

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1

Phần mẫu thử (test portion)

Mẫu được sử dụng toàn bộ trong một thí nghiệm riêng.

3.2

Mẫu thử (test specimen)

Mẫu sử dụng cho một lần thử đơn lẻ khi phương pháp thử yêu cầu nhiều hơn một lần thử cho một tính chất.

3.3

Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)

Mẫu rút gọn từ mẫu gộp sử dụng cho thí nghiệm trong phòng.

3.4

Khối lượng không đổi (constant mass)

Khối lượng của lần cân kế tiếp sau khi sấy ít nhất 1 h mà chênh lệch không vượt quá 0,1 % so với khối lượng của lần cân trước đó.

CHÚ THÍCH: Trong một số trường hợp, khối lượng không đổi có thể đạt được sau khi phần mẫu thử được sấy khô trong một khoảng thời gian định trước trong tủ sấy chuyên dụng ở nhiệt độ $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Các phòng thí nghiệm có thể xác định thời gian cần thiết để đạt được khối lượng không đổi cho mỗi loại kích thước cốt liệu quy định tùy thuộc vào dung tích của loại tủ sấy sử dụng.

4 Thuốc thử

4.1 Yêu cầu chung

4.1.1 Trừ khi có quy định khác, chỉ sử dụng các thuốc thử, hoá chất có độ tinh khiết phân tích và nước khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

CHÚ THÍCH 1: Trừ khi có quy định khác, ký hiệu “%” được hiểu là “phần trăm khối lượng”.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp không đưa ra dung sai, các giá trị được nêu đối với thể tích hoặc khối lượng của thuốc thử được coi là xấp xỉ. Khi đó, thể tích lấy từ ống đong chia vạch và khối lượng cân trên cân thông thường theo quy định tại 5.2.4 và 5.2.5, sẽ được coi là có đủ độ chính xác cho các mục đích của tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 3: Trừ khi có quy định khác, các dung dịch thuốc thử được coi là có độ ổn định trong thời gian dài.

TCVN xxxxx-1:20xx

CHÚ THÍCH 4: Phải coi tất cả các hoá chất là các chất độc hại tiềm ẩn và phải thực hiện các biện pháp phòng ngừa thích hợp trước khi sử dụng. Trước khi bắt đầu bất cứ thử nghiệm nào, luôn phải dành thời gian để đánh giá các nguy cơ có thể xảy ra và luôn duy trì thực hiện công tác này.

4.1.2 Khối lượng riêng của thuốc thử đậm đặc được tính bằng gam trên centimet khối (g/cm^3) ở nhiệt độ $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ như sau:

Acid clohydric : 1,18 đến 1,19;

Acid nitric : 1,40 đến 1,42;

Acid sulfuric : 1,84;

Amoni hydroxide : 0,88 đến 0,91;

Mức độ pha loãng được biểu diễn dưới dạng tổng thể tích.

CHÚ THÍCH 1: Ví dụ trong 4.11.4, “dung dịch acid clohydric (1 + 1)” gồm 1 thể tích acid clohydric đậm đặc được pha với 1 thể tích nước.

CHÚ THÍCH 2: Cho phép sử dụng các dung dịch thương phẩm pha sẵn để thay thế..

4.2 Thuốc thử xác định hàm lượng muối chloride tan trong nước bằng phương pháp Volhard (Điều 7)

4.2.1 Dung dịch bạc nitrate (AgNO_3), 0,100 mol/L, sấy khoảng 20 g bạc nitrate trong ít nhất 1 h ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$, để nguội trong bình hút ẩm. Cân $(16,987 \pm 0,001)$ g bạc nitrate đã sấy khô, hoà tan trong nước và chuyển vào bình định mức dung tích 1 L (5.3.6), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh tối màu (5.2.14) và tránh ánh sáng mặt trời.

4.2.2 Dung dịch thiocyanate (KSCN hoặc NH_4SCN), nồng độ khoảng 0,1 mol/L, hoà tan 9,7 g kali thiocyanate (KSCN) hoặc 7,6 g amonium thiocyanate (NH_4SCN) trong nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Dùng pipet, lấy 25 mL dung dịch bạc nitrate (4.2.1) vào bình nón (5.3.5), thêm 5 mL acid nitric (4.2.3) và 1 mL dung dịch chỉ thị amonium sắt (III) sulfate (4.2.5).

Dùng dung dịch thiocyanate chuẩn độ cho đến khi dung dịch màu của dung dịch chuyển sang nâu đỏ bền vững (sử dụng buret (5.2.13)). Ghi thể tích dung dịch thiocyanate tiêu tốn.

Nồng độ của dung dịch thiocyanate, C_T , tính bằng mol/L, theo công thức:

$$C_T = \frac{2,5}{V_1} \quad (1)$$

trong đó:

V_1 : là thể tích dung dịch thiocyanate tiêu tốn trong chuẩn độ, tính bằng mililit (mL).

Chuẩn hóa dung dịch hàng tuần hoặc trước khi sử dụng nếu phép thử không tiến hành thường xuyên.

4.2.3 Acid nitric (HNO_3), nồng độ khoảng 6 mol/L, thêm 100 mL dung dịch acid nitric (4.1) vào 150 mL nước, đun sôi dung dịch trong tủ hút (5.2.17) cho đến khi dung dịch mất màu, để nguội đến nhiệt độ phòng.

4.2.4 3,5-trimethylhexan-1-ol, tinh khiết kỹ thuật, không chứa chloride .

4.2.5 Dung dịch chỉ thị amonium sắt (III) sulfate ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), hoà tan 50 g amonium sắt (III) sulfate vào 60 g nước ấm, thêm tiếp 10 mL acid nitric (4.2.3).

Để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, bảo quản trong chai thủy tinh (5.2.15).

4.3 Thuốc thử sử dụng trong phép đo điện thế xác định hàm lượng muối chloride hoà tan nước (Điều 8)

4.3.1 Dung dịch bạc nitrate (AgNO_3), nồng độ 0,01 mol/L, chuẩn bị theo 4.2.1 nhưng hòa tan 1,699 g bạc nitrate đã sấy khô vào bình định mức dung tích 1 L (5.3.6).

4.3.2 Dung dịch natri chloride (NaCl), nồng độ 0,02 mol/L, sấy 2 g natri chloride ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ từ 1 h đến 2 h, để nguội đến nhiệt độ phòng, cân $(1,169 \pm 0,001)$ g natri chloride đã sấy khô, hoà tan trong nước và chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L (5.3.6), thêm nước đến vạch, lắc đều.

4.4 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng muối chloride hoà tan bằng phương pháp Morh (Điều 9)

Dung dịch kali cromate (K_2CrO_7), hoà tan 10 g kali cromate trong 100 mL nước.

4.5 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước (Điều 10)

4.5.1 Dung dịch acid clohydric (HCl), cho 200 mL dung dịch acid clohydric đậm đặc (4.1) vào 800 mL nước.

4.5.2 Dung dịch bari chloride (BaCl_2), hoà tan 100 g bari chloride ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào 1 L nước, lọc dung dịch qua giấy lọc chảy trung bình trước khi sử dụng.

4.6 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh (Điều 11)

4.6.1 Hydropeoxit (H_2O_2), nồng độ 30 %.

4.6.2 Chỉ thị metyl đỏ, hoà tan 20 mg metyl đỏ dạng bột vào 50 mL ethanol và thêm tiếp 50 mL nước.

4.7 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng sulfide hoà tan acid (Điều 13)

4.7.1 Dung dịch chì acetate, hoà tan khoảng 0,2 g chì acetate ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) trong nước và thêm nước đến 100 mL.

4.7.2 Dung dịch kẽm sulfate pha trong amoni hydroxide, hòa tan 50 g kẽm sulfate ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) trong 150 mL nước và thêm 350 mL dung dịch amoni hydroxide (NH_4OH) đậm đặc. Để yên dung dịch thu được trong ít nhất 24 h và lọc qua giấy lọc chảy trung bình.

4.7.3 Thiếc (II) chloride ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

TCVN xxxxx-1:20xx

4.7.4 Cromi (Cr) kim loại, dạng bột.

4.7.5 Dung dịch tiêu chuẩn kali iodate, nồng độ 0,016 7 mol/L, cân (3,6 ± 0,1) g kali iodate (KIO₃) đã sấy ở nhiệt độ (110 ± 5) °C chính xác đến 0,1 mg (6.3), chuyển vào bình định mức dung tích 1 L đã có chứa sẵn nước mới đun sôi để nguội, rồi thêm liên tiếp và hòa tan 0,4 g natri hydroxide (NaOH) (khoảng 2 viên) và 25 g kali iodide (KI) nữa. Thêm nước mới đun sôi để nguội đến vạch mức, lắc đều.

CHÚ THÍCH 1: Natri hydroxide có tác dụng kéo dài thời gian sử dụng của dung dịch. Loại bỏ khi dung dịch bị mất màu.

Hệ số F của dung dịch kali iodate được tính theo công thức:

$$F = \frac{m_1}{3,566\ 8} \quad (2)$$

trong đó:

m_1 : là khối lượng của kali iodate, tính bằng gam (g).

CHÚ THÍCH 2: Hệ số F của dung dịch là giá trị trung bình của ba thử nghiệm lặp lại, lấy chính xác đến ba chữ số có nghĩa sau dấu phẩy.

CHÚ THÍCH 3: Nếu hàm lượng sulfide thấp (nhỏ hơn 0,1 % theo khối lượng), nên sử dụng dung dịch chuẩn có nồng độ nhỏ hơn 10 lần. Dung dịch này được chuẩn bị bằng cách sử dụng pipet lấy 100 mL các dung dịch (4.7.5 và 4.7.6) vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

4.7.6 Dung dịch natri thiosulfate, nồng độ khoảng 0,1 mol/L. Hoà tan 24,82g natri thiosulfate (Na₂S₂O₃·5H₂O) trong nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Trước mỗi đợt thử nghiệm, xác định lại hệ số nồng độ f của dung dịch này như sau:

a) Chuẩn hoá bằng dung dịch tiêu chuẩn kali iodate (4.7.5) (phương pháp tiêu chuẩn)

Dùng pipet lấy 20 mL dung dịch kali iodate vào bình nón dung tích 500 mL và pha loãng với 150 mL nước. Acid hoá bằng 25 mL dung dịch acid clohydric (1 + 1) và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfate nồng độ 0,1 mol/L cho đến khi xuất hiện màu vàng nhạt.

Thêm 2 mL dung dịch hồ tinh bột (4.7.7) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang không màu.

Hệ số f của dung dịch natri thiosulfate được tính theo công thức:

$$f = \frac{20 \times 0,0166\ 7 \times 214,01 \times F}{3,566\ 8 \times V_2} = 20 \times \frac{F}{V_2} \quad (3)$$

trong đó:

F là hệ số của dung dịch tiêu chuẩn kali iodate (4.7.5), tính bằng mol trên L (mol/L);

V_2 là thể tích của dung dịch natri thiosulfate nồng độ 0,1 mol/L sử dụng để chuẩn độ, tính bằng mL.

CHÚ THÍCH 1: 3,566 8 g/L kali iodate tương ứng với dung dịch kali iodate có nồng độ chính xác 0,0166 7 mol/L và 214,01 là khối lượng phân tử của KIO_3 .

b) Chuẩn hoá bằng cách sử dụng một lượng kali iodate đã biết

Cân (70 ± 5) mg kali iodate vào bình nón dung tích 500 mL, thêm 150 mL nước để hoà tan.

Thêm khoảng 1 g kali iodate, acid hoá bằng 25 mL acid clohydric (1 + 1) và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) nồng độ 0,1 mol/L đến khi thu được dung dịch màu vàng nhạt. Sau đó thêm 2 mL dung dịch hồ tinh bột (4.7.7) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang không màu.

Hệ số f của dung dịch natri thiosulfate được tính theo công thức:

$$f = \frac{100 \times m_2}{3,566\ 8 \times V_3} = 280,363\ 4 \times \frac{m_2}{V_3} \quad (4)$$

trong đó:

m_2 là khối lượng của kali iodate, tính bằng gam (g);

V_3 là thể tích của dung dịch natri thiosulfate nồng độ 0,1 mol/L tiêu tốn khi chuẩn độ.

CHÚ THÍCH 2: 3,566 8 g/L là khối lượng kali iodate tương ứng với dung dịch tiêu chuẩn kali iodate nồng độ 0,0166 7 mol/L.

CHÚ THÍCH 3: Hệ số f của dung dịch là giá trị trung bình của ba lần thử nghiệm lặp lại, lấy chính xác đến ba chữ số có nghĩa sau dấu phẩy.

4.7.7 Dung dịch hồ tinh bột, hoà tan 1 g tinh bột trong nước, thêm 1 g kali iodate (KI) và thêm nước đến 100 mL.

4.8 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng hạt nhẹ (xem 14.2)

4.8.1 Dung dịch kẽm chloride, hoà tan 7 kg ZnCl_2 trong 3 L nước để thu được dung dịch bão hoà có khối lượng riêng $(1,98 \pm 0,02)$ g/cm³ ở nhiệt độ (20 ± 2) °C. Sử dụng tỷ trọng kế thích hợp kiểm tra khối lượng riêng tương đối của dung dịch sau khi nhiệt độ của dung dịch bằng với nhiệt độ phòng (5.9.3).

CHÚ THÍCH: Dung dịch kẽm chloride có thể gây kích ứng nhẹ với da và màng nhầy.

4.8.2 Dung dịch natri poly wolfram (trong trường hợp thay thế cho dung dịch tại 4.8.1), hoà tan $3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dạng tinh thể trong nước cho đến tan hoàn toàn và thu được dung dịch có khối lượng riêng $(1,98 \pm 0,02)$ g/cm³ ở nhiệt độ (25 ± 2) °C. Sau khi nhiệt độ của dung dịch bằng với nhiệt độ phòng (5.9.3), sử dụng tỷ trọng kế thích hợp kiểm tra khối lượng riêng.

4.9 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng chất mùn hữu cơ (xem 15.1)

4.9.1 Dung dịch natri hydroxit, dung dịch NaOH 3 %, hoà tan 30 g natri hydroxide dạng hạt trong nước, để nguội đến nhiệt độ phòng, pha loãng đến thể tích 1 L trong bình định mức.

TCVN xxxxx-1:20xx

4.9.2 Dung dịch màu tiêu chuẩn, hoà tan 45,0 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ và 5,50 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ vào 279,5 g nước có chứa sẵn 1 mL HCl đậm đặc.

Bảo quản dung dịch trong chai thủy tinh.

CHÚ THÍCH 1: Để dung dịch ổn định trong thời gian ít nhất 2 tuần..

CHÚ THÍCH 2: Dung dịch màu tiêu chuẩn (màu cam-quít) tương đương với màu Gardner tiêu chuẩn số 11 hoặc thang màu hữu cơ số 31.

4.10 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng họ acid fulvic (xem 15.2)

4.10.1 Acid clohydric, dung dịch (1 + 23) (xem 4.1).

4.10.2 Dung dịch thiếc (II) chloride, hoà tan 22,5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ vào 1 L dung dịch acid clohydric (4.10.1).

CHÚ THÍCH: Để dung dịch ổn định trong thời gian ít nhất 2 tuần.

4.11 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp chuẩn độ tạo phức (xem 18.2)

4.11.1 Ethandiol (Ethylene glycol), khan, tinh khiết.

4.11.2 Propan-2-ol (Isopropanol), khan.

4.11.3 Giấy lọc, tấm etandiol khan.

4.11.4 Acid clohydric, dung dịch (1 + 1) (4.1).

4.11.5 Triethanolamin.

4.11.6 m-Nitrophenol (dung dịch 0,1 g pha trong 100 mL nước).

4.11.7 Dung dịch natri hydroxit, nồng độ 2 mol/L, hoà tan 80 g natri hydroxide dạng hạt trong nước, để nguội đến nhiệt độ phòng chuyển vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

4.11.8 Chỉ thị, nghiền 1 g murexit (amonium purpurate) với 100 g NaCl.

4.11.9 Dung dịch EDTA, nồng độ 1/112 mol/L, hoà tan $(3,3 \pm 0,1)$ g muối ethylenediaminetetra - acetic acid dinatri đã sấy khô đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 80 °C trong nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Xác định nồng độ của dung dịch này bằng dung dịch tiêu chuẩn calci đã biết nồng độ (4.11.10).

4.11.10 Dung dịch tiêu chuẩn ion calci (1 mL = 1 mg calci oxit), hoà tan $(1,785 \pm 0,001)$ g calci carbonate tinh khiết (4.11.11) đã sấy khô ở nhiệt độ (110 ± 5) °C bằng một lượng dư acid clohydric (1 + 4). Đun sôi dung dịch để đuổi cacbon dioxit, làm nguội đến nhiệt độ phòng, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L (5.3.6), thêm nước đến vạch, lắc đều.

CHÚ THÍCH: Để tiện sử dụng, có thể sử dụng dung dịch tiêu chuẩn có sẵn trên thị trường, ví dụ $(1,000 \pm 0,002)$ g CaO/l.

4.11.11 Calci carbonate (CaCO_3), dạng bột, tinh khiết, thể tích tiêu chuẩn.

4.11.12 Soda vôi, nghiền mịn.

4.12 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp đo độ dẫn (xem 18.3)

Ethandiol (4.11.1).

4.13 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp chuẩn độ acid (xem 18.4)

4.13.1 Ethyl acetoacetate, khan.

4.13.2 2-methylpropan-1-ol (rượu isobutanol), khan.

4.13.3 Chỉ thị thymol xanh (thymolsulfonephthalein).

4.13.4 Acid clohydric (4.1).

4.13.5 Dung môi hoà tan, cho 450 mL dung dịch ethyl acetoacetate vào 3 L dung dịch 2-methylpropan-1-ol.

4.13.6 Chỉ thị, hoà tan 0,1 g chỉ thị thymol xanh vào 100 mL 2-methylpropan-1-ol.

4.13.7 Dung dịch acid clohydric, nồng độ khoảng 0,2 mol/L,

Hoà tan 17 mL acid clohydric (4.1) vào 1 L dung dịch 2-methylpropan-1-ol.

Để chuẩn hoá dung dịch này, cân $(100 \pm 0,1)$ mg calci carbonate (4.11.11) vào chén nung (5.6.2) và nung ở nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ trong thời gian 1 h. Thu định lượng phần sau nung và chuẩn độ theo (18.4.3).

Xác định hệ số k theo công thức:

$$k = \frac{56,08 \times 100}{100,09 \times V_4} \quad (5)$$

trong đó:

V_4 là thể tích dung dịch acid clohydric sử dụng để chuẩn độ, tính bằng mililit (mL);

k là số miligam (mg) CaO tự do tương ứng với 1 mililit (mL) dung dịch acid clohydric tiêu chuẩn.

CHÚ THÍCH: Hệ số k của dung dịch là giá trị trung bình của ba lần thử nghiệm lặp lại, lấy chính xác đến ba chữ số có nghĩa sau dấu phẩy.

4.13.8 Natri hydroxide dạng hạt, kích thước hạt khoảng 0,8 mm đến 1,6 mm, tinh khiết phân tích.

4.14 Thuốc thử sử dụng trong phép xác định độ nở của xỉ lò luyện thép (xem 19.3)

4.14.1 Dầu silicone.

4.14.2 Acid clohydric, dung dịch (1 + 5).

TCVN xxxxx-1:20xx

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Yêu cầu chung

Tất cả các thiết bị dụng cụ phải phù hợp các yêu cầu chung của EN 932-5.

Trừ khi có quy định khác, các dụng cụ thủy tinh định mức phải có độ chính xác cấp B theo TCVN 11553 (ISO 384:2015). Đối với thử nghiệm đánh giá và thử nghiệm nhóm vật liệu phải sử dụng dụng cụ thủy tinh định mức cấp chính xác A.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp không chỉ định dung sai đo, các giá trị được nêu là gần đúng.

5.2 Thiết bị sử dụng chung

5.2.1 Tủ sấy có quạt thông gió, có khả năng được kiểm soát để duy trì nhiệt độ ổn định trong phạm vi từ 40 °C đến 150 °C với độ chính xác ± 5 °C, kèm khay sấy mẫu làm bằng vật liệu chịu nhiệt không bị ăn mòn.

5.2.2 Lò nung, có khả năng được kiểm soát để duy trì nhiệt độ ổn định trong phạm vi từ 800 °C đến 1 100 °C với độ chính xác ± 25 °C.

5.2.3 Thiết bị đập và nghiền, sử dụng để gia công cốt liệu đến kích thước hạt lọt qua các cỡ sàng phù hợp với các phép thử cụ thể, đồng thời có thể nghiền mẫu đến cỡ hạt nhỏ nhất.

5.2.4 Cân kỹ thuật, có khả năng cân đến 10 kg, độ chính xác 1 g.

5.2.5 Cân kỹ thuật, có khả năng cân đến 1 kg, độ chính xác 0,01 g.

5.2.6 Cân phân tích, có khả năng cân đến 100 g, độ chính xác 0,1 mg.

5.2.7 Bếp đun có khuấy từ.

5.2.8 Máy đo pH, độ chính xác 0,1 đơn vị pH.

5.2.9 Cốc, bình nón, phễu lọc và giấy lọc các loại.

5.2.10 Pipet, dung tích 25 mL; 50 mL và 100 mL phù hợp với TCVN 7151 (ISO 648).

5.2.11 Ống đong chia độ, dung tích 10 mL, 250 mL và 500 mL phù hợp với TCVN 8488:2010 (ISO 4788).

5.2.12 Bình lọc rửa, có chứa nước khử khoáng.

5.2.13 Buret, loại 50 mL có vạch chia chính xác đến 0,1 mL phù hợp với TCVN 7149 (ISO 385).

5.2.14 Chai thủy tinh tối màu, sử dụng để bảo quản hoá chất, thuốc thử.

5.2.15 Chai thủy tinh không màu, sử dụ

ng để đựng hoá chất, thuốc thử.

5.2.16 Bình hút ẩm.

5.2.17 Tủ hút hơi độc.

5.2.18 Mặt kính đồng hồ.**5.3 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp Volhard (xem Điều 7)**

5.3.1 Sàng, lỗ vuông kích thước lỗ 16 mm, phù hợp với EN 933-2.

5.3.2 Hai bình xử lý mẫu, làm bằng thủy tinh, nhựa hoặc kim loại, hoặc bình thủy tinh miệng rộng và có nắp đậy kín.

CHÚ THÍCH: Với mẫu thử là các cốt liệu thô hoặc cốt liệu nhẹ, sử dụng các bình có dung tích khoảng 5 L. Với mẫu thử là các cốt liệu mịn sử dụng các bình có dung tích khoảng 2 L và với mẫu thử là chất độn, sử dụng bình thủy tinh miệng rộng dung tích 300 mL.

5.3.3 Máy trộn hoặc máy lắc, sử dụng để lắc trộn các bình xử lý mẫu (5.3.2).

5.3.4 Hai phễu lọc, đường kính khoảng 100 mm, sử dụng các giấy lọc loại chảy nhanh và chảy chậm có cùng kích thước đường kính với phễu lọc.

5.3.5 Các bình nón có nắp kín, dung tích 100 mL và 250 mL.

5.3.6 Hai bình định mức, dung tích 1 L phù hợp với TCVN 7153 (ISO 1042).

5.4 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp đo điện thế (xem Điều 8)

5.4.1 Thiết bị chuẩn độ điện thế, để xác định nồng độ ion chloride với hệ điện cực gồm:

a) **Điện cực đo,** có thể sử dụng điện cực bạc (tốt nhất là đã clo hoá) hoặc điện cực chọn lọc ion chloride.

b) **Điện cực so sánh,** có thể sử dụng điện cực thủy ngân sulfate hoặc cặp điện cực bạc / bạc chloride có chất điện phân không chứa chloride.

5.5 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp Morh (xem Điều 9)

Hai bình nhựa miệng rộng, dung tích 1 L, có nắp đậy.

5.6 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước (xem Điều 10)

5.6.1 Chén lọc làm bằng thạch anh, độ xốp cấp độ 4, đường kính khoảng 35 mm, chiều cao khoảng 40 mm.

5.6.2 Chén nung, đường kính khoảng 35 mm, chiều cao khoảng 40 mm, có khả năng giữ khối lượng không đổi sau khi nung ở nhiệt độ 1 100 °C.

CHÚ THÍCH: Chén sứ, chén thạch anh hoặc chén bạch kim đều có thể sử dụng làm chén nung.

5.6.3 Quang phổ kế

TCVN xxxxx-1:20xx

CHÚ THÍCH: Xác định hàm lượng sulfate hòa tan trong nước bằng cách đo độ hấp thụ có sử dụng đường chuẩn. Xây dựng đường chuẩn bằng cách hòa tan một lượng calci sulfate đã biết trong nước nóng và tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch. Thực hiện đo độ hấp thụ của ít nhất năm dung dịch với nồng độ sulfate dao động trong khoảng từ 0 % đến 1,3 %. Luôn tiến hành thử nghiệm trên mẫu trắng để hiệu chỉnh độ hấp thụ.

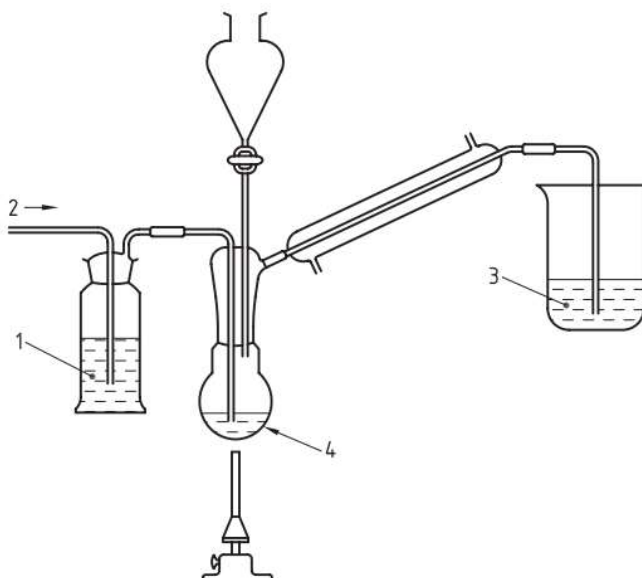
5.7 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh (xem Điều 11)

Thiết bị nung nhiệt độ cao, lò nung có khả năng đạt nhiệt độ 2 000 °C trong thời gian phân tích 40 s. Có thể sử dụng chất xúc tác phù hợp (ví dụ: vonfram trioxide hoặc vanadi pentoxide). Phải có biện pháp hữu hiệu loại bỏ mọi hiện tượng bay hơi nước liên quan.

CHÚ THÍCH: Sử dụng các vật liệu chuẩn, bao gồm quặng pirite và các cốt liệu điển hình sẽ được kiểm tra thử nghiệm để hiệu chuẩn định kỳ thiết bị. Dải hàm lượng lưu huỳnh có trong các vật liệu chuẩn này phải bao phủ hàm lượng lưu huỳnh dự kiến có trong mẫu. Nếu kết quả phân tích thu được nằm ngoài dải hàm lượng này, thì phải tiến hành hiệu chuẩn lại máy với các vật liệu chuẩn thích hợp và tiến hành lại thử nghiệm. Thử nghiệm với mẫu trắng, nếu mẫu trắng có chứa lưu huỳnh thì phải làm sạch thiết bị cho đến khi không phát hiện lưu huỳnh trong mẫu trắng.

5.8 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng sulfide (xem Điều 13)

Thiết bị xác định hàm lượng sulfide được mô tả trong Hình 1.



CHÚ DẪN:

1 - Dung dịch chì acetat (4.7.1)

3 - Dung dịch kẽm sulfate (4.7.2)

2 - Khí Nitơ hoặc Argon

4 - Bình phản ứng

Hình 1 - Ví dụ thiết bị xác định hàm lượng sulfide

5.9 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng xác định hàm lượng hạt nhẹ (xem 14.2)

5.9.1 Sàng, kích thước lỗ sàng 300 μm và 250 μm , phù hợp với EN 933-2.

5.9.2 Khay bằng sứ, sử dụng để làm khô hoặc sấy mẫu.

5.9.3 Tỷ trọng kế, dải đo từ 1,950 đến 2,000 phù hợp với TCVN 11082-1:2015 (ISO 649-1:1981).

5.10 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng chất mùn hữu cơ (xem 15.1)

5.10.1 Sàng, kích thước lỗ sàng 4 mm, phù hợp với EN 933-2.

5.10.2 Bình thí nghiệm, bằng thủy tinh hình trụ, trong suốt, có nắp đậy, dung tích khoảng 450 mL và đường kính ngoài khoảng 70 mm.

CHÚ THÍCH: Kích thước bình thí nghiệm được đưa ra tương tự theo các bình có sẵn trên thị trường. Sử dụng bình có kích thước khác có thể ảnh hưởng khi so sánh với mẫu chuẩn.

5.11 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng hợp acid fulvic (xem 15.2)

5.11.1 Que khuấy thủy tinh.

5.11.2 Phễu lọc thủy tinh.

5.11.3 Giấy lọc định tính chày trung bình, đường kính 180 mm.

5.11.4 Bếp điện.

5.12 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng tạp chất hữu cơ bằng phương pháp thanh vữa (xem 15.3)

5.12.1 Đồng hồ bấm giờ hoặc hẹn giờ, độ chính xác đến 1 s.

5.12.2 Khay nung mẫu, bằng thạch anh hoặc bằng sứ chịu lửa, có kích thước phù hợp với lò nung sử dụng.

5.12.3 Kim xuyên, phù hợp với yêu cầu trong EN 1015-4.

5.12.4 Máy trộn, phù hợp với yêu cầu trong EN 196-1.

5.12.5 Thiết bị xác định thời gian bắt đầu đông kết, phù hợp với yêu cầu trong EN 1015-9.

5.12.6 Thiết bị kiểm tra cường độ uốn, cường độ nén, phù hợp với yêu cầu trong EN 1015-11.

5.12.7 Lò nung, có khả năng nung tới 2 kg cốt liệu và duy trì khoảng nhiệt độ làm việc $(480 \pm 25) ^\circ\text{C}$.

5.13 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp chuẩn độ phức chất (xem 18.2)

5.13.1 Bình tam giác, dung tích 250 mL, có nắp đậy bằng thủy tinh nhám.

5.13.2 Bình định mức, dung tích 500 mL, phù hợp với TCVN 7153:2002 (ISO 1042).

TCVN xxxxx-1:20xx

5.13.3 **Bình điều nhiệt**, có kèm theo khuấy từ.

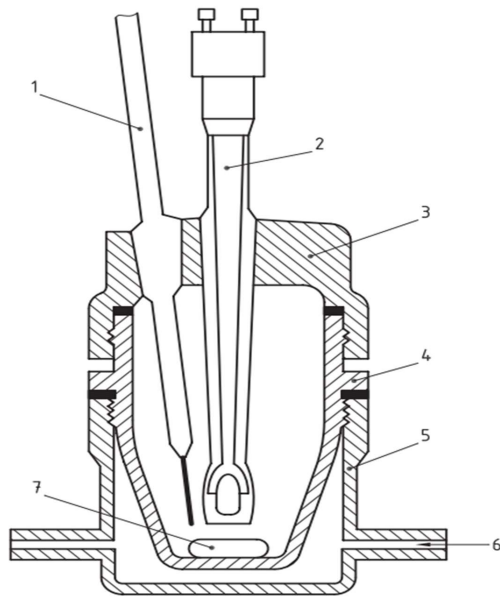
5.13.4 **Phễu lọc bằng thạch anh**, đường kính lỗ từ 10 mm đến 16 mm.

5.13.5 **Thiết bị chuẩn độ**, có gắn tế bào quang điện để xác định điểm chuyển màu.

5.13.6 **Sàng**, kích thước lỗ sàng 63 μm , phù hợp với EN 933-2.

5.14 **Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp đo độ dẫn điện (xem 18.2)**

5.14.1 **Bình đo (dung tích khoảng 160 mL)**, có vỏ cách nhiệt và có nắp xoáy và hai khớp nối hình côn NS 14 như trong DIN 12242-1:1980 (xem Hình 2)



CHÚ DẪN:

- | | |
|---|-------------------------|
| 1 - Nhiệt kế (5.14.3) | 5 - Thân bình bằng nhựa |
| 2 - Điện cực (5.14.2) | 6 - Đường nước vào |
| 3 - Nắp bình bằng nhựa polypropylen | 7 - Khuấy từ (5.14.6) |
| 4 - Bình chứa bằng thủy tinh borosilicate | |

Hình 2 - Mặt cắt dọc của bình đo sử dụng cho việc xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp đo độ dẫn điện (5.14 và 18.3)

5.14.2 **Điện cực**, có vòng côn bọc NS14.

5.14.3 **Nhiệt kế (50 °C đến 100 °C)**, độ chính xác 0,1 °C, có vòng côn bọc NS 14.

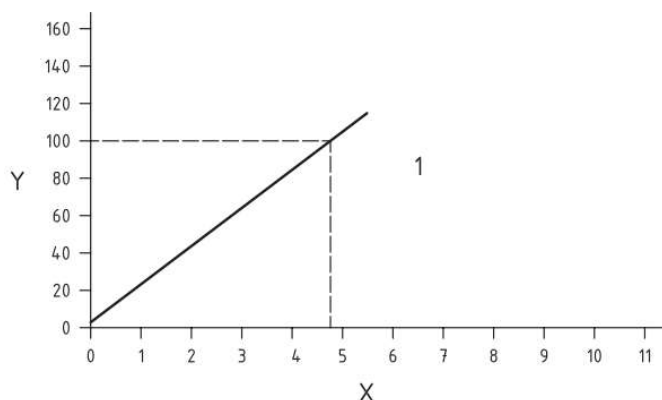
5.14.4 Thiết bị đo độ dẫn điện.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng vôi tự do được xác định từ phép đo độ dẫn điện có sử dụng đường chuẩn. Xây dựng đường chuẩn bằng cách hoà tan lượng đã biết CaO trong ethandiol và đo độ dẫn điện của dung dịch. Cụ thể: đo độ dẫn điện của ít nhất năm dung dịch có chứa CaO với các nồng độ nằm trong khoảng từ 0 mg đến 10 mg CaO/100 mL ethandiol (4.11.1), đo độ dẫn điện của mỗi dung dịch ba lần, lấy giá trị trung bình để xây dựng đồ thị chuẩn.

CHÚ THÍCH 2: Tiến hành nung CaCO_3 (4.11.11) ở nhiệt độ 1 000 °C đến khối lượng không đổi để thu được CaO. Sau đó làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm có chứa chất hấp thụ nước và cacbon dioxide (ví dụ: soda vôi).

CHÚ THÍCH 3: Độ dẫn điện của dung môi ethandiol không chứa CaO được xem là mẫu trắng và sử dụng để hiệu chỉnh.

CHÚ THÍCH 4: Trên Hình 3 mô tả đường chuẩn của dung dịch ethandiol chứa CaO ở nhiệt độ 80 °C với hằng số điện cực là $0,573 \text{ cm}^{-1}$. Trong trường hợp này, giá trị độ dẫn điện của dung dịch mẫu đạt 100 μS , tương ứng với hàm lượng vôi tự do đạt 4,8 % (theo khối lượng).



CHÚ DẪN:

1 = 0 mg đến 10 mg trong 100 mL ethandiol. Nhiệt độ đo ($80 \pm 0,1$) °C. Hằng số điện cực $0,573 \text{ cm}^{-1}$.

X = Hàm lượng CaO trong dung dịch ethandiol (mg CaO/100 mL.)

Y = Độ dẫn điện (μS).

Hình 3 - Ví dụ về đồ thị chuẩn

5.14.5 Bình điều nhiệt, điều chỉnh được nhiệt độ đến ($80 \pm 0,1$) °C.

5.14.6 Bình điều nhiệt với máy khuấy từ.

5.14.7 Sàng, kích thước lỗ sàng 63 μm , phù hợp với EN 933-2.

5.15 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp chuẩn độ acid (xem 18.4)

5.15.1 Bình nón các loại, dung tích 200 mL, 250 mL và 300 mL, được lắp với sinh hàn hồi lưu bằng các khớp nối chuẩn hình côn.

TCVN xxxxx-1:20xx

5.15.2 Các ống hấp thụ, được nối với phần trên của sinh hàn và có chứa natri hydroxide (4.13.8) và rây phân tử (5.15.3).

5.15.3 Rây phân tử 0,3 nm dạng hạt, đường kính khoảng 2 mm.

5.15.4 Các phễu lọc xốp, đường kính lỗ 1,2 mm.

5.15.5 Bơm hút chân không.

5.15.6 Sàng, kích thước lỗ sàng 63 μm phù hợp với EN 933-2.

5.16 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định CaO trong xỉ thép bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (xem 18.5)

5.16.1 Máy nhiễu xạ tia X.

5.16.2 Sàng, kích thước lỗ sàng 63 μm , phù hợp với EN 933-2.

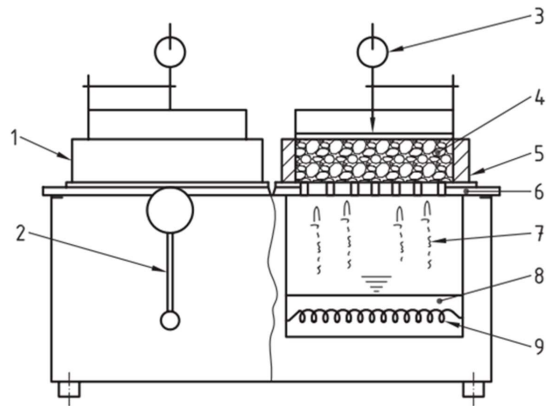
5.17 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định sự phân huỷ của dicalci silicate trong mẫu xỉ lò cao làm nguội trong không khí (xem 19.1)

5.17.1 Máy đo quang, có bước sóng từ 300 nm đến 400 nm và cường độ bước sóng cực đại tại 366 nm.

5.18 Các thiết bị dụng cụ bổ sung sử dụng cho phép xác định độ nở thể tích của mẫu xỉ lò luyện thép (xem 19.3)

5.18.1 Thiết bị chưng hấp, có các khuôn hình trụ và đồng hồ hoặc dụng cụ đo độ dịch chuyển, có dải đo nằm trong khoảng $(10 \pm 0,01)$ mm theo các hình 4, 5 và 6.

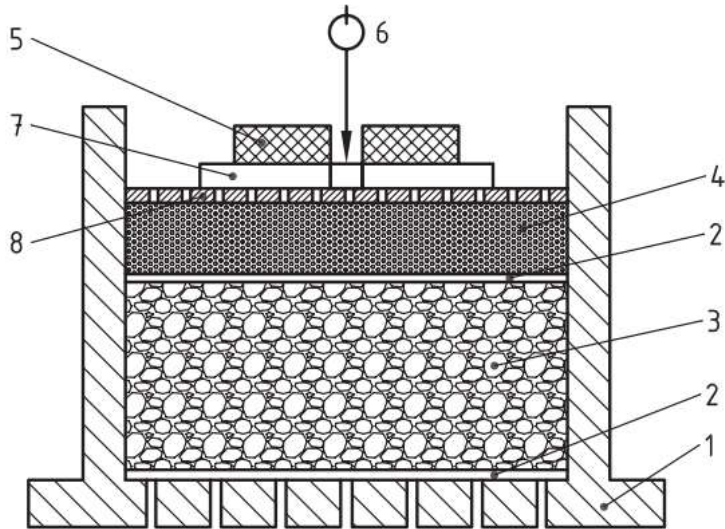
CHÚ THÍCH: Thiết bị chưng hấp bao gồm một hoặc nhiều buồng, có bộ phận gia nhiệt làm sôi nước trong suốt thời gian tiến hành thử mẫu. Phía trên buồng gia nhiệt là mẫu xỉ đã được ép trong xi lanh với tấm đáy đục lỗ, đường kính trong là 210 mm và chiều cao là 120 mm. Các lỗ thoát ở đáy cho phép hơi nước bốc lên khi đun nóng sẽ xuyên qua mẫu một cách đồng đều. Cần sử dụng lượng nước là $(1,1 \pm 0,6)$ L/h. Để tránh hiện tượng hơi nước ngưng tụ trong khuôn trụ do mất nhiệt, cần làm nóng khuôn tới (120 ± 10) °C bằng cách sử dụng vỏ bọc gia nhiệt phía thành ngoài.



CHÚ DẪN:

- | | | |
|-------------------------------|----------------------|--------------|
| 1 - Ống trụ thử nghiệm | 4 - Mẫu xi thép | 7 - Hơi nước |
| 2 - Đồng hồ đo mức nước | 5 - Vỏ bọc gia nhiệt | 8 - Nước |
| 3 - Đồng hồ đo độ dịch chuyển | 6 - Tấm đáy đục lỗ | 9 - Dây đốt |

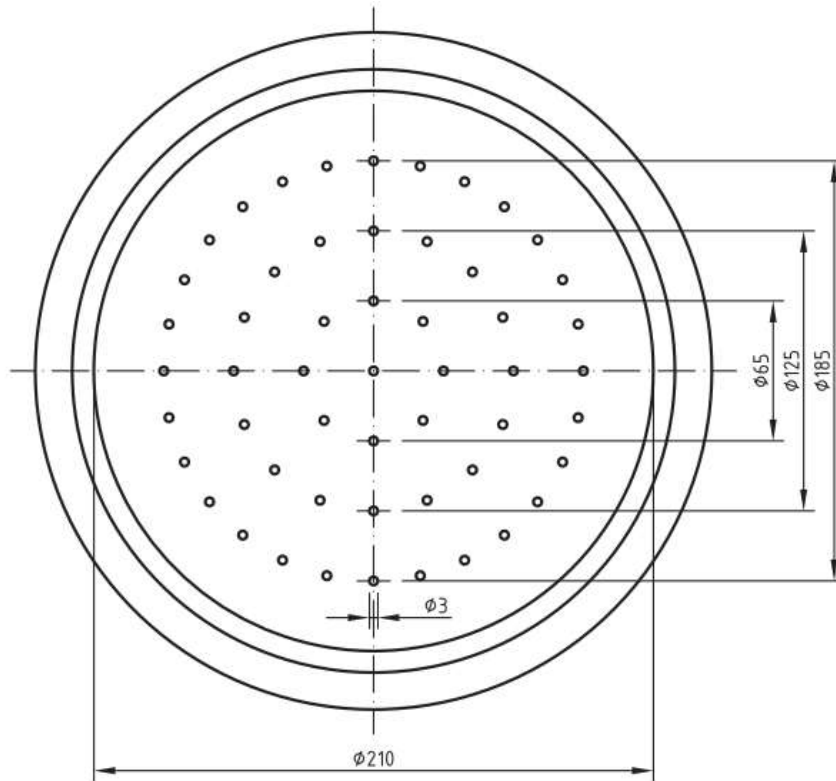
Hình 4 - Mặt cắt ngang thiết bị chưng hấp có 2 buồng



CHÚ DẪN:

- 1 - Khuôn trụ có đáy đục 49 lỗ, đường kính mỗi lỗ 3 mm được phân bố như Hình 6
- 2 - Tấm đệm lót
- 3 - Mẫu xi đầm chặt
- 4 - Bi thủy tinh, đường kính 5 mm
- 5 – Đĩa gia tải
- 6 – Đồng hồ đo độ dịch chuyển
- 7 – Giá đỡ tải, cho phép hơi nước đi qua.
- 8 - Đĩa thoát hơi có đục lỗ, mật độ lỗ chiếm $(30 \pm 5) \%$ diện tích bề mặt.

Hình 5 - Khuôn hình trụ với mẫu thử và thiết bị đo



CHÚ DẪN:

- Điểm giữa tám: 1 lỗ
- Số lỗ nằm trên vòng tròn thứ nhất (đường kính 65 mm): 8 lỗ
- Số lỗ nằm trên vòng tròn thứ hai (đường kính 125 mm): 16 lỗ
- Số lỗ nằm trên vòng tròn thứ ba (đường kính 185 mm): 24 lỗ

Hình 6 - Sơ đồ khoan lỗ trên mặt đáy hình trụ

5.18.2 Sàng, kích thước lỗ sàng 0,5 mm; 2,0 mm; 5,6 mm; 8,0 mm; 11,2 mm; 16,0 mm và 22,4 mm phù hợp với EN 933-2.

5.18.3 Bì thủy tinh, đường kính 5 mm.

5.18.4 Giấy lọc định tính chảy trung bình, đường kính 210 mm.

5.18.5 Bàn rung, tần số rung đạt (48 ± 3) Hz, biên độ $\pm 1,5$ mm hoặc hoặc thiết bị gọn nhẹ khác cho phép độ đầm chặt sau cùng của phần mẫu đạt được độ rỗng khoảng (25 ± 3) % (theo thể tích).

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng loại bàn rung khác, búa Procto hoặc búa đầm điện cầm tay phù hợp.

TCVN xxxxx-1:20xx

5.18.6 Thước đo, chiều dài lớn hơn 200 mm, độ chính xác tới 1 mm.

5.18.7 Đĩa gia tải, có đường kính ngoài nhỏ hơn 210 mm (thường là 180 mm) với một lỗ ở tâm có đường kính khoảng 15 mm cho phép phần thân của bộ chỉ thị đo độ dịch chuyển xuyên qua và gắn vào được trên giá đỡ tải và cho phép hơi nước thoát ra. Tổng khối lượng bao gồm đĩa gia tải, tấm đệm đĩa gia tải và tấm đục lỗ nặng khoảng $(6 \pm 0,01)$ kg.

6 Yêu cầu chung cho thử nghiệm

6.1 Số lượng phép thử

Trừ khi có quy định khác, đối với mỗi phép thử riêng biệt (Điều 7 đến Điều 19) tiến hành hai lần thử nghiệm song song (xem 6.3) cho một mẫu thử.

6.2 Độ lặp lại và độ tái lập

Độ lệch chuẩn của phép thử lặp lại thể hiện độ chụm của phép thử nối tiếp, được tính từ các kết quả thử nghiệm lặp lại liên tiếp của cùng một mẫu, trong cùng điều kiện thử nghiệm (cùng người thử nghiệm, cùng thiết bị thử nghiệm, tại cùng một phòng thí nghiệm và trong khoảng thời gian ngắn).

Độ lệch chuẩn của phép thử tái lập thể hiện độ chụm của phép thử riêng biệt, được tính từ các kết quả thử nghiệm của cùng một mẫu thử, cùng một quy trình thử nghiệm, với các điều kiện thử nghiệm khác nhau (người thử nghiệm khác nhau, thiết bị khác nhau, tại các phòng thí nghiệm khác nhau và /hoặc thời gian thử nghiệm khác nhau) (xem EN 932-6).

Độ lệch chuẩn của phép thử lặp lại và phép thử tái lập được tính theo tỉ lệ phần trăm tuyệt đối. Các giá trị độ lệch chuẩn trong một số phương pháp thử được nêu trong Phụ lục A (tham khảo).

CHÚ THÍCH: Các giá trị về độ chính xác được lấy từ các Tiêu chuẩn Quốc gia thuộc châu Âu đã có hoặc từ các chương trình kiểm tra chéo được CEN công nhận.

6.3 Biểu thị kết quả

Ghi lại khối lượng cân được trên cân phân tích (5.2.6) tính bằng gam (g), chính xác đến 0,1 mg và đơn vị thể tích của buret chuẩn độ (5.2.13) tính bằng mililit (mL), chính xác đến 0,05 mL.

Ghi lại khối lượng cân được trên cân kỹ thuật quy định tại 5.2.4 tính bằng gam (g), chính xác đến 1 g, trên cân kỹ thuật được đề cập tại điều 5.2.5 chính xác đến 0,01 g.

Biểu thị các hệ số của dung dịch (4.7.5, 4.7.6 và 4.13.7) là giá trị trung bình cộng của ba lần thử nghiệm lặp lại, lấy chính xác đến ba chữ số có nghĩa sau dấu phẩy.

Ngoại trừ các trường hợp đặc biệt, biểu thị kết quả thử nghiệm bằng phần trăm (%), là giá trị trung bình cộng của hai lần thử nghiệm lặp lại, lấy chính xác đến 0,01 %.

Nếu phép thử có quy định về giới hạn lặp lại (Phụ lục A), thì cần xem xét các kết quả của hai phép xác định. Nếu chênh lệch giữa hai lần xác định vượt quá hai lần giá trị độ lệch chuẩn, thì cần phải lặp lại thử nghiệm và lấy giá trị trung bình của hai kết quả thử có sự khác biệt ít nhất làm kết quả thử nghiệm.

6.4 Sấy khô vật liệu

Trừ khi có các quy định khác, vật liệu được sấy trong tủ sấy có quạt thông gió (5.2.1) ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.

6.5 Nung kết tủa

Tiến hành nung như sau:

Chuyển giấy lọc có chứa kết tủa vào chén đã được làm sạch và nung trước để biết trước khối lượng. Làm khô chén và giấy lọc rồi đốt cháy từ từ trong môi trường oxy hóa để tránh bắt lửa ngay, đồng thời đảm bảo quá trình đốt cháy được xảy ra hoàn toàn.

Nung chén và kết tủa ở nhiệt độ được quy định ít nhất 1 h.

Làm nguội chén trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Cân chén có chứa phần cặn.

6.6 Kiểm tra sự có mặt của ion chloride (Phép thử bạc nitrate)

Sau khi rửa kết tủa từ năm đến sáu lần, tiếp tục rửa sạch phần trên của bề mặt giấy lọc bằng một lượng nhỏ nước nữa.

Rửa phễu có chứa giấy lọc và kết tủa bằng vài mililit nước và thu phần nước rửa này vào một ống nghiệm nhỏ. Thêm vài giọt acid nitric đậm đặc (4.1) và vài giọt dung dịch bạc nitrate (4.2.1). Kiểm tra độ đục của dung dịch thu được bằng mắt thường để nhận biết xem quá trình rửa kết tủa đã loại bỏ được hết ion chloride hay chưa. Nếu dung dịch đục, nghĩa là vẫn còn ion chloride trong nước rửa, phải tiếp tục tiến hành thao tác rửa kết tủa và lặp lại quá trình kiểm tra.

Sau khi đã thêm bạc nitrate, nếu dung dịch thu được trong suốt, coi như kết tủa đã được rửa sạch ion chloride.

7 Xác định hàm lượng các muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp Volhard (Phương pháp tiêu chuẩn)

7.1 Nguyên tắc

Phương pháp này phù hợp với cốt liệu được lấy từ các khu vực bị nhiễm muối chloride do tiếp xúc hoặc bị ngâm ngập trong vùng nước nhiễm mặn, ví dụ các cốt liệu được khai thác từ các khu vực ven biển.

Chiết tách ion chloride từ mẫu cốt liệu bằng nước. Phương pháp phân tích dung dịch chiết dựa trên phương pháp chuẩn độ Volhard, bằng cách thêm một lượng dư chính xác dung dịch bạc nitrate vào dung dịch sau khi chiết tách, sau đó dùng dung dịch thiocyanate để chuẩn độ lượng dư bạc nitrate, sử dụng amoni sắt (III) sulfate làm chất chỉ thị.

Từ đó tính toán được hàm lượng ion chloride trong cốt liệu và biểu diễn bằng phần trăm theo khối lượng.

TCVN xxxxx-1:20xx

CHÚ THÍCH: Đối với một số cốt liệu, ví dụ có nguồn gốc từ sa mạc, việc chiết tách ion chloride bằng acid nitric - đặc biệt là đối với cốt liệu nghiền mịn - cho hiệu suất cao hơn so với phương pháp chiết bằng nước được quy định trong điều này.

7.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Đối với cốt liệu có nguồn gốc từ biển, phải đảm bảo sao cho mẫu phân tích là mẫu đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

7.3 Chuẩn bị mẫu thử

Tùy thuộc vào kích thước lỗ (D) của sàng tiếp nhận cốt liệu, tiến hành rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được lượng mẫu không ít hơn khối lượng ghi trong Bảng 1.

Sau khi rút gọn, sấy mẫu ở nhiệt độ (110 ± 5) °C đến khối lượng không đổi (xem 3.4).

Sàng mẫu qua sàng có kích thước lỗ 16 mm (xem 5.3.1), đập nhỏ các hạt còn sót trên sàng cho đến khi toàn bộ lượng mẫu lọt hết qua sàng, tránh nghiền mẫu quá nhỏ. Trộn đều phần mẫu thu được, tiến hành chia mẫu theo EN 932-2 thành hai phần, mỗi phần khoảng (2 ± 0,3) kg đối với cốt liệu lớn và khoảng (500 ± 75) g đối với cốt liệu nhỏ.

Đối với cốt liệu nhẹ, lấy hai phần mẫu thử, mỗi phần có thể tích khoảng 1 L.

Bảng 1- Khối lượng tối thiểu của mẫu rút gọn sơ cấp

Kích thước lỗ (D) của sàng tiếp nhận cốt liệu,	Khối lượng tối thiểu của mẫu rút gọn sơ cấp,
mm	kg
63	50
45	35
31,5	15
≤ 22,4	5

7.4 Chuẩn bị tách chiết

Đối với cốt liệu lớn và cốt liệu nhẹ, sử dụng hai bình có miệng rộng dung tích 5 L (5.3.2). Với cốt liệu nhỏ sử dụng hai bình dung tích 2 L (5.3.2). Cân từng bình chính xác đến 1 g.

Chuyển phần mẫu thử đã được chuẩn bị (7.3) vào các bình. Cân bình có chứa cốt liệu, ghi lại khối lượng, chính xác đến 1 g. Tính khối lượng cốt liệu trong từng bình theo chênh lệch khối lượng.

Thêm vào mỗi bình một khối lượng nước tương ứng với khối lượng cốt liệu. Đối với cốt liệu nhẹ, thêm 1 L nước.

Sử dụng máy lắc hoặc trục lăn (5.3.3) để trộn lắc các bình liên tục trong 60 min.

Sau đó sử dụng giấy lọc khô (loại giấy lọc định tính chảy trung bình (5.3.4)) và cốc sạch khô (5.2.9), để lọc, thu lấy phần dung dịch chiết trong suốt với thể tích không nhỏ hơn 100 mL.

7.5 Cách tiến hành xác định hàm lượng chloride trong phần chiết

Dùng pipet (5.2.10) lấy 100 mL phần dung dịch chiết đã được lọc trong suốt (7.4) và cho vào bình dung tích 250 mL (5.3.5). Thêm 5 mL dung dịch acid nitric (4.2.3), tiếp theo, thêm từ buret (5.2.13) một lượng dung dịch bạc nitrate (4.2.1) cho đến khi tất cả chloride được kết tủa, sau đó thêm dư chính xác một lượng dung dịch nữa.

Nếu cốt liệu có chứa sulfide (ví dụ trong mẫu xi), cần để yên dung dịch trong khoảng 5 min ở nhiệt độ ngay dưới nhiệt độ sôi. Kết tủa trắng của lưu huỳnh có thể được tạo thành nhưng không cần phải lọc bỏ. Để nguội và thêm dung dịch bạc nitrate.

Lượng bạc nitrate thêm vào phải đủ để lượng dung dịch tiêu chuẩn thiocyanat dùng để chuẩn độ ít nhất là 3 mL.

Ghi tổng thể tích (V_5) dung dịch bạc nitrate được thêm.

Thêm 2 mL dung dịch 3,5,5-trimethylhexan-1-ol (4.2.4), đập nút, lắc mạnh để đồng tụ kết tủa.

Cẩn thận mở nút, tránh làm hao hụt dung dịch và dùng nước rửa sạch nút bình, gộp nước rửa vào phần dung dịch.

Thêm 5 mL dung dịch chỉ thị amoni sắt (III) sulfate (4.2.5) và dùng dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate (4.2.2) để chuẩn độ cho đến khi có sự thay đổi màu bền vững đầu tiên của dung dịch (từ màu trắng đục sang màu nâu đỏ) và dung dịch có màu giống như màu của dung dịch trong phép chuẩn hóa dung dịch theo 4.2.2.

Ghi lại thể tích dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate tiêu tốn V_6 .

Lặp lại quá trình trên với phần chiết từ phần mẫu thử thứ hai.

Chỉ tiến hành một lần xác định cho mỗi một dung dịch chiết.

7.6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chloride (C) trong cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%), theo công thức sau:

$$C = 0,003\,546 \times W \times [V_5 - (10 \times C_T \times V_6)] \quad (6)$$

trong đó:

V_5 là thể tích dung dịch bạc nitrate, tính bằng mililit (mL);

V_6 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate tiêu tốn, tính bằng mililit (mL);

C_T là nồng độ của dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate, tính bằng mol trên lít (mol/L);

W là tỷ lệ nước/cốt liệu, tính bằng gam trên gam (g/g), đối với cốt liệu nhẹ; W bằng 1 000 g/khối lượng cốt liệu tính bằng gam.

CHÚ THÍCH: Độ chính xác của phép thử xác định hàm lượng chloride tan trong nước được quy định trong Phụ lục A.

TCVN xxxxx-1:20xx

Kết quả là giá trị trung bình xác định từ hai phần mẫu chiết, tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,001 %.

8 Xác định hàm lượng các muối chloride hoà tan trong nước bằng phương pháp chuẩn độ điện thế (Phương pháp thay thế)

8.1 Nguyên tắc

Mẫu cốt liệu thử nghiệm được chiết tách theo quy định ở 7.4. Sử dụng dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrate để kết tủa các ion chloride có trong phần chiết.

Tiến hành chuẩn độ điện thế với điện cực chỉ thị phù hợp.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng điện cực chọn lọc ion chloride và đồ thị Gran.

8.2 Lấy mẫu, chuẩn bị mẫu thử và thực hiện chiết tách

Tiến hành theo các bước quy định tại 7.2, 7.3 và 7.4.

8.3 Tiến hành xác định hàm lượng chloride trong phần dung dịch sau chiết tách

Dùng pipet (5.2.10) lấy 50 mL dung dịch chiết đã lọc (7.4) vào cốc dung tích 250 mL. Acid hoá bằng acid nitric (HNO_3) (4.2.3) đến khi thu được dung dịch có pH từ 2 đến 3. Sử dụng pipet thêm chính xác 5 mL dung dịch natri chloride (4.3.2).

Khi cốt liệu có chứa sulfide (ví dụ mẫu xỉ), cần để dung dịch phân huỷ trong 5 min ở nhiệt độ ngay dưới nhiệt độ sôi. Kết tủa trắng của lưu huỳnh có thể được tạo thành, nhưng không cần phải lọc bỏ. Để nguội và tiến hành chuẩn độ.

Sử dụng thiết bị chuẩn độ điện thế (5.4.1) và dung dịch bạc nitrate (4.3.1) để chuẩn độ. Hàm lượng ion chloride có trong dung dịch chiết được tính toán dựa trên lượng dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrate tiêu tốn tương ứng với điểm uốn của đường cong điện thế thu được, lượng natri chloride (4.3.2) thêm vào với mục đích tăng tín hiệu nhận biết điểm tương đương sẽ được trừ đi để hiệu chỉnh

Lặp lại quá trình trên với phần chiết từ phần mẫu thử thứ hai.

Tiến hành đo mẫu trắng để xác định lượng natri chloride thêm vào.

8.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ion chloride (C) trong cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%) theo công thức:

$$C = 0,000\,709 \times V_7 \times W \quad (7)$$

trong đó:

V_7 là thể tích dung dịch bạc nitrate tiêu tốn, tính bằng mililit (mL), trừ 10 mL cho dung dịch natri chloride thêm vào;

W là tỷ lệ nước/cốt liệu, tính bằng gam trên gam (g/g) - đối với cốt liệu nhẹ; W bằng 1 000 g/khối lượng cốt liệu (tính bằng gam).

Kết quả là giá trị trung bình xác định từ hai phần mẫu chiết, tính theo phần trăm (%), chính xác đến 0,001 %.

CHÚ THÍCH: Độ chính xác của phép thử xác định hàm lượng ion chloride tan trong nước bằng phương pháp chuẩn độ điện thế được quy định trong Phụ lục A.

9 Xác định hàm lượng các muối chloride hòa tan trong nước bằng phương pháp Mohr (Phương pháp thay thế)

9.1 Khái quát

Nồng độ ion chloride trong dịch chiết của cốt liệu tự nhiên có thể được xác định bằng cách sử dụng kỹ thuật công cụ dựa trên phép đo độ dẫn điện.

Phương pháp này cho phép tiến hành chiết nhanh hơn so với phương pháp quy định tại Điều 7. Lưu ý đặc biệt rằng, khi cần thiết, phương pháp này được sử dụng để kiểm tra sơ bộ trước khi triển khai thực hiện phép thử theo quy định tại Điều 7 để xác nhận sự phù hợp theo yêu cầu kỹ thuật. Phương pháp này chỉ được sử dụng để kiểm soát quá trình sản xuất.

9.2 Nguyên tắc

Sử dụng nước để chiết tách nhanh ion chloride từ phần mẫu cốt liệu tại điều kiện nhiệt độ phòng. Sau đó phân tích định lượng hàm lượng ion chloride trong dung dịch chiết bằng phương pháp Mohr. Sử dụng dung dịch bạc nitrate chuẩn độ chloride với chỉ thị kali chromate. Nồng độ ion chloride trong dung dịch chiết của cốt liệu tự nhiên cũng có thể được xác định bằng cách sử dụng các phương pháp công cụ dựa trên độ dẫn điện của dung dịch.

9.3 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

9.4 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm đến khối lượng còn khoảng 250 g theo EN 932-2. Đối với cốt liệu nhẹ, sử dụng lượng mẫu có thể tích 1 L.

9.5 Chuẩn bị chiết tách

Đối với cốt liệu lớn và cốt liệu nhỏ, sử dụng hai bình nhựa miệng rộng dung tích 1 L (5.5). Đối với cốt liệu nhẹ, sử dụng hai bình dung tích 5 L (5.3.2). Cân khối lượng bình và ghi lại lượng cân, chính xác đến 1 g.

Chuyển phần mẫu thử vào các bình. Cân khối lượng bình có chứa cốt liệu, ghi lại lượng cân, chính xác đến 1 g. Tính khối lượng cốt liệu trong từng bình theo chênh lệch khối lượng.

Thêm vào mỗi bình một lượng nước tương ứng với khối lượng cốt liệu. Đối với cốt liệu nhẹ, thêm 1 L nước.

TCVN xxxxx-1:20xx

Đóng chặt nắp bình và lắc trộn ít nhất trong khoảng thời gian 20 min. Để lắng cho đến khi có sự phân tách lớp nước xảy ra.

9.6 Xác định hàm lượng ion chloride trong phần dung dịch chiết

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng phép đo độ dẫn điện, cần gạn khoảng 100 mL dung dịch chiết vào cốc dung tích 250 mL để tiến hành xác định.

Dùng pipet (5.2.10) lấy chính xác 25 mL nước phía trên bề mặt của hỗn hợp sau khi phân tách (9.5) vào bình dung tích 100 mL (5.3.5).

Thêm 4 mL đến 6 mL dung dịch kali chromate (4.4) và lắc đều. Chuẩn độ dung dịch thu được bằng dung dịch bạc nitrate 0,01 mol/L (4.3.1) đến khi xuất hiện màu đỏ nhạt. Ghi lại thể tích dung dịch bạc nitrate tiêu tốn V_8 .

9.7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ion chloride (C) trong cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%) theo công thức:

$$C = 0,01 \times 0,035\,45 \times V_8 \times W \times 4 \quad (8)$$

trong đó

V_8 là thể tích dung dịch bạc nitrate nồng độ 0,01mol/L tiêu tốn;

W là tỷ lệ nước/cốt liệu, tính bằng gam/gam (g/g) đối với cốt liệu nhẹ; W bằng 1 000 g/khối lượng cốt liệu tính bằng gam.

10 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước

10.1 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước của cốt liệu tự nhiên và cốt liệu nhân tạo

10.1.1 Nguyên tắc

Một phần mẫu thử được ngâm chiết trong nước để tách các ion sulfate hòa tan được trong nước. Xác định hàm lượng ion sulfate tan được trong nước bằng cách tạo thành kết tủa với bari chloride trong môi trường pH trong khoảng từ 1 đến 1,5 tại điểm sôi của dung dịch.

Sau đó, định lượng phần kết tủa và tính toán, biểu diễn hàm lượng ion sulfate có trong cốt liệu được biểu diễn bằng phần trăm theo khối lượng

Có thể áp dụng phương pháp này đối với các mẫu cốt liệu có chứa sulfide, ví dụ mẫu xỉ.

10.1.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

10.1.3 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu phòng thí nghiệm được rút gọn theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng không ít hơn khối lượng ghi trong Bảng 1 (7.3) ứng với kích thước lỗ (D) của sàng tiếp nhận cốt liệu.

Sấy mẫu ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi (3.4).

Sàng mẫu qua sàng kích thước lỗ 16 mm (5.3.1), đập nhỏ các hạt còn sót trên sàng cho đến khi toàn bộ mẫu lọt hết qua sàng, tránh nghiền mẫu quá nhỏ. Trộn đều mẫu, chia mẫu theo EN 932-2 thành hai phần tương đương, mỗi phần có khối lượng khoảng $(2 \pm 0,3)$ kg đối với cốt liệu lớn và khoảng (500 ± 75) g đối với cốt liệu nhỏ.

Đối với cốt liệu nhẹ, mỗi phần mẫu được lấy có thể tích khoảng 1 L.

10.1.4 Chuẩn bị chiết tách

Đối với cốt liệu lớn hoặc cốt liệu nhẹ, sử dụng hai bình bằng nhựa hoặc bằng kim loại dung tích 5 L và đối với cốt liệu nhỏ sử dụng hai bình có dung tích 2 L (5.3.2). Cân khối lượng mỗi bình và ghi lại lượng cân, chính xác đến 1 g.

Chuyển phần mẫu thử được chuẩn bị tại 10.1.3 vào các bình. Cân khối lượng bình có chứa mẫu cốt liệu và ghi lại lượng cân, chính xác đến 1 g. Tính khối lượng cốt liệu trong từng bình theo chênh lệch khối lượng.

Thêm vào mỗi bình một lượng nước bằng hai lần khối lượng mẫu. Đối với cốt liệu nhẹ, thêm 1 L nước. Đóng chặt nắp bình và lắc liên tục bằng máy lắc hoặc máy trộn (5.3.3) trong ít nhất 24 h.

CHÚ THÍCH: Nếu không sử dụng thiết bị khuấy trộn cơ học và sự tiếp xúc giữa cốt liệu và nước chỉ được thực hiện bằng cách lắc động không theo hệ thống, thì trong một số trường hợp (đặc biệt khi có mặt gốc sulfate, ví dụ như các tinh thể lớn của thạch cao), thì toàn bộ lượng sulfate sẽ không thể được chiết ra hoàn toàn trong 24 h.

Sau đó sử dụng giấy lọc khô (loại giấy lọc định tính chảy trung bình (5.3.4)) và cốc sạch khô (5.2.9), để lọc, thu lấy phần dung dịch chiết trong suốt với thể tích không nhỏ hơn 100 mL.

10.1.5 Xác định hàm lượng sulfate trong phần dung dịch chiết

Dùng pipet (5.2.10) lấy chính xác 50 mL dung dịch chiết đã được lọc trong suốt vào cốc dung tích 500 mL. Pha loãng bằng nước đến thể tích 300 mL và thêm 10 mL dung dịch acid clohydric (4.5.1).

Đun sôi dung dịch khoảng 5 min.

CHÚ THÍCH: Nếu cốt liệu có chứa sulfide, ví dụ mẫu xỉ, sau khi đun sôi 5 min, để yên dung dịch ở nơi ẩm khoảng 30 min. Nếu xuất hiện kết tủa trắng, thì tiến hành lọc tách kết tủa bằng giấy lọc định tính chảy trung bình, rửa kết tủa vài lần bằng nước nóng. Loại bỏ kết tủa, thu nước lọc và tiếp tục thực hiện các thao tác theo như mô tả dưới đây.

Đun sôi dung dịch thu được, rồi vừa khuấy vừa thêm từ từ từng giọt khoảng 5 mL dung dịch bari chloride (4.5.2). Đun nhẹ dung dịch khoảng 15 min để đông tụ kết tủa.

Tiếp tục đun nhẹ dung dịch trong khoảng 30 min nữa, sau đó để dung dịch ở nơi ẩm qua đêm.

Sử dụng thiết bị lọc hút dung dịch để chuyển toàn bộ kết tủa bari sulfate lên chén lọc bằng thạch anh (5.6.1) đã được nung, cân và biết trước khối lượng. Có thể sử dụng phễu thủy tinh và giấy lọc không tro chảy chậm để lọc tách kết tủa. Tuy nhiên, trong cả hai trường hợp, đều nhất thiết phải rửa kết tủa vài lần bằng nước nóng cho đến hết ion chloride (6.6).

TCVN xxxxx-1:20xx

Nếu sử dụng chén lọc bằng thạch anh, cần tháo chén ra khỏi hệ thống bình lọc và sấy chén ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ trong lò nung (5.2.2) trong khoảng 30 min, sau đó nâng dần nhiệt độ lò đến khoảng $(925 \pm 25)^\circ\text{C}$ và nung chén cho đến khi thu được khối lượng không đổi.

CHÚ THÍCH: Khi nung ở nhiệt độ cao hơn, thời gian nung chỉ khoảng 15 min là đủ.

Làm nguội chén trong bình hút ẩm (5.2.16) và cân chính xác đến 0,1 mg. Từ sự tăng khối lượng của chén, tính toán khối lượng m_3 của kết tủa.

Nếu tiến hành lọc qua giấy lọc, chuyển giấy lọc có chứa kết tủa vào chén đã được nung, cân để biết trước khối lượng (5.6.2). Cho chén có chứa giấy lọc và kết tủa vào lò nung (5.2.2) theo quy trình quy định tại 6.5.

Làm nguội chén trong bình hút ẩm (5.2.16) và cân chính xác đến 0,1 mg. Từ sự tăng khối lượng của chén, tính toán khối lượng m_3 của kết tủa.

10.1.6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfate hoà tan có trong cốt liệu, biểu thị theo SO_3 , được tính bằng phần trăm (%) theo công thức:

$$SO_{3 \text{ hoà tan}} = 2 \times W \times 0,343 \times m_3 \quad (9)$$

trong đó:

m_3 là khối lượng kết tủa bari sulfate, tính bằng gam (g);

W là tỷ lệ nước/cốt liệu, tính bằng gam trên gam (g/g), đối với cốt liệu nhẹ; W bằng 1 000 g/khối lượng cốt liệu tính bằng gam.

CHÚ THÍCH: Kết quả có thể biểu thị theo SO_4 bằng công thức sau:

$$SO_{4 \text{ hoà tan}} = 2 \times W \times 0,4116 \times m_3 \quad (9.1)$$

10.2 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước của cốt liệu tái sử dụng

10.2.1 Nguyên tắc

Sử dụng nước nóng để chiết ion sulfate tan trong nước từ mẫu cốt liệu. Thêm bari chloride vào dung dịch chiết để kết tủa ion sulfate dưới dạng bari sulfate tại pH trung tính. Sau đó xác định hàm lượng sulfate hòa tan trong nước bằng máy quang phổ.

Quá trình chiết bằng nước nóng sẽ loại bỏ các sulfate hoạt tính (ví dụ thạch cao) là nguồn tiềm ẩn khả năng không ổn định trong cốt liệu.

10.2.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1. Khối lượng mẫu tối thiểu 3 000 g.

10.2.3 Chuẩn bị mẫu thử

Sàng mẫu phòng thí nghiệm qua sàng kích thước 4 mm và nghiền hạt còn sót lại trên sàng đến khi lọt hết qua sàng 4 mm.

Rút gọn mẫu đến khối lượng $(25 \pm 0,1)$ g. Cân phần mẫu thử chính xác đến 0,1 g trong cốc (5.2.9), ký hiệu "cốc A", có dung tích 2 L.

10.2.4 Chuẩn bị chiết tách

Cân $(1\,000 \pm 5)$ g nước cất hoặc nước khử ion đã được đun nóng đến (60 ± 5) °C trong cốc (5.2.9), dung tích 1 L hoặc 2 L.

Ngay lập tức thêm nước nóng vào phần mẫu thử trong cốc A (10.2.3). Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ (5.2.18).

Khuấy dung dịch bằng khuấy từ trong khoảng thời gian (15 ± 1) min trong khi vẫn duy trì ở nhiệt độ (60 ± 5) °C

Ngay lập tức sử dụng giấy lọc nhanh, lọc (200 ± 50) mL dung dịch chiết vào cốc dung tích 500 mL, ký hiệu "cốc B".

Lọc phần còn lại của dung dịch và lưu lại trong cốc thứ 3, ký hiệu là "cốc C"

CHÚ THÍCH: Phần chứa trong cốc C sau đó có thể sử dụng để pha loãng (10.2.5.3).

Điều chỉnh pH của dung dịch chiết trong cốc B đến giá trị pH 7 ± 1 bằng acid tartaric hoặc acid nitric. Kiểm tra pH của dung dịch bằng máy đo pH (5.2.8). Nếu pH quá acid (nhỏ hơn 6), thêm một ít dung dịch chiết trong cốc C để dung dịch trở lại trung tính.

Sử dụng mặt kính đồng hồ đậy dung dịch đã ổn định pH trong cốc B và cốc C. Nếu cần thiết, làm mát dung dịch.

10.2.5 Xác định hàm lượng sulfate trong phần dung dịch chiết, sử dụng máy quang phổ kế

10.2.5.1 Thí nghiệm mẫu trắng với nước dùng để chiết

Trước mỗi loạt phép thử, kiểm tra hàm lượng sulfate của nước cất hoặc nước khử khoáng. Theo quy trình mô tả trong 10.2.5.3

Sử dụng pipet lấy một lượng nước cất hoặc nước khử khoáng và rót vào ống nghiệm. Thêm một lượng dung dịch bari chloride (4.5.2) và để yên trong một khoảng thời gian xác định. Lắc mạnh ống nghiệm trong 10 s và đọc kết quả trên máy quang phổ kế.

Thông thường kết quả là 0 mg/L. Nếu không phải là giá trị 0, ghi kết quả C_{H_2O} đọc được trên thiết bị quang phổ kế.

10.2.5.2 Thí nghiệm mẫu trắng với dung dịch chiết được

Trước mỗi loạt phép thử, thí nghiệm mẫu trắng theo 10.2.5.3, nhưng không thêm bari chloride.

Sử dụng pipet lấy một lượng dung dịch đệm từ cốc B và rót vào ống nghiệm phù hợp. Sau khoảng thời gian xác định, đọc kết quả trên máy, ghi lại kết quả C_0 đọc được trên thiết bị quang phổ kế.

TCVN xxxxx-1:20xx

10.2.5.3 Tiến hành xác định hàm lượng sulfate

Sử dụng pipet lấy một lượng dung dịch đã ổn định pH từ cốc B và chuyển vào ống nghiệm hoặc cốc chứa theo hướng dẫn sử dụng thiết bị.

Thêm tiếp vạp một lượng dung dịch bari chloride (4.5.2).

Lắc mạnh ống nghiệm trong 30 s sau đó để ổn định một thời gian theo quy định của nhà sản xuất (thường từ 5 min đến 10 min). Lắc mạnh lại ống nghiệm trong 10 s để các tinh thể BaSO_4 lắng ở đáy ống nghiệm tạo thành huyền phù.

Để yên 15 s để cho các bọt khí hòa tan hoàn toàn và ghi lại kết quả C_{SO_4} đọc được trên thiết bị quang phổ kế, tính theo mg/L.

Nếu kết quả lớn hơn 200 mg/L, lặp lại phép thử với phần mẫu thử đã pha loãng. Dùng pipet lấy 50 mL dung dịch đậm từ cốc B vào một cốc khác ký hiệu “cốc D”. Dùng pipet khác thêm 50 mL nước cất hoặc nước khử khoáng vào cốc D. Sử dụng máy khuấy từ khuấy trong 1 min.

Lặp lại các bước trong 10.2.5.3 với dung dịch pha loãng và thực hiện phép hiệu chỉnh thích hợp khi tính toán kết quả.

10.2.5.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfate hòa tan ($T\text{SO}_4$) có trong cốt liệu tái chế, được tính bằng phần trăm (%) theo công thức sau:

$$T\text{SO}_4 = \left[\left(\frac{C_{\text{SO}_4} - C_0}{10000} \times \frac{P}{P'} \right) \right] - C_{\text{H}_2\text{O}} \cong \frac{C_{\text{SO}_4} - C_0}{250} \quad (10)$$

trong đó:

$T\text{SO}_4$ là hàm lượng sulfate hòa tan của mẫu, tính bằng phần trăm, %

C_{SO_4} là kết quả đo trên thiết bị quang phổ kế (10.2.5.3);

C_0 là kết quả đo trên thiết bị quang phổ kế của mẫu trắng (10.2.5.2);

$C_{\text{H}_2\text{O}}$ là kết quả đo trên thiết bị quang phổ kế của mẫu nước (10.2.5.1);

P là khối lượng nước tính bằng gam (g) dùng để chiết mẫu (10.2.4);

P' là khối lượng của phần mẫu thử tính bằng gam (g) (10.2.3).

11 Xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh

11.1 Xác định tổng lưu huỳnh bằng phương pháp phân hủy acid (Phương pháp tiêu chuẩn)

11.1.1 Nguyên tắc

Xử lý phần mẫu thử bằng hydroperoxit và acid clohydric để chuyển toàn bộ hợp chất chứa lưu huỳnh về dạng sulfate. Kết tủa sulfate dưới dạng bari sulfate (BaSO_4) và cân. Hàm lượng lưu huỳnh có trong cốt liệu tính bằng phần trăm theo khối lượng.

11.1.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

11.1.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng tối thiểu trong Bảng 1 tương ứng với kích thước lỗ (D) của sàng tiếp nhận cốt liệu.

Nếu cần, sấy khô mẫu ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Nếu sấy ở nhiệt độ cao hơn, sulfide sẽ bị oxy hóa.

Lần lượt nghiền và rút gọn mẫu thử đến khi thu được khoảng 20 g mẫu. Tiếp tục nghiền mẫu cho đến khi toàn bộ lượng mẫu lọt qua sàng 125 μm . Lấy khoảng 1 g mẫu để làm mẫu thử.

11.1.4 Tiến hành thử

Cân phần mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg (m_1), chuyển vào cốc cao thành, dung tích 400 mL (5.2.9).

Thêm 20 mL nước cất, dùng thìa thủy tinh và mặt kính đồng hồ để gạt rửa hết cặn. Thêm 10 mL hydrogen peroxide (4.6.1) và đun nóng trong 30 min ở nhiệt độ dưới nhiệt độ sôi.

Sau khi phân hủy, thêm tiếp 20 mL acid clohydric (1 + 1) (4.1) và đặt cốc lên bếp cách thủy đun nóng trong khoảng thời gian 30 min.

Thêm một lượng nhỏ bột giấy lọc và đun nóng dung dịch trong cốc ở nhiệt độ dưới nhiệt độ sôi.

Thêm amoni hydroxide (4.1) để kiểm hóa dung dịch. Kiểm tra độ kiềm bằng chất chỉ thị màu methyl đỏ (4.6.2) hoặc sử dụng máy đo pH (5.2.8). Đun sôi nhẹ trong 30 s và sau đó lọc hút qua giấy lọc trung bình. Rửa phần cặn trên giấy lọc một lần bằng một ít nước đã khử khoáng đun nóng và giữ lại dung dịch lọc.

Chuyển giấy lọc có chứa cặn vào cốc và hòa tan bằng hỗn hợp gồm 5 mL acid clohydric đậm đặc (4.1) và 70 mL nước nóng.

Lặp lại quy trình như trên (đun sôi, kết tủa, lọc và rửa) và loại bỏ kết tủa nếu có. Acid hóa phần nước lọc và nước rửa (tất cả khoảng 220 mL) bằng 1 mL acid clohydric đậm đặc và đun sôi. Đun sôi trong $(5 \pm 0,5)$ min.

Vẫn duy trì dung dịch ở điểm sôi và vừa khuấy vừa thêm từ từ từng giọt khoảng 10 mL dung dịch bari chloride (4.5.2) đã được đun nóng.

Sau khi làm muối, lọc và nung kết tủa bari sulfat theo như cách tiến hành tại 10.1.5.

TCVN xxxxx-1:20xx

Cân chính xác đến 0,1 mg và tính khối lượng của kết tủa.

11.1.5 Biểu thị kết quả

Tổng hàm lượng lưu huỳnh (S) có trong cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 (%) theo công thức sau:

$$S = \frac{m_s}{m_4} \times 13,74 \quad (11)$$

trong đó:

m_s là khối lượng kết tủa, tính bằng gam (g);

m_4 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

CHÚ THÍCH: Độ chính xác của phép xác định tổng hàm lượng sulfur được quy định tại Phụ lục A.

11.2 Xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh bằng cách nung ở nhiệt độ cao (Phương pháp thay thế)

11.2.1 Nguyên tắc

Phần mẫu cốt liệu được nung ở nhiệt độ cao trong môi trường ôxy nguyên chất. Quá trình này sẽ chuyển các hợp chất lưu huỳnh thành sulfur dioxide và được định lượng bằng máy phổ hồng ngoại. Hàm lượng lưu huỳnh được tính bằng phần trăm theo khối lượng.

11.2.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

11.2.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng tối thiểu trong Bảng 1 (7.3) tương ứng với kích thước lỗ (D) của sàng tiếp nhận cốt liệu.

Nếu cần thiết, sấy khô mẫu ở nhiệt độ $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Nếu sấy ở nhiệt độ cao hơn, sulfide sẽ bị oxy hóa.

Lần lượt nghiền và rút gọn mẫu ban đầu đến khối lượng còn khoảng 20 g mẫu và sau đó tiếp tục nghiền mịn cho đến khi toàn bộ lượng mẫu lọt qua sàng 125 μm . Lấy khoảng 1 g mẫu để làm mẫu thử.

11.2.4 Tiến hành thử

Mẫu thử được đốt ở nhiệt độ cao trong thiết bị (5.7) theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất.

Tổng hàm lượng sulfur được đọc trực tiếp từ thiết bị.

11.2.5 Biểu thị kết quả

Tổng hàm lượng lưu huỳnh (S), được tính bằng phần trăm (%), chính xác tới 0,1 %.

12 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong acid

12.1 Nguyên tắc

Sử dụng acid clohydric để hoà tan lượng sulfate có trong cốt liệu. Hàm lượng ion sulfate có trong cốt liệu được xác định bằng phương pháp phân tích khối lượng và tính bằng phần trăm theo khối lượng.

12.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

12.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng tối thiểu trong Bảng 1 tương ứng với kích thước lỗ (D) của sàng tiếp nhận của cốt liệu.

Nếu cần thiết, sấy khô mẫu ở nhiệt độ $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Nếu sấy ở nhiệt độ cao hơn, sulfide sẽ bị oxy hóa.

Lần lượt nghiền và rút gọn mẫu ban đầu đến khối lượng còn khoảng 20 g mẫu và sau đó tiếp tục nghiền mịn cho đến khi toàn bộ lượng mẫu lọt qua sàng 125 μm . Lấy khoảng 8 g mẫu để làm mẫu thử.

12.4 Tiến hành thử

Cân mẫu thử chính xác đến 0,1 mg (m_0). Thêm 360 mL nước và 40 mL acid clohydric đậm đặc (4.1) vào bình nón (5.2.9) dung tích 1 000 mL và đun sôi. Lấy bình ra khỏi bếp và vừa khuấy, vừa thêm vào dung dịch acid từng phần nhỏ của mẫu thử. Dùng đũa thủy tinh để dầm nát các phần bị vón cục. Để dung dịch phân hủy trong (15 ± 1) min ở nhiệt độ dưới điểm sôi.

Lọc cặn qua giấy lọc loại trung bình vào cốc dung tích 1 000 mL. Rửa cặn và giấy lọc bằng nước khử khoáng nóng. Kiểm tra nước rửa bằng bạc nitrate để đảm bảo không còn ion chloride (6.6).

Thêm nước khử khoáng đến thể tích khoảng 600 mL và đun nóng dung dịch đến nhiệt độ dưới điểm sôi.

Kiểm hóa dung dịch bằng cách thêm dung dịch amoni hydroxide (4.1.2). Kiểm tra độ kiềm bằng chỉ thị methyl đỏ (4.6.2), hoặc sử dụng máy đo pH (5.2.8). Đun sôi nhẹ trong 30 s và sau đó lọc bằng giấy lọc trung bình. Rửa cặn trên giấy lọc ít nhất ba lần bằng nước khử khoáng nóng, lại dung dịch lọc và loại bỏ kết tủa nếu có. Acid hóa dịch lọc và nước rửa bằng acid clohydric (1 + 11) đến khi dung dịch có màu đỏ của chỉ thị methyl đỏ (4.6.2).

Đun sôi dung dịch trong $(5 \pm 0,5)$ min và sau đó kiểm tra độ trong suốt của dung dịch. Nếu dung dịch chưa trong suốt, tiến hành làm lại với mẫu thử mới.

TCVN xxxxx-1:20xx

Vẫn duy trì dung dịch ở điểm sôi và vừa khuấy, vừa thêm từ từ từng giọt khoảng 40 mL dung dịch bari chloride (4.5.2) đã được đun nóng. Sau khi làm muối, lọc và nung kết tủa bari sulfate theo như cách tiến hành tại 10.1.5.

Cân chính xác đến 0,1 mg và tính khối lượng của kết tủa (m_7).

12.5 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfate (SO_3) hoà tan trong acid của cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 % theo công thức sau:

$$\text{Hàm lượng sulfate } (SO_3) = \frac{m_7}{m_6} \times 34,30 \quad (12)$$

trong đó:

m_7 là khối lượng của kết tủa, tính bằng gam (g);

m_6 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

CHÚ THÍCH 1: Kết quả có thể biểu thị theo SO_4 , sử dụng công thức sau:

$$\text{Hàm lượng sulfate } (SO_4) = \frac{m_7}{m_6} \times 41,16 \quad (12.1)$$

CHÚ THÍCH 2: Độ chính xác của phép xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong acid được quy định tại Phụ lục A.

13 Xác định hàm lượng sulfide hoà tan trong acid

13.1 Nguyên tắc

Phân hủy mẫu thử bằng acid clohydric trong điều kiện khử. Sulfide sẽ chuyển thành khí hydro sulfide (H_2S) và được sục qua dung dịch kẽm sulfate amoniacal để hấp thụ. Xác định lượng kết tủa kẽm sulfide tạo thành bằng phương pháp định lượng iodine.

13.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

13.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng tối thiểu trong Bảng 1 tương ứng với kích thước cỡ sàng trên (D) của cốt liệu.

Nếu cần thiết, sấy khô mẫu ở nhiệt độ $(110 \pm 5) ^\circ C$.

CHÚ THÍCH: Nhiệt độ sấy cao hơn sẽ làm oxy hóa sulfide.

Lần lượt nghiền và rút gọn mẫu ban đầu đến khi thu được khoảng 20 g mẫu. Tiếp tục nghiền mẫu cho đến khi toàn bộ lượng mẫu lọt qua sàng 125 μm . Lấy khoảng 1 g mẫu để làm mẫu phân tích.

13.4 Cách tiến hành

TCVN xxxxx-1:20xx

Sử dụng thiết bị được mô tả tại 5.8 và Hình 1. Cân mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg (m_s) và chuyển toàn bộ lượng cân vào bình phản ứng hai cổ bằng thủy tinh đáy bằng, dung tích 250 mL, có nút nhám.

CHÚ THÍCH 1: Nếu hàm lượng sulfide thấp (< 0,1 %), thì nên sử dụng dung dịch thuốc thử loãng hơn mười lần (4.7.5 và 4.7.6).

Thêm khoảng 2,5 g thiếc (II) chloride (4.7.3) và 0,1 g chromi (4.7.4)

CHÚ THÍCH 2: Chromi góp phần hòa tan pyrite (FeS_2) có thể có trong cốt liệu.

Thêm tiếp vào hỗn hợp 50 mL nước khử khoáng. Lắp phễu chiết và sinh hàn thông qua phần cổ nổi của bình chưng cất sao cho đầu vào của dòng nước làm mát sinh hàn phải ở phía gần với bình chưng cất. Sau khi được ngưng tụ và di chuyển dọc theo ống sinh hàn, phần chưng cất được sẽ đi qua ống thủy tinh với một đầu nối với sinh hàn và đầu còn lại được nhúng ngập trong cốc có chứa sẵn hỗn hợp gồm 15 mL dung dịch kẽm sulfate amoniactal (4.7.2) và 285 mL nước khử khoáng.

Mở các van cấp trong hệ thống và sục khí (nitro hoặc argon) qua toàn hệ thống với tốc độ khoảng 10 mL/min. Sau đó, khoá các van khí rồi từ phễu chiết, thêm từng lượng nhỏ khoảng 50 mL dung dịch acid clohydric (1 + 1) (4.1), chú ý tránh làm rót dung dịch. Mở thông lại các van khí, đồng thời đun sôi bình phản ứng trong khoảng 10 min. Tháo rời các ống nối của hệ thống và chuẩn bị để chuẩn độ.

Đối với một số cốt liệu có hàm lượng sulfide lớn hơn, nên đun sôi bình phản ứng với thời gian lớn hơn 10 min để chuyển toàn bộ lượng sulfide thành kẽm sulfide. Để đảm bảo quá trình chiết tách sulfide đã hoàn tất, kiểm tra bằng cách sục ống thủy tinh qua cốc có chứa dung dịch kẽm sulfate amoniactal. Nếu không thấy xuất hiện kết tủa trắng, phản ứng đã kết thúc.

Làm nguội hỗn hợp thu được đến nhiệt độ 20 °C và dùng pipet thêm chính xác 10 mL dung dịch kali iodate 0,016 6 mol/L (4.7.5) và 25 mL acid clohydric đậm đặc rồi chuẩn độ bằng dung dịch natri thiocyanate (4.7.6) cho đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Thêm tiếp 2 mL dung dịch hồ tinh bột (4.7.7) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi màu dung dịch chuyển từ xanh sang không màu.

Commented [A1]: Nhấn mạnh thao tác liên tục

13.5 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfide (S) có trong cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%) theo công thức sau:

$$S = \frac{[(V_9 \times F) - (V_{10} \times f) \times 1,603 \times 100]}{1\,000 \times m_s} = 0,160\,3 \times \frac{(V_9 \times F) - (V_{10} \times f)}{m_s} \quad (13)$$

trong đó:

V_9 là thể tích dung dịch kali iodate, tính bằng mililit (mL);

F là hệ số nồng độ của dung dịch kali iodate được quy định tại 4.7.5;

V_{10} là thể tích của dung dịch natri thiocyanate tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng mililit (mL);

f là hệ số nồng độ của dung dịch natri thiocyanate tính được tại 4.7.6;

m_s là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

TCVN xxxxx-1:20xx

14 Xác định các thành phần ảnh hưởng đến tính hoàn thiện bề mặt của bê tông

14.1 Kiểm tra sự có mặt của các hạt sắt sulfide hoạt tính

14.1.1 Yêu cầu chung

Phương pháp này quy định cách kiểm tra, phát hiện sự có mặt của các hạt sắt sulfide có thể xuất hiện ở lớp gần sát hoặc thậm chí ngay trên bề mặt bê tông và tạo thành các vết màu nâu trên bề mặt, rất khó loại bỏ.

14.1.2 Lấy mẫu

Lấy khoảng 50 hạt cốt liệu đại diện từ kho hoặc bãi lưu trữ cốt liệu để kiểm tra khi lô nguyên liệu bị nghi ngờ có chứa sắt sulfide.

14.1.3 Tiến hành thử

Xác định độ hoạt tính của các hạt cốt liệu bằng cách ngâm chúng trong dung dịch nước vôi bão hoà.

CHÚ THÍCH 1: Kết tủa màu xanh dạng keo của sắt (III) sulfate ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$) sẽ hình thành sau 5 min. Dưới tác động của ánh sáng và trong môi trường không khí, các hạt kết tủa này sẽ nhanh chóng chuyển sang màu nâu đỏ giống như màu của sắt (III) hydroxit. Phản ứng này sẽ kết thúc sau khoảng thời gian 30 min và là cơ sở để nhận biết nhanh sự có mặt của sắt sulfide trong cốt liệu.

Nếu kết tủa màu nâu dạng keo không xuất hiện sau khi ngâm hạt cốt liệu trong nước vôi bão hoà, thì cũng có thể các hạt cốt liệu này có phản ứng chậm. Nếu nghi ngờ các hạt có phản ứng chậm này, cần tiến hành kiểm tra bằng mắt thường để đánh giá và xem xét về khả năng để lại vết sẫm màu trên bề mặt vữa hoặc bê tông khi sử dụng cốt liệu.

CHÚ THÍCH 2: Nếu vùng khai thác cốt liệu được xác định đã từng sản xuất cốt liệu chứa ion sulfide, chuyên gia kỹ thuật về địa chất có thể sử dụng kính hiển vi phóng đại thấp để kiểm tra và xác định xem vật liệu có phải là thành phần gây hại hay không.

Trong các trường hợp khác, có thể trộn các hạt cốt liệu thu được với hồ xi măng pooc lăng, dưỡng hộ 28 ngày ở điều kiện ẩm, sau đó kiểm tra thanh xi măng để tìm vết sẫm màu.

14.2 Xác định hàm lượng hạt nhẹ

14.2.1 Yêu cầu chung

Phương pháp này sử dụng để xác định phần trăm khối lượng của hạt nhẹ có trong cốt liệu nhỏ. Phương pháp này cũng sử dụng để xác định các loại vật chất như than non hoặc than - là các chất có khả năng gây ra các vết sẫm màu hoặc vết nở trên bề mặt vữa hoặc bê tông. Khi cần thiết, phương pháp này có thể phù hợp cho cốt liệu lớn bằng cách kiểm tra các phần mẫu thử lớn hơn (xem Bảng 1).

14.2.2 Nguyên tắc

Hầu hết cốt liệu nhỏ thông thường sử dụng cho bê tông và vữa có khối lượng thể tích lớn hơn 2,0.

Khi ngâm ngập cốt liệu nhỏ trong dung dịch có khối lượng riêng bằng 2,0 thì các hạt có khối lượng thể tích nhỏ hơn sẽ nổi lên trên bề mặt chất lỏng. Điều này dễ dàng cho phép loại bỏ cũng như định lượng chúng một cách dễ dàng.

CHÚ THÍCH: Quá trình tuyển nổi không sử dụng được cho cốt liệu nhẹ.

14.2.3 Cách tiến hành

Mẫu phòng thí nghiệm của cốt liệu nhỏ có khối lượng không ít hơn 5 kg. Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm đến khối lượng (350 ± 50) g để làm phần mẫu thử.

Trải rộng phần mẫu thử ra khay và sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ (6.4). Ghi lại khối lượng của mẫu khô (m_9), chính xác đến 0,1 g. Sàng cốt liệu qua sàng kích thước lỗ 300 μm (5.9.1), loại bỏ phần cốt liệu lọt qua sàng.

Lấy khoảng 1 L dung dịch kẽm chloride (4.8.1) hoặc natri polywolfram (4.8.2) cho vào cốc dung tích 2 L và trút toàn bộ phần cốt liệu vào dung dịch có trong cốc. Sử dụng đĩa thủy tinh khuấy nhẹ phần cốt liệu dưới đáy cốc để giúp các hạt nhẹ tách ra và nổi lên trên bề mặt dung dịch. Khuấy nhẹ các hạt đã nổi lên bằng đĩa thủy tinh để loại các bọt khí có thể là nguyên nhân làm các hạt nặng hơn bị nổi lên.

Gạn phần dung dịch có chứa các hạt nổi qua sàng 250 μm vào một cốc thủy tinh thứ hai có dung tích 2 L để thu gom các hạt đọng lại trên bề mặt sàng. Cần đảm bảo rằng không có bất kỳ hạt cốt liệu nặng hơn nào bị lọt qua sàng. Chuyển dung dịch thu được trở lại vào cốc thứ nhất và sử dụng đĩa để khuấy xuống tận đáy cốc lần nữa. Nếu vẫn còn các hạt nổi lên trên bề mặt dung dịch, tiếp tục gạn dung dịch này qua sàng và lặp lại quy trình trên cho đến khi toàn bộ các hạt nổi được thu lại trên sàng.

Rửa sàng và các hạt gom trên sàng bằng nước cho đến khi loại bỏ hết muối kẽm chloride hoặc natri polywolfram. Sấy sàng và phần còn lại trên sàng ở nhiệt độ $(40 \pm 5) ^\circ\text{C}$, trong khoảng thời gian (20 ± 4) h sau đó đổ phần còn lại trên sàng ra khay bằng sử dụng để làm khô hoặc sấy mẫu (5.9.2) và sấy ở nhiệt độ $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ trong khoảng $(4 \pm 0,25)$ h.

Để nguội khay sấy, cân khối lượng hạt nhẹ (m_{10}), chính xác đến 0,1 g.

14.2.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng hạt nhẹ có trong cốt liệu (m_{LPC}) có trong cốt liệu, được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 (%) theo công thức sau:

$$m_{LPC} = \frac{m_{10}}{m_9} \times 100 \quad (14)$$

trong đó:

m_9 là khối lượng phần mẫu thử sau khi sấy khô, tính bằng gam (g);

m_{10} là khối lượng phần hạt nhẹ bị tách ra trong quá trình thử nghiệm, sau khi sấy khô, tính bằng gam (g).

TCVN xxxxx-1:20xx

15 Xác định ảnh hưởng của hợp chất hữu cơ đến sự đông kết và đóng rắn của xi măng

15.1 Xác định khả năng có mặt của chất mùn

15.1.1 Nguyên tắc

Mùn là chất hữu cơ có trong đất, được tạo thành do sự phân huỷ xác động vật và thực vật. Hàm lượng chất mùn trong cốt liệu được đánh giá thông qua màu sắc được hình thành khi lắc trộn một phần mẫu thử trong dung dịch natri hydroxit.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này dựa trên nguyên lý chất mùn chuyển sang màu sẫm khi phản ứng với dung dịch natri hydroxide (NaOH). Cường độ màu phụ thuộc vào hàm lượng chất mùn. Nếu dung dịch thu được không có màu hoặc sáng màu, cốt liệu được xem như không chứa lượng chất mùn đáng kể. Nếu dung dịch thu được có màu sẫm, có thể dự đoán cốt liệu có chứa lượng chất mùn cao, nhưng cũng có thể do ảnh hưởng của các yếu tố khác. Khi đó, phương pháp này không đưa ra kết luận chắc chắn.

15.1.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

15.1.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng tối thiểu trong Bảng 1 tương ứng với kích thước cỡ sàng trên (D) của cốt liệu.

Sấy khô vật liệu (6.4) sau khi đã rút gọn mẫu trong tủ sấy (5.2.1) ở nhiệt độ $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ (6.4). Sàng mẫu qua sàng có kích thước lỗ 4 mm (5.10.1) và giữ lại phần mẫu lọt qua sàng

15.1.4 Cách tiến hành

Đổ dung dịch natri hydroxit (NaOH) 3 % (4.9.1) vào bình thí nghiệm hình trụ, làm bằng thủy tinh (5.10.2) sao cho lớp dung dịch trong bình đạt độ cao khoảng 80 mm. Sau đó đổ một phần của mẫu thử vào cho đến khi chiều cao của cốt liệu và dung dịch đạt 120 mm. Lắc bình để đuổi các bọt khí.

Đậy chặt nắp bình và lắc kỹ tiếp trong 1 min, rồi để lắng trong 24 h.

Sau 24 h, so sánh màu của dung dịch thu được với màu của dung dịch màu tiêu chuẩn (4.9.2), được đựng trong một bình thủy tinh hình trụ trong suốt tương tự. Ghi lại xem màu của dung dịch là nhạt hơn hay sẫm hơn so với màu tiêu chuẩn.

15.1.5 Biểu thị kết quả

Kết quả thử phải chỉ rõ màu của dung dịch thí nghiệm là sáng hơn màu chuẩn (không có chất mùn) hay sẫm hơn màu chuẩn (có chứa chất mùn) (4.9.2).

15.2 Xác định hàm lượng họ acid fulvic

15.2.1 Nguyên tắc

TCVN xxxxx-1:20xx

Phương pháp này sử dụng để xác định hàm lượng họ acid fulvic trong cốt mìn. Các acid fulvic là thành phần hợp-thành của các acid humic, có tác động làm chậm quá trình thủy hoá của xi măng.

Họ acid fulvic hoà tan trong acid clohydric và tạo ra màu vàng và cường độ màu tỷ lệ thuận với hàm lượng họ acid fulvic có trong mẫu. Các hợp chất của Fe (III) cũng tạo màu nâu trong môi trường acid clohydric và sẽ bị loại trừ khi sử dụng dung dịch thiếc chloride để khử Fe (III) về dạng Fe (II).

15.2.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

15.2.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm đến khối lượng khoảng $(100 \pm 0,5)$ g theo EN 932-2.

Độ ẩm của phần mẫu thử để tiến hành phân tích không lớn hơn 10 % theo khối lượng của mẫu. Với mẫu có độ ẩm lớn hơn 10 %, cần sấy mẫu ở nhiệt độ (40 ± 5) °C cho đến khi độ ẩm của mẫu không lớn hơn 10 %.

15.2.4 Cách tiến hành

Tiến hành thử tại nhiệt độ (25 ± 2) °C. Cân phần mẫu thử vào bình nón (5.2.9) dung tích 250 mL hoặc 300 mL. Thêm vào bình khoảng 100 mL dung dịch acid clohydric (1 + 23) (4.1 và 4.10.1). Để hỗn hợp phản ứng trong 4 h, thỉnh thoảng lắc đều hỗn hợp.

Lọc lấy 75 mL dung dịch từ bình cho vào ống đong chia độ (5.2.11), dung tích 250 mL làm bằng thủy tinh trong suốt. Sau đó, thêm tiếp 10 mL dung dịch thiếc (II) chloride (4.10.2) bằng cách sử dụng ống đong chia độ (5.2.11), dung tích 10 mL (5.2.11).

Sau khi thêm thiếc (II) chloride, nếu dung dịch thu được bị đục, chứng tỏ trong cốt liệu có một lượng sulfide. Khi đó, cần thử lại bằng cách đun sôi phần dung dịch trên bếp điện (5.11.4) khoảng 5 min trước khi thêm thiếc (II) chloride .

Để yên ống đong chia độ dung tích 250 mL và lượng chứa trong đó thêm 1 h, sau đó thêm acid clohydric (1 + 23) (4.10.1) đến vạch mức 100 mL. Sử dụng que khuấy thủy tinh (5.11.1) để khuấy đều hỗn hợp thu được.

So sánh màu của dung dịch thu được với màu của dung dịch màu tiêu chuẩn (4.9.2) đựng trong một ống đong chia độ (5.2.11) trong suốt tương tự. Ghi lại xem màu của của dung dịch sáng hơn hay sẫm hơn màu tiêu chuẩn.

15.2.5 Biểu thị kết quả

Kết quả thử phải chỉ rõ màu của dung dịch thí nghiệm là sáng hơn màu chuẩn (không có họ acid fulvic) hay sẫm hơn màu chuẩn (có chứa họ acid fulvic)

15.3 Xác định tạp chất hữu cơ bằng phương pháp thanh vữa

TCVN xxxxx-1:20xx

15.3.1 Nguyên tắc

Phương pháp thanh vữa là phép thử tính năng nhằm xác minh và định lượng ảnh hưởng của tạp chất hữu cơ có trong cốt liệu đến quá trình đông kết và đóng rắn của vữa. Nguyên tắc của phương pháp là chuẩn bị hai mẫu vữa giống nhau, sau đó làm thí nghiệm xác định tốc độ đông kết và cường độ nén. Một mẫu vữa sử dụng cốt liệu là phần mẫu thử với trạng thái như đã nhận được và mẫu còn lại được chuẩn bị với cốt liệu là phần mẫu thử tương tự nhưng đã được nung để phân hủy tạp chất hữu cơ. Mẫu vữa chứa cốt liệu đã qua nung được dùng để kiểm soát so sánh cùng với mẫu vữa sử dụng cốt liệu nguyên bản. Thí nghiệm đông kết đánh giá sự tăng hoặc giảm tốc độ đông kết của vữa, trong khi đó, thí nghiệm cường độ nén sau 28 ngày chỉ ra tác động ảnh hưởng lâu dài theo thời gian.

15.3.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1, có khối lượng tối thiểu là 15 kg.

15.3.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rải mỏng mẫu phòng thí nghiệm ra khay và để khô tự nhiên ở nhiệt độ phòng. Rút gọn mẫu đã khô theo EN 932-2 để lấy 4 phần mẫu thử, mỗi phần có khối lượng $(1\,900 \pm 100)$ g.

Khi rút gọn mẫu phòng thí nghiệm đã được sấy khô để tạo ra các phần mẫu thử cho thí nghiệm thanh vữa, cần chia mẫu thành hai phần, khối lượng mỗi phần nhỏ hơn 1,8 kg. Sau đó, với một phần mẫu thử thu được, lại tiếp tục tiến hành chia thêm một, hai hoặc nếu cần thiết là ba lần nữa để tạo được mẫu con sao cho khi gộp mẫu con với phần mẫu thử đầu tiên được chia còn lại, tổng khối lượng thu được không vượt quá 2 kg.

CHÚ THÍCH: Đối với cốt liệu nhẹ, mỗi phần mẫu thử có thể tích khoảng 1 L.

15.3.4 Xử lý mẫu

15.3.4.1 Giữ lại hai phần mẫu thử (15.3.3) trong bình chứa kín mà không xử lý thêm. Nung hai phần mẫu còn lại theo cách tiến hành mô tả tại 15.3.4.2.

15.3.4.2 Chuyển phần mẫu thử vào khay nung mẫu bằng thạch anh hoặc bằng sứ (5.12.2) đã được nung, cân và biết trước khối lượng. Cân khay có chứa mẫu rồi chuyển vào lò nung (5.12.7) chưa gia nhiệt.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng lò nung có dung tích nhỏ. Khi đó, chia nhỏ mẫu thử thành nhiều mẻ nung, tiến hành cân, nung, cân sau khi nung và gộp lại sau khi đã nguội.

Tăng dần nhiệt độ lò nung đến $(480 \pm 25) ^\circ\text{C}$, trong $(4 \pm 0,25)$ h.

Duy trì ở nhiệt độ $(480 \pm 25) ^\circ\text{C}$ trong khoảng thời gian $(4 \pm 0,25)$ h, sau đó tắt lò, để nguội đến nhiệt độ phòng (thường để qua đêm). Cân khay nung có chứa cốt liệu, ghi lại khối lượng mất khi nung của mẫu.

Tiến hành tương tự đối với phần mẫu thử thứ hai.

15.3.5 Yêu cầu về vật liệu

Xi măng phải được bảo quản trong bao kín.

15.3.6 Tỷ lệ phối trộn

15.3.6.1 Yêu cầu chung và các mẻ trộn thử

Mỗi cấp phối vữa được chế tạo từ một phần cốt liệu chưa nung hoặc một phần cốt liệu được nung theo 15.3.4. Lượng xi măng CEM 1 sử dụng để chế tạo mỗi cấp phối vữa bằng một phần tư khối lượng cốt liệu và được cân chính xác đến ± 1 g.

Lượng nước trộn cho vữa sử dụng cốt liệu chưa nung được chọn để đạt độ lún kim là $(23 \pm 0,5)$ mm khi xác định độ dẻo tiêu chuẩn bằng thí nghiệm với kim xuyên (5.12.3) theo EN 1015-4.

Đối với cốt liệu nhẹ, sử dụng 300 g xi măng để tạo vữa và 30 g cho mỗi lần thử nghiệm sơ bộ.

Để xác định được lượng nước yêu cầu, chuẩn bị một loạt các mẻ trộn thử sử dụng cốt liệu chưa nung, thay đổi liên tục lượng nước trộn để xác định độ dẻo tiêu chuẩn của mỗi mẻ trộn thử cho đến khi có được giá trị độ dẻo tiêu chuẩn chính xác theo yêu cầu. Ghi lại lượng nước này và tính toán tỷ lệ nước - xi măng đã sử dụng. Loại bỏ các mẻ trộn thử không được chọn.

CHÚ THÍCH 1: Tại thời điểm cân để nung, cốt liệu chưa nung cần có độ ẩm tương đương với cốt liệu đã qua nung (mẫu dùng để kiểm soát). Có nghĩa là, các mẻ trộn thử và mẫu thử vữa sử dụng cốt liệu đang được thử nghiệm phải được chuẩn bị trong cùng ngày với thời điểm bắt đầu quá trình nung chế tạo cốt liệu dùng để kiểm soát (15.4.3).

CHÚ THÍCH 2: Cấp phối đối chứng thường được chuẩn bị sau cấp phối thử nghiệm nghiệm một ngày. Cần duy trì các điều kiện thử nghiệm như nhau trong 2 ngày trộn mẫu.

15.3.6.2 Cấp phối thử nghiệm

Tính toán lượng xi măng cần thiết ứng với mỗi phần mẫu cốt liệu chưa nung (15.3.6.1).

Từ tỷ lệ nước - xi măng thử nghiệm có được tại 15.3.6.1, tính toán lượng nước cho mỗi lần trộn và cân chính xác đến $\pm 0,5$ g.

15.3.6.3 Cấp phối đối chứng

Tỷ lệ nước - xi măng của mẫu vữa sử dụng cốt liệu đã qua nung dùng để kiểm soát phải bằng với tỷ lệ nước - xi măng của mẫu vữa sử dụng cốt liệu chưa nung bằng cách tính toán khối lượng xi măng và nước cần thiết cho từng loại hỗn hợp như đã nêu trong 15.3.6.2. Sau đó cộng thêm vào mỗi khối lượng nước đã tính toán một lượng tương ứng với lượng hao hụt khi nung của cốt liệu theo mô tả tại 15.3.4.2. Cân khối lượng nước yêu cầu chính xác đến $\pm 0,5$ g.

15.3.7 Quy trình trộn

15.3.7.1 Chuẩn bị 4 hỗn hợp, trong mỗi hỗn hợp, chỉ sử dụng một phần mẫu thử. Tất cả vật liệu được bảo quản ở nhiệt độ (20 ± 2) °C trước khi tiến hành phối trộn vữa. Trộn vữa trong phòng hoặc nơi có điều kiện môi trường được kiểm soát với nhiệt độ (20 ± 2) °C và độ ẩm tương đối không dưới 50 %. Sử dụng quy trình nêu tại 15.3.7.2 để chuẩn bị từng hỗn hợp

TCVN xxxxx-1:20xx

15.3.7.2 Cho lần lượt phần mẫu thử, tiếp theo là xi măng vào cối trộn khô của máy trộn (5.12.4) và vận hành thiết bị để trộn trong vòng 30 s. Tiếp tục trộn và thêm nước trong vòng 30 s tiếp theo. Sau khi thêm hết lượng nước cần thiết, tiếp tục trộn đều hỗn hợp thêm 60 s nữa.

Dùng trộn và sử dụng thanh gạt để làm sạch phần vật liệu dính trên cánh khuấy và thành cối trở lại vào bên trong cối trộn, cần chú ý đảm bảo để tất cả vật liệu dưới đáy cối đều được trộn. Tiến hành thao tác này trong khoảng thời gian 60 s. Sau đó, đẩy miệng cối bằng khăn ẩm và để yên trong 5 min.

Lắp lại cối vào thiết bị và tiếp tục trộn hỗn hợp vữa trong thời gian 60 s nữa.

15.3.8 Xác định thời gian đông kết

Ngay sau khi hoàn thành mỗi mẻ trộn, xác định thời gian đông kết theo EN 1015-9.

Ghi lại giá trị thời gian đông kết của các thử nghiệm lặp lại trong cả hai trường hợp: sử dụng cốt liệu chưa nung và cốt liệu đã qua nung (dùng để kiểm soát).

15.3.9 Thử nghiệm cường độ nén của vữa

Với mỗi hỗn hợp vữa, chuẩn bị ba thanh mẫu hình lăng trụ, kích thước 40 mm x 40 mm x 160 mm theo EN 1015-11.

Khi tháo khuôn, xác định khối lượng thể tích của mỗi thanh mẫu.

Kiểm tra cường độ nén của các thanh mẫu này sau 28 ngày theo EN 1015-11. Ghi lại 12 kết quả thử nghiệm cường độ nén của các thử nghiệm lặp lại trong cả hai trường hợp: sử dụng cốt liệu chưa nung và cốt liệu đã qua nung (dùng để kiểm soát).

15.3.10 Biểu thị kết quả

15.3.10.1 Thời gian đông kết

Độ chênh lệch về thời gian đông kết được tính bằng cách lấy giá trị trung bình của thời gian đông kết của các mẫu vữa chế tạo từ cốt liệu đã nung trừ đi giá trị trung bình của thời gian đông kết của các mẫu vữa chế tạo từ cốt liệu chưa nung, chính xác đến 15 min.

CHÚ THÍCH: Nếu kết quả thu được là số âm, chứng tỏ các tạp chất hữu cơ làm tăng nhanh quá trình đông kết của vữa.

15.3.10.2 Cường độ nén

Tỷ lệ cường độ nén (S) của mẫu vữa chế tạo từ cốt liệu chưa nung so với cường độ nén của mẫu vữa chế tạo từ cốt liệu đã nung, được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 1 (%) theo công thức sau:

$$S = \frac{A}{B} \times 100 \quad (15)$$

trong đó:

A là giá trị cường độ nén trung bình của sáu thanh vữa được chế tạo từ cốt liệu chưa nung, tính bằng Newton trên milimet vuông (N/mm²);

B là giá trị cường độ nén trung bình của sáu thanh vữa được chế tạo từ cốt liệu đã qua nung, tính bằng Newton trên milimet vuông (N/mm^2).

CHÚ THÍCH: Tập chất hữu cơ có thể làm cuốn khí hoặc làm thoát khí trong hỗn hợp vữa. Lượng khí bị cuốn vào sẽ ảnh hưởng đến cường độ nén. Sự xuất hiện của khí cuốn vào có thể được nhận biết qua so sánh khối lượng trung bình và khối lượng thể tích của hai tập hợp thanh vữa hình lăng trụ.

16 Xác định độ hòa tan trong nước

16.1 Xác định độ hoà tan trong nước của cốt liệu, không bao gồm chất độn mịn

16.1.1 Nguyên tắc

Sử dụng lượng nước bằng hai lần khối lượng mẫu để chiết tách theo như cách tiến hành tại 10.1.4. Sau khi chiết tách, làm khô cốt liệu và cân.

CHÚ THÍCH: Lượng hòa tan trong nước của chất độn mịn được xác định theo quy trình trong 16.2.

16.1.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Đảm bảo rằng, mẫu thử trong phòng thí nghiệm đại diện độ ẩm của lô cốt liệu.

16.1.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo quy trình trong EN 932-2 đến khối lượng không nhỏ hơn giá trị quy định trong Bảng 1 (7.3) tương ứng với kích thước cỡ sàng trên (D) của cốt liệu.

Mẫu sau khi rút gọn được sấy ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Cân phần mẫu thử khô, chính xác đến 0,1 g (m_{11}).

16.1.4 Chiết tách các thành phần hoà tan

Sử dụng quy trình quy định tại 10.1.4 để chiết tách các hợp chất dễ tan ra khỏi cốt liệu và để cho chất rắn lắng xuống.

Lọc phần chất lỏng phía trên với lượng càng nhiều càng tốt qua phễu và giấy lọc định lượng chảy trung bình (5.3.4). Chuyển phần cốt liệu sa lắng còn lại trong bình chiết vào khay sấy bằng sứ (5.9.2) đã biết trước khối lượng bằng cách sử dụng nước với lượng tối thiểu. Gộp cả giấy lọc định lượng có chứa phần cặn vào cùng khay sấy.

Sấy khô, làm nguội các chất trong khay tới khối lượng không đổi (3.4 và 6.4) và cân chính xác đến 0,1 g. Tính khối lượng của cốt liệu sau khi làm khô (m_{12}) bằng cách trừ đi khối lượng của khay sấy và khối lượng của giấy lọc.

16.1.5 Biểu thị kết quả

Độ hoà tan trong nước của cốt liệu (WS), được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 (%) theo công thức sau:

$$WS = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \times 100 \quad (16)$$

trong đó:

m_{11} là khối lượng của phần cốt liệu trước khi chiết tách, tính bằng gam (g);

m_{12} là khối lượng của phần cốt liệu sau khi chiết tách, tính bằng gam (g).

16.2 Xác định độ hoà tan trong nước của chất độn

16.2.1 Nguyên tắc

Sử dụng lượng nước lớn gấp 50 lần khối lượng phần mẫu thử chất độn để chiết tách. Sau khi chiết tách, thu hồi lại phần chất độn, làm khô và cân.

16.2.2 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

CHÚ THÍCH: Đảm bảo rằng, mẫu phòng thí nghiệm đại diện độ ẩm của lô cốt liệu.

16.2.3 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo quy trình trong EN 932-2 đến khối lượng không nhỏ hơn 25 g.

Mẫu sau khi rút gọn được sấy ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi (6.4).

Mẫu sau khi rút gọn được sấy ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi (6.4).

Từ mẫu con, lấy hai mẫu thử, khối lượng mỗi mẫu là $(5 \pm 0,2)$ g.

16.2.4 Chiết tách các thành phần hoà tan

Nếu chất độn chứa calci hydroxide, xác định hàm lượng calci hydroxide (K_a) theo EN 459-2.

Cân hai bình Elenmeyer dùng để xử lý mẫu (5.3.2), dung tích 500 mL, chính xác đến 0,01 g. Chuyển mẫu thử vào các bình, cân khối lượng bình có chứa cốt liệu và ghi lại khối lượng chính xác đến 0,01 g. Tính khối lượng mẫu thử trong từng bình (m_{11}) theo chênh lệch khối lượng.

Thêm vào mỗi bình một lượng nước gấp 50 lần khối lượng mẫu thử trong đó. Đóng chặt nắp bình và lắc trộn bằng máy (5.3.3), lắc liên tục đủ mạnh trong ít nhất 24 h để ngăn sa lắng.

Lọc phần chất lỏng phía trên với lượng càng nhiều càng tốt qua phễu và giấy lọc định lượng chảy trung bình (5.3.4) đã biết trước khối lượng và để lại phần cặn còn lại trong các bình Elenmeyer.

Sấy khô, sau đó làm nguội các bình Elenmeyer, phễu lọc, giấy lọc và cặn trong đó đến khối lượng không đổi (3.4 và 6.4), cân chính xác đến 0,1 g.

Tính khối lượng của chất độn đã làm khô (m_{12}) bằng cách trừ đi khối lượng của khay sấy và khối lượng của bình, phễu và giấy lọc.

16.2.5 Biểu thị kết quả

Độ hoà tan trong nước của chất độn hoặc chất độn hỗn hợp (WS), được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 (%) theo công thức sau:

$$WS = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \times 100 - K_a \quad (17)$$

trong đó:

m_{11} là khối lượng của chất độn trước khi chiết tách, tính bằng gam (g);

m_{12} là khối lượng của chất độn sau khi chiết tách, tính bằng gam (g);

K_a là hàm lượng calci hydroxide đã được xác định cho chất độn hỗn hợp, với hàm lượng lớn nhất là 8,4 %.

Biểu diễn kết quả chính xác đến 0,1%

CHÚ THÍCH 1: Chất độn hỗn hợp có chứa thêm một lượng calci hydroxide. Nếu hàm lượng calci hydroxide nhỏ hơn 8,4 % thì sử dụng giá trị xác định được. Đối với các chất độn khác thì sử dụng giá trị 8,4 %.

CHÚ THÍCH 2: Đối với chất độn hỗn hợp không chứa thêm calci hydroxide, $K_a = 0$.

17 Xác định hàm lượng mất khi nung

17.1 Nguyên tắc

Tiến hành xác định hàm lượng mất khi nung trong môi trường oxy hóa. Khi nung cốt liệu trong môi trường không khí ở nhiệt độ $(950 \pm 25)^\circ\text{C}$, phần carbon dioxide và nước không bị bay hơi trong quá trình sấy bị loại bỏ như bất kỳ nguyên tố dễ bay hơi, dễ oxy hóa nào cùng có mặt.

CHÚ THÍCH 1: Nếu cốt liệu có chứa các hợp chất dạng oxy hóa khó bay hơi, như trong trường hợp của xỉ lò cao, hàm lượng mất khi nung cần được hiệu chỉnh theo quy định trong EN 196-2:2005, 7.4.

CHÚ THÍCH 2: Đối với cốt liệu sản xuất từ phế liệu lò đốt, nhiệt độ nung sẽ là $(480 \pm 25)^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH 3: Thử nghiệm này có thể được sử dụng như một thử nghiệm thay thế để xác định hàm lượng mùn. Khi đó, nhiệt độ nung sẽ là $(480 \pm 25)^\circ\text{C}$.

17.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo EN 932-1.

Mẫu phòng thí nghiệm phải đảm bảo đại diện về độ ẩm của lô cốt liệu.

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm theo EN 932-2 cho đến khi thu được khối lượng tối thiểu quy định trong Bảng 1 (7.3) tương ứng với kích thước cỡ sàng trên (D) của cốt liệu.

Nếu cần thiết, sấy mẫu ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Sấy khô ở nhiệt độ cao hơn sẽ oxy hóa sulfide.

Nghiền và rút gọn mẫu con dần dần đến khối lượng còn khoảng 20 g, sau đó tiếp tục nghiền cho đến khi lọt hết qua sàng 125 μm . Lấy $(1 \pm 0,05)$ g làm phần mẫu thử.

17.3 Cách tiến hành

TCVN xxxxx-1:20xx

Cân phần mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg (m_{13}) vào chén nung (5.6.2) đã được nung và cân để biết trước khối lượng. Chuyển chén có chứa mẫu thử vào lò nung (5.2.2) đã đạt nhiệt độ $(975 \pm 25) ^\circ\text{C}$. Nung chén ở nhiệt độ này trong thời gian ít nhất 60 min. Làm nguội chén đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (5.2.16) rồi cân (m_{14}).

Trong trường hợp cốt liệu là đá vôi, tăng chậm nhiệt độ của lò nung đến $950 ^\circ\text{C}$ để tránh mẫu bị bắn, thất thoát mẫu.

17.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng mất khi nung của cốt liệu (MKN), được tính bằng phần trăm (%) theo công thức sau:

$$MKN = \frac{m_{13} - m_{14}}{m_{13}} \times 100 \quad (18)$$

trong đó:

m_{13} là khối lượng ban đầu của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_{14} là khối lượng phần mẫu thử sau khi nung, tính bằng gam (g).

Ghi lại nhiệt độ nung trong báo cáo kết quả.

18 Xác định hàm lượng vôi tự do trong xi thép

18.1 Yêu cầu chung

Phép xác định hàm lượng vôi tự do trong mục này dựa trên cơ sở về mặt lý thuyết, vôi tự do (CaO) có khả năng gây giãn nở thể tích và calci hydroxide $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ không gây giãn nở. Để phân biệt giữa hai dạng tồn tại này, có thể sử dụng một số phương pháp khác như phương pháp phân tích nhiệt hay phân tích nhiễu xạ tia X.

18.2 Xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp tạo phức (Phương pháp chuẩn)

18.2.1 Nguyên tắc

Vôi tự do được chiết tách từ mẫu cốt liệu đã được nghiền mịn bằng ethandiol nóng. Chuẩn độ ion calci trong phần dung dịch chiết bằng phương pháp chuẩn độ phức chất.

18.2.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Tiến hành theo 11.1.2 và 11.2.3 nhưng nghiền 20 g mẫu trong lần rút gọn cuối cùng để toàn bộ lượng mẫu thu được lọt qua sàng 63 μm và cân khoảng 0,5 g của mẫu thu được sau khi nghiền để tiến hành phân tích. Loại bỏ các hạt sắt bám dính trong quá trình nghiền và sàng mẫu.

18.2.3 Cách tiến hành

Cân mẫu thử chính xác đến 0,1 mg (m_{15}) và chuyển vào bình tam giác (5.13.1) có chứa thanh khuấy từ bọc nhựa PTFE. Thêm vào bình 50 mL ethandiol khan (4.11.1). Đậy chặt bình bằng nút thủy tinh, đặt bình trên bếp cách thủy, duy trì ở nhiệt độ $70 ^\circ\text{C}$ trong 30 min và để chế độ khuấy liên tục với tốc

TCVN xxxxx-1:20xx

độ khuấy khoảng từ 300 đến 400 vòng/min. Sau đó, ngay lập tức, lọc dung dịch qua phễu lọc làm bằng thạch anh (5.13.4), với giấy lọc có độ dày thích hợp (khoảng 4 mm đến 5 mm) có tấm ethandiol. Rửa bình ba lần bằng propan-2-ol (4.11.2) với tổng thể tích rửa khoảng 50 mL.

Thêm 10 mL dung dịch acid clohydric (1 + 1) (4.11.4) để acid hoá phần dung dịch lọc có chứa vôi tự do và rửa xung quanh cốc chứa bằng nước rồi chuyển toàn bộ dung dịch thu được vào bình định mức (5.13.2). Thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Tuỳ theo hàm lượng vôi tự do có trong mẫu, sử dụng pipet lấy chính xác 50 mL hoặc 100 mL dung dịch thu được vào cốc thuỷ tinh. Thêm 10 giọt dung dịch m-nitrophenol (4.11.6) và 10 giọt dung dịch triethanolamin (4.11.5) (để che các ion Mn và Fe), sau đó trung hoà bằng dung dịch NaOH nồng độ 2 mol/L (4.11.7); pha loãng bằng nước đến thể tích khoảng 500 mL và sử dụng khoảng 10 mL dung dịch NaOH nồng độ 2 mol/L để hiệu chỉnh dung dịch về môi trường pH lớn hơn 13. Thêm chỉ thị (4.11.8) và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.11.9) cho đến khi dung dịch chuyển từ màu tím đỏ sang màu tím xanh. Xác định điểm cuối của quá trình chuẩn độ bằng thiết bị chuẩn độ có gắn tế bào quang điện để xác định điểm chuyển màu (5.13.5). Tiến hành song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh.

18.2.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng vôi tự do có trong cốt liệu được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 (%) theo công thức sau:

$$Vôi\ tự\ do = \frac{(V_{11} - V_{12}) \times F}{m_{15}} \times 100 \quad (19)$$

trong đó:

V_{11} là thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu phân tích, tính bằng mililit (mL);

V_{12} là thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

F là hệ số nồng độ của dung dịch EDTA tính bằng miligam CaO tương ứng với 1 mL nhân với hệ số 0,5 nếu lượng dung dịch trong bình (5.13.2) là 100 mL;

m_{15} là khối lượng của mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

18.3 Xác định hàm lượng vôi tự do bằng phép đo độ dẫn (Phương pháp thay thế)

18.3.1 Nguyên tắc

Vôi tự do được chiết tách từ mẫu cốt liệu đã được nghiền mịn bằng ethandiol nóng. Xác định hàm lượng ion calci trong phần dung dịch chiết bằng phương pháp đo độ dẫn.

18.3.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Tiến hành theo 18.2.2 và nghiền khoảng (100 ± 0,1) mg đến khi lọt hết qua sàng 63 µm để làm phần mẫu thử.

18.3.3 Cách tiến hành

TCVN xxxxx-1:20xx

Đun nóng 100 mL dung dịch ethandiol (4.11.1) đến nhiệt độ khoảng $(80 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$ trong bình đo (xem Hình 2), với sự hỗ trợ của bộ ổn nhiệt và khuấy từ để duy trì điều kiện phản ứng. Thêm phần mẫu thử vào dung môi thu được và lắp điện cực đo.

CHÚ THÍCH: Bằng cách đo độ dẫn điện trong suốt thời gian chiết tách, có thể giám sát trực tiếp mức độ hòa tan của vôi tự do.

Quá trình chiết tách được xem là đã hoàn thành, sau khoảng thời gian ít nhất là 10 min và không có sự thay đổi nào nữa về độ dẫn. Đọc giá trị độ dẫn cuối cùng thu được.

18.3.4 Biểu thị kết quả

Từ giá trị độ dẫn điện của dung dịch, sử dụng đồ thị chuẩn (xem Hình 3), ngoại suy hàm lượng vôi tự do có trong cốt liệu. Biểu diễn hàm lượng vôi tự do bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 %.

18.4 Xác định hàm lượng vôi tự do bằng phương pháp chuẩn độ cid (Phương pháp thay thế)

18.4.1 Nguyên tắc

Vôi tự do được chiết tách từ mẫu cốt liệu đã được nghiền mịn bằng ethyl acetoacetat nóng (phương pháp Franke), chuẩn độ phần chiết bằng dung dịch tiêu chuẩn HCl 0,2 mol/L.

18.4.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Tiến hành theo 18.2.2 và lấy khoảng 1 g mẫu lọt qua sàng 63 μm để làm phần mẫu thử.

18.4.3 Cách tiến hành

Lấy 70 mL dung môi hòa tan đã được chuẩn bị (4.13.5) có chứa ethyl acetoacetat và 2-methylpropan-1-ol theo tỷ lệ 3/20, chuyển vào bình nón (5.15.1). Cân phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg (m_{16}) và chuyển định lượng vào bình trên.

Kết nối bình với một sinh hàn hồi lưu, phía trên có lắp ống tiếp hợp chứa natri hydroxide (4.13.8) và râu phân tử (5.15.3) rồi đun hồi lưu ở nhiệt độ sôi trên bếp đun có con khuấy từ (5.2.7) trong khoảng thời gian 3 h. Tháo bình ra khỏi hệ thống đun, làm nguội và lọc hút bằng bơm chân không, sử dụng bộ lọc bằng vi sợi thủy tinh (5.15.4) và hứng phần dịch lọc vào một bình khác. Dùng 50 mL dung dịch 2-methylpropan-1-ol (4.13.2) để tráng rửa bình đun lúc đầu và phần cặn, sử dụng đũa có đầu bọc cao su để gạt rót và gộp phần nước rửa vào bình chứa dịch lọc nêu trên.

Thêm 10 đến 12 giọt dung dịch chỉ thị (4.13.6) vào phần dịch lọc và chuẩn độ bằng dung dịch tiêu chuẩn HCl nồng độ 0,2 mol/L (4.13.7) đến khi xuất hiện màu hồng nhạt.

CHÚ THÍCH: Nếu quá trình chuẩn độ được tiến hành với sự hỗ trợ của thiết bị tự ghi pH thì không cần thiết phải lọc dung dịch.

18.4.4 Biểu thị kết quả

Hàm lượng vôi tự do có trong cốt liệu được tính bằng phần trăm (%), theo công thức sau:

$$Vôi\ tự\ do = \frac{k}{1000} \times \frac{V_{12}}{m_{16}} \times 100 \quad (20)$$

trong đó:

V_{12} là thể tích của dung dịch tiêu chuẩn HCl tiêu tốn, tính bằng mililit (mL);

m_{16} là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

k là hệ số nồng độ được xác định tại 4.13.7, tính bằng miligam (mg) vôi tự do CaO trên 1 mililit (mL) dung dịch tiêu chuẩn HCl.

18.5 Xác định hàm lượng CaO trong xi thép bằng phương pháp nhiễu xạ tia X

18.5.1 Nguyên tắc

Trong phân tích hóa ướt, xác định "vôi tự do" bằng cách tách chọn lọc các phần: CaO (vôi tự do – theo nghĩa hẹp, là thành phần tạo xỉ bất lợi) và Ca(OH)_2 (Portlandite – là sản phẩm hydrat hóa của CaO). Sau đó phân tích xác định hàm lượng ion Ca^{2+} , biểu thị bằng CaO, và gọi chung là "vôi tự do".

Trong phân tích nhiễu xạ tia X, xác định các khoáng vôi tự do (CaO) và Portlandite (Ca(OH)_2) bằng cách phân biệt cấu trúc tinh thể. Cường độ của các tín hiệu đo được tỷ lệ thuận với hàm lượng của CaO và Ca(OH)_2 .

CHÚ THÍCH: Cấu trúc tinh thể của mỗi khoáng chất được mô tả là một khung 3 chiều, tuần hoàn của các nguyên tử. Có thể mô tả khung này bằng các tập hợp của các mặt phẳng mạng song song khác nhau. Mỗi tập hợp bao gồm các mặt phẳng mạng song song có khoảng cách "d" không đổi. Nhiễu xạ tia X chính là sự phản xạ của tia X bởi các tập hợp khác nhau của mặt phẳng mạng tinh thể.

Thiết bị nhiễu xạ tia X ghi lại tín hiệu "pic" nếu thỏa mãn định luật Bragg:

$$n \times \lambda = 2 \times d \times \sin \theta$$

trong đó:

n là số nguyên;

λ là bước sóng phát xạ tia X;

θ là góc nhiễu xạ của bức xạ tia X phản xạ;

d là khoảng cách mạng tinh thể.

Mỗi khoáng được đặc trưng bởi một tập hợp các giá trị d cụ thể và tương ứng với các hệ số cường độ. Các tập hợp này được liệt kê sẵn trong các tập dữ liệu bán thương mại.

Lưu ý rằng trong nhiễu xạ tia X, góc $^\circ\theta$ hoặc $^\circ2\theta$ là các số liệu được cung cấp từ thiết bị. Góc $^\circ\theta$ hoặc $^\circ2\theta$ được liên kết với các giá trị d của khoáng chất theo định luật Bragg và phụ thuộc vào bước sóng tia X sử dụng.

18.5.2 Quy trình phân tích

18.5.2.1 Bật và tắt thiết bị nhiễu xạ tia X phân tích mẫu dạng bột

TCVN xxxxx-1:20xx

Thực hiện theo các bước trong sổ tay hướng dẫn sử dụng thiết bị nhiễu xạ tia X phân tích mẫu dạng bột.

18.5.2.2 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu trong thời gian ngắn nhất có thể để ngăn sự hydrat hóa của CaO do độ ẩm. Tránh tiếp xúc với nước.

Sấy khô mẫu thử ngay trong phòng thí nghiệm ở nhiệt độ $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi (3.4).

Lấy một lượng mẫu rút gọn (khoảng 30 g) và nghiền cho đến khi lọt hết qua sàng 63 μm (theo EN 933). Tiếp tục chuẩn bị mẫu cho phù hợp với yêu cầu của thiết bị tia X.

18.5.2.3 Phân tích

Trước khi tiến hành phân tích, phải đảm bảo thiết bị đang được hoạt động trong điều kiện tối ưu (tham khảo hướng dẫn sử dụng của thiết bị nhiễu xạ tia X).

Để tiến hành phân tích với vôi tự do (CaO) và Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) trong xi thép, cần sử dụng các cường độ mạnh của các khoáng này, tốt nhất tại các bước sóng:

$$d_{\text{Cpeak}} = 2,389 \text{ \AA} \text{ đối với vôi tự do (CaO) và}$$

$$d_{\text{CHpeak}} = 4,859 \text{ \AA} \text{ đối với Portlandite (Ca(OH)}_2\text{)}.$$

Cường độ tia X của các khoáng xi thép thường có pic rộng do tinh thể không hoàn hảo và/ hoặc do một phần Ca đã bị thay thế bởi các nguyên tố khác. Do vậy, dải d xung quanh cường độ nêu trên phải được rà quét.

Đảm bảo rằng không có ảnh hưởng nghiêm trọng lên các khoáng chất khác của xi hoặc các tạp chất có trong xi thép.

Thực hiện điều chỉnh nền cho vôi tự do (CaO) và Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) tốt nhất là ở:

$$d_{\text{Cb}} = 2,427 \text{ \AA} \text{ và } d_{\text{Cb}} = 2,335 \text{ \AA} \text{ đối với vôi tự do (CaO) và ở}$$

$$d_{\text{CHb1}} = 4,950 \text{ \AA} \text{ và } d_{\text{CHb2}} = 4,860 \text{ \AA} \text{ đối với Portlandite (Ca(OH)}_2\text{)}.$$

Chọn thời gian đo cho mỗi phần nền bên trái và bên phải của các pic cũng như các dải d đủ để đảm bảo lưu giữ thống kê các kết quả phân tích. Độ lệch chuẩn thống kê của xung tính dựa trên căn bậc hai của N với N là số lượng xung được phát hiện.

Đảm bảo rằng các phép đo và phân tích hiệu chuẩn được thực hiện với các điều kiện giống hệt nhau và với cùng giá trị d cho cả cường độ và nền. Thực hiện hiệu chỉnh trong trường hợp ống tia X bị giảm cường độ.

VÍ DỤ 1: Ví dụ quá trình đo vôi tự do (CaO) như sau:

$$\text{Đo cường độ nền } I_{\text{Cb1}} \text{ tại } d_{\text{Cb}} = 2,427 \text{ \AA} \text{ trong 160 s.}$$

Quét từ $d_{Cb1} = 2,427 \text{ \AA}$ đến $d_{Cb2} = 2,335 \text{ \AA}$ theo nấc quét $0,01^\circ 2\theta / \text{s}$ và ghi lại cường độ I_{CRange} .

Đo cường độ nền I_{Cb2} tại $d_{Cb2} = 2,335 \text{ \AA}$ trong 160 s.

Giá trị tối thiểu của I_{CRange} được tính bằng 3 lần bình phương của $\left(\frac{I_{Cb1}+I_{Cb2}}{2}\right)$.

Tiếp tục tính giá trị I_C theo công thức $I_C = I_{CRange} - \frac{I_{Cb1}+I_{Cb2}}{2}$.

Sử dụng giá trị I_C thu được này cho tất cả các phép tính toán tiếp sau.

VÍ DỤ 2: Ví dụ quá trình đo đối với Portlandite (Ca(OH)_2) như sau:

Đo cường độ I_{CHb1} tại $d_{CHb1} = 4,950 \text{ \AA}$ trong 160 s.

Quét từ $d_{CHb1} = 4,950 \text{ \AA}$ đến $d_{CHb2} = 4,860 \text{ \AA}$ nấc quét $0,01^\circ 2\theta / \text{s}$ và ghi lại cường độ $I_{CHRange}$.

Đo cường độ I_{CH2} tại $d_{CH2} = 4,860 \text{ \AA}$ trong 160 s.

Giá trị tối thiểu của $I_{CHRange}$ được tính bằng 3 lần bình phương của $\left(\frac{I_{CHb1}+I_{CHb2}}{2}\right)$.

Tiếp tục tính giá trị I_{CH} theo công thức $I_{CH} = I_{CHRange} - \frac{I_{CHb1}+I_{CHb2}}{2}$.

Sử dụng giá trị I_{CH} thu được này cho tất cả các phép tính toán tiếp sau.

18.5.3 Cách tiến hành lập chuẩn

18.5.3.1 Khái quát

Xây dựng đường chuẩn thể hiện mối liên hệ giữa cường độ tia nhiễu xạ và hàm lượng vôi tự do bằng cách sử dụng các mẫu chuẩn có hàm lượng vôi tự do đã biết theo một trong các cách sau đây.

18.5.3.2 Xây dựng đường chuẩn đối với chỉ tiêu vôi tự do trong mẫu xi thép

Sử dụng thìa để lấy mẫu chuẩn có xuất xứ từ lò luyện thép.

CHÚ Ý: Với nhiệt độ của xỉ tại thời điểm lấy mẫu (khoảng từ $1\ 600^\circ\text{C}$ đến $1\ 700^\circ\text{C}$), chắc chắn không tồn tại vôi hydrat (Portlandite).

Sau khi nghiền, các mẫu được phân tích theo 18.2 để xác định hàm lượng vôi tự do.

Tiến hành đo cường độ nhiễu xạ ứng với vôi tự do (CaO) của từng mẫu theo 18.5.2.3 và sau đó xây dựng đường chuẩn cho CaO .

18.5.3.3 Xây dựng đường chuẩn đối với khoáng Portlandite trong mẫu xi thép

Ngâm các mẫu chuẩn sử dụng để xây dựng đường chuẩn xác định hàm lượng vôi tự do (CaO) trong các cốc có mỏ chứa đầy nước trong khoảng thời gian 48 h.

TCVN xxxxx-1:20xx

Sau đó, làm khô mẫu và xác nhận trong mẫu không còn chứa vôi tự do bằng cách đối chiếu các kết quả phân tích các mẫu đã hydrat hóa thu được trên đường chuẩn vôi tự do.

Tiến hành đo cường độ nhiệt xạ ứng với khoáng Portlandite (Ca(OH)_2) theo 18.5.2.3 và xây dựng đường chuẩn cho (Ca(OH)_2).

18.5.3.4 Xây dựng đường chuẩn vôi tự do và Portlandite trong mẫu xi thép

Chuẩn bị chế tạo tạo hỗn hợp gồm xi thép thích hợp và cấp loại thuốc thử CaO hoặc Ca(OH)_2 . Tiến hành đo cường độ nhiệt xạ ứng với vôi tự do (CaO) hoặc Portlandite (Ca(OH)_2) theo 18.5.2.3 và xây dựng các đường chuẩn cho vôi tự do (CaO hoặc Ca(OH)_2).

18.5.4 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả phân tích chính xác đến 1 %.

19 Xác định tính không ổn định thể tích của xi lò cao và xi thép

19.1 Xác định sự phân huỷ dicalci silicat của xi lò cao làm nguội bằng không khí

19.1.1 Khái quát

Phương pháp này sử dụng để xác định khả năng phân huỷ của xi cục lò cao đã đập nhỏ, do quá trình chuyển dạng thù hình meta β sang dạng thù hình γ của khoáng dicalci silicat. Đôi khi hiện tượng này còn gọi là “rã vôi” hay tiết vôi.

19.1.2 Nguyên tắc

Quan sát sự phát huỳnh quang trên bề mặt gãy của xi dưới ánh sáng tử ngoại trong vùng ánh sáng nhìn thấy. Vị trí và màu sắc của vết huỳnh quang cho phép phát hiện phần xi bị nghi ngờ có khả năng phân huỷ silicat.

19.1.3 Lấy mẫu

Tiến hành theo 11.1.2.

19.1.4 Chuẩn bị mẫu thử

Rút gọn mẫu phòng thí nghiệm cho đến khi thu được phần mẫu có ít nhất khoảng 30 mảnh nhỏ, rửa và làm khô phần mẫu thử, sau đó phân tách mỗi mảnh nhỏ thành các phần nhỏ hơn để thu được bề mặt vỡ mới.

19.1.5 Cách tiến hành

Kiểm tra sự phân huỷ dicalci silicat dưới tác động của tia tử ngoại (5.17.1).

19.1.6 Biểu thị kết quả

Ghi lại các quan sát thu được trên bề mặt vỡ mới của mẫu xi. Nếu trên bề mặt xuất hiện nhiều hoặc từng đám các đốm sáng lớn, nhỏ có màu vàng, vàng đồng hoặc màu nâu đỏ, màu nâu vàng trên nền tím, cần ghi chép lại vì đó là dấu hiệu nghi ngờ có sự phân huỷ.

Nếu trên bề mặt mẫu có độ sáng đồng đều trên nền tím với số lượng các đốm sáng không nhiều và phân bố đều, mẫu được xem là ổn định.

19.2 Xác định sự phân hủy sắt của xỉ lò cao làm nguội bằng không khí

19.2.1 Khái quát

Phương pháp này sử dụng để xác định khả năng phân hủy của xỉ lò cao dạng cục thô dựa trên sự thủy phân của sắt và mangan sulfide.

19.2.2 Nguyên tắc

Kiểm tra tính chất của các mảnh xỉ được ngâm ngập trong nước để quan sát sự phân hủy do thoái chất của sắt trong môi trường mưa, ẩm và đặc biệt nhanh trong môi trường nước.

19.2.3 Lấy mẫu

Tiến hành theo 11.1.2.

19.2.4 Cách tiến hành

Lấy 30 miếng xỉ, có kích thước nằm trong khoảng 40 mm đến 150 mm, ngâm ngập trong nước ở nhiệt độ $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ trong hai ngày.

19.2.5 Biểu thị kết quả

Ghi lại bất kỳ vết nứt vỡ hoặc bị mủn, nếu có. Nếu không có miếng xỉ nào bị mủn hay nứt vỡ, mẫu được coi như đã đạt yêu cầu. Nếu một hoặc hai miếng bị mủn hay nứt vỡ, cần tiến hành kiểm tra lại với 30 miếng xỉ khác. Trong lần kiểm tra thứ hai này, nếu có bất kỳ miếng mẫu nào bị phân rã hoặc nứt vỡ, mẫu thử được coi như không đạt yêu cầu.

19.3 Xác định độ giãn nở của xỉ thép

19.3.1 Khái quát

Phương pháp này sử dụng để xác định khả năng giãn nở của xỉ thép đã nghiền mịn do quá trình hydrat hóa chậm của vôi tự do quá nhiệt và/ hoặc magiê oxit tự do. Trong phép xác định này có sử dụng nhiệt độ để tăng tốc độ phản ứng và các cách thức để tạo ra được các giá trị đo được độ giãn nở nhằm mục đích phân loại xỉ phù hợp.

19.3.2 Nguyên tắc

Chung hấp mẫu xỉ nén đặc chắc được tạo từ các hạt xỉ có kích thước xác định trong dòng hơi nước ở nhiệt độ khoảng $100 ^\circ\text{C}$ trong điều kiện áp suất bằng với áp suất môi trường xung quanh. Bằng cách này, độ ẩm cần thiết để thúc đẩy phản ứng của vôi tự do và maginesi oxit tự do được liên tục truyền đến mẫu thử. Một đồng hồ đo mức độ dịch chuyển được gắn trực tiếp trên đầu của mẫu thử và chỉ ra bất kỳ sự thay đổi nào của thể tích mẫu gây bởi các phản ứng hóa học nêu trên. Độ giãn nở thể tích được tính bằng phần trăm (%) theo thể tích so với thể tích ban đầu của mẫu xỉ nén đặc chắc. Các giá

TCVN xxxxx-1:20xx

trị thử nghiệm sẽ không hoàn toàn giống như các giá trị kỳ vọng thực tế, ví dụ trong thử nghiệm, độ giãn nở là 4 %, không có nghĩa, trong thực tế, độ giãn nở cũng là 4 %.

19.3.3 Lấy mẫu

Mẫu thử được lấy theo EN 932-1.

19.3.4 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu phòng thí nghiệm ngay lập tức được sấy khô ở nhiệt độ (110 ± 5) °C đến khối lượng không đổi (3.4).

Đối với phép thử chưng hấp, sử dụng phần mẫu xỉ đã được sấy khô với kích thước hạt xỉ trong khoảng từ 0 mm đến 22 mm đã được phối trộn để có thành phần hạt phân bố theo đường cong Fuller. Tỷ lệ về khối lượng tương ứng của từng cỡ hạt riêng rẽ được ghi trong Bảng 2.

Bảng 2 - Tỷ lệ khối lượng cho mỗi cỡ hạt

Kích thước hạt, mm	Phần trăm theo khối lượng, %
0 đến 0,5	15
0,5 đến 2	15
2 đến 5,6	20
5,6 đến 8	10
8 đến 11,2	11
11,2 đến 16	14
16 đến 22	15
Tổng	100

CHÚ THÍCH 1: : Nếu có sự khác biệt lớn về khối lượng thể tích giữa các cấp cỡ hạt riêng lẻ, hỗn hợp có thể được phối hợp theo tỷ lệ về thể tích.

Từng cỡ hạt riêng rẽ phải được lấy từ cốt liệu đã đập vỡ.

Tiến hành rút gọn mẫu theo EN 932-2.

Xác định độ giãn nở trên ít nhất hai phần mẫu thử riêng biệt. Mỗi phần mẫu thử phải được phối trộn riêng theo tỷ lệ cấp phối hạt quy định ở nêu trên. Khối lượng vật liệu cần thiết cho mỗi mẫu riêng biệt là 4,5 kg. Ngoài ra, một mẫu phải được sử dụng kết hợp để xác định khối lượng thể tích sấy khô trước theo EN 1097-6.

Phủ lưới lọc hình tròn lên trên để đục lỗ của khuôn hình trụ (phía trên của thiết bị xác định độ nở), sử dụng xẻng xúc chuyển phần mẫu đã chuẩn bị vào khuôn hình trụ như trong Hình 5 của thiết bị chưng hấp (5.18.1). Sau đó sử dụng bàn rung (5.18.5) để đảm chặt mẫu trong thời gian 6 min với tần số (48 ± 3) Hz (biên độ ± 1,5 mm) và tải trọng tĩnh là 0,035 N/mm², được tạo ra bởi áp suất thủy lực chẳng hạn.

TCVN xxxxx-1:20xx

Trong điều kiện thử nghiệm này, thực tế cho thấy, độ rỗng trong mẫu xỉ là khoảng $(25 \pm 3) \%$ theo thể tích. Ngoài ra, có thể sử dụng bất kỳ phương pháp nào khác thay thế như dùng búa Proctor hoặc búa điện cầm tay, miễn là tạo ra mẫu có cùng một mức độ đầm chặt. Nếu thêm nước vào mẫu để quá trình đầm chặt được thuận lợi hơn thì phải tiến hành phép thử không muộn hơn 24 h kể từ khi hoàn thành quá trình đầm chặt.

Sau khi tạo mẫu, xác định thể tích V_S của mẫu xỉ dựa trên sự chênh lệch giữa thể tích của khuôn hình trụ V_C và thể tích không khí V_A của phần trống được tạo ra giữa mẫu và mép trên của khuôn. Tính V_C và V_A theo các số đo chiều dài bằng thước đo (5.18.6) và lấy giá trị trung bình của bốn giá trị đo ở đầu mút của hai góc vuông đi qua đường kính cộng với ít nhất bốn giá trị bổ sung được phân bố trên bề mặt mẫu.

Cuối cùng, phủ lưới lọc ẩm lên bề mặt mẫu xỉ, tiếp theo là lớp bi thủy tinh (5.18.3) đã được bôi dầu silicon để giảm ma sát giữa các viên bi. Điều chỉnh khối lượng của lớp bi để tổng khối lượng của đĩa gia tải, giá đỡ tải, tấm đục lỗ và các viên bi thủy tinh bằng $(7,5 \pm 0,01)$ kg. Chú ý rải đều các viên bi thủy tinh trong khuôn hình trụ thành một lớp phẳng.

CHÚ THÍCH: Sử dụng khoảng 1,5 g dầu silicon cho 1,5 kg bi.

Sau mỗi lần chưng hấp mẫu, cần bôi trơn lại các viên bi thủy tinh. Nếu viên bi đóng trên bề mặt bi thủy tinh trong quá trình chưng hấp, phải sử dụng dung dịch acid clohydric loãng để rửa bi sau mỗi bốn lần thử.

19.3.5 Tiến hành chưng hấp

Sau khi rải bi thủy tinh lên trên bề mặt mẫu xỉ, đưa khuôn hình trụ vào thiết bị chưng hấp và quấn tấm bọc ổn nhiệt xung quanh khuôn. Tiếp tục đặt đĩa thoát hơi, giá đỡ tải và đĩa gia tải lên phía trên cùng của những viên bi. Gắn đồng hồ hoặc dụng cụ đo độ dịch chuyển theo chiều dọc, ở trung tâm của đĩa thoát hơi và cố định bằng một giá đỡ của thiết bị chưng hấp. Sau khi gia nhiệt bề đun và tấm bọc ổn nhiệt, mẫu vừa bắt đầu nóng lên và giãn nở thể tích. Để không gộp các chuyển động giãn nở có liên quan đến quá trình đã nêu, không được bắt đầu ghi độ dịch chuyển cho đến khi hơi nước không ngừng đi qua mẫu.

Thời gian thử nghiệm trong phép thử chưng hấp phụ thuộc vào thành phần của xỉ. Khi hàm lượng MgO được xác định theo EN 196-2 nhỏ hơn hoặc bằng 5 %, thời gian thử nghiệm là 24 h. Khi hàm lượng MgO lớn hơn 5 %, thời gian thử nghiệm là 168 h.

CHÚ THÍCH 1: Đến thời điểm hiện tại, khi chưa có phương pháp tin cậy để định lượng MgO tự do, tạm thời, sử dụng hàm lượng MgO tổng để ước lượng. Khi một phương pháp đáng tin cậy định lượng MgO được tạo dựng, cần phải xác định hàm lượng MgO tự do cho các loại xỉ. Hàm lượng MgO được các nhà sản xuất thép công bố là có thể chấp nhận được để xác định thời gian thử nghiệm cho xỉ thép.

Sau khi kết thúc quá trình thử nghiệm, rửa sạch bề mặt các mẫu, đo và tính toán theo phần trăm về thể tích so với giá trị thể tích ban đầu của mẫu vừa (xem 19.3.6).

TCVN xxxxx-1:20xx

Khoang chứa nước trong thiết bị chưng hấp thường có kích thước phù hợp để luôn chứa đầy nước trong quá trình thử nghiệm. Vì vậy, cần chú ý tránh làm giảm nhiệt độ dẫn đến gián đoạn quá trình tạo hơi nước.

CHÚ THÍCH 2: Trong một số trường hợp, việc ghi lại mức độ giãn nở thể tích theo thời gian được áp dụng. Tại thời điểm đầu của quá trình chưng hấp, sự giãn nở thể tích của mẫu là rất dễ nhận thấy, vì vậy, khuyến nghị ghi lại các chuyển động với chu kỳ là 15 min/lần. Sau 4 h thử nghiệm, có thể tăng lên đến 60 min/lần ghi. Nếu biểu diễn sự phụ thuộc của mức độ giãn nở thể tích vào thời gian chưng hấp, kết quả thử nghiệm sẽ được mô tả chi tiết theo dạng đồ thị (tăng dần, sau đó tiệm cận tới giá trị giới hạn). Đối với mục đích kiểm soát sản xuất tại nhà máy, có thể rút ngắn thời gian thử nghiệm bằng cách tính toán điểm cuối bằng cách sử dụng phương pháp hồi quy.

19.3.6 Biểu thị kết quả

Thể tích của phần mẫu thử xỉ thí nghiệm (V_S), được tính bằng milimet khối (mm^3) trước khi chưng hấp, theo công thức sau:

$$V_S = V_C - V_A \quad (21)$$

trong đó:

V_S là thể tích của mẫu xỉ trong khuôn trụ sau khi đầm chặt, tính bằng milimet khối (mm^3);

V_C là thể tích của khuôn trụ, tính bằng milimet khối (mm^3);

V_A là thể tích của khoảng trống giữa mẫu xỉ và đỉnh khuôn hình trụ, tính bằng milimet khối, (mm^3).

V_C và V_A được tính từ các phép đo chiều cao của thước đo và đường kính của khuôn hình trụ (210 mm).

Khối lượng thể tích khô của hỗn hợp đã đầm chặt (ρ_M), được tính bằng kilogram trên mét khối (kg/m^3), theo công thức sau:

$$\rho_M = \frac{100 \times M}{V_S \times (100 + w)} \times 1000 \quad (22)$$

Độ rỗng của hỗn hợp đã đầm chặt (V_a), được tính bằng phần trăm (%) theo thể tích, theo công thức sau:

$$V_a = \left(1 - \frac{\rho_M}{\rho}\right) \times 100 \quad (23)$$

trong đó:

M là khối lượng của hỗn hợp đã đầm chặt, tính bằng gam (g);

V_S là thể tích của mẫu xỉ sau khi đầm chặt trong khuôn hình trụ, tính bằng milimet khối (mm^3);

ρ là khối lượng thể tích sấy khô trước của xỉ, xác định theo EN 1097-6, tính bằng kilogram trên mét khối (kg/m^3);

w là hàm lượng nước có trong mẫu, tính bằng phần trăm (%) theo khối lượng.

Sau khi hoàn thành thí nghiệm, độ giãn nở được tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,1 %, cho mỗi mẫu thử, theo công thức sau:

$$\text{Độ nở} = \frac{\pi \times h \times d^2}{4 \times V_S} \times 100 \quad (24)$$

trong đó:

h là độ dãn dài của mẫu sau khi chưng hấp, tính bằng milimet (mm);

d là đường kính trong của khuôn hình trụ bằng 210 mm.

Độ giãn nở của mẫu được tính bằng xác định bằng giá trị trung bình của 2 lần thử, làm tròn đến 0,1 %.

Phụ lục A

(tham khảo)

Độ chính xác**A.1 Ký hiệu** r_I là độ lặp lại được định nghĩa theo EN 932-6; R_I là độ tái lập được định nghĩa theo EN 932-6; X là giá trị trung bình của các kết quả thí nghiệm.**A.2 Xác định hàm lượng muối chloride hòa tan trong nước bằng phương pháp Volhard (Phương pháp tiêu chuẩn) (xem Điều 7)**

Độ chính xác của phép xác định hàm lượng muối chloride tan trong nước được tính (theo phần trăm về khối lượng của ion chloride trong cốt liệu) như sau:

$$r_1 = 0,0004 + 0,029 \times X \quad (\text{A.1})$$

$$R_1 = 0,0006 + 0,124 \times X \quad (\text{A.2})$$

A.3 Xác định hàm lượng muối chloride hoà tan trong nước bằng Phương pháp tiêu chuẩn độ điện thế (Phương pháp thay thế) (xem Điều 8)Độ lệch chuẩn đối với độ lặp lại r là 0,001 %.Độ lệch chuẩn đối với độ tái lập R là 0,003 %.**A.4 Xác định hàm lượng sulfate hoà tan trong nước của cốt liệu tái chế (xem Điều 10)**

Độ lặp lại r_I và độ tái lập R_I được xác định bởi phép kiểm tra chéo kiểu Pháp: thử nghiệm lặp lại hai lần trong tám phòng thử nghiệm.

$$\text{Độ lặp lại} \quad r_1 = 0,022 + 0,018 \times X \quad (\text{A.3})$$

$$\text{Độ tái lập} \quad R_1 = 0,047 + 0,016 \times X \quad (\text{A.4})$$

trong đó X là các giá trị T SO₄ nằm giữa 0,2 % và 1 %.**A.5 Xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng (Phương pháp tiêu chuẩn) (xem Điều 11)**

Độ chính xác của phép xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng được tính bằng phần trăm theo khối lượng lưu huỳnh trong cốt liệu, theo công thức sau:

$$r_1 = 0,017 + 0,081 \times X \quad (\text{A.5})$$

$$R_1 = 0,062 + 0,204 \times X \quad (\text{A.6})$$

A.6 Xác định hàm lượng sulfat hoà tan trong Acid (Phương pháp tiêu chuẩn) (xem Điều 12)

Độ chính xác của phép xác định hàm lượng sulfat được tính bằng phần trăm theo khối lượng SO_3 trong cốt liệu, theo công thức sau:

$$r_1 = 0,021 + 0,200 \times X \quad (\text{A.7})$$

$$R_1 = 0,000 + 0,812 \times X \quad (\text{A.8})$$

CHÚ THÍCH: Các giá trị này thu được khi sử dụng phần mẫu thử có khối lượng 2 g.

TCVN xxxxx-1:20xx

Thư mục tài liệu tham khảo

EN 197-1, Xi măng - Phần 1: Thành phần, yêu cầu kỹ thuật và các chỉ tiêu phù hợp cho xi măng thông thường.
