

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8827:2011

Xuất bản lần 1

**PHỤ GIA KHOÁNG HOẠT TÍNH CAO
DÙNG CHO BÊ TÔNG VÀ VỮA –
SILICAFUME VÀ TRO TRÁU NGHIỀN MỊN**

*Highly activity pozzolanic admixtures for concrete and mortar –
Silicafume and rice husk ash*

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

TCVN 8827:2011 được chuyển đổi từ TCXDVN 311:2004 theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 8827:2011 do Hội Công nghiệp Bê tông Việt Nam 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 khoáng hoạt tính cao dùng cho bê tông và vữa – Silicafume và tro trấu nghiền mịn

*Highly activity pozzolanic admixtures for concrete and mortar –
Silicafume and rice husk ash*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho silicafume và tro trấu nghiền mịn sử dụng làm phụ gia trong bê tông và vữa dùng xi măng poóc lăng.

2 Tài liệu viện dẫn

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

TCVN 141:2008, *Xi măng poóc lăng – Phương pháp phân tích hoá học.*

TCVN 2682:2009, *Xi măng poóc lăng – Yêu cầu kỹ thuật.*

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

TCVN 4787:2009 (EN 196-7:2007), *Xi măng – Phương pháp thử – Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.*

TCVN 6016:2011 (ISO 679:2009), *Xi măng – Phương pháp thử – Xác định cường độ.*

TCVN 7131:2002, *Đất sét – Phương pháp phân tích hóa học.*

TCVN 7570:2006, *Cốt liệu cho bê tông và vữa – Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 7572-7:2006, *Cốt liệu cho bê tông và vữa – Phương pháp thử – Phần 7: Xác định độ ẩm.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Các thuật ngữ sử dụng trong tiêu chuẩn này được định nghĩa như sau:

3.1

Silicafume (Silicafume - SF)

Vật liệu rất mịn, chứa oxít silic vô định hình, thu được trong quá trình sản xuất silic và hợp kim silic bằng hồ quang.

3.2

Tro trấu nghiền mịn (Rice husk ash - RHA)

Sản phẩm thu được sau khi nghiền mịn tro, do đốt cháy trấu ở chế độ hoạt hoá thích hợp.

4 Yêu cầu kỹ thuật

4.1 Các yêu cầu hoá lý

SF và RHA phải thoả mãn các yêu cầu về hoá lý được nêu ở Bảng 1.

Bảng 1 – Các yêu cầu về hoá lý của SF và RHA

Tên chỉ tiêu	Mức % khối lượng	
	SF	RHA
1. Hàm lượng SiO ₂ , không nhỏ hơn	85,0	
2. Độ ẩm, không lớn hơn	3,0	
3. Hàm lượng mất khi nung, không lớn hơn	6,0	3,0*
* Khi hàm lượng mất khi nung lớn hơn 3,0 % đến 10 %, phụ gia được sử dụng như loại khoáng có hoạt tính thông thường.		

4.2 Các yêu cầu cơ lý

SF và RHA phải thoả mãn các yêu cầu cơ lý được nêu ở Bảng 2.

Bảng 2 – Các yêu cầu về cơ lý của SF và RHA

Tên chỉ tiêu	Mức	
	SF	RHA
1. Lượng sót trên sàng 45 µm ¹⁾ , % khối lượng, không lớn hơn Lớn nhất: Trung bình:	10,0 5,0	–
2. Chỉ số hoạt tính đối với xi măng so với mẫu đối chứng, ở 7 ngày tuổi, %, không nhỏ hơn	85,0	
3. Bề mặt riêng ²⁾ , m ² /g, không nhỏ hơn	12	30
¹⁾ Xác định theo Phụ lục A (theo mẫu nguyên dạng) ²⁾ Xác định theo Phụ lục B (theo mẫu nguyên dạng)		

5 Phương pháp thử

5.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Thực hiện tương tự lấy mẫu thử xi măng theo TCVN 4787:2009 (EN 196-7:2007) với những bổ sung sau đây:

- Đối với lô hàng nhỏ (SF ≤ 20 tấn; RHA ≤ 5 tấn), lấy 3 mẫu đơn.
- Đối với lô hàng lớn (SF > 20 tấn; RHA > 5 tấn), lấy mẫu hỗn hợp từ ít nhất 10 mẫu đơn.
- Mẫu có thể được lấy ở nơi sản xuất, ở nơi cung cấp hoặc ở nơi sử dụng.
- Mỗi mẫu đơn lấy ít nhất 2 kg.

- Mỗi mẫu hỗn hợp được lấy ít nhất 10 kg từ 10 mẫu đơn gộp lại.

5.2 Xác định tính chất hoá lý

5.2.1 Xác định độ ẩm

Theo TCVN 7572-7:2006.

5.2.2 Xác định lượng mất khi nung

Theo TCVN 141:2008.

5.2.3 Xác định hàm lượng SiO₂

Theo TCVN 7131:2002.

5.3 Xác định các chỉ tiêu cơ lý

5.3.1 Xác định lượng sót trên sàng 45 µm

Theo Phụ lục A.

5.3.2 Bề mặt riêng xác định bằng phương pháp hấp phụ nitơ (BET)

Theo Phụ lục B.

5.3.3 Xác định chỉ số hoạt tính đối với xi măng:

Vật liệu dùng trong thí nghiệm:

- Xi măng: Dùng loại xi măng poóc lăng thoả mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 2682:2009.
 - Cát: Dùng cát thoả mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 7570:2006.
 - Nước trộn: Nước trộn phải thoả mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 4506:1987.
 - Chỉ số hoạt tính được thực hiện theo TCVN 6016:2011 (ISO 679:2009) với những bổ sung sau:
- + Cấp phối mẫu đối chứng và mẫu chứa phụ gia thử nghiệm được lấy theo Bảng 3.
+ Xác định giới hạn bền nén sau 7 ngày đêm.

Bảng 3 - Thành phần cấp phối để xác định chỉ số hoạt tính cường độ

Tên vật liệu	Mẫu đối chứng	Mẫu thử
Xi măng, g	500	450
Phụ gia, g	0	50
Cát, g	1 375	1 375
Nước, mL, lượng dùng đủ để đạt độ xoè	110 ± 5%	110 ± 5%

Chỉ số hoạt tính cường độ đối với xi măng của phụ gia thử nghiệm được xác định theo công thức (1):

$$I(\%) = \frac{R_1}{R_0} \times 100 \quad (1)$$

trong đó:

- I - chỉ số hoạt tính cường độ đối với xi măng, %;
- R_0 - giới hạn bền nén của mẫu đối chứng, MPa;
- R_1 - giới hạn bền nén của mẫu chứa phụ gia thử nghiệm, MPa.

6 Bao gói, bảo quản

6.1 SF và RHA được bao gói tránh lẫn dị vật và có nhãn ghi rõ ràng. Trên nhãn ghi rõ tên nhà sản xuất, tên thương mại, loại phụ gia, khối lượng, ngày tháng năm sản xuất và điều kiện bảo quản, thời hạn sử dụng.

6.2 Nhà sản xuất hoặc cung cấp phải cấp kèm theo các tờ thông tin về các chỉ tiêu kỹ thuật, các thông tin chung về phụ gia và tên tiêu chuẩn này được áp dụng.

6.3 SF và RHA phải được bảo quản ở nơi khô ráo, tránh mưa nắng và có thể dễ dàng kiểm tra và nhận dạng đúng mỗi lô hàng.

Phụ lục A

(Quy định)

**Tiêu chuẩn thí nghiệm xác định độ mịn của xi măng
bằng sàng 45 μm (No. 325) (Theo ASTM C430 – 96)****A.1 Phạm vi áp dụng**

A.1.1 Phương pháp thí nghiệm này dùng để xác định độ mịn của xi măng bằng sàng 45 μm (No. 325).

A.1.2 Các giá trị đo theo đơn vị thuộc hệ SI được coi là tiêu chuẩn.

A.1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các điều kiện về an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các quy tắc y tế và an toàn thích hợp, đồng thời xác định việc áp dụng những điều kiện hạn chế trước khi sử dụng.

A.2 Tài liệu viện dẫn

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

ASTM E11, *Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes* (Yêu cầu kỹ thuật của lưới sàng dùng cho mục đích thử nghiệm).

ASTM E161, *Specification for Precision Electroformed Sieves (Square Opening Series)* [Yêu cầu kỹ thuật về độ chính xác của sàng điện (mắt sàng hình vuông)]

ASTM E177, *Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods* (Hướng dẫn sử dụng thuật ngữ độ chính xác và hiệu chỉnh trong các phương pháp thử ASTM).

A.3 Thiết bị, dụng cụ**A.3.1 Sàng****A.3.1.1 Khung sàng**

Khung sàng phải làm bằng thép không gỉ và có dạng hình trụ tròn, đường kính (51 ± 6) mm khi dùng mặt sàng dạng lưới dệt bằng kim loại hoặc (76 ± 6) mm với mặt sàng bằng tấm kim loại mạ. Chiều sâu từ đỉnh khuôn đến mặt sàng bằng (76 ± 6) mm. Khung sàng có tổng chiều cao (89 ± 6) mm hay chiều cao chân khung bằng 12 mm, đủ để không khí lưu thông bên dưới mặt sàng.

A.3.1.2 Mặt sàng

Khung sàng được lắp lưới thép dệt AISI loại 304, theo yêu cầu của tiêu chuẩn E11, hoặc được lắp bằng tấm thép mạ nikel đục lỗ 45 μm , theo yêu cầu của tiêu chuẩn E 161, với mật độ lỗ (71 ± 2) hàng lỗ/cm.

A.3.1.3 Lắp đặt mặt sàng

A.3.1.3.1 Lắp mặt sàng dạng lưới thép dệt

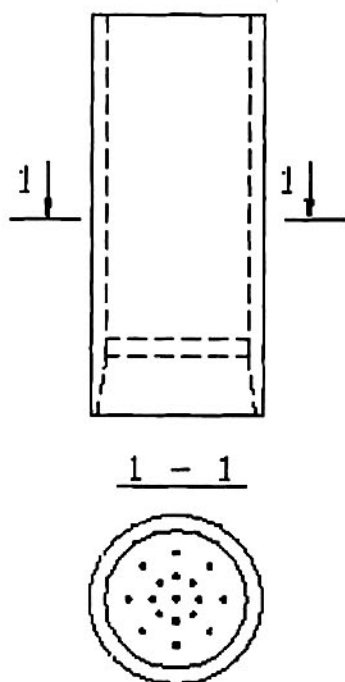
Mặt sàng bằng lưới thép dệt phải được lắp vào khuôn sàng chắc chắn, không cong vênh hoặc gập nếp. Với sàng chế tạo bằng phương pháp hàn mặt sàng vào khung sàng, mỗi hàn phải được làm nhẵn nhụi tránh sự dính bám của xi măng. Với sàng lắp ghép cần phải kẹp chặt, khít mặt sàng với khung sàng nhằm tránh sự dính bám của xi măng tại vị trí tiếp giáp giữa mặt sàng với khung.

A.3.1.3.2 Lắp mặt sàng dạng tấm thép mạ đục lỗ

Mặt sàng dạng tấm thép mạ nikel đục lỗ phải được lắp vào khuôn sàng chắc chắn, không cong vênh hoặc gập nếp. Liên kết giữa mặt sàng và khung được làm trơn nhẵn bằng vật liệu không thấm nước.

A.3.2 Vòi phun

Vòi phun (Hình A.1) phải làm bằng thép không gỉ và có đường kính trong 17,5 mm với một lỗ khoan ở tâm theo chiều dọc trục, một hàng tám lỗ trung gian bố trí theo đường tròn đường kính 6 mm với góc nghiêng 5° tính từ tâm tới tâm so với chiều dọc trục. Một hàng tám lỗ phía ngoài bố trí theo đường tròn đường kính 11 mm với góc nghiêng 10° từ tâm tới tâm so với chiều dọc trục. Đường kính của các lỗ khoan 0,5 mm. Vòi phun phải được kiểm tra định kỳ 6 tháng/lần bằng cách thử trên mẫu xi măng, phải đảm bảo tốc độ chảy (1.500 ± 3.000) g/min dưới áp lực (69 ± 3) KPa.



Hình A.1 - Cấu tạo của vòi phun

A.3.3 Đồng hồ áp lực

Đồng hồ áp lực có đường kính tối thiểu 76 mm được chia độ 7 KPa/vạch và đo được tối đa 207 KPa.

A.4 Kiểm tra sàng

A.4.1 Cân 1 g mẫu No.114 (là mẫu chuẩn quốc gia hiện hành) bằng cân phân tích có độ chính xác đến 0,001 g và đặt lên sàng đã được làm sạch, khô. Thực hiện quy trình thử theo Điều A.5. Sai số của sàng chính là sự khác biệt giữa phần sót lại trên sàng với lượng sót qui định của mẫu chuẩn tính theo phần trăm.

Ví dụ:

- Lượng sót theo qui định trên sàng 45 μ m của mẫu No 114 : 12,2 %
- Lượng sót tính cho 1 g mẫu No.114 : 0,122 g
- Lượng sót trên sàng theo thực tế : 0,093 g
- Sự chênh lệch: = 0,029 g
- Sai số của sàng: $\frac{0,029}{0,093} \times 100 = 31,20 \%$

A.5 Cách tiến hành

Cân chính xác 1 g mẫu thử bằng cân phân tích có độ chính xác đến 0,0005 g và đặt vào trong sàng (sàng phải sạch và khô). Phun nước nhẹ nhàng lên mẫu thử để làm ẩm. Chuyển sàng và mẫu thử ra khỏi thiết bị phun, điều chỉnh áp lực trên vòi phun ở mức (69 ± 4) kPa. Lắp sàng vào vị trí bên dưới vòi phun và tiến hành phun trong 1 min, trong quá trình phun sàng được xoay vòng theo phương ngang với tốc độ 1 r/s. Đáy của vòi phun đặt sâu trong sàng 12 mm. Khi kết thúc quá trình phun, tháo sàng ra khỏi thiết bị phun, rửa lại 1 lần bằng 50 mL nước cất (tránh làm hao hụt lượng sót trên sàng), lau sạch mặt dưới sàng bằng vải ẩm. Sấy khô sàng và phần sót lại trên sàng, đặt sàng trong tủ sấy sao cho không khí có thể di chuyển tự do ở phía dưới. Làm nguội sàng sau đó cân lượng sót trên sàng bằng cân phân tích với độ chính xác đến 0,0005 g.

A.6 Làm sạch sàng

A.6.1 Chu kỳ làm sạch và kiểm tra sàng

Với sàng có mặt sàng bằng lưới thép dệt cần phải làm sạch sau không quá năm lần sử dụng. Với sàng có mặt sàng bằng tấm thép mạ đục lỗ cần phải làm sạch sau không quá ba lần sử dụng. Cả hai loại sàng trên đều phải kiểm tra lại sau không quá mười lần sử dụng.

A.6.2 Quy trình làm sạch sàng

- Phương pháp 1: Đưa sàng vào trong bồn siêu âm công suất nhỏ (công suất đầu vào tối đa 150 W), trong bồn chứa dung dịch tẩy thích hợp. Quá trình rửa phải đủ lâu $(10 + 15)$ min ở nhiệt độ phòng để tẩy

TCVN 8827:2011

sạch các hạt bám trong lỗ sàng). Phương pháp này rất thích hợp với các loại sàng có trên 71 hàng lỗ/cm.

- Phương pháp 2: Nhúng chìm sàng vào trong bồn chứa dung dịch tẩy thích hợp và đun nóng tới gần điểm sôi. Đậy nắp bồn bằng tấm thủy tinh nhằm giảm sự bay hơi. Tiếp tục quá trình này cho tới khi có thể làm lỏng các hạt dính bám bằng cách súc sàng. Ngâm qua đêm trong điều kiện tương tự, chỉ khác là không đun nóng dung dịch tẩy, sau đó súc sàng trong bồn ngâm sẽ cho phép rửa sạch các hạt bám dính trên sàng. Không được rửa hoặc súc sàng bằng dung dịch clohidric, dấm chua.

A.7 Biểu thị kết quả

Độ mịn của vật liệu được xác định với độ chính xác đến 0,1 %, theo công thức:

$$F = R_c \quad (A.1)$$

trong đó:

F- độ mịn của xi măng xác định theo lượng sót trên sàng 45 μm , %;

R_c- lượng sót đã hiệu chỉnh, %, tính theo công thức $R_c = R_s \times (100 + C)$;

R_s- lượng sót thực tế trên sàng 45 μm , g;

C - sai số của sàng xác định theo A.4, có thể âm hoặc dương.

Ví dụ:

$$C = 31,2 \%$$

$$R_s = 0,088 \text{ g}$$

$$R_c = 0,088 \times (100 + 31,2) = 11,5 \%$$

$$F = R_c = 11,5 \%$$

A.8 Độ chính xác và sai số

A.8.1 Với sản phẩm có độ mịn thông thường: Độ chính xác của nhiều lần thí nghiệm phải nằm trong khoảng $\pm 0,75 \%$ như quy định trong E177, đồng thời, các kết quả của các thí nghiệm phải thực hiện đúng theo tiêu chuẩn của các phòng thí nghiệm khác nhau trên cùng mẫu, ở cùng thời điểm làm thí nghiệm phải nằm trong khoảng $\pm 2,1 \%$.

A.8.2 Đối với sản phẩm có độ mịn cao: Độ chính xác của nhiều lần thí nghiệm phải nằm trong khoảng $\pm 0,50 \%$ như quy định trong E177, đồng thời, các kết quả của các thí nghiệm phải thực hiện đúng theo tiêu chuẩn của các phòng thí nghiệm khác nhau trên cùng mẫu, ở cùng thời điểm làm thí nghiệm phải nằm trong khoảng $\pm 1,4 \%$.

A.8.3 Khi không có vật liệu tiêu chuẩn loại No.144, kết quả của phương pháp này bao gồm cả sai số do sàng.

Phụ lục B
(Quy định)

**Xác định bề mặt riêng oxit silic
bằng phương pháp hấp phụ nitơ lớp đơn phân tử (B.E.T) (Theo ASTM D5604 – 96)**

B.1 Phạm vi áp dụng

B.1.1 Phương pháp thí nghiệm này dùng để đo diện tích bề mặt của oxit silic dạng rắn bằng các phương pháp hấp phụ nitơ lớp đơn phân tử, tuân theo lý thuyết hấp phụ khí nhiều lớp của Brunauer, Emmett và Teller (B.E.T.). Phương pháp thí nghiệm này chỉ ra việc chuẩn bị và xử lý mẫu, dụng cụ, tính chính xác và những điều kiện cần thiết về dữ liệu thí nghiệm, tính toán kết quả diện tích bề mặt từ dữ liệu thu được.

B.1.2 Phương pháp này được dùng để xác định các vật liệu có bề mặt riêng từ 10 m²/g đến 500 m²/g.

B.1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các điều kiện về an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các quy tắc y tế và an toàn thích hợp, đồng thời xác định việc áp dụng những điều kiện hạn chế trước khi sử dụng. Dụng cụ an toàn tối thiểu nên bao gồm găng tay bảo hộ, các dụng cụ bảo vệ mặt và mắt.

B.2 Tài liệu viện dẫn

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

ASTM D 1799, *Practice for Carbon Black - Sampling Packaged Shipments (Thực hành về các bon đen - Lấy mẫu các lô hàng đóng gói)*

ASTM D 1900, *Practice for Carbon Black - Sampling Bulk Shipments (Thực hành về các bon đen - Lấy mẫu các lô hàng đổ đống)*

ASTM D 1993, *Test Method for Precipitated Silica - Surface Area by Multipoint BET Nitrogen Adsorption (Phương pháp thử silic kết tủa - Xác định diện tích bề mặt bằng phương pháp hấp phụ nitơ BET đa điểm).*

B.3 Tóm tắt phương pháp thí nghiệm

B.3.1 Trong những điều kiện đặc biệt, chất rắn hấp phụ nitơ và các phân tử bị hấp phụ có xu hướng trở thành một lớp đơn phân tử. Người ta tính số lượng khí trong lớp đơn phân tử này bằng phương pháp B.E.T. ứng với diện tích do phân tử nitơ bị hấp phụ sẽ có thể tính được diện tích bề mặt của chất rắn.

B.3.2 Phương pháp thí nghiệm này xác định lượng nitơ bị hấp phụ trong lớp đơn phân tử ở điều kiện nhiệt độ nitơ lỏng và áp suất bão hòa rất nhỏ.

TCVN 8827:2011

B.3.3 Trước khi xác định diện tích bề mặt của ôxít silic cần phải loại bỏ tất cả các tác nhân có thể bị hấp phụ lên bề mặt chất rắn, bằng cách đốt nóng chân không hoặc dùng khí không hấp phụ thổi qua.

Phương pháp thí nghiệm I

Đo diện tích bề mặt bằng thiết bị hấp phụ khí thể tích tĩnh

B.4 thiết bị, dụng cụ

B.4.1 Thiết bị hấp phụ khí thể tích tĩnh, cùng với các bình kín có nắp đậy và tất cả dụng cụ khác cần thiết cho việc tiến hành thí nghiệm.

B.4.2 Lò, dạng chân không, có khả năng điều chỉnh (110 ± 5) °C, áp suất nhỏ hơn 13,5 Pa (0,1 mmHg).

B.4.3 Các ống đựng mẫu, khi được gắn với thiết bị hấp phụ, sẽ duy trì sự cô lập mẫu khỏi áp suất môi trường ứng với mức độ lọt khí heli $\leq 10^{-5}$ cm³/min.

B.4.4 Đồng hồ đo McCleod hay các dụng cụ tương đương để đo áp suất.

B.4.5 Đồng hồ đo áp suất có thể đo chính xác đến $\pm 0,25$ % hay $\pm 0,067$ KPa ($\pm 0,50$ mmHg).

B.4.6 Cân phân tích độ chính xác 0,0001 g.

B.4.7 Lọ thủy tinh, các lọ thủy tinh nhỏ (30 cm³) có nắp đậy đựng mẫu sấy trong lò.

B.4.8 Thiết bị điều nhiệt có khả năng duy trì nhiệt độ (160 ± 5) °C.

B.4.9 Dụng cụ đo thể tích, với van và thiết bị nối đường kính 6,4 mm để thông với thiết bị hấp phụ khí.

B.5 Hóa chất thí nghiệm

B.5.1 Nước, sử dụng nước cất.

B.5.2 Nitor lỏng có độ tinh khiết 98 % hoặc cao hơn.

B.5.3 Khí nitor có độ tinh khiết cực cao, là các nguồn khí nitor được tinh chế sẵn theo tiêu chuẩn.

B.5.4 Khí heli có độ tinh khiết cực cao, là các nguồn khí heli được tinh chế sẵn theo tiêu chuẩn.

B.6 Quá trình lấy mẫu

Không có quy định riêng cho việc lấy mẫu các ôxít silic. Việc lấy mẫu có thể thực hiện theo hướng dẫn trong ASTM D 1799 hoặc ASTM D 1900.

B.7 Chuẩn bị và kiểm tra thiết bị hấp phụ khí thể tích tĩnh

B.7.1 Nối các đồng hồ đo áp suất khí (xem B.4.4 và B.4.5) vào thiết bị. Tiến hành hút khí khỏi thiết bị, ống nối và tất cả các đầu đo của thiết bị xuống $\leq 2,7$ Pa (20 μ mHg).

B.7.2 Kiểm tra mức độ hoạt động chính xác của các đầu đo áp suất. Điều chỉnh nếu thấy cần thiết.

B.7.3 Đóng đường hút chân không và nạp khí nitor để tạo áp suất ($101,3 \pm 1,01$) kPa tương ứng với ($760 \pm 7,6$) mmHg. Kiểm tra các đầu đo với độ chính xác $\pm 0,25$ %. Điều chỉnh nếu thấy cần thiết.

B.7.4 Lau kỹ và sấy khô ống đựng mẫu. Nối ống đựng mẫu với máy hút chân không và hút tới khi đạt 2,7 Pa (20 μ mHg). Nâng nhiệt độ lên 160 °C và tiếp tục hút chân không trong vòng ít nhất một giờ cho đến khi đạt mức độ giảm áp suất nhỏ hơn 0,4 Pa (3 μ mHg)/min.

B.7.5 Kiểm tra mức độ hấp phụ khí của ống không chứa mẫu ở $(0,30 \pm 0,01) p/p_0$ với P_0 là áp suất khí quyển ở 101,3 kPa (760 mmHg), sau đó kiểm tra mức độ hấp phụ khí của ống chứa 1 g mẫu chuẩn.

B.7.6 Thể tích khí bị hấp phụ khí đối với ống không chứa mẫu, tốt nhất là bằng không. Giá trị sai số cho phép $\pm 0,125 \text{ cm}^3$ khí tiêu chuẩn.

B.7.7 Dụng cụ đo thể tích có dạng hình cầu hoặc hình trụ làm bằng thủy tinh hoặc kim loại chống ăn mòn và có dung tích từ 75 cm^3 đến 500 cm^3 . Dụng cụ này phải có một ống nối và một van phù hợp.

B.7.8 Xác định thể tích bên trong của dụng cụ đo thể tích, kể từ vị trí van, bằng cách cân dụng cụ ở trạng thái không chứa mẫu, sau đó cân ở trạng thái đổ đầy hoàn toàn bằng nước cất. Đo nhiệt độ nước để biết khối lượng riêng của nó nhằm xác định chính xác thể tích nước chứa trong bình. Cần phải nhúng dụng cụ trong nước sôi để khử khí hoàn toàn. Lặp lại quá trình này cho tới khi thể tích đo được có sai số âm hoặc dương $\leq 0,1 \%$. Đổ bỏ nước và sấy khô hoàn toàn dụng cụ này qua đêm trong lò chân không ở $(70 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$.

B.7.9 Nối dụng cụ đo thể tích vào máy hút chân không, mở van và hút chân không cho đến khi đạt áp suất 2,7 Pa (20 μ mHg). Tiếp tục hút chân không trong vòng hơn một giờ. Khóa đường ống hút chân không và kiểm tra xem có sự tăng áp do rò rỉ không khí hay không. Áp suất phải luôn được duy trì dưới 2,7 Pa (20 μ mHg) với mức tăng do rò rỉ không khí nhỏ hơn 0,4 Pa (3 μ mHg)/min. Khi đạt được áp suất này, đóng van (khóa) để giữ độ chân không trong dụng cụ đo thể tích.

B.7.10 Đưa bình đo thể tích vào vị trí, nối với thiết bị hấp phụ khí thể tích tĩnh. Bình đo thể tích được đặt trong hộp kín và được lèn chặt bằng nước đá. Tiến hành thử mẫu ở áp suất $(0,30 \pm 0,01) P/P_0$. Sử dụng 1 g mẫu chuẩn, P_0 là áp suất khí quyển ở 101,3 kPa (760 mmHg). Thực hiện quá trình thử bằng cách mở van của dụng cụ đo thể tích và đọc chỉ số áp suất đo được.

B.7.11 Thể tích khí hấp phụ, V , tính bằng cm^3 , được xác định theo công thức sau:

$$V = \frac{P_v \times V_v}{760} = \frac{P}{P_0} \times \frac{P_0 \times V_v}{760} \quad (\text{B.1})$$

trong đó

$\frac{P}{P_0}$ quan hệ áp suất tương đối tại điểm cân bằng.

V_v - thể tích bên trong được xác định bằng đo như quy định tại B.7.8

B.8 Quá trình chuẩn bị mẫu thí nghiệm

B.8.1 Nếu mẫu có độ ẩm > 6 %, cần sấy khô ở 110 °C để hạ độ ẩm xuống còn từ 2 % đến 6 %.

B.8.2 Cân ống đựng mẫu chính xác đến 0,0001 g và ghi lại khối lượng gồm cả nút.

TCVN 8827:2011

B.8.3 Cân lượng mẫu ôxít silic cần thí nghiệm (mẫu đã được sấy khô như B.8.1) sao cho mẫu có diện tích bề mặt ứng với khoảng 5 mm². Ghi lại khối lượng gồm cả ống, mẫu và nút.

B.8.4 Nối ống đựng mẫu có chứa ôxít silic với máy hút chân không.

B.8.5 Bắt đầu quá trình hút chân không.

B.8.6 Đặt máy điều nhiệt xung quanh ống mẫu và hút chân không ở (160 ± 5) °C trong vòng 30 min hay lâu hơn để giữ và duy trì áp suất thấp hơn 1,3 Pa (10 μmHg).

B.8.7 Tắt nguồn nhiệt và làm nguội ống đựng mẫu đến nhiệt độ phòng.

B.8.8 Chuyển sang B 13 và tiếp tục các quá trình còn lại.

Phương pháp thí nghiệm II

Đo diện tích bề mặt bằng thiết bị hấp phụ khí thổi

B.9 Thiết bị, dụng cụ

B.9.1 Thiết bị hấp phụ khí thổi, cùng với các bình kín có nắp đậy và tất cả dụng cụ khác cần thiết cho việc tiến hành thí nghiệm.

B.9.2 Lò, dạng chân không, có khả năng điều chỉnh (110 ± 5) °C, áp suất nhỏ hơn 13,5 Pa (0,1 mmHg).

B.9.3 Các ống đựng mẫu, khi được gắn với thiết bị hấp phụ, sẽ duy trì sự cô lập mẫu khỏi áp suất môi trường ứng với mức độ lọt khí heli ≤ 10⁻⁵ cm³/min.

B.9.4 Cân phân tích độ chính xác đến 0,0001 g.

B.9.5 Các lọ thủy tinh nhỏ (30 cm³) có nắp đậy đựng mẫu sấy trong lò.

B.9.6 Thiết bị điều nhiệt có khả năng duy trì nhiệt độ (160 ± 5) °C.

B.9.7 Các ống bơm, có thể tích chính xác là 1 cm³ và 5 cm³.

B.10 Hóa chất thí nghiệm

B.10.1 Nước, sử dụng nước cất.

B.10.2 Nito lỏng có độ tinh khiết 98 % hoặc cao hơn.

B.10.3 Khí nito có độ tinh khiết cực cao, là các nguồn khí nito được tinh chế sẵn theo tiêu chuẩn.

B.10.4 Các hệ thống khí thổi sử dụng hỗn hợp heli và nito chứa ± 0,25 % nito hoặc lớn hơn.

B.11 Chuẩn bị và kiểm tra dụng cụ khí chảy

B.11.1 Đối với hỗn hợp heli - nito đáp ứng áp suất yêu cầu P/P₀ theo quy định (0,30 ± 0,01) thực hiện các bước như sau:

B.11.1.1 Tạo một dòng hỗn hợp khí trong hệ thống xuyên qua một ống không chứa mẫu.

B.11.1.2 Thực hiện một chu kỳ hấp phụ - phân ly trên ống không chứa mẫu và ghi lại những kết quả phân tích trên mỗi pick.

B.11.1.3 Tích hợp pick hấp phụ và pick phân ly phải $\leq 0,03 \text{ cm}^3$ nitơ tiêu chuẩn và đường hấp phụ cơ sở phải giống như ban đầu.

B.11.1.4 Nạp đầy ống bơm 1 cm^3 bằng nitơ tinh khiết, cân bằng áp suất và nhiệt độ với môi trường xung quanh, ghi lại áp suất và nhiệt độ. Bơm khí nitơ vào đường thổi ở khoảng giữa các đầu đo thuận và ngược chiều dòng khí trong khoảng 3 s. Thiết bị phải chỉ ra sự thay đổi áp suất và nhiệt độ do thể tích khí hấp phụ khi bơm 1 cm^3 khí nitơ, được tính theo công thức sau:

$$V = \frac{1 \text{ cm}^3 \times P_a \times 273,15}{101,3 \times T_a} \quad (B.2)$$

trong đó:

P_a , T_a - tương ứng là áp suất và nhiệt độ đo được.

Điều chỉnh chỉ số máy phân tích và lặp lại quá trình này cho đến khi sai số nhỏ hơn $\pm 0,03 \text{ cm}^3$ khí tiêu chuẩn.

B.11.1.5 Nạp đầy ống bơm 5 cm^3 bằng nitơ tinh khiết và lặp lại quá trình như B.11.1.4. Thiết bị phải chỉ ra sự thay đổi áp suất và nhiệt độ do thể tích khí hấp phụ khi bơm 5 cm^3 khí nitơ, lớn gấp 5 lần giá trị theo B.11.1.4 với sai số $\pm 1 \%$.

$$V = \frac{5 \text{ cm}^3 \times P_a \times 273,15}{101,3 \times T_a} \quad (B.3)$$

Nếu sai số từ 1 % đến 5 %, điều chỉnh chỉ số máy phân tích và lặp lại quá trình đo cho tới khi sai số dưới 1 %.

B.11.2 Thiết bị hấp phụ khí thổi có thể có chiều dài đường dẫn thay đổi, khi đó các thí nghiệm kiểm tra phải được thực hiện trên tất cả đường thổi sử dụng để đo diện tích bề mặt ôxit silic.

B.12 Quá trình chuẩn bị mẫu

B.12.1 Nếu mẫu có độ ẩm $\geq 6 \%$, cần sấy khô ở $110 \text{ }^\circ\text{C}$ để hạ độ ẩm xuống còn từ 2 % đến 6 %.

B.12.2 Cân ống đựng mẫu chính xác đến $0,0001 \text{ g}$ và ghi lại khối lượng gồm cả nút.

B.12.3 Cân lượng mẫu ôxit silic cần thí nghiệm (mẫu đã được sấy khô như B.12.1) sao cho mẫu có diện tích bề mặt ứng với khoảng 10 mm^2 . Ghi lại khối lượng gồm cả ống, mẫu và nút.

B.12.4 Nối ống đựng mẫu có chứa ôxit silic với máy hút chân không.

B.12.5 Bắt đầu quá trình hút chân không.

B.12.6 Đặt máy điều nhiệt xung quanh ống mẫu và hút chân không ở $(160 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ trong vòng 30 min hay lâu hơn để giữ và duy trì áp suất thấp hơn $1,3 \text{ Pa}$ ($10 \text{ } \mu\text{mHg}$).

B.12.7 Tắt nguồn nhiệt và làm nguội ống đựng mẫu đến nhiệt độ phòng.

B.12.8 Chuyển sang B.13 và tiếp tục các quá trình còn lại.

B.13 Quá trình đo

B.13.1 Đọc hướng dẫn sử dụng thiết bị hấp phụ khí và nắm vững các quy trình thao tác.

B.13.2 Xác định áp suất bão hòa của nitơ lỏng.

B.13.3 Xác định thể tích nitơ bị hấp phụ ở tương quan áp suất $(0,30 \pm 0,01) P/P_0$.

B.13.4 Xác định khối lượng của ống đựng mẫu và mẫu khô với độ chính xác 0,0001 g. Phải sử dụng khí hêli cùng từ một bình duy nhất.

B.14 Biểu thị kết quả

Hầu hết các thiết bị sẽ tự động thực hiện việc tính toán sau khi hoàn thành các phép đo. Tuy nhiên, người sử dụng cũng cần biết các tính toán được thực hiện như thế nào, trình tự tính toán như sau:

B.14.1 Khối lượng mẫu:

Khối lượng của mẫu khô = (Khối lượng của ống đựng mẫu + mẫu) – (Khối lượng ống đựng mẫu)

Khối lượng được cân chính xác đến $\pm 0,0001g$.

B.14.2 Bề mặt riêng của mẫu

B.14.2.1 Thể tích khí nitơ hấp phụ $V_{ADS/g}$ trên mỗi gam mẫu, độ chính xác 0,0001 cm³/g, xác định theo công thức sau:

$$V_{ADS/g} = \frac{V_{ADS \text{ mỗi lần thí nghiệm}}}{\text{khối lượng mẫu}} \quad (B.4)$$

trong đó: V_{ADS} : thể tích nitơ hấp phụ ứng với khối lượng mẫu của mỗi lần thử, cm³.

B.14.2.2 Bề mặt riêng của mẫu thử được xác định theo công thức sau:

$$S (m^2/g) = V_{ADS/g} (1 - \frac{P}{P_0} 4,35) \quad (B.5)$$

trong đó:

P - áp suất cân bằng trên mẫu, kPa;

P_0 - áp suất hơi bão hòa của nitơ, kPa;

4,35 - diện tích bao phủ của 1 cm³ nitơ tiêu chuẩn với vai trò như một lớp đơn, mỗi phân tử chiếm 0,162 nm², m²/g.

B.15 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo phải có các thông tin sau:

- Các thông số của mẫu;
 - Các số liệu được sử dụng để tính toán kết quả;
 - Diện tích bề mặt của mẫu với độ chính xác 0,1 m²/g.
-