

6.9.3. Tổ chức kiểm tra

Đơn vị thi công tự kiểm tra thường ngày những việc nêu trong điều (6.9.1 và 6.9.2).

Đơn vị thiết kế và chủ đầu tư tiến hành kiểm tra song song.

Người kiểm tra cần có trình độ chuyên môn về bê tông và công nghệ bê tông.

7. Công tác nghiệm thu

7.1. Ngoài những quy định về nghiệm thu ghi trong TCVN 4453 : 1995, đối với thi công bê tông khối lớn cần được chú trọng nghiệm thu những vấn đề sau đây:

Chất lượng vật liệu đầu vào phù hợp với bê tông khối lớn;

Chất lượng hỗn hợp bê tông (độ sụt, hàm lượng xi măng nhiệt độ trước khi đổ);

Chất lượng thi công (đổ bê tông liên tục các lớp đổ và đợt đổ theo mức thời gian quy định);

Chất lượng bọc vật liệu cách nhiệt để giữ nhiệt khối đổ;

Chất lượng lắp đặt hệ thống dàn ống thoát nhiệt (nếu có) và tình trạng vận hành;

Tình trạng nứt khối bê tông sau thi công;

Chất lượng liên khối các phần của khối bê tông đã thi công;

Chất lượng xử lý hệ dàn ống thoát nhiệt;

Diễn biến nhiệt độ bê tông sau khi đổ.

7.2. Trường hợp có xuất hiện vết nứt khối bê tông thì việc xử lý vết nứt sẽ do

người thiết kế xem xét cụ thể để quyết định.

7.3. Những vấn đề cần nghiệm thu được viết thành biên bản có chữ ký của đại diện các bên chủ đầu tư và nhà thầu trước hoặc sau mỗi công đoạn thi công. Cuối cùng cần có một biên bản nghiệm thu đánh giá tổng thể toàn khối bê tông đã đổ.

8. Ghi chép và lưu giữ hồ sơ

8.1. Toàn bộ diễn biến của quá trình thi công và nghiệm thu công trình cần được ghi chép đầy đủ dưới dạng biên bản xác nhận các bên hoặc sổ nhật ký công trình.

8.2. Các tài liệu bao gồm: Bản vẽ thiết kế, bản vẽ hoàn công, phiếu kiểm tra chất lượng, biên bản nghiệm thu giữa các bên, nhật ký công trình cần được chủ đầu tư lưu giữ cẩn thận để sử dụng lâu dài./.

QUYẾT ĐỊNH của Bộ trưởng Bộ Xây dựng số 10/2004/QĐ-BXD ngày 10/5/2004 về việc ban hành Tiêu chuẩn xây dựng Việt Nam TCXD VN 311: 2004 “Phụ gia khoáng hoạt tính cao dùng cho bê tông và vữa: Silicafume và tro trấu nghiền mịn”.

BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG

Căn cứ Nghị định số 36/2003/NĐ-CP

ngày 04/4/2003 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Xây dựng;

Căn cứ Biên bản số 114/BXD-KHCN ngày 23/9/2003 của Hội đồng Khoa học kỹ thuật chuyên ngành nghiệm thu tiêu chuẩn “Microsilica dùng cho bê tông và vữa” - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử”;

Xét đề nghị của Viện trưởng Viện Khoa học công nghệ xây dựng tại Văn bản số 973/VKH-KHKT ngày 18/3/2004 và Vụ trưởng Vụ Khoa học Công nghệ,

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Quyết định này 01 Tiêu chuẩn xây dựng Việt Nam TCXD VN 311: 2004 “Phụ gia khoáng hoạt tính cao dùng cho bê tông và vữa: Silicafume và tro trấu nghiền mịn”.

Điều 2. Quyết định này có hiệu lực sau 15 ngày, kể từ ngày đăng Công báo.

Điều 3. Chánh Văn phòng Bộ, Vụ trưởng Vụ Khoa học Công nghệ, Viện trưởng Viện Khoa học công nghệ xây dựng và Thủ trưởng các đơn vị có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Quyết định này./.

BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG

Nguyễn Hồng Quân

TIÊU CHUẨN XÂY DỰNG VIỆT NAM TCXDVN 311: 2004

PHỤ GIA KHOÁNG HOẠT TÍNH CAO DÙNG CHO BÊ TÔNG VÀ VỮA: SILICAFUME VÀ TRO TRẤU NGHIÊN MỊN

Highly Activity Pozzolanic Admixtures
for concrete and mortar:
Silicafume and Rice Husk Ash

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử cho silicafume và tro trấu nghiền mịn sử dụng làm phụ gia cho bê tông và vữa dùng xi măng poóc lăng.

2. Định nghĩa

- Silicafume (SF) - Vật liệu rất mịn chứa oxit silic vô định hình, thu được của quá trình sản xuất silic và hợp kim silic bằng hồ quang.

- Tro trấu nghiền mịn (RHA) - Sản phẩm thu được sau khi nghiền mịn tro, do đốt trấu ở chế độ hoạt hóa phù hợp.

3. Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 4787 : 2002. Xi măng - Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.

TCVN 7131 : 2002. Đất sét - Phương pháp thử xác định thành phần hóa.

TCVN 6016 : 1995. Xi măng - Phương pháp thử xác định độ bền.

TCVN 2682 : 1999. Xi măng poóc lăng - Yêu cầu kỹ thuật.

TCVN 4506 : 1987. Nước cho bê tông và vữa - Yêu cầu kỹ thuật.

TCVN 141 : 1986. Xi măng - Phương pháp phân tích hóa học.

TCVN 341 : 1986. Cát xây dựng - Phương pháp xác định độ ẩm.

TCVN 1770 : 1986. Cát xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật.

4. Yêu cầu kỹ thuật

4.1. Các yêu cầu về hóa lý

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

Bảng 1. Các yêu cầu về hóa lý của SF và RHA

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu	
	SF	RHA
SiO ₂ , %, không nhỏ hơn	85,0	85,0
Độ ẩm, %, không lớn hơn	3,0	3,0
Lượng mất khi nung, %, không lớn hơn	6,0	3,0

4.2. Các yêu cầu cơ lý

SF và RHA phải thỏa 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 yêu cầu	
	SF	RHA
Lượng sót trên sàng 45 μm ⁽¹⁾ , %, không lớn hơn Max: 10,0 Trung bình: 5,0	10,0	Không xác định
Chỉ số hoạt tính đối với xi măng so với mẫu đối chứng, ở 7 ngày tuổi, %, không nhỏ hơn	85,0	85,0
Bề mặt riêng ⁽²⁾ , m ² /g, không nhỏ hơn	12	30

Chú thích: ⁽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 tiêu chuẩn TCVN 4787 : 2002 với những bổ sung sau đây:

- Đối với một lô hàng nhỏ (SF ≤ 20T; RHA ≤ 5T), lấy 3 mẫu đơn.

- Đối với lô hàng lớn (SF > 20T; RHA > 5T), 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.
- Mẫu hỗn hợp được lấy ít nhất 10 kg từ 10 mẫu đơn gộp lại.

5.2. Xác định tính chất hóa lý.

5.2.1. Xác định độ ẩm:

Thực hiện theo tiêu chuẩn TCVN 341: 1986.

5.2.2. Xác định lượng mất khi nung:

Thực hiện theo tiêu chuẩn TCVN 141: 1986.

5.2.3. Xác định hàm lượng SiO₂:

Hàm lượng SiO₂ được xác định theo tiêu chuẩn TCVN 7131: 2002.

5.3. Xác định các chỉ tiêu cơ lý.

5.3.1. Xác định lượng sót trên sàng 45 μm:

Thực hiện theo Phụ lục A.

5.3.2. Độ mịn xác định bằng phương pháp hấp phụ ni tơ (BET):

Thực hiện theo Phụ lục B.

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

Vật liệu dùng cho thí nghiệm:

- Xi măng: Dùng loại xi măng poóc lăng thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 2682: 1999.

- Cát: Là cát tiêu chuẩn thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 1770: 1986.

- Nước trộn: Nước phải thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 4506: 1987.

Chỉ số hoạt tính được thực hiện theo TCVN 6016: 1995 với những bổ sung sau:

- Xác định giới hạn bền nén sau 7 ngày đêm.

- Cấp phối mẫu đối chứng và mẫu chứa phụ gia thử nghiệm được lấy theo bảng 3.

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	1375	1375
Nước	Đạt độ xòe 110 ± 5%	Đạt độ xòe 110 ± 5%

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

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

Trong đó I: Là chỉ số hoạt tính cường độ đối với xi măng, %;

R₀: Là giới hạn bền nén của mẫu đối chứng, daN/cm²;

R₁: Là giới hạn bền nén của mẫu chứa phụ gia thử nghiệm, daN/cm².

6. Bao gói, bảo quản

6.1. SF và RHA được bao gói tránh lẫn

dị vật và có nhãn rõ ràng. Trên nhãn ghi rõ tên nhà sản xuất, tên thương mại, loại phụ gia, khối lượng, ngày tháng 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

ASTM C430-96 TIÊU CHUẨN THÍ NGHIỆM XÁC ĐỊNH ĐỘ MỊN CỦA XI MĂNG BẰNG SÀNG 45µm (NO. 325)

A.1. Phạm vi áp dụng

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

A.1.2. Các giá trị đo theo đơn vị 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 tham khảo

ASTM E11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes

ASTM E161 Specification for Precision Electroformed Sieves (Square Opening Series)

ASTM E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods.

A.3. Thiết bị

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 12mm, 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 45µm, 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.

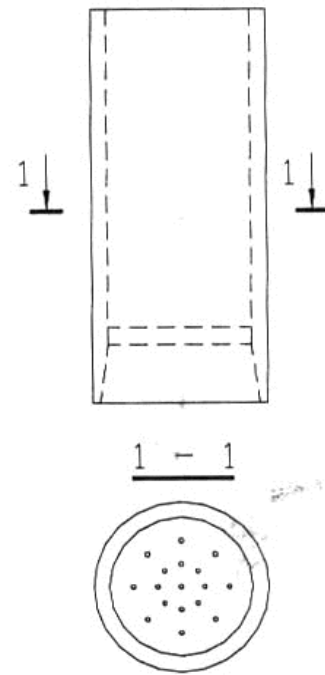
Mặt sàng bằng lưới thép dệt phải được lắp vào khuôn sàng chắc chắn, không cong vênh hoặc gấp nếp. Với sàng chế tạo bằng phương pháp hàn mặt sàng vào khung sàng, mỗi hàn phải được làm nhẵn nhằm tránh sự dính bám của xi măng. Với sàng lắp ghép cần phải kẹp chặt, khít mặt sàng với khung sàng nhằm tránh 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 gấp 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 17,5mm với một lỗ khoan ở tâm theo chiều dọc trục, một hàng tám lỗ trung gian bố trí theo đường tròn đường kính 6mm với góc nghiêng 5° từ tâm tới tâm so với chiều dọc trục. Một hàng tám lỗ phía ngoài bố trí theo đường tròn đường kính 11mm với góc nghiêng 10° từ tâm tới tâm so với chiều dọc trục. Đường kính của các lỗ khoan 0,5mm. Vòi phun phải được kiểm tra định kỳ 6 tháng/lần bằng cách thử trên mẫu xi măng, phải đảm bảo tốc độ chảy $1.500 \div 3.000\text{g/phút}$ dưới áp lực $69 \pm 3\text{kPa}$.



Hình A.1. Cấu tạo của vòi phun

A.3.3. Đồng hồ áp lực.

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

A.4. Kiểm tra sàng.

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

Ví dụ:

- Lượng sót theo quy định trên sàng $45\mu\text{m}$ của mẫu No.114: 12,2%
- Lượng sót tính cho 1g mẫu No.114: 0,122g
- Lượng sót trên sàng theo thực tế: 0,093g

Sự chênh lệch = 0,029g

Sai số của sàng = $0,029/0,093 \times 100 = 31,18 = 31,2\%$.

A.5. Quy trình thử.

Cân chính xác 1g mẫu thử bằng cân phân tích và đặt vào trong sàng (sàng phải sạch và khô). Làm ẩm kỹ mẫu thử bằng phun nước nhẹ. Chuyển sàng và mẫu thử ra khỏi thiết bị phun, điều chỉnh áp lực trên vòi phun ở mức $69 \pm 4\text{kPa}$. Lắp sàng vào vị trí bên dưới vòi phun và tiến hành phun trong 1 phút, trong quá trình phun sàng được xoay vòng theo phương ngang với tốc độ 1 vòng/giây. Đáy của vòi phun đặt sâu trong sàng 12mm. Khi kết thúc quá trình phun, tháo sàng ra khỏi thiết bị phun, rửa lại 1 lần bằng 50ml 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 0,0005g.

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 150W), trong bồn chứa dung dịch tẩy thích hợp. Quá trình rửa phải đủ lâu (10 - 15 phút ở nhiệt độ phòng) nhằm tẩy 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. Tính toán.

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

$$F = R_c \quad (\text{A.1})$$

Trong đó:

- F: Độ mịn của xi măng xác định theo lượng sót trên sàng $45\mu\text{m}$, %

- 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 $45\mu\text{m}$, g

- C: Thông số hiệu chỉnh xác định theo mục 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 được 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. 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 được 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.114, kết quả của phương pháp này bao gồm cả sai số do sàng.

Phụ lục B

ASTM D5604 - 96. XÁC ĐỊNH BỀ MẶT RIÊNG OXIT SILIC BẰNG PHƯƠNG PHÁP HẤP PHỤ NITƠ LỚP ĐƠN PHÂN TỬ (B.E.T)

B.1. Phạm vi áp dụng

B.1.1. Phương pháp thí nghiệm này dùng để đo diện tích bề mặt của ô xít

silic dạng rắn bằng 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 10 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 tham khảo

- ASTM D 1799 Practice for Carbon Black - Sampling Packaged Shipments
- ASTM D 1900 Practice for Carbon Black - Sampling Bulk Shipments
- ASTM D 1993 Test Method for Precipitated Silica - Surface Area by Multipoint BET Nitrogen Adsorption.

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.

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

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 $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$. 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 $\leq 10^{-5}\text{cm}^3/\text{phút}$.

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 $\pm 0,067\text{ kPa}$ ($\pm 0,5\text{ mmHg}$).

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

B.4.7. Lọ thủy tinh, các lọ thủy tinh nhỏ (30cm^3) có nắp đậy đựng mẫu sấy trong lò.

B.4.8. Thiết bị điều nhiệt, có khả năng duy trì nhiệt độ $160 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

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. Nitơ lỏng, độ tinh khiết 98% hay cao hơn.

B.5.3. Khí Nitơ có độ tinh khiết cực cao, là các nguồn khí Nitơ 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 oxit silic. Việc lấy mẫu có thể thực hiện theo ASTM D1799 hoặc ASTM D1900.

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 mục 4.4 và 4.5) vào thiết bị. Tiến hành hút khí khỏi thiết bị, ống nối và tất cả các đầu đo của thiết bị xuống $\leq 2,7\text{ Pa}$ ($20\mu\text{mHg}$).

B.7.2. Kiểm tra mức độ hoạt động chính

xác của các đầu đo áp suất. Điều chỉnh nếu cần thiết.

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

B.7.4. Lau kỹ và sấy khô một ống đựng mẫu. Nối ống đựng mẫu với máy hút chân không và hút tới khi đạt $2,7 \text{ Pa}$ ($20 \text{ } \mu\text{mHg}$). 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 $0,4 \text{ Pa}$ ($3 \text{ } \mu\text{mHg}$)/phút.

B.7.5. Kiểm tra mức độ hấp phụ khí của ống không chứa mẫu ở $0,30 \pm 0,01 \text{ P/P}_0$ với P_0 là áp suất khí quyển ở $101,3 \text{ kPa}$ (760 mmHg), sau đó kiểm tra mức độ hấp phụ khí của ống chứa 1g mẫu chuẩn.

B.7.6. Thể tích khí bị hấp phụ đối với ống không chứa mẫu, tốt nhất là bằng không. Giá trị sai số cho phép $\leq 0,125 \text{ cm}^3$ 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 nước cất. Đo nhiệt độ nước để biết tỷ trọng nhằm xác định chính xác thể tích nước chứa trong bình. Cần phải nhúng dụng cụ trong nước sôi để khử khí

hoàn toàn. Lập lại quá trình này cho tới khi thể tích đo được với sai số $\leq \pm 0,1\%$. Đổ bỏ nước và sấy khô hoàn toàn dụng cụ này qua đêm trong lò chân không ở $70^\circ \pm 5^\circ\text{C}$.

B.7.9. Nối dụng cụ đo thể tích vào máy hút chân không, mở van và hút chân không đến khi áp suất đạt dưới $2,7 \text{ Pa}$ ($20 \text{ } \mu\text{mHg}$). 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 được duy trì dưới $2,7 \text{ Pa}$ ($20 \text{ } \mu\text{mHg}$) với mức tăng áp do rò rỉ không khí nhỏ hơn $0,4 \text{ Pa}$ ($3 \text{ } \mu\text{mHg}$)/phút. 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 tinh. Bình đo thể tích được đặt trong hộp kín và được lèn chặt bằng nước đá. Tiến hành thử mẫu ở áp suất $0,30 \pm 0,01 \text{ P/P}_0$. Sử dụng 1g mẫu chuẩn, P_0 là $101,3 \text{ kPa}$ (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 được xác định theo công thức sau:

$$V = (P/760)V_v = (P/P_0) (P_0/760) V_v, \text{ cm}^3 \quad (\text{B.1})$$

Trong đó:

- P/P_0 là quan hệ áp suất tương đối tại điểm cân bằng.

- V_v là thể tích bên trong được xác định bằng đo như trong mục 7.8.

B.8. Quá trình chuẩn bị mẫu thí nghiệm

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

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

B.8.3. Cân một lượng mẫu ôxit silic cần thí nghiệm (mẫu được sấy khô như 8.1) sao cho mẫu có diện tích bề mặt ứng với khoảng 50 m^2 . Ghi lại khối lượng bao gồm cả ống, mẫu và nút.

B.8.4. Nối ống đựng mẫu có chứa ôxit 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 $160 \pm 5^{\circ}\text{C}$ trong vòng 30 phút hay lâu hơn để giữ và duy trì áp suất thấp hơn 1,3 Pa (10 mmHg).

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

B.8.8. Chuyển sang mục 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 THỞI

B.9. Thiết bị

B.9.1. Thiết bị hấp phụ khí thổi, với bình kín có nắp đậy và các phụ tùng khác cần cho quá trình tiến hành thí nghiệm.

B.9.2. Lò, dạng chân không, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$, áp suất nhỏ hơn 13 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 $\leq 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{phút}$.

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

B.9.5. Các lọ thủy tinh, các lọ thủy tinh nhỏ (30 cm^3) có nắp đậy để đậy các mẫu sấy trong lò.

B.9.6. Thiết bị điều nhiệt, có khả năng duy trì nhiệt độ $160 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

B.9.7. Các ống bơm, có thể tích chính xác là 1 cm^3 và 5 cm^3 .

B.10. Hóa chất thí nghiệm

B.10.1. Nước, sử dụng nước cất.

B.10.2. Nitơ lỏng, độ tinh khiết 98% hay cao hơn.

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

B.10.4. Các hệ thống khí thổi sử dụng hỗn hợp heli và nitơ chứa $\pm 0,25\%$ nitơ hoặc lớn hơn.

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

B.11.1. Đối với hỗn hợp heli-nitơ đáp ứng áp suất yêu cầu P/P^0 theo quy định là $0,30 \pm 0,01$, thực hiện các bước sau:

B.11.1.1. Tạo một dòng hỗn hợp khí ổn

định 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 giây. 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 Ni tơ, được tính theo công thức sau:

$$[(1 \text{ cm}^3) (\text{Pa}/101,3) (273,15/\text{Ta})], \text{ cm}^3 \quad (\text{B.2})$$

Trong đó: Pa, Ta - Tương ứng là áp suất và nhiệt độ đo được

Điều chỉnh chỉ số máy phân tích và lập 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 loại 5 cm^3 bằng nitơ tinh khiết và lập lại quá trình như mục 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 11.1.4 với sai số $\pm 1\%$.

$$[(5 \text{ cm}^3) (\text{Pa}/101,3) (273,15/\text{Ta})], \text{ cm}^3 \quad (\text{B.3})$$

Nếu sai số từ 1% đến 5%, điều chỉnh chỉ số máy phân tích và lập 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 ôxít silic.

B.12. Quá trình chuẩn bị mẫu

B.12.1. Nếu mẫu có độ ẩm $\geq 6\%$, cần sấy khô ở 110°C 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, bao gồm cả nút.

B.12.3. Cân một lượng mẫu ôxít silic cần thí nghiệm sao cho mẫu chứa khoảng 10 m^2 diện tích bề mặt. Ghi lại khối lượng bao gồm cả ống đựng, mẫu và nút.

B.12.4. Nối ống đựng mẫu có chứa ôxít silic vào 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 $160 \pm 5^\circ\text{C}$ trong vòng 30 phút hoặc lâu hơn.

B.12.7. Tắt nguồn nhiệt và để mẫu nguội bằng nhiệt độ phòng.

B.12.8. Chuyển sang mục 13 và tiến hành những bước tiếp theo.

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 heli từ cùng một bình chứa duy nhất.

B.14. Tính toán 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 cần biết các tính toán được thực hiện theo trình tự 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 đo chính xác đến $\pm 0,0001$ g.

B.14.2. Bề mặt riêng của mẫu:

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

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

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:

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

Trong đó:

- P: là áp suất cân bằng trên mẫu, kPa

- P_0 : là 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

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./.

QUYẾT ĐỊNH của Bộ trưởng Bộ Xây dựng số 11/2004/QĐ-BXD ngày 11/5/2004 về việc chuyển Công ty Khảo sát và xây dựng thành Công ty trách nhiệm hữu hạn một thành viên.

BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG

Căn cứ Nghị định số 36/2003/NĐ-CP ngày 04/4/2003 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Xây dựng;

Căn cứ Luật Doanh nghiệp được công bố theo Lệnh số 05/L-CTN ngày 26/6/1999 của Chủ tịch nước Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam;