

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8826 : 202x

Xuất bản lần 3

PHỤ GIA HÓA HỌC CHO BÊ TÔNG

Chemical Admixtures for Concrete

HÀ NỘI - 202x

Mục lục

Trang

Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn.....	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa	6
4 Yêu cầu kỹ thuật.....	7
4.1 Yêu cầu chung.....	7
4.2 Yêu cầu về độ đồng nhất.....	8
4.3 Thử nghiệm lại có giới hạn	8
5 Phương pháp thử	11
5.1 Lấy mẫu.....	11
5.2 Vật liệu.....	12
5.3 Thành phần bê tông thí nghiệm	12
5.4 Chế tạo mẫu thử hỗn hợp bê tông và bê tông.....	13
5.5 Thử các tính chất của hỗn hợp bê tông	14
5.6 Thử nghiệm tính chất của bê tông đã đóng rắn.....	15
5.7 Xác định độ đồng nhất của phụ gia.....	15
6 Bao gói và ghi nhãn	16
7 Bảo quản và vận chuyển.....	16
8 Các thông tin do nhà sản xuất cung cấp	16
9 Tình huống từ chối.....	17
10 Báo cáo kết quả thử nghiệm	17
Phụ lục A (qui định) - Thử nghiệm độ bền băng giá	18
Phụ lục B (qui định) - Thí nghiệm xác định hàm lượng chất khô của phụ gia hóa học	23
Phụ lục C (qui định) - Thí nghiệm xác định hàm lượng tro của phụ gia hóa học	25
Phụ lục D (qui định) - Thí nghiệm Xác định tỷ trọng của phụ gia hóa học dạng lỏng.....	26
Phụ lục E (qui định) - Thí nghiệm xác định hàm lượng ion Clo trong phụ gia hóa học	27
Phụ lục G (qui định) - Phân tích phổ hồng ngoại phụ gia hóa học.....	29

Lời nói đầu

TCVN 8826:202x thay thế TCVN 8826:2011.

TCVN 8826:202x được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn ASTM C494/C494M-19.

TCVN 8826:202x do Viện Khoa học Công nghệ Xây dựng - Bộ 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.

Phụ gia hóa học cho bê tông

Chemical Admixtures for Concrete

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu kỹ thuật của phụ gia hóa học cho bê tông xi măng, bao gồm các loại sau:

- Loại A: Phụ gia giảm nước;
- Loại B: Phụ gia chậm đông kết;
- Loại C: Phụ gia đóng rắn nhanh;
- Loại D: Phụ gia giảm nước - chậm đông kết;
- Loại E: Phụ gia giảm nước - đóng rắn nhanh;
- Loại F: Phụ gia siêu dẻo (giảm nước cao);
- Loại G: Phụ gia siêu dẻo (giảm nước cao) - chậm đông kết;
- Loại S: Phụ gia có tính năng riêng.

CHÚ THÍCH 1: Người mua phải chỉ định loại phụ gia hóa học mong muốn, và trong trường hợp phụ gia Loại S thì cần có tính năng cụ thể. Các đặc điểm, tính năng cụ thể khác bao gồm, nhưng không giới hạn ở hiệu quả làm giảm độ co, giảm thiểu phản ứng kiềm-silica và thay đổi độ nhớt.

CHÚ THÍCH 2: Trừ khi khách hàng có yêu cầu khác, các mẫu thử để xác định chất lượng phụ gia phải sử dụng bê tông có thành phần chế tạo từ vật liệu như mô tả trong Điều 5.2 và 5.3.

1.2 Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các loại phụ gia: phụ gia cuốn khí, phụ gia kị nước, phụ gia trương nở, phụ gia bền sulfat, ...

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết cho việc 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).

TCVN 2682, *Xi măng poóc lăng - Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 3105, *Hỗn hợp bê tông nặng và bê tông nặng - Lấy mẫu, chế tạo và bảo dưỡng mẫu thử.*

TCVN 3106, *Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp xác định độ sụt.*

TCVN 3108, *Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp xác định khối lượng thể tích.*

TCVN 3111, *Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp xác định hàm lượng bọt khí.*

TCVN 3117, *Bê tông nặng - Phương pháp xác định độ co.*

TCVN 3118, *Bê tông nặng - Phương pháp xác định cường độ nén.*

TCVN 3119, *Bê tông nặng - Phương pháp xác định cường độ kéo khi uốn.*

TCVN 4506, *Nước cho bê tông và vữa - Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 6260, *Xi măng poóc lăng hỗn hợp - Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 7570, *Cốt liệu cho bê tông và vữa - Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 9338, *Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp xác định thời gian đông kết.*

TCVN 9339, *Bê tông và vữa xây dựng - Phương pháp xác định độ pH.*

TCVN 12300, *Phụ gia cuốn khí cho bê tông.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Phụ gia giảm nước (Water-reducing admixtures)

Phụ gia làm tăng độ sụt của hỗn hợp bê tông mà không cần tăng lượng nước trộn hoặc làm giảm lượng nước trộn mà vẫn giữ nguyên độ sụt của hỗn hợp bê tông.

3.2

Phụ gia chậm đông kết (Retarding admixtures)

Phụ gia làm giảm tốc độ phản ứng giữa xi măng và nước, do đó kéo dài thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông.

3.3

Phụ gia đóng rắn nhanh (Accelerating admixtures)

Phụ gia làm tăng tốc độ phản ứng giữa xi măng và nước, do đó giảm thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông và tăng tốc độ phát triển cường độ sớm của bê tông.

3.4

Phụ gia giảm nước - chậm đông kết (Water-reducing and retarding admixtures)

Phụ gia làm giảm lượng nước trộn cần thiết để chế tạo hỗn hợp bê tông có độ sụt chỉ định, đồng thời kéo dài thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông.

3.5

Phụ gia giảm nước - đóng rắn nhanh (Water-reducing and accelerating admixtures)

Phụ gia làm giảm lượng nước trộn cần thiết để chế tạo hỗn hợp bê tông có độ sụt cho trước, đồng thời rút ngắn thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông và tăng tốc độ phát triển cường độ sớm của bê tông.

3.6

Phụ gia siêu dẻo (giảm nước mức cao) (Water-reducing, high range admixtures)

Phụ gia làm giảm 12% (hoặc lớn hơn) lượng nước trộn cần thiết để chế tạo hỗn hợp bê tông có độ sụt cho trước.

3.7

Phụ gia siêu dẻo - chậm đông kết (Water-reducing, high range, and retarding admixtures)

Phụ gia làm giảm 12% (hoặc lớn hơn) lượng nước trộn cần thiết để chế tạo hỗn hợp bê tông có độ sụt cho trước, đồng thời kéo dài thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông.

3.8

Phụ gia có tính năng riêng (Specific performance admixtures)

Phụ gia có các đặc tính, tính năng hoặc làm giảm lượng nước trộn, hoặc thay đổi thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông hoặc cả hai mà không có bất kỳ ảnh hưởng tiêu cực đến các tính chất của hỗn hợp bê tông, bê tông và độ bền của bê tông như quy định, ngoại trừ các phụ gia được sử dụng chủ yếu trong sản xuất các sản phẩm bê tông đúc sẵn.

3.9

Bê tông đối chứng (Reference concrete)

Bê tông không có phụ gia được sử dụng làm cơ sở để đánh giá tính năng của phụ gia.

3.10

Bê tông thử nghiệm (test concrete)

Bê tông có chứa loại phụ gia cần được đánh giá.

3.11

Mẫu cục bộ (Single sample)

Mẫu được lấy một lần.

3.12

Mẫu gộp (Form the mixture)

Mẫu được tạo thành ít nhất từ 3 mẫu cục bộ lấy trong cùng 1 lô.

3.13

Lô (Lot)

Khối lượng phụ gia được sản xuất trong cùng một điều kiện tại một nhà máy trong cùng một thời gian.

4 Yêu cầu kỹ thuật

4.1 Yêu cầu chung

4.1.1 Để phù hợp ban đầu với yêu cầu kỹ thuật, bê tông thử nghiệm của từng loại phụ gia nêu trong Điều 1.1 phải phù hợp với các yêu cầu tương ứng được quy định trong Bảng 1.

4.1.2 Khách hàng được phép yêu cầu thử nghiệm lại có giới hạn để xác nhận sự tuân thủ của phụ gia đối với các yêu cầu kỹ thuật. Việc kiểm tra lại có giới hạn bao gồm các tính chất vật lý và hiệu quả của phụ gia.

4.1.2.1 Các tính chất vật lý khi thử lại phải bao gồm độ đồng nhất và tính tương đương thử bằng phương pháp phân tích phổ hồng ngoại, hàm lượng chất khô xác định bằng phương pháp sấy và tỷ trọng.

4.1.2.2 Tính hiệu quả khi thử lại phải bao gồm hàm lượng nước, thời gian đông kết của hỗn hợp bê tông và cường độ nén ở các tuổi 3, 7 và 28 ngày.

4.1.3 Theo yêu cầu của khách hàng, nhà sản xuất phải công bố bằng văn bản hàm lượng ion Clo của phụ gia.

4.1.4 Theo yêu cầu của khách hàng, nhà sản xuất phải cung cấp số liệu để chứng minh (các) đặc tính, tính năng cụ thể đã công bố đối với phụ gia loại S.

4.1.5 Các phép thử về độ đồng nhất và tính tương đương, như mô tả trong Điều 4.2 và 5.7, phải được thực hiện trên mẫu ban đầu và các kết quả được lưu giữ để tham khảo và so sánh với kết quả thử nghiệm của các mẫu được lấy từ các vị trí khác trong lô hoặc các lô phụ gia tiếp theo.

4.1.6 Theo yêu cầu của khách hàng, nhà sản xuất phải công bố bằng văn bản rằng phổ hồng ngoại, hàm lượng chất khô và tỷ trọng của phụ gia được cung cấp nằm trong giới hạn như trong Điều 4.3 khi so sánh với kết quả thử nghiệm của mẫu ban đầu.

4.2 Yêu cầu về độ đồng nhất

Phụ gia hóa học có cùng một nguồn gốc phải có thành phần hóa học như của nhà sản xuất công bố và phải thỏa mãn các yêu cầu nêu trong Bảng 2 của tiêu chuẩn này. Nếu độ đồng nhất của lô hoặc tính tương đương do khách hàng quy định của các lô khác nhau từ cùng một nguồn phải được thiết lập bằng cách tuân thủ các yêu cầu sau:

4.2.1 Phân tích hồng ngoại - Phổ hấp thụ hồng ngoại của mẫu ban đầu và mẫu thử, theo quy định của Điều 5.7.6, phải tương đương nhau. Hai quang phổ hấp thụ hồng ngoại được coi là tương đương nếu có cùng tần số hấp thụ hồng ngoại ở cùng cường độ tương đối trong cả hai phổ.

4.2.2 Hàm lượng chất khô (Phụ gia lỏng) xác định bằng phương pháp sấy khô: Khi được sấy khô theo quy định của Điều 5.7.1, hàm lượng chất khô của mẫu ban đầu và của các mẫu tiếp theo phải nằm trong khoảng $\pm 12\%$ so với điểm giữa của dải quy định của nhà sản xuất, nhưng không nằm ngoài giới hạn quy định của nhà sản xuất.

Ví dụ: đối với một phụ gia được sản xuất với hàm lượng chất khô dao động từ 27% đến 35%, nhà sản xuất sẽ cung cấp các giới hạn chấp nhận được tối đa là 27,3% đến 34,7%, bằng $\pm 12\%$ điểm giữa của các giới hạn, trong đó giá trị điểm giữa là 31,0%.

4.2.3 Hàm lượng chất khô (Phụ gia không lỏng) - Khi được sấy khô theo quy định của Điều 5.7.1, hàm lượng chất khô của mẫu ban đầu và của các mẫu tiếp theo phải nằm trong khoảng dao động không lớn hơn ± 4 điểm phần trăm.

4.2.4 Tỷ trọng (Phụ gia lỏng): Khi được thử nghiệm theo quy định của Điều 5.7.3, tỷ trọng của mẫu ban đầu và các mẫu thử nghiệm tiếp theo phải nằm trong khoảng $\pm 10\%$ so với điểm giữa của dải quy định của nhà sản xuất. Nếu 10% chênh lệch giữa tỷ trọng của mẫu ban đầu và nước nhỏ hơn 0,01 thì sử dụng giá trị 0,01 làm chênh lệch lớn nhất cho phép.

4.2.5 Nếu bản chất của phụ gia hoặc khả năng phân tích của khách hàng làm cho một số hoặc tất cả các quy trình này không phù hợp, thì các yêu cầu khác về độ đồng nhất và tính tương đương giữa các lô hoặc trong một lô phải theo thỏa thuận được thiết lập giữa khách hàng và nhà sản xuất.

4.3 Thử nghiệm lại có giới hạn

Người mua có quyền yêu cầu thí nghiệm lại (có giới hạn) để xác định sự phù hợp của loại phụ gia định mua với các yêu cầu kỹ thuật của tiêu chuẩn này. Việc thí nghiệm lại để xác định các tính năng kỹ thuật của phụ gia đối với hỗn hợp vữa bê tông và bê tông bao gồm: xác định hàm lượng nước trộn yêu cầu, thời gian đông kết, cường độ nén ở tuổi 3 ngày, 7 ngày và 28 ngày. Kết quả thí nghiệm lại đối với từng loại phụ gia phải đáp ứng các yêu cầu nêu trong Bảng 1.

Việc thí nghiệm lại để xác định tính đồng nhất của các lô hàng định mua so với mẫu ban đầu của nhà sản xuất bao gồm: hàm lượng chất khô, hàm lượng tro, tỷ trọng, hàm lượng ion Clo, phổ hồng ngoại (xác định theo các Phụ lục B, C, D, E, G), độ pH. Kết quả thí nghiệm lại đối với từng loại phụ gia phải đáp ứng các yêu cầu nêu trong Bảng 2.

Bảng 1 - Các yêu cầu về tính năng cơ lý^{A, B}

Tên chỉ tiêu	Loại A Giảm nước	Loại B Chậm đông kết	Loại C Đóng rắn nhanh	Loại D Giảm nước - chậm đông kết	Loại E Giảm nước - đóng rắn nhanh	Loại F Siêu dẻo	Loại G Siêu dẻo-chậm đông kết	Loại S Phụ gia có tính năng riêng
1. Lượng nước trộn tối đa so với mẫu đối chứng ^A , %	95	-	-	95	95	88	88	-
2. Thời gian đông kết chênh lệch so với đối chứng, (h:min)								
- Bắt đầu								
Tối thiểu sớm hơn	-	--	1:00	--	1:00	-	--	
Tối thiểu muộn hơn		1:00	--	1:00	--		1:00	
Tối đa không sớm hơn	1:00	--	3:30	--	3:30	1:00	--	1:00
Nhưng tối đa không muộn hơn	1:30	3:30	--	3:30	--	1:30	3:30	1:30
- Kết thúc:								
Tối thiểu sớm hơn	-	-	1:00	-	1:00	-	-	
Tối đa không sớm hơn	1:00	--	-	--	-	1:00	--	1:00
Nhưng tối đa không muộn hơn	1:30	3:30		3:30		1:30	3:30	1:30
3. Cường độ chịu nén tối thiểu so với đối chứng ^C , %								
1 ngày	-	-	-	-	-	140	125	--
3 ngày	110	90	125	110	125	125	125	90
7 ngày	110	90	100	110	110	115	115	90
28 ngày	110 (120) ^D	90	100	110 (120) ^D	110	110 (120) ^C	110 (120) ^D	90
90 ngày	(117) ^D	n/a	n/a	(117) ^D	n/a	(117) ^C	(117) ^D	n/a
6 tháng	100 (113) ^D	90	90	100 (113) ^D	100	100 (113) ^C	100 (113) ^D	90
1 năm	100	90	90	100	100	100	100	90

Bảng 1 - Các yêu cầu về tính năng cơ lý^{A, B} (tiếp theo)

Tên chỉ tiêu	Loại A Giảm nước	Loại B Chậm đông kết	Loại C Đóng rắn nhanh	Loại D Giảm nước - chậm đông kết	Loại E Giảm nước - đóng rắn nhanh	Loại F Siêu dẻo	Loại G Siêu dẻo- chậm đông kết	Loại S Phụ gia có tính năng riêng
4. Cường độ chịu uốn tối thiểu so với đối chứng ^C , %								
3 ngày	100	90	110	100	110	110	110	90
7 ngày	100	90	100	100	100	100	100	90
28 ngày	100	90	90	100	100	100	100	90
5. Độ co ^E , %, không lớn hơn								
- Khi độ co của mẫu bê tông đối chứng là A %, với A không nhỏ hơn 0,03 %	1,35A	1,35A	1,35A	1,35A	1,35A	1,35A	1,35A	1,35A
- Khi độ co của mẫu bê tông đối chứng là B %, với B nhỏ hơn 0,03 %	B+0,01%	B+0,01 %	B+0,01%	B+0,01 %	B+0,01%	B+0,01%	B+0,01%	B+0,01%
6. Độ bền băng giá ^F , min	80	80	80	80	80	80	80	80

CHÚ THÍCH: Nếu cường độ nén lớn hơn yêu cầu trong ngoặc đơn thì phụ gia sẽ được coi là tạm thời đáp ứng các yêu cầu của tiêu chuẩn này trong khi chờ đến kết quả ở tuổi 1 năm.

A) Các yêu cầu trong bảng này áp dụng cho giá trị trung bình của ba kết quả thử nghiệm trở lên đối với từng loại bê tông. Không được phép so sánh giữa các cặp kết quả thử nghiệm đơn lẻ của mẫu bê tông đối chứng và mẫu bê tông thử nghiệm. Hàm lượng nước tối đa chỉ định không được hiểu là giá trị chính xác mà là giá trị lượng nước tối đa và cho phép thử nghiệm ở hàm lượng nước thấp hơn. Không có yêu cầu bắt buộc bê tông thử nghiệm hoặc bê tông đối chứng phải có cùng hàm lượng nước. Vì các yêu cầu trong tiêu chuẩn kỹ thuật này áp dụng cho các kết quả thử nghiệm trung bình đối với từng loại bê tông, cho phép điều chỉnh hỗn hợp bê tông trong dung sai của tiêu chuẩn quy định kỹ thuật này nếu cần thiết để cho kết quả trung bình đạt yêu cầu.

B) Các giá trị kết quả thử nghiệm trong bảng đã bao gồm sai số cho phép. Mục tiêu của yêu cầu cường độ chịu nén đạt 90% đối với phụ gia Loại B và Loại S là mức yêu cầu tính năng so sánh với bê tông đối chứng bao gồm sai số cho phép của các kết quả thử nghiệm.

C) Cường độ chịu nén và cường độ chịu uốn của bê tông phụ gia thử nghiệm ở tuổi bất kỳ nào không được nhỏ hơn 90% cường độ ở bất kỳ tuổi thử nghiệm nào trước đó. Mục tiêu của giới hạn này là yêu cầu cường độ chịu nén hoặc cường độ chịu uốn của bê tông có chứa phụ gia thử nghiệm không được giảm theo tuổi.

D) Yêu cầu thay thế. Nếu các yêu cầu về tính chất cơ lý đáp ứng được và lớn hơn giá trị yêu cầu trong ngoặc đơn thì phụ gia sẽ được coi là tạm thời đáp ứng các yêu cầu của tiêu chuẩn này cho đến khi có được kết quả thử nghiệm cường độ ở một năm tuổi.

E) Yêu cầu thay thế, bê tông đối chứng hạn chế áp dụng nếu độ co của bê tông đối chứng là 0,030% hoặc lớn hơn; Tăng cường áp dụng nếu độ co của bê tông đối chứng nhỏ hơn 0,030%. Xem Điều 5.6.3.

F) Yêu cầu này chỉ áp dụng nếu phụ gia dự định sử dụng cho bê tông cuốn khí có thể bị đóng băng và tan băng khi ướt.

Bảng 2 - Yêu cầu về độ đồng nhất của phụ gia hóa học

Tên chỉ tiêu	Giá trị chấp nhận được	
	Phụ gia lỏng	Phụ gia không lỏng
1. Hàm lượng chất khô (C_k), %	Xem Điều 4.2.2	$C_k \pm 4$ (xem Điều 4.2.3)
2. Tỷ trọng (ρ), g/cm ³ - Nếu $\rho > 1,1$ - Nếu $\rho \leq 1,1$	Xem Điều 4.2.4 $\rho \pm 0,01$	- -
3. Hàm lượng ion Clo*, %	$\leq 0,1$ theo khối lượng hoặc bằng giá trị do nhà sản xuất công bố	
4. Độ pH (P)**	$P \pm 1$	
5. Hàm lượng tro, (T_R), %	$T_R \pm 1$	
6. Phổ hồng ngoại	Tương tự với mẫu chuẩn ban đầu của nhà sản xuất.	
CHÚ THÍCH: C_k , ρ , P, T_R – Là các giá trị do nhà sản xuất công bố. * Khi sử dụng vào cho bê tông cốt thép ứng suất trước, hàm lượng ion Clo trong phụ gia phải tuân thủ theo yêu cầu quy định riêng cho bê tông cốt thép ứng suất trước. ** Độ pH của phụ gia có thể bị thay đổi theo thời gian, khi có sự khác biệt lớn về độ pH (vượt quy định trong Bảng 2), phụ gia vẫn có thể sử dụng được nhưng phải tiến hành các thí nghiệm kiểm tra toàn bộ tính năng của phụ gia đảm bảo các yêu cầu tương ứng nêu trong Bảng 1 của tiêu chuẩn này.		

5 Phương pháp thử

Phương pháp thử phụ gia hóa học bao gồm các thí nghiệm kiểm tra các tính năng của phụ gia trên hỗn hợp bê tông, bê tông đã đóng rắn và các thí nghiệm xác định độ đồng nhất của phụ gia. Các phương pháp thử này dùng cho việc thí nghiệm chấp nhận nói chung. Những điều kiện được tiêu chuẩn hóa trong các thí nghiệm này nhằm đảm bảo kết quả thí nghiệm trong phòng thí nghiệm có độ chính xác cao, vì vậy không mô phỏng theo các điều kiện thực tế ở công trường. Thí nghiệm viên phải được đào tạo và có chứng chỉ để thực hiện các thí nghiệm bắt buộc.

5.1 Lấy mẫu

5.1.1 Mẫu thử được lấy tại nơi sản xuất, nơi cung cấp (nơi bán hàng) hoặc tại nơi sử dụng, có thể là mẫu cục bộ hoặc mẫu gộp.

5.1.2 Mẫu thử dùng để đánh giá chất lượng của một nguồn (hoặc một lô phụ gia) đáp ứng các yêu cầu kỹ thuật của tiêu chuẩn này phải là mẫu gộp, được tạo thành từ các mẫu cục bộ lấy ở các vị trí khác nhau của lô và đủ để đại diện cho lô.

5.1.3 Mẫu thử dùng để đánh giá độ đồng nhất và sự tương đương của các lô phụ gia khác nhau có cùng nguồn phải là mẫu gộp lấy từ các lô riêng rẽ. Trường hợp, nếu kết quả độ đồng nhất của từng lô phụ gia riêng rẽ đạt yêu cầu, cho phép sử dụng các mẫu cục bộ.

5.1.4 Lấy mẫu phụ gia lỏng:

Phụ gia lỏng phải được khuấy đều trước khi lấy mẫu. Khối lượng lấy mẫu thử được quy định như sau:

- Mẫu cục bộ: tối thiểu 0,5 lít/1 mẫu tại 1 vị trí. Đối với 1 lô hàng (hoặc 1 chuyến hàng) phải lấy ít nhất 3 mẫu cục bộ tại các vị trí khác nhau đại diện cho lô (hoặc chuyến hàng) đó.

TCVN 8826: 202x

- Mẫu gộp: được trộn đều từ 3 mẫu cục bộ trở lên, khối lượng tối thiểu 4 lít/1 mẫu.

CHÚ THÍCH 1: Đối với 1 lô hàng (hoặc 1 chuyến hàng) phải lấy ít nhất 3 mẫu cục bộ tại các vị trí khác nhau đại diện cho lô (hoặc chuyến hàng).

CHÚ THÍCH 2: Đối với phụ gia chứa trong bồn hoặc téc lớn, các mẫu cục bộ được lấy với lượng bằng nhau tại các vị trí trên, giữa và dưới bằng một dụng cụ lấy mẫu chuyên dùng thích hợp.

5.1.5 Lấy mẫu phụ gia không phải là chất lỏng:

Các mẫu cục bộ được lấy ít nhất 1 kg và đại diện cho lô hàng không quá 2 tấn phụ gia. Phải lấy tối thiểu 4 mẫu cục bộ với khối lượng không nhỏ hơn 1 kg/mẫu từ các vị trí khác nhau phân bố đều trên toàn khối lượng của lô hàng cần kiểm tra. Mẫu gộp được lấy ít nhất 2 kg đến 3 kg từ hỗn hợp trộn đều các mẫu cục bộ đã lấy. Các mẫu được bảo quản trong các bình kín, chống ẩm, không phản ứng với phụ gia và được ghi nhãn rõ ràng như quy định trong Điều 5.1.6. Các mẫu phụ gia không phải chất lỏng cần phải được hòa tan trong nước trước khi thí nghiệm.

5.1.6 Ghi nhãn mẫu thử

- Tên gọi của phụ gia và hãng sản xuất;
- Nơi lấy mẫu;
- Số lô (hoặc số hiệu mẫu);
- Ngày, tháng, năm, lấy mẫu;
- Kiểu mẫu cục bộ hoặc mẫu gộp;
- Họ và tên người lấy mẫu.

5.2 Vật liệu

5.2.1 Xi măng

- Xi măng poóc lăng phải đáp ứng yêu cầu theo TCVN 2682.

CHÚ THÍCH: Có thể cho phép dùng xi măng poóc lăng hỗn hợp để kiểm tra nhưng không dùng để thử nghiệm từ chối.

- Xi măng poóc lăng hỗn hợp phải đáp ứng yêu cầu theo TCVN 6260.
- Nếu hàm lượng bọt khí của bê tông đối chứng không có phụ gia cuốn khí, được thử nghiệm theo Điều 5.5.4, lớn hơn 3,5 %, cần chọn một loại xi măng hoặc hỗn hợp chất kết dính khác để hàm lượng bọt khí của bê tông đối chứng không vượt quá 3,5 %..

5.2.2 Cát

Sử dụng cát có mô đun độ lớn từ 2,3 đến 2,7 và phải thỏa mãn yêu cầu kỹ thuật của TCVN 7570.

5.2.3 Đá dăm (sỏi)

Đá dăm, sỏi sử dụng cho thí nghiệm phải cùng một loại, có thành phần hạt giống nhau và thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 7570.

Khối lượng mẫu thử phải đủ để:

- Thử nghiệm thành phần hạt theo quy định của TCVN 7570;
- Chế tạo mẫu bê tông đối chứng và mẫu bê tông có phụ gia thử nghiệm.

5.2.4 Nước trộn

Nước trộn bê tông đáp ứng yêu cầu của TCVN 4506.

5.3 Thành phần bê tông thí nghiệm

Trừ khi có yêu cầu đặc biệt, bê tông dùng để thử nghiệm phụ gia hóa học có thành phần như sau:

5.3.1 Thành phần hỗn hợp bê tông đối chứng

- Xi măng: (310 ± 3) kg
- Cát: (765 ± 5) kg
- Đá dăm: (1140 ± 5) kg, trong đó khối lượng đá có kích thước hạt từ 5 mm đến 10 mm: (400 ± 5) kg và từ 10 mm đến 20 mm: (740 ± 5) kg
- Nước:
 - Để đánh giá mức độ giảm nước của phụ gia: Điều chỉnh lượng nước để hỗn hợp bê tông đối chứng đạt độ sụt (90 ± 10) mm.
 - Để đánh giá mức tăng độ sụt của bê tông khi dùng phụ gia (thành phần bê tông không thay đổi): điều chỉnh lượng nước để hỗn hợp bê tông đối chứng có sụt (30 ± 10) mm.

5.3.2 Thành phần hỗn hợp bê tông chứa phụ gia thử nghiệm

- Thành phần xi măng và cốt liệu giữ nguyên như thành phần hỗn hợp bê tông đối chứng;
- Hàm lượng phụ gia sử dụng cho bê tông thử nghiệm theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Riêng phụ gia loại S phải được thử nghiệm với liều hàm lượng trong phạm vi do nhà sản xuất khuyến cáo để sử dụng tại hiện trường.
- Lượng dùng nước được giảm và điều chỉnh sao cho:
 - Độ sụt của hỗn hợp bê tông có chứa phụ gia thử nghiệm có cùng độ sụt của hỗn hợp bê tông đối chứng, hoặc
 - Giữ nguyên lượng dùng nước (bao gồm cả lượng nước trong phụ gia) trong trường hợp đánh giá khả năng thay đổi độ sụt của hỗn hợp bê tông thử nghiệm.

5.3.2.1 Bê tông không cuốn khí

Nếu phụ gia chỉ được thử nghiệm cho bê tông không cuốn khí, hàm lượng bọt khí trung bình của bê tông thử nghiệm và bê tông đối chứng không được vượt quá 3,5%, và chênh lệch giữa hàm lượng bọt khí trung bình của hai loại không được vượt quá 1,0 điểm phần trăm. Nếu cần, phụ gia cuốn khí phải được thêm vào bê tông đối chứng để có được hàm lượng bọt khí nằm trong phạm vi 1 điểm phần trăm so với bê tông thử nghiệm. Không thực hiện các thử nghiệm về độ bền băng giá.

5.3.2.2 Bê tông cuốn khí

Nếu phụ gia được thử nghiệm sử dụng cho bê tông cuốn khí để làm việc trong điều kiện đóng băng và tan băng, thì hàm lượng bọt khí của bê tông đối chứng và bê tông thử nghiệm phải là $6,0 \pm 1,0\%$. Chênh lệch giữa hàm lượng bọt khí trung bình của bê tông đối chứng và bê tông thử nghiệm không được vượt quá 0,5 điểm phần trăm. Hàm lượng bọt khí của từng cặp mẫu bê tông đối chứng và bê tông thử nghiệm riêng lẻ không bắt buộc phải nhỏ hơn 0,5 điểm phần trăm. Các thử nghiệm về độ bền băng giá phải được tiến hành theo Phụ lục A.

5.4 Chế tạo mẫu thử hỗn hợp bê tông và bê tông

5.4.1 Lấy mẫu, chế tạo và bảo dưỡng mẫu thử

Mẫu thử hỗn hợp bê tông và bê tông được lấy, chế tạo và bảo dưỡng trong phòng thí nghiệm, theo TCVN 3105.

5.4.2 Số lượng mẫu thử

Mẫu phải đại diện cho mỗi chỉ tiêu thí nghiệm, điều kiện thí nghiệm và tuổi thí nghiệm. Mỗi điều kiện thí nghiệm là một phép thử gồm một hỗn hợp bê tông đối chứng và một hỗn hợp bê tông chứa phụ gia thử nghiệm. Các mẫu cần được lấy ít nhất từ 3 mẻ trộn riêng lẻ. Số lượng tối thiểu các mẫu thí nghiệm cho một loại phụ gia được quy định tại Bảng 3.

Bảng 3 - Số lượng tối thiểu các mẫu thí nghiệm cho một loại phụ gia

Tên chỉ tiêu	Điều kiện thí nghiệm	Số lượng tuổi thí nghiệm	Số lượng mẻ trộn	Số lượng tối thiểu các mẫu
1. Lượng dùng nước	2	1	3	A
2. Độ sụt	2	1	3	A
3. Thời gian đông kết	2	B	3	6
4. Hàm lượng bọt khí	2	1	3	A
5. Cường độ chịu nén				
Loại B, C, E và S	2	5	3	30
Loại A, D	2	6 ^C	3	30
Loại F, G	2	7 ^C	3	42
6. Cường độ chịu uốn	2	3	3	18
7. Độ bền băng giá	2	1	3	12 ^D
8. Độ co	2	1	3	6

CHÚ THÍCH:

^A Thử nghiệm đối với từng mẻ trộn

^B Thời gian đông kết — Phương pháp thử TCVN 9338 ngoại trừ nhiệt độ của từng thành phần của hỗn hợp bê tông, ngay trước khi trộn và nhiệt độ tại thời điểm đông kết mẫu thử được lưu giữ trong thời gian thử nghiệm phải là $27,0 \pm 2,0$ °C. So sánh giá trị trung bình của các kết quả từ các mẫu bê tông thử nghiệm với giá trị trung bình của các kết quả từ các mẫu bê tông đối chứng.

^C Bao gồm các độ tuổi kiểm tra để chứng minh sự tuân thủ tạm thời.

^D Hai viên mẫu cho một mẻ trộn. Đối với các thử nghiệm khác của bê tông đã đóng rắn, một viên mẫu cho một tuổi thử nghiệm cho từng mẻ trộn.

5.5 Thử các tính chất của hỗn hợp bê tông

5.5.1 Xác định độ sụt

Theo TCVN 3106.

5.5.2 Xác định khối lượng thể tích của hỗn hợp bê tông

Theo TCVN 3108.

5.5.3 Xác định thời gian đông kết

Theo TCVN 9338.

5.5.4 Xác định hàm lượng bọt khí

Theo TCVN 3111.

5.5.5 Xác định lượng nước trộn yêu cầu

Lượng nước trộn yêu cầu là lượng nước đưa vào trong mẻ trộn (bao gồm cả lượng nước có trong phụ gia) để hỗn hợp bê tông đạt được độ sụt theo yêu cầu, tính bằng lít/m³ bê tông, chính xác đến 1 lít/m³.

5.6 Thử nghiệm tính chất của bê tông đã đóng rắn

5.6.1 Xác định cường độ chịu nén

Cường độ chịu nén của bê tông đối chứng và bê tông thử nghiệm được xác định theo TCVN 3118.

Tuổi mẫu thử nghiệm:

- Loại F và G: tuổi 1, 3, 7 và 28 ngày, 6 tháng và 1 năm. Có thể thử nghiệm ở tuổi 90 ngày nếu muốn tuân thủ các yêu cầu thay thế về sự tuân thủ tạm thời.
- Các loại khác: tuổi 1, 3, 7, 28 và 90 ngày, 6 tháng và 1 năm.

Đối với mỗi tuổi thử nghiệm, tính toán cường độ chịu nén của bê tông thử nghiệm theo phần trăm cường độ chịu nén của bê tông đối chứng.

5.6.2 Xác định cường độ chịu uốn

Theo TCVN 3119.

5.6.3 Xác định độ co

5.6.3.1 Kích thước mẫu và quy trình Chuẩn bị mẫu

Kích thước mẫu và quy trình chuẩn bị mẫu thực hiện theo TCVN 3117.

5.6.3.2 Bảo dưỡng và xác định độ co

Bảo dưỡng: Thời gian bảo dưỡng ẩm (tính cả thời gian mẫu thử nằm trong khuôn) là 14 ngày, sau đó bảo dưỡng mẫu tiếp 14 ngày trong không khí ở nhiệt độ không khí (27 ± 2) °C; độ ẩm không khí (80 ± 5) %.

Xác định độ co: Ở thời điểm này xác định độ co của các mẫu so với kết quả đo chiều dài ở thời điểm mẫu vừa mới tháo ra khỏi khuôn với độ chính xác tới 0,001 %. Nếu độ co của bê tông đối chứng (sau khi bảo dưỡng 14 ngày trong không khí) là 0,030 % hoặc lớn hơn, thì độ co cực đại của bê tông chứa phụ gia so với bê tông đối chứng không được vượt giá trị quy định trong Bảng 1. Nếu bê tông đối chứng có độ co nhỏ hơn 0,030 % thì độ co của bê tông chứa phụ gia không được lớn hơn 0,010 % so với bê tông đối chứng.

CHÚ THÍCH: Vì các tác động của phụ gia hóa học có thể thay đổi theo đặc tính của các thành phần khác trong bê tông, kết quả của các thử nghiệm mẫu bê tông sử dụng cốt liệu có các tính chất làm giảm mức thay đổi chiều dài khi đóng rắn có thể không chỉ ra giá trị chính xác đối với bê tông sản xuất đại trà dự kiến sử dụng cốt liệu khác có đặc tính làm tăng mức thay đổi chiều dài khi đóng rắn.

5.6.4 Xác định độ bền băng giá

Theo Phụ lục A

Các thí nghiệm so sánh bê tông thử nghiệm và bê tông đối chứng phải được thực hiện đồng thời theo Quy trình trong Phụ lục A. Tuổi của mẫu thử là 14 ngày. Tính hệ số độ bền trung bình của mẫu thử của tất cả các mẻ trộn của từng loại bê tông. Tính hệ số độ bền băng giá bằng cách chia hệ số độ bền trung bình của bê tông thử nghiệm cho hệ số độ bền trung bình của bê tông đối chứng và nhân thương số với 100%.

5.7 Xác định độ đồng nhất của phụ gia

5.7.1 Xác định hàm lượng chất khô

Theo Phụ lục B.

5.7.2 Xác định hàm lượng tro

Theo Phụ lục C.

5.7.3 Xác định tỷ trọng của phụ gia lỏng

Theo Phụ lục D.

5.7.4 Xác định hàm lượng ion Clo

Theo Phụ lục E.

5.7.5 Xác định độ pH

Theo TCVN 9339.

5.7.6 Phân tích phổ hồng ngoại

Theo Phụ lục G.

6 Bao gói và ghi nhãn

Phụ gia được đóng gói trong các bao hoặc thùng chứa kín để đảm bảo không bay hơi ...

Bao đựng hoặc thùng chứa phải được ghi nhãn rõ ràng, phù hợp với các quy định hiện hành của nhà nước, tối thiểu phải có các thông tin sau:

- Tên cơ sở sản xuất;
- Tên thương mại của phụ gia;
- Loại phụ gia (theo phân loại của tiêu chuẩn này);
- Khối lượng hoặc thể tích thực (không kể bao bì);
- Ngày, tháng, năm sản xuất và thời hạn sử dụng.

7 Bảo quản và vận chuyển

Phụ gia phải được bảo quản theo cách có thể tiếp cận để kiểm tra và xác định từng lô hàng trong điều kiện môi trường khô ráo, tránh bị đóng băng.

Phụ gia phải được bảo quản trong điều kiện kín thích hợp để tránh tác động của thời tiết như mưa, nắng, môi trường ẩm ướt,...

Phụ gia phải được vận chuyển trên các phương tiện phù hợp, tránh làm thủng, rách, biến dạng bao bì dẫn đến làm thất thoát khối lượng cũng như ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm.

8 Các thông tin do nhà sản xuất cung cấp

Nhà sản xuất có trách nhiệm cung cấp các thông tin sau:

- Tên thương mại của phụ gia;
- Loại phụ gia (theo phân loại của tiêu chuẩn này);
- Mô tả trạng thái vật lý của sản phẩm;
- Thành phần hoạt tính chính của phụ gia;
- Liều lượng sử dụng;
- Hàm lượng chất khô; tỷ trọng (đối với phụ gia lỏng); hàm lượng ion Clo; độ pH;
- Hướng dẫn an toàn cho người sử dụng (nếu là chất độc hại, ăn da hoặc ăn mòn...);
- Điều kiện bảo quản và thời hạn sử dụng;
- Tên và địa chỉ phòng thí nghiệm nơi đã thí nghiệm để phê duyệt ban đầu (Cấp độ 1).

9 Tình huống từ chối

9.1 Kiểm tra sự tuân thủ ban đầu: phụ gia sẽ bị loại bỏ nếu các chỉ tiêu kỹ thuật của nhà sản xuất đưa ra không đáp ứng được các yêu cầu kỹ thuật (Điều 4) của tiêu chuẩn này.

9.2 Kiểm tra bằng phương pháp thí nghiệm lại (có giới hạn): phụ gia sẽ bị loại bỏ nếu kết quả thí nghiệm lại không thỏa mãn các yêu cầu trong Bảng 1 và Bảng 2 của tiêu chuẩn này.

9.3 Kiểm tra bao bì đóng gói: người mua được quyền bác bỏ toàn bộ lô hàng nếu việc bao bì đóng gói vi phạm một trong 2 điều sau:

a) Khối lượng (hoặc thể tích) bao gói (hoặc thùng chứa) thay đổi quá 5% so với khối lượng (hoặc thể tích) được ghi trên nhãn;

b) Khối lượng (hoặc thể tích) trung bình của 50 bao gói (hoặc thùng chứa) khi lấy kiểm tra một cách ngẫu nhiên nhỏ hơn khối lượng (hoặc thể tích) được ghi trên nhãn.

9.4 Khi phụ gia được sử dụng cho bê tông có yêu cầu không cuốn khí, phụ gia bị từ chối sử dụng nếu bê tông chứa loại phụ gia này có hàm lượng khí lớn hơn 3,5%.

Nếu phụ gia được sử dụng cho bê tông cuốn khí, khách hàng có quyền từ chối phụ gia nếu bê tông thử nghiệm có hàm lượng bọt khí lớn hơn 7,0 %.

10 Báo cáo kết quả thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử nghiệm bao gồm các nội dung sau:

10.1 Báo cáo kết quả các thử nghiệm quy định trong Điều 4.2, 5.5 và 5.6 và các yêu cầu kỹ thuật liên quan được so sánh với nhau,

10.2 Tên thương hiệu, tên nhà sản xuất và số lô, đặc tính của vật liệu và số lượng được thể hiện bằng mẫu phụ gia được thử nghiệm,

10.3 Tên thương hiệu, tên nhà sản xuất và dữ liệu liên quan khác về vật liệu được sử dụng như phụ gia cuốn khí,

10.4 Tên thương hiệu, tên nhà sản xuất, kiểu và số liệu thử nghiệm xi măng poóc lăng hoặc xi măng được sử dụng,

10.5 Mô tả và số liệu thử nghiệm cốt liệu mịn và cốt liệu thô được sử dụng,

10.6 Số liệu chi tiết về hỗn hợp bê tông được sử dụng, bao gồm khối lượng và tỷ lệ phụ gia sử dụng, khối lượng xi măng thực tế, tỷ lệ nước/xi măng, hàm lượng nước, tỷ lệ cốt liệu mịn trên tổng cốt liệu, độ sụt và hàm lượng bọt khí,

10.7 Trong trường hợp không cho phép bảo dưỡng và lưu mẫu đến các tuổi sáu tháng và 1 năm thì một số thử nghiệm được bỏ qua nhưng phải được mô tả rõ ràng.

10.8 Đối với phụ gia Loại S và nếu khách hàng yêu cầu, cần có báo cáo về các đặc tính của phụ gia này phù hợp với quy định trong Điều 4.1.4.

10.9 Trên phở hồng ngoại, ghi lại quy trình được sử dụng để phân tích hồng ngoại. Ghi đầy đủ chi tiết quy trình để một nhà phân tích khác có thể thu được phổ tương tự trên cùng một mẫu.

Phụ lục A

(Quy định)

Thử nghiệm độ bền băng giá

A.1 Thiết bị

A.1.1 Thiết bị đóng băng và tan băng

A.1.1.1 Thiết bị đóng băng và tan băng bao gồm một buồng hoặc nhiều buồng thích hợp trong đó các mẫu thử có thể trải qua chu trình đóng băng và tan băng theo quy định (Điều A.3), cùng với các thiết bị làm lạnh và sưởi ấm cần thiết được điều khiển tự động để hoạt động liên tục theo chu trình. Trong trường hợp thiết bị không hoạt động tự động, phải điều khiển thiết bị hoạt động thủ công liên tục trên cơ sở 24 giờ một ngày hoặc phải lưu giữ tất cả các mẫu trong điều kiện đông lạnh khi thiết bị không hoạt động,

A.1.1.2 Thiết bị phải được bố trí sao cho nước bao bọc hoàn toàn mẫu thử ít nhất 1 mm nhưng không vượt quá 3 mm ở mọi thời điểm trong quá trình đóng băng và tan băng,

A.1.1.3 Nhiệt độ của toàn bộ tủ đựng mẫu khi được đo tại bất kỳ thời điểm nào phải đồng đều trong phạm vi ± 3 °C, tại bất kỳ điểm nào trên bề mặt của bất kỳ vật chứa mẫu nào, ngoại trừ trong quá trình chuyển đổi giữa đóng băng và tan băng và ngược lại,

A.1.1.4 Thiết bị đo nhiệt độ, bao gồm nhiệt kế, nhiệt kế điện trở hoặc cặp nhiệt điện, có khả năng đo nhiệt độ tại các điểm khác nhau trong buồng mẫu và tại các tâm của mẫu đối chứng trong phạm vi 1°C,

A.1.1.5 Bộ thiết bị đo biến dạng có theo TCVN 3117.

A.1.1.6 Cân, $P_{max} = 20$ kg và có độ chính xác 4,5 g.

A.1.1.7 Bể ủ, với các thiết bị thích hợp để duy trì nhiệt độ của mẫu thử trong nước, sao cho khi lấy ra khỏi bể để thử nghiệm, mẫu có nhiệt độ trong khoảng -1 °C và $+ 2$ °C so với nhiệt độ tan băng.

A.1.2 Thiết bị cộng hưởng tác động (xem Hình A1)

A.1.2.1 Búa gõ

Búa gõ phải được làm bằng thép hoặc nhựa cứng và khối lượng của phần đầu phải là $0,11 \pm 0,02$ kg. Đầu búa phải có dạng hình cầu với đường kính 6 ± 1 mm.

A.1.2.2 Cảm biến

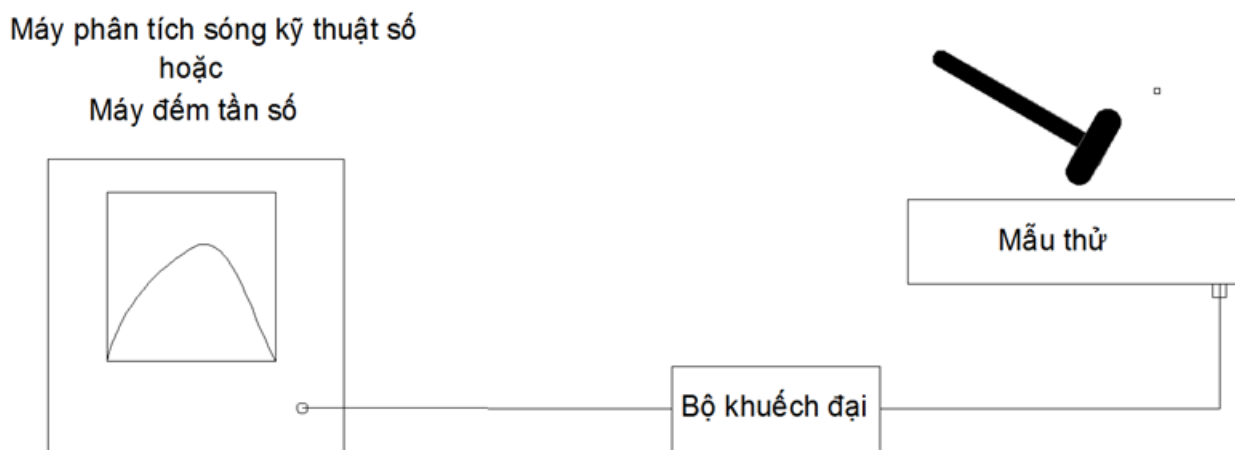
Cảm biến là một gia tốc kế áp điện có khối lượng nhỏ hơn 27 g và có dải tần hoạt động từ 100 đến 10 000 Hz. Tần số cộng hưởng của gia tốc kế ít nhất phải bằng hai lần tần số hoạt động lớn nhất.

A.1.2.3 Máy phân tích tần số

Có thể xác định tần số rung của mẫu bằng cách sử dụng máy phân tích dạng sóng kỹ thuật số hoặc máy đếm tần số để phân tích tín hiệu đo được bằng cảm biến. Máy phân tích dạng sóng phải có tốc độ thu nhận mẫu ít nhất là 20 kHz và phải ghi lại ít nhất 1024 điểm của dạng sóng. Bộ đếm tần số phải có độ chính xác ± 1 % trong phạm vi sử dụng.

A.1.2.4 Giá đỡ mẫu

Giá đỡ phải cho phép mẫu dao động tự do. Điều này có thể được thực hiện bằng cách đặt mẫu thử trên các giá đỡ cao su mềm nằm gần các điểm nút hoặc trên một miếng cao su xốp dày. Hệ thống giá đỡ phải được đo kích thước sao cho tần số cộng hưởng của nó nằm ngoài phạm vi sử dụng (100 đến 10 000 Hz).



Hình A1 - Thiết bị cộng hưởng tác động

A.2 Mẫu thử nghiệm

A.2.1 Các mẫu thử có hình lăng trụ 100 x 100 x 400 (mm), được chế tạo và bảo dưỡng phù hợp với các yêu cầu áp dụng của TCVN 3105.

A.2.3 Mẫu thử cũng có thể được cắt từ cấu kiện bê tông đã đông cứng. Khi đó các mẫu thử không được để khô đến điều kiện độ ẩm thấp hơn độ ẩm của kết cấu được lấy.

A.2.4 Đối với thử nghiệm này, các mẫu thử phải được bảo quản trong nước vôi bão hòa từ khi lấy ra khỏi khuôn cho đến khi bắt đầu thử nghiệm đóng băng và tan băng. Tất cả các mẫu thử được so sánh với nhau ban đầu phải có cùng kích thước danh nghĩa.

A.3 Chu trình đóng băng và tan băng

Chu trình đóng băng và tan băng bao gồm hạ nhiệt độ của mẫu thử từ 4 °C đến -18 °C và tăng nhiệt độ từ -18 °C đến 4 °C trong thời gian không ít hơn 2h và không quá 5h. Trong đó không ít hơn 25% thời gian sẽ được sử dụng để làm tan băng. Vào cuối giai đoạn đóng băng, nhiệt độ tại tâm của các mẫu thử phải là (-18 ± 2) °C và vào cuối giai đoạn tan băng, nhiệt độ phải là (4 ± 2) °C, không được có mẫu thử nào có nhiệt độ thấp hơn -19 °C hoặc cao hơn 6 °C tại bất kỳ thời điểm nào.

Thời gian cần thiết để nhiệt độ tại tâm của bất kỳ mẫu cục bộ lẻ nào giảm từ 3 đến -16 °C không được nhỏ hơn một nửa thời gian làm đông lạnh và thời gian cần thiết để nhiệt độ tại tâm của bất kỳ mẫu thử nào được nâng lên từ -16 đến 3 °C không được nhỏ hơn một nửa thời gian gia nhiệt (tan băng). Đối với các mẫu thử được so sánh với nhau, thời gian cần thiết để thay đổi nhiệt độ tại tâm của bất kỳ mẫu thử nào từ 2 đến -12 °C không được chênh lệch quá một phần sáu thời gian làm đông lạnh. Thời gian cần thiết để thay đổi nhiệt độ tại tâm của bất kỳ mẫu thử nào từ -12 đến 2 °C không được chênh lệch quá một phần ba thời gian gia nhiệt.

A.4 Cách tiến hành

A.4.1 Các mẫu đúc phải được bảo dưỡng trong 14 ngày trước khi thử nghiệm trừ khi có quy định khác.

A.4.2 Ngay sau khoảng thời gian đóng rắn và bảo dưỡng theo quy định, đưa mẫu đến nhiệt độ trong khoảng 1 °C và + 2 °C của nhiệt độ tan băng được sử dụng trong Chu trình đóng băng – tan băng và thử nghiệm tần số ngang cơ bản, cân, xác định chiều dài trung bình của mẫu bê tông trong dung sai yêu cầu, và xác định số đọc so sánh chiều dài ban đầu (tùy chọn) cho mẫu thử có chiều dài thay đổi. Bảo vệ mẫu thử khỏi bị mất độ ẩm giữa thời gian lấy ra khỏi khuôn và khi bắt đầu chu trình đóng băng và tan băng.

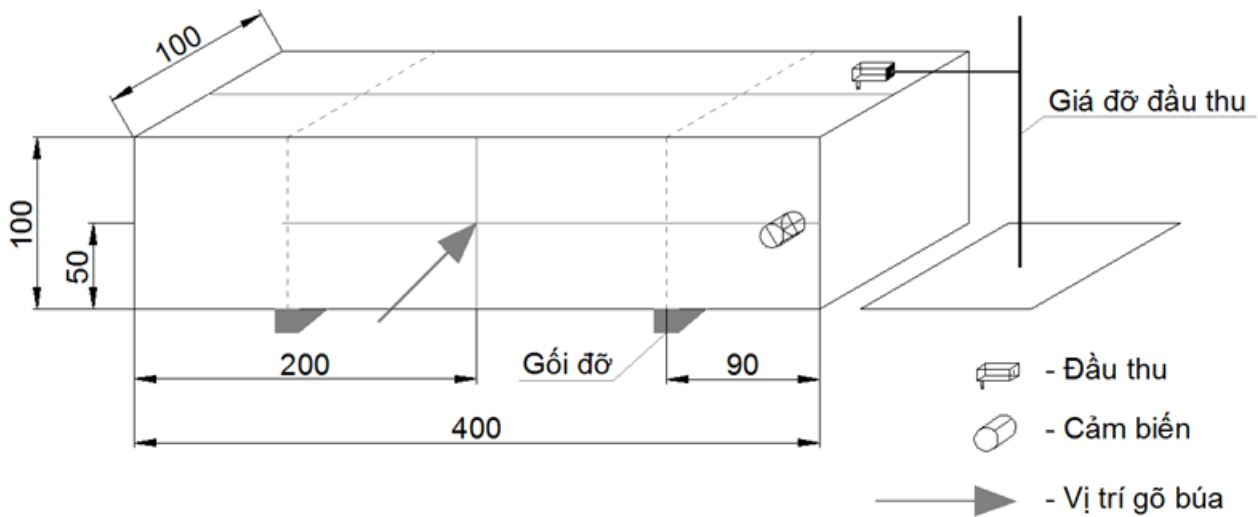
A.4.3 Bắt đầu thử nghiệm đóng băng và tan băng bằng cách đặt mẫu vào nước làm tan băng khi bắt đầu giai đoạn làm tan băng của chu trình. Lấy mẫu ra khỏi thiết bị, trong điều kiện tan băng, trong khoảng thời gian không quá 36 chu kỳ đóng băng và tan băng, thử nghiệm tần số ngang cơ bản và xác định thay đổi chiều dài của các mẫu thử trong phạm vi nhiệt độ của bể ủ, cân từng mẫu thử và đưa chúng trở lại thiết bị. Để đảm bảo rằng các mẫu được rã đông hoàn toàn và ở nhiệt độ quy định, hãy đặt chúng vào thùng ủ hoặc giữ chúng khi kết thúc quá trình rã đông trong thiết bị đóng băng và tan băng trong một khoảng thời gian đủ để đạt được điều kiện này trong từng mẫu thử nghiệm. Bảo vệ các mẫu thử khỏi bị mất độ ẩm khi đưa ra khỏi thiết bị. Rửa sạch thùng chứa mẫu và thêm nước sạch. Đưa các mẫu thử trở lại các vị trí ngẫu nhiên trong thiết bị hoặc các vị trí theo một số sơ đồ quay định trước để đảm bảo rằng mỗi mẫu tiếp tục được thử nghiệm trong bất kỳ khoảng thời gian nào đều phải tuân theo các điều kiện trong tất cả các bộ phận của thiết bị cấp đông. Tiếp tục chu trình thử cho đến khi nó chịu được 300 chu kỳ hoặc cho đến khi mô đun đàn hồi động tương đối của nó đạt 60 % mô đun ban đầu, tùy theo điều kiện nào xảy ra trước, trừ khi các giới hạn khác được quy định. Đối với thử nghiệm thay đổi chiều dài, có thể áp dụng độ giãn nở 0,10% khi kết thúc thử nghiệm. Nếu mẫu thử bị loại bỏ vì không đạt yêu cầu, cần thay thế nó trong chu trình thử bằng một mẫu giả. Khi kiểm tra tần số cơ bản và biến dạng, cần mô tả hình dạng ngoài của mẫu, đặc biệt cần nhận xét về bất kỳ khuyết tật nào (nếu có xuất hiện). Khi dự đoán các mẫu thử có thể bị hư hỏng nhanh chóng, cần thử nghiệm tần số ngang và chiều dài cơ bản trong khoảng thời gian không quá 10 chu kỳ đóng băng và tan băng ban đầu.

A.4.4 Khi trình tự của chu trình đóng băng và tan băng bị gián đoạn, phải bảo quản mẫu ở điều kiện đông lạnh.

A.4.5 Xác định tần số ngang

A.4.5.1 Đặt mẫu trên giá đỡ để mẫu có thể rung tự do ở chế độ ngang. Gắn cảm biến (gia tốc kế) vào gần cuối của mẫu thử như trong Hình A2.

CHÚ THÍCH: Cảm biến có thể được gắn vào mẫu bằng sáp mềm hoặc các vật liệu thích hợp khác, chẳng hạn như keo hoặc mỡ. Nếu mẫu bị ướt, có thể sử dụng tia khí để làm khô bề mặt khu vực nơi gắn gia tốc kế. Ngoài ra, cảm biến có thể được giữ ở vị trí bằng dây cao su, nhưng vẫn nên sử dụng keo dán để đảm bảo tiếp xúc tốt với mẫu thử.



Hình A2 - Sơ đồ thí nghiệm xác định tần số ngang cơ bản

A.4.5.2 Chuẩn bị máy phân tích dạng sóng hoặc máy đếm tần số để ghi dữ liệu. Đặt máy phân tích dạng sóng kỹ thuật số ở tốc độ thu sóng ở tần số 20 kHz và độ dài bản ghi là 1024 điểm. Sử dụng tín hiệu gia tốc kế để kích hoạt thu thập dữ liệu. Sử dụng búa gỗ, đập mẫu vuông góc với bề mặt và ở khoảng giữa của viên mẫu.

A.4.5.3 Ghi lại tần số cộng hưởng (n) được hiển thị trên máy phân tích dạng sóng hoặc máy đếm tần số. Lặp lại thử nghiệm hai lần nữa và ghi lại tần số cộng hưởng ngang trung bình. Nếu phép đo tần số sai lệch so với giá trị trung bình hơn 10% thì bỏ qua phép đo đó và lặp lại thử nghiệm.

A.5 Tính toán

A.5.1 Mô đun đàn hồi động tương đối

Tính giá trị của mô đun đàn hồi động tương đối như sau:

$$P_c = \frac{n_1^2}{n^2} \times 100 \quad (\text{A.1})$$

Trong đó:

P_c - Mô đun đàn hồi động tương đối sau c chu kỳ đóng băng và tan băng, %,

n - Tần số ngang cơ bản tại 0 chu kỳ đóng băng và tan băng, và

n_1 - Tần số ngang cơ bản sau c chu kỳ đóng băng và tan băng.

A.5.2 Độ bền băng giá

Tính toán độ bền băng giá như sau:

$$DF = \frac{PN}{M} \quad (\text{A.2})$$

Trong đó:

DF - Độ bền băng giá của mẫu thử,

P - Mô đun đàn hồi tương đối của tại N chu kỳ, %,

N - Số chu kỳ mà tại đó P đạt đến giá trị nhỏ nhất được chỉ định để ngừng thử nghiệm hoặc số chu kỳ được chỉ định để kết thúc thử nghiệm, tùy theo giá trị nào nhỏ hơn.

M - Số chu kỳ được quy định.

A.5.3 Độ biến dạng của mẫu (%)

Tính toán độ biến dạng của mẫu như sau:

$$L_c = \frac{(l_2 - l_1)}{L_g} \times 100 \quad (\text{A.3})$$

Trong đó:

L_c – Độ co của mẫu thử sau c chu kỳ đóng băng và tan băng, %,

l_1 - Độ dài ở 0 chu kỳ,

l_2 - Độ dài sau chu kỳ c , và

L_g - Khoảng cách giữa các chốt đo.

A.6 Báo cáo kết quả

A.6.1 Báo cáo các số liệu thí nghiệm sau đây:

- Tính chất của hỗn hợp bê tông:
- Loại và thành phần xi măng, cốt liệu mịn và cốt liệu thô, bao gồm kích thước và cấp phối tối đa (hoặc các chỉ số cấp phối được chỉ định), và tỷ lệ nước/xi măng,
- Loại và tỷ lệ phụ gia sử dụng,
- Hàm lượng bọt khí của hỗn hợp bê tông,
- Khối lượng thể tích của hỗn hợp bê tông,
- Tính công tác của hỗn hợp bê tông,
- Hàm lượng bọt khí của bê tông đã đóng rắn, nếu có,
- Thời gian bảo dưỡng.

A.6.2 Quy trình trộn, đúc và bảo dưỡng

A.6.3 Đặc tính của mẫu thử:

- Kích thước của mẫu thử ở 0 chu kỳ đóng băng và tan băng,
- Khối lượng của mẫu thử ở 0 chu kỳ đóng băng và tan băng,
- Chiều dài danh nghĩa giữa các thanh gắn đầu đo và
- Bất kỳ khuyết tật nào trong mỗi mẫu thử có ở 0 chu kỳ đóng băng và tan băng.

A.6.4 Kết quả:

Giá trị độ bền băng giá của từng mẫu thử và giá trị trung bình cho mỗi nhóm mẫu, được tính đến số nguyên gần nhất và các giá trị quy định cho mô đun đàn hồi tương đối nhỏ nhất và số chu kỳ tối đa. Phần trăm thay đổi chiều dài của từng mẫu thử và giá trị trung bình cho mỗi nhóm mẫu tương tự. Giá trị giảm hoặc tăng trọng lượng đối với từng mẫu thử và giá trị trung bình đối với từng nhóm mẫu thử. Bất kỳ khuyết tật nào trong mỗi mẫu thử phát sinh trong quá trình thử nghiệm và số chu kỳ ghi nhận các khuyết tật đó.

CHÚ THÍCH: Nên trình bày các kết quả của thí nghiệm của từng mẫu thử và giá trị trung bình của các kết quả trên từng nhóm mẫu tương tự, được vẽ dưới dạng đồ thị thể hiện giá trị của mô đun đàn hồi tương đối hoặc độ thay đổi chiều dài tương ứng với số chu kỳ đóng băng và tan băng.

Phụ lục B

(Quy định)

Thí nghiệm xác định hàm lượng chất khô của phụ gia hóa học**B.1 Xác định hàm lượng chất khô của các phụ gia lỏng****B.1.1 Thiết bị, dụng cụ**

- Lọ thủy tinh miệng rộng có nắp;
- Bình hút ẩm;
- Pipet 5 mL;
- Tủ sấy có khống chế nhiệt độ;
- Cân phân tích, độ chính xác đến $\pm 0,01$ g.

B.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng từ 25 g đến 30 g cát trắng tiêu chuẩn và cho vào một lọ thủy tinh miệng rộng có nắp. Tháo nắp và đặt lọ có chứa cát vào tủ sấy rồi sấy trong (24 ± 1) h ở nhiệt độ (105 ± 5) oC. Đậy nắp lọ và cho vào bình hút ẩm để nguội đến nhiệt độ phòng. Sau đó cân chính xác đến $\pm 0,01$ g. Tháo nắp, dùng pipet nhỏ từ từ 4 mL phụ gia lỏng lên toàn bộ phần cát. Đậy nắp lại và cân chính xác đến $\pm 0,01$ g. Tháo nắp và đặt lọ chứa cát và phụ gia vào tủ sấy rồi sấy trong (24 ± 1) h ở nhiệt độ (105 ± 5) oC. Đậy nắp lọ và cho vào bình hút ẩm để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó cân chính xác đến $\pm 0,01$ g.

B.1.3 Tính toán kết quả

Hàm lượng chất khô của phụ gia lỏng được tính như sau, với độ chính xác đến ± 1 %;

$$C_k = \frac{(G_3 - G_1)}{(G_2 - G_1)} \times 100 \quad (B.1)$$

Trong đó:

C_k - hàm lượng chất khô của phụ gia, tính bằng phần trăm (%);

G_1 - khối lượng lọ có cả nắp chứa cát đã sấy khô, tính bằng gam (g);

G_2 - khối lượng lọ có cả nắp chứa cát đã sấy khô và phụ gia chưa sấy khô, tính bằng gam (g);

G_3 - khối lượng lọ có cả nắp chứa cát và phụ gia đã sấy khô, tính bằng gam (g).

B.2 Xác định hàm lượng chất khô của phụ gia không lỏng**B.2.1 Thiết bị, dụng cụ**

- Lọ thủy tinh miệng rộng có nắp.
- Bình hút ẩm.
- Tủ sấy có khống chế nhiệt độ.
- Cân phân tích có độ chính xác đến $\pm 0,001$ g.

B.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 3 g phụ gia không lỏng và cho vào lọ thủy tinh miệng rộng có nắp đã biết trước khối lượng rồi cân lọ chứa phụ gia chính xác đến $\pm 0,001$ g. Tháo nắp rồi đặt lọ thủy tinh chứa phụ gia vào tủ sấy và sấy trong (24 ± 1) h ở nhiệt độ (105 ± 5) oC. Đậy nắp lọ và cho vào bình hút ẩm để nguội đến nhiệt

độ phòng, sau đó cân lọ chứa phụ gia đã sấy chính xác đến $\pm 0,01$ g.

B.2.3 Tính toán kết quả

Hàm lượng chất khô của phụ gia không lỏng được tính như sau, với độ chính xác đến ± 1 %.

$$C_k = \frac{(G_3 - G_1)}{(G_2 - G_1)} \times 100 \quad (\text{B.2})$$

trong đó:

C_k - hàm lượng chất khô của phụ gia, tính bằng phần trăm (%);

G_1 - khối lượng đã biết trước của lọ có nắp, tính bằng gam (g);

G_2 - khối lượng của lọ có nắp chứa phụ gia chưa sấy khô, tính bằng gam (g);

G_3 - khối lượng của lọ có nắp chứa phụ gia đã sấy khô, tính bằng gam (g).

Phụ lục C

(Quy định)

Thí nghiệm xác định hàm lượng tro của phụ gia hóa học

C.1 Thiết bị, dụng cụ

- Bình hút ẩm;
- Bếp cách thủy;
- Lò nung Muphơ;
- Cân phân tích có độ chính xác đến $\pm 0,001$ g.

C.2 Cách tiến hành

Nung chén nung có nắp ở (600 ± 25) oC trong vòng 15 min đến 30 min. Chuyển vào bình hút ẩm để nguội trong 30 min và cân cả chén nung có nắp chính xác đến $\pm 0,001$ g. Cho khoảng 1 g phụ gia vào chén, đậy nắp và cân lại. Nếu là phụ gia dạng rắn làm ẩm mẫu bằng một vài ml nước, sau đó làm bay hơi đến khô trên bếp cách thủy. Cuối cùng chuyển chén nung có chứa phụ gia đã được cô khô trên bếp cách thủy vào lò nung Muphơ ở nhiệt độ phòng và từ từ đốt nóng sao cho nhiệt độ đạt được 300 oC trong vòng 1 h và 600 oC trong vòng từ 2 h đến 3 h. Duy trì nhiệt độ lò nung ở (600 ± 25) oC trong (24 ± 1) h. Lấy chén ra khỏi lò nung và đậy nắp, để nguội trong bình hút ẩm. Sau khi nguội 30 min, cân chén nung có nắp cùng lượng tro còn lại trong chén với độ chính xác đến $\pm 0,001$ g.

C.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro được tính như sau với độ chính xác đến ± 1 %:

$$T_R = \frac{(G_3 - G_1)}{(G_2 - G_1)} \times 100 \quad (C.1)$$

trong đó:

T_R - hàm lượng tro của phụ gia, tính bằng phần trăm (%);

G_1 - khối lượng chén nung và nắp, tính bằng gam (g);

G_2 - khối lượng chén nung có nắp và mẫu trước khi nung, tính bằng gam (g);

G_3 - khối lượng chén nung có nắp và mẫu sau khi nung, tính bằng gam (g).

Phụ lục D

(Quy định)

Thí nghiệm Xác định tỷ trọng của phụ gia hóa học dạng lỏng

D.1 Thiết bị, dụng cụ

- Ống hình trụ 500 mL có chia vạch
- Tỷ trọng kế
- Thùng giữ nhiệt.

D.2 Cách tiến hành

Cho phụ gia lỏng vào ống đong có khắc vạch hình trụ 500 ml, cẩn thận tránh tạo bọt. Thả từ từ tỷ trọng kế vào chất lỏng trong ống đến khi nó ở trạng thái tự do lơ lửng và không chạm vào thành ống. Đặt ống đong có chứa mẫu và tỷ trọng kế vào thùng giữ nhiệt ở (27 ± 2) °C đến khi phụ gia trong ống đạt nhiệt độ ổn định ở (27 ± 2) °C. Đọc giá trị tỷ trọng kế tại đáy mặt cong với độ chính xác đến $\pm 0,002$.

CHÚ THÍCH: Nếu có bọt xuất hiện trong khi chuyển phụ gia vào ống đong hình trụ, chờ cho bọt tan hết hoặc bọt nổi hết lên bề mặt và vớt toàn bộ bọt ra khỏi ống trước khi thả tỷ trọng kế vào.

Phụ lục E

(Quy định)

Thí nghiệm xác định hàm lượng ion Clo trong phụ gia hóa học

E.1 Thuốc thử

Các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết hóa học:

- - Amôni nitrat (NH_4NO_3): dung dịch bão hòa trong nước;
- - Axit nitric (HNO_3) đậm đặc 70 % (15 N);
- - Dung dịch chuẩn natri clorua (NaCl) 0,1 N, được chuẩn bị bằng cách hòa tan 5,845 g NaCl (sấy khô ở 150 oC trong 2 h) trong nước và pha loãng đến 1 L trong bình định mức;
- - Dung dịch bạc nitrat (AgNO_3) 0,1 N được chuẩn bị bằng cách hòa tan 17,0 g AgNO_3 trong nước và pha loãng đến 1L.

E.2 Thiết bị, dụng cụ

- - Máy đo điện thế hoặc máy đo pH.
- - Điện cực bạc.
- - Bình chứa muối bắc cầu: bình thủy tinh được đổ đầy dung dịch amôn nitrat NH_4NO_3 bão hòa và bao gồm một cầu nối chất lỏng thích hợp, tốt nhất là kiểu ống bọc ngoài bằng thủy tinh nhám.
- - Điện cực đối chứng calomen: lắp vừa khít bên trong bình chứa muối bắc cầu ở trên.
- - Cân có độ chính xác 0,01 g.
- - Giấy chỉ thị.

E.3 Cách tiến hành

Cân chính xác đến $\pm 0,01$ g một mẫu đại diện khoảng từ 10 g đến 12 g phụ gia vào cốc mở 250 mL và thêm 50 mL nước rồi tiếp theo 2 mL axit nitric đậm đặc. Nếu mẫu không hòa tan hoàn toàn lọc qua giấy lọc nhanh và rửa phần cặn bằng nước.

Đối với phụ gia không chứa hoặc có chứa ion Clo ít hơn khoảng 6 g/L thì lấy toàn bộ dung dịch thu được để xác định ion Clo, nhưng đối với các phụ gia chứa ion Clo với lượng lớn hơn thì pha dung dịch nhận được đến một thể tích biết trước trong bình định mức và để phân tích xác định ion Clo lấy bằng pipet một thể tích tương ứng chứa đến khoảng 70 mg ion Clo.

Dùng giấy chỉ thị để kiểm tra độ axit của dung dịch thí nghiệm, thêm axit nitric cho tới khi dung dịch chuyển sang axit và pha loãng đến khoảng 150 mL. Thêm 10 mL dung dịch natri clorua bằng pipet và nhúng điện cực bạc vào và nối chất lỏng trong bình chứa cầu nối muối với dung dịch. Nối các điện cực với máy đo điện thế hoặc máy đo pH và từ từ chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat, duy trì dung dịch phụ gia được khuấy đều liên tục bằng máy khuấy từ hoặc máy khuấy cơ học thích hợp trong suốt quá trình chuẩn độ. Ghi chép điện thế và số đọc buret tương ứng ở các khoảng thời gian đều nhau và khi đạt đến điểm cuối thì điện thế tăng nhanh hơn. Thêm bạc nitrat với lượng từ 0,1 mL đến 0,4 mL. Tiếp tục chuẩn thêm từ 1 mL đến 2 mL xa về điểm cuối. Thêm 10 mL dung dịch natri clorua bằng pipet nữa vào dung dịch phụ gia và tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat với cùng thao tác như trên.

E.4 Biểu thị kết quả

E.4.1 Xác định điểm cuối của quá trình chuẩn độ

Nếu E là điện thế (tính bằng mV) và V là thể tích (tính bằng mL) dung dịch AgNO₃ được thêm tương ứng, xác định điểm cuối của mỗi lần chuẩn bằng cách tính toán sự thay đổi về thế cho các giá trị chuẩn đạt được ($\Delta E/\Delta V$ tính bằng mV/ mL) và sau đó vẽ đồ thị tương quan $\Delta E/\Delta V$ (trục tung - Y) với các thể tích dung dịch AgNO₃ được thêm (trục hoành - X). Giá trị cực đại của $\Delta E/\Delta V$ trên đường cong cho giá trị điểm cuối của quá trình chuẩn độ.

E.4.2 Tính toán hàm lượng ion Clo

Hàm lượng ion Clo theo khối lượng của mẫu được lấy làm thí nghiệm được tính như sau với độ chính xác đến $\pm 0,2\%$:

$$[Cl^-] = \frac{3,546 \times (2V_1 - V_2)}{W \times (V_2 - V_1)} \quad (E1)$$

trong đó:

[Cl⁻] - hàm lượng ion Clo, tính bằng phần trăm (%);

3,546 - số gam Clo tương ứng với một mili đương lượng gam Clo;

V₁ - thể tích dung dịch AgNO₃ dùng để chuẩn độ mẫu và 10 mL dung dịch NaCl 0,1N, tính bằng mililít (mL);

V₂ - thể tích dung dịch AgNO₃ dùng để chuẩn độ mẫu và 20 mL dung dịch NaCl 0,1N, tính bằng mililít (mL);

W - khối lượng mẫu được lấy ban đầu, tính bằng gam (g)

Phụ lục G

(Quy định)

Phân tích phổ hồng ngoại phụ gia hóa học**G.1 Thuốc thử**

Kali bicromat ($K_2Cr_2O_7$) tinh khiết hóa học.

G.2 Thiết bị, dụng cụ

- Chày cối thủy tinh;
- Tủ sấy có chức năng điều chỉnh và khống chế được nhiệt độ;
- Thiết bị trộn bằng chảo và bi thép cứng chạy điện;
- Khuôn tạo đĩa mẫu cho phân tích phổ hồng ngoại;
- Máy hút chân không;
- Máy đo phổ hồng ngoại;
- Cân có độ chính xác đến 0,01 g;
- Cốc thủy tinh;
- Đĩa Petri.

G.3 Cách tiến hành

G.3.1 Đối với các phụ gia lỏng, dùng nước cất pha loãng mẫu phụ gia đã biết trước hàm lượng chất khô để tạo ra một dung dịch có nồng độ chất khô khoảng 0,015 g/mL. Dùng pipet nhỏ 5 mL dung dịch pha loãng trên vào đĩa petri, thêm vào đó 2,5 g bicromat kali và 5 mg nước cất, khuấy trộn cho hòa tan hết. Đặt dung dịch vào tủ sấy và sấy ở $(105 \pm 5)^\circ C$ trong (24 ± 1) h. Để nguội và chuyển phần khô còn lại vào cối thủy tinh và nghiền thành bột mịn, cần làm nhanh để tránh hút ẩm. Cân 0,1 g bột khô đã nghiền và 0,4 g kali bicromat rồi trộn đều trong chảo thép có bi bằng thép không gỉ của máy trộn chạy điện trong 30 s.

G.3.2 Đối với phụ gia không lỏng, nghiền 10 g phụ gia đã được sấy khô thành bột mịn bằng cối và chày, chuyển mẫu vào đĩa petri và đặt vào tủ sấy rồi sấy ở $(105 \pm 5)^\circ C$ trong (24 ± 1) h. Cân 0,005 g bột đã sấy khô và nghiền 0,995 g kali bicromat rồi trộn đều trong chảo thép có bi bằng thép không gỉ của thiết bị trộn chạy điện trong 30 s.

G.3.3 Cân 0,3 g hỗn hợp trộn đã được chuẩn bị ở G.3.1 hoặc G.3.2 ở trên và cho vào khuôn thích hợp có thể tạo được chân không. Dùng máy hút chân không để hút ép mẫu trong 2 min, tiếp tục hút chân không và ép mẫu với lực thích hợp trong 3 min để hỗn hợp tạo thành đĩa dày khoảng 1 mm. Lấy đĩa mẫu ra khỏi khuôn để xác định phổ hấp phụ hồng ngoại để thu được phổ hấp thụ hồng ngoại.
