

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9189 : 2012**

Xuất bản lần 1

**ĐỊNH LƯỢNG CÁC KHOÁNG CƠ BẢN  
TRONG CLANHKE XI MĂNG PÓC LĂNG  
BẰNG NHIỄU XẠ TIA X THEO PHƯƠNG PHÁP CHUẨN TRONG**

*Determination for essential minerals of clinker with X-ray Diffractometer  
as internal standard method*

HÀ NỘI - 2012

## Mục lục

Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Thiết bị, dụng cụ.....	5
3 Hoá chất thử.....	6
4 Chuẩn bị mẫu thử.....	6
4.1 Gia công mẫu và chất chuẩn.....	6
4.2 Chuẩn bị mẫu clanhke.....	6
4.3 Chuẩn bị mẫu hỗn hợp.....	6
5 Cách tiến hành.....	6
5.1 Tạo mẫu.....	6
5.2 Phân tích clanhke.....	6
5.3 Phân tích mẫu hỗn hợp.....	6
5.4 Tính kết quả.....	7
6 Báo cáo thử nghiệm.....	7

**Lời nói đầu**

TCVN 9189:2012 được chuyển đổi từ TCXD 284-2002 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 4/8/2007 của Chính phủ qui định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 9189:2012 do Viện Vật liệu 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.

## Định lượng các khoáng cơ bản trong clanhke xi măng poóc lăng bằng nhiễu xạ tia X theo phương pháp chuẩn trong

*Determination for essential minerals of clinker with X-ray Diffractometer as internal standard method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này được áp dụng để định lượng các khoáng cơ bản trong clanhke xi măng poóc lăng - phương pháp chuẩn trong.

Tiêu chuẩn này không áp dụng để phân tích các mẫu xi măng có pha phụ gia.

### 2 Thiết bị, dụng cụ

2.1 Máy nhiễu xạ tia X chuyên dụng để phân tích thành phần khoáng, đã được cài đặt phần mềm định lượng Dquant và file đường chuẩn Clanhke + CaF<sub>2</sub>.DQN.

2.2 Các đặc trưng chế độ phân tích: Ống đồng (CuK $\alpha$ ); U = 40 Kv; I = 40 mA, khe chiếu tia X rộng 0,2 m và detector bán dẫn.

2.3 Dụng cụ tạo mẫu: Cu-vec; dụng cụ ép mẫu.

2.4 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,0001 gam.

2.5 Tủ sấy đạt nhiệt độ 300 °C  $\pm$  5 °C, có thể điều chỉnh nhiệt độ.

2.6 Kính hiển vi quang học.

2.7 Sàng, kích thước lỗ 0,08 mm.

2.8 Bình hút ẩm.

2.9 Bình tam giác nút nhám, dung tích 100 mL.

2.10 Cối, chày mã não.

2.11 Máy nghiền bi cao nhôm hoặc cối, chày đồng.

CHÚ THÍCH: Dụng cụ thủy tinh và cối chày đồng, cối chày mã não phải được rửa sạch bằng nước cất và sấy khô sau mỗi lần sử dụng.

2.12 khay bằng thép không gỉ, kích thước (20x200x70) mm.

### 3 Hoá chất

3.1 Chất chuẩn  $\text{CaF}_2$ , độ tinh khiết 99 %.

3.2 Dung dịch axeton ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ).

### 4 Chuẩn bị mẫu thử

#### 4.1 Gia công mẫu và chất chuẩn

Mẫu clanhke và chất chuẩn (3.1) được lần lượt nghiền riêng biệt bằng máy nghiền hoặc cối chày đồng (2.11) cho đến khi lọt hết qua sàng 0,08 mm. Mẫu nghiền xong được lần lượt đổ vào các bình tam giác có nút nhám, đậy kín, ghi kí hiệu và bảo quản trong bình hút ẩm.

4.2 Chuẩn bị mẫu clanhke: Cân khoảng 2 gam mẫu clanhke xi măng poóc đơ đã được gia công (4.1), độ chính xác đến 0,0001 gam, chuyển lượng mẫu đã cân vào cối mã nã. Nghiền trộn khô mẫu trong 30 min. Sau đó rót từ từ khoảng 10 mL dung dịch axeton vào phần mẫu có trong cối. Sau khi dung dịch thấm đều vào các hạt vật liệu tạo thành hỗn hợp lỏng, dùng chày nhẹ nhàng trộn để đồng nhất hỗn hợp. Tiếp tục nghiền trộn trong 60 min cho đến khi hỗn hợp đặc dần rồi khô tơi thành bột (bay hết axeton). Sau đó chuyển mẫu thu được vào bình tam giác có nút nhám (2.9) và bảo quản trong bình hút ẩm.

Nếu cơ sở có thiết bị phân tích nhiễu xạ tia X, sau khi nghiền trộn mẫu, tiến hành tạo mẫu và phân tích ngay.

4.3 Chuẩn bị mẫu hỗn hợp: Cân khoảng 1,7 gam clanhke xi măng poóc lăng và 0,3 gam chất chuẩn  $\text{CaF}_2$  đã được gia công (4.1), chính xác đến 0,0001 gam. Chuyển mẫu vào cối mã nã, nhẹ nhàng nghiền trộn cho đến khi cỡ hạt khoảng 20  $\mu\text{m}$  (kiểm tra mẫu bằng kính hiển vi quang học để đạt).

Quá trình nghiền trộn khô và nghiền trộn dung môi thực hiện như mục (4.1).

### 5 Cách tiến hành

#### 5.1 Tạo mẫu

Mẫu đã chuẩn bị theo mục 4.2 và 4.3 được cho đầy vào Cu-vec, đặt vào dụng cụ ép mẫu, ép mẫu cho phẳng.

#### 5.2 Phân tích mẫu clanhke

Đặt Cu-vec chứa mẫu clanhke (5.1) lên bộ mẫu chuẩn của vòng tròn trung tâm nhiễu xạ Goniometer. Chế độ đo: theo chế độ đo của từng loại máy nhiễu xạ tia X; riêng với máy nhiễu xạ sử dụng ống phát tia đồng ( $\text{CuK}\alpha$ ) thì  $U = 40 \text{ Kv}$ ;  $I = 40 \text{ mA}$ ; khe chiếu tia X rộng 0,2 mm và Detector bán dẫn với góc quét 2 $\theta$  từ 5° đến 55°.

Xác định thành phần các khoáng clanhke xi măng poóc lăng và kiểm tra các "pic" dùng để so sánh. Các pic  $C_3S$ ;  $C_2S$ ;  $C_3A$ ;  $C_4AF$  phải rõ ràng và không được chồng lẫn nhau ( $d_{C_3S} = 3,03 \text{ \AA}$ ;  $d_{C_2S} = 2,88 \text{ \AA}$ ;  $d_{C_3A} = 2,69 \text{ \AA}$  và  $d_{C_4AF} = 2,64 \text{ \AA}$ , với  $d$  là khoảng cách giữa các mặt mạng tinh thể).

### 5.3 Phân tích mẫu hỗn hợp

Các bước tiến hành như mẫu clanhke với góc quét  $2\theta$  từ  $26^\circ$  đến  $36^\circ$ .

Đo diện tích các pic  $C_3S$ ;  $C_2S$ ;  $C_3A$ ;  $C_4AF$  và chất chuẩn  $CaF_2$  ( $d_{CaF_2} = 3,15 \text{ \AA}$ ).

### 5.4 Tính kết quả

Hàm lượng mỗi khoáng được tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%C_{nc} = \frac{1}{k} \times \frac{I_{nc}}{I_{CaF_2}} \times C_{CaF_2}$$

trong đó:

$C_{nc}$ : Hàm lượng của khoáng cần tính, tính bằng phần trăm (%);

$I_{nc}$ : Diện tích pic của khoáng cần tính;

$I_{CaF_2}$ : Diện tích pic của chất chuẩn  $CaF_2$ ;

Tỷ số ( $\frac{1}{k}$ ) của từng khoáng đã được xác định:  $C_3S = 7,23$ ;  $C_2S = 28,08$ ;  $C_3A = 3,79$ ;  $C_4AF = 5,24$ ;

Tỷ số ( $\frac{I_{nc}}{I_{CaF_2}}$ ) được đo trên giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu đã phân tích trên;

Hàm lượng  $CaF_2$  ( $C_{CaF_2}$ ) cố định là 15 %.

## 6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- Tài liệu viện dẫn là tiêu chuẩn này;
- Các bước tiến hành thử khác với quy định của tiêu chuẩn này (viện dẫn tiêu chuẩn này);
- Các kết quả thử;
- Các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- Ngày, tháng, năm tiến hành thử.