

## Cốt liệu bê tông

### Phương pháp hóa học xác định khả năng phản ứng kiềm - silic

*Concrete aggregates - Chemical test method for potential alkali - silica reactivity*

#### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hóa học để xác định khả năng phản ứng của cốt liệu với kiềm natri và kali trong bê tông xi măng pooc lăng.

Tiêu chuẩn này chỉ áp dụng cho các loại cốt liệu chứa silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ ).

#### 2. Tiêu chuẩn trích dẫn

- TCVN 337 : 1986 Cát xây dựng - Phương pháp lấy mẫu.
- TCVN 342 : 1986 Cát xây dựng - Phương pháp xác định thành phần hạt và modul độ lớn.
- TCVN 1772 : 1987 Đá dăm, sỏi và sỏi dăm dùng trong xây dựng - Phương pháp thử.
- TCVN 4851 : 1989 Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm.
- ASTM C 227 - 90 Test Method for Potential Alkali Reactivity of Cement Aggregate Combinations (Mortar Bar Method).
- ASTM C 295 - 90 Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete.
- ASTM C 342 - 90 Test Method for Potential Volume change of Cement Aggregates Combinations.
- ASTM C 586 - 92 Test Method for Potential Alkali Reactivity of Carbonate Rocks for Concrete Aggregates (Rock Cylinder Method).

#### 3. Quy định chung

- 3.1. Nước dùng trong quá trình thử nghiệm là nước cất theo TCVN 4851 : 1989.
- 3.2. Hóa chất dùng trong thử nghiệm có độ tinh khiết không thấp hơn "tinh khiết phân tích" (TKPT).
- 3.3. Hóa chất pha loãng theo tỉ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn.  
Ví dụ : HCl (1 + 2) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc trộn đều với 2 thể tích nước cất.
- 3.4. Mỗi loại cốt liệu được chuẩn bị thành một mẫu thử. Thí nghiệm được tiến hành song song trên ba lượng cân của mẫu thử và một thí nghiệm trắng để xác định độ giảm khối.

Chênh lệch giữa các kết quả thử xác định song song so với trung bình số học của chúng phải nằm trong giới hạn cho phép. Nếu vượt phải tiến hành thử lại.

**4. Thiết bị**

- 4.1. Cân kĩ thuật có độ chính xác tới 0,01g.
- 4.2. Cân phân tích có độ chính xác tới 0,0002g.
- 4.3. Tủ sấy có quạt gió và bộ phận tự ngắt nhiệt độ đến 200°C.
- 4.4. Lò nung có bộ phận tự ngắt nhiệt độ đến 1100°C.
- 4.5. Búa, cối chày đồng hoặc gang để đập và nghiền cốt liệu.
- 4.6. Sàng tiêu chuẩn theo TCVN 342 : 1986 có kích thước mắt sàng 5 ; 0,315 ; 0,14 mm hoặc các sàng có kích thước mắt sàng 4,75 ; 0,3 ; 0,15 mm.
- 4.7. Bình phản ứng bằng thép không gỉ hoặc bằng polyetylen (không bị biến dạng và không phản ứng với hóa chất thử nghiệm ở 80°C). Bình có dung tích 75 + 100 ml và có nắp đậy giữ kín khí (xem hình 1).
- 4.8. Bình điều nhiệt giữ nhiệt  $80 \pm 1^\circ\text{C}$  ổn định trong 24 giờ.
- 4.9. Máy hút chân không.
- 4.10. Bình lọc có nhánh hút chân không.
- 4.11. Bếp cách thủy, bếp điện.
- 4.12. Chén bạch kim.
- 4.13. Chén sứ.
- 4.14. Giấy lọc định lượng không tro :
  - Chảy nhanh, đường kính lỗ trung bình  $20\mu\text{m}$ .
  - Chảy trung bình, đường kính lỗ trung bình  $7\mu\text{m}$ .

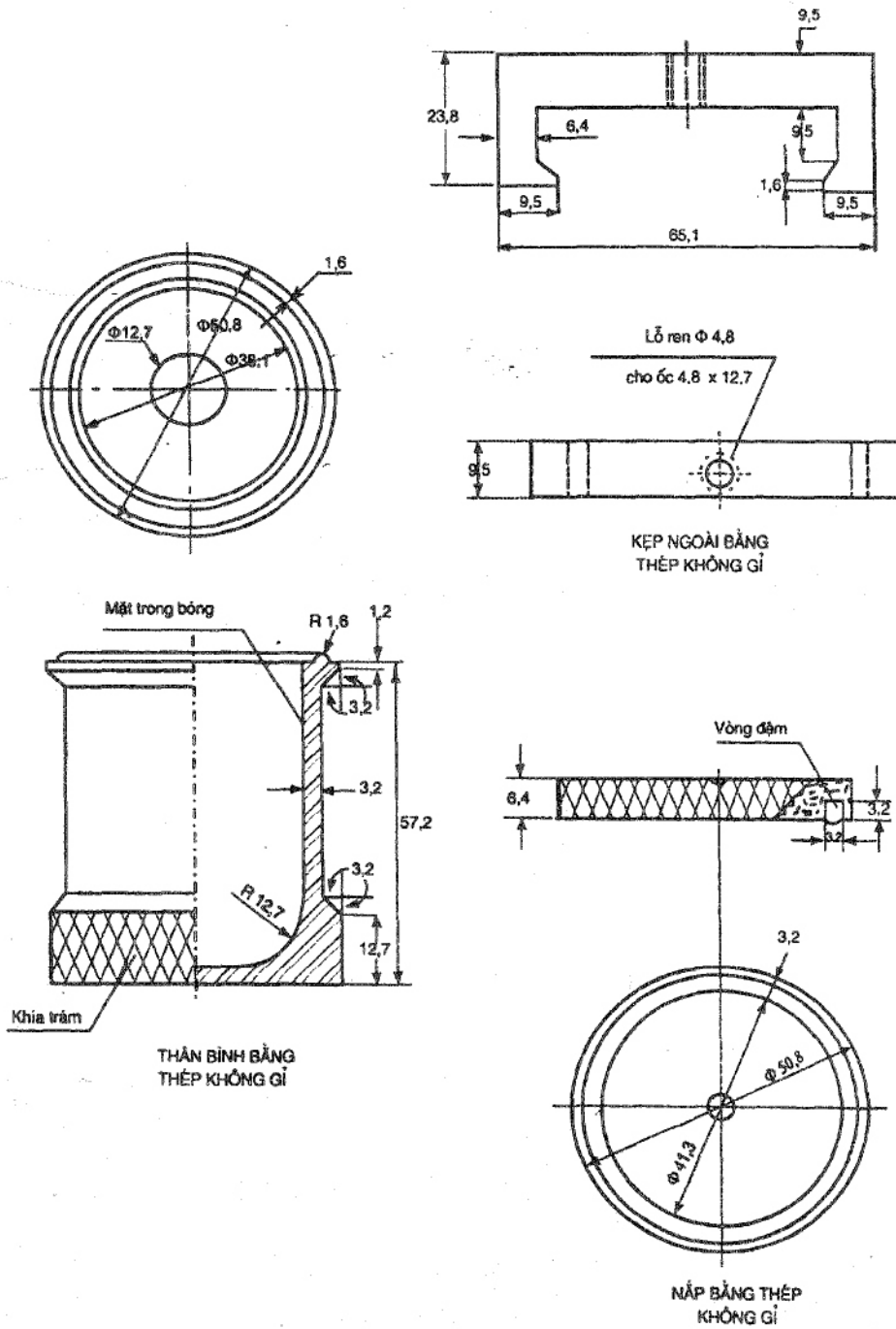
**5. Hóa chất**

- 5.1. Axit clohydric HCl ( $d = 1,19$ ) (TKPT).
- 5.2. Axit clohydric HCl tiêu chuẩn (0,05N).
- 5.3. Dung dịch axit clohydric HCl (1 + 1).
- 5.4. Axit flohydric HF ( $d = 1,12$  ; 38 - 40%) (TKPT).
- 5.5. Dung dịch natri hydroxit NaOH 1N. Hòa tan 40 gam NaOH rắn vào nước cất và định mức đến 1000ml lắc đều.
- 5.6. Chỉ thị phenolphthalein : Hòa tan 1 gam phenolphthalein trong 100ml dung dịch etanol (1 : 1).
- 5.7. Axit sunfuric  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d = 1,84$ ) (TKPT).

**6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

**6.1. Lấy mẫu**

Lấy các mẫu cục bộ gộp thành mẫu trung bình theo TCVN 337 : 1986 cho cát, theo TCVN 1772 : 1987 cho đá (sỏi). Từ mẫu trung bình rút gọn để lấy ra khối lượng mẫu như sau :



Hình 1 : Bình phân ứng

- Cát : 0,5kg dưới sàng 5mm.
- Đá (sỏi) : theo bảng 1 tùy theo cỡ hạt hoặc đường kính hạt cốt liệu lớn nhất.

**Bảng 1. Khối lượng mẫu**

Đường kính hạt lớn nhất, mm	10	20	40	70
hoặc cỡ hạt, mm	(5 + 10)	(10 + 20)	(20 + 40)	(40 + 70)
Khối lượng mẫu, kg	0,5	1,0	10,0	30,0

*Chú thích : Đá nguyên khai hoặc đá có cỡ hạt trên 70mm lấy 13 + 15 tầng đập nhỏ thành cỡ hạt 40 + 70mm và rút gọn thành khối lượng mẫu 30kg.*

**6.2. Chuẩn bị mẫu thử**

- 6.2.1. Từ mẫu đá (sỏi) có cỡ hạt lớn hơn hoặc bằng 5mm dùng búa đập nhỏ thành các hạt có cỡ đúng trước nó, trộn đều, rút gọn theo các tiêu chuẩn ghi ở mục 6.1 về khối lượng cỡ hạt theo bảng 1. Tiếp tục đập nhỏ và rút gọn cho tới khi nhận được 0,5 kg mẫu cỡ hạt nhỏ hơn 5mm.
- 6.2.2. Chia 0,5 kg cát hoặc đá (sỏi) đã chuẩn bị ra hai phần bằng nhau : 0,25 kg làm mẫu lưu ; 0,25 kg để làm mẫu thử.
- 6.2.3. Cho 0,25 kg mẫu vào cối tán nhỏ, sàng lấy ra khoảng 100g cỡ hạt 0,14 + 0,315mm hoặc 0,15 + 0,3mm. Để mẫu trên sàng 0,14 hoặc 0,15mm, cho nước vòi chảy qua rửa sạch bụi bẩn. Sau đó đưa mẫu ra khay, sấy ở nhiệt độ  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Để nguội mẫu đã sấy khô trong bình hút ẩm, sàng loại các hạt nhỏ hơn 0,14 hoặc 0,15mm một lần nữa, nhận được mẫu thử.

**7. Tiến hành thử**

**7.1. Nguyên tắc thử**

Khả năng phản ứng kiềm - silic của cốt liệu được xác định trên cơ sở :

- Xác định hàm lượng silic dioxit hòa tan ( $S_c$ ).
- Xác định độ giảm kiềm ( $R_c$ ).

**7.2. Thực hiện phản ứng**

- 7.2.1. Với mỗi mẫu thử dùng bốn bình phản ứng. Cân ba lượng 25g (chính xác đến 0,0002g) từ mẫu thử đã chuẩn bị theo mục 6.2.3 cho vào ba bình phản ứng và dùng pipet thêm 25ml dung dịch NaOH 1N vào mỗi bình. Cho 25ml NaOH 1N vào bình thứ tư để làm mẫu trắng. Xoay nhẹ bình vài lần đuổi bọt khí thoát ra. Đậy nắp, xiết bulông làm kín nắp và miệng các bình.
- 7.2.2. Đặt các bình phản ứng vào bình điều nhiệt hoặc tủ sấy có nhiệt độ ổn định  $80 \pm 1^{\circ}\text{C}$ . Sau  $24 \pm 1/4$  giờ lấy các bình ra, làm nguội trong  $15 \pm 2$  phút bằng vòi nước chảy có nhiệt độ dưới  $30^{\circ}\text{C}$ .
- 7.2.3. Sau khi làm nguội, mở nắp từng bình, lọc tách dung dịch khỏi cặn không tan bằng bình lọc có gắn bơm hút chân không và giấy lọc loại chảy nhanh. Dung dịch lọc được thu vào các ống nghiệm khô dung tích 35 + 50ml. Quá trình lọc được thực hiện như sau :

- Mở bơm hút chân không, không khuấy bình phản ứng rót từng lượng nhỏ dung dịch từ bình phản ứng theo đĩa thủy tinh lên phễu lọc cho đến hết. Ngắt chân không, dùng đĩa thủy tinh nhẹ nhàng gạt hết các hạt cặn không tan lên giấy lọc. Sau đó tạo lại chân không bình lọc tới áp lực khoảng 38mmHg (51kPa), tiếp tục lọc dung dịch tới khi không quá 1 giọt chảy qua giấy lọc trong thời gian 10 giây. Ghi tổng thời gian lọc dưới chân không và kết thúc quá trình lọc tại đây. Giữ lại dung dịch lọc.

*Chú thích :*

- Không rửa cặn trên giấy lọc, cố gắng duy trì lọc ba lượng mẫu từ ba bình trong khoảng thời gian gần tương tự nhau.
- Trong trường hợp lọc dung dịch loãng có thể lọc bình thường, không cần hút chân không.

7.2.4. Tiến hành lọc mẫu trắng theo trình tự, dưới áp lực chân không và với thời gian như làm với bình chứa mẫu thử ở 7.2.3.

*Chú thích :* Nếu mẫu thử ở 7.2.3 lọc bình thường thì mẫu trắng cũng lọc bình thường.

7.2.5. Ngay sau khi lọc xong, lắc đều phần dung dịch lọc để tạo đồng nhất, dùng pipet lấy 10ml dung dịch lọc pha loãng bằng nước cất đến mức 200ml trong bình định mức.

7.2.6. Lấy 10ml dung dịch mẫu trắng và cũng pha loãng bằng nước cất tới 200ml trong bình định mức.

7.2.7. Dung dịch pha loãng này được dùng để xác định  $\text{SiO}_2$  hòa tan và độ giảm kiềm. Nếu thí nghiệm không được tiến hành trong vòng 4 giờ sau khi lọc phải chuyển dung dịch sang bình polyetylen sạch, khô và đóng bình bằng nắp kín để bảo quản.

7.3. Xác định silic dioxit hòa tan bằng phương pháp khối lượng

7.3.1. Lấy 100ml dung dịch đã pha loãng (7.2.5) bằng pipet cho vào chén sứ, thêm 5-10ml axit clohydric đặc ( $d = 1,19$ ) và cô cho đến khô trên bếp cách thủy hoặc bếp cách cát, sau khi mẫu đã khô tiếp tục cô đến khô kiệt thêm khoảng 45-60 phút nữa. Sau đó thêm 10-20ml HCl (1 + 1) lên phần khô và đun tiếp 10 phút trên bếp cách thủy. Pha loãng dung dịch bằng 10 + 20ml nước cất nóng. Lọc ngay qua giấy lọc chảy trung bình. Dùng nước cất nóng rửa chén sứ và phần cặn trên giấy lọc đến hết ion clorua trong nước rửa (thử bằng dung dịch  $\text{AgNO}_3$ , 0,5%, nếu nước lọc vẫn trong là được). Giữ lại giấy lọc và phần cặn.

7.3.2. Chuyển giấy lọc có cặn vào chén bạch kim, sấy và đốt cháy giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ  $1000 \pm 50^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi  $g_1$  ( $g_1$  là lượng  $\text{SiO}_2$  thu được còn chứa tạp chất).

7.3.3. Tẩm ướt chén bằng vài giọt nước, thêm 1 giọt axit sunfuric  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đặc và 10ml axit flohydric đậm đặc, cô trên bếp điện đến khô kiệt và ngừng bốc hơi trắng.

Cho chén vào lò nung ở nhiệt độ  $1000 \pm 50^\circ\text{C}$  trong khoảng 2 phút, làm nguội chén trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Khối lượng thu được là  $g_2$  ( $g_2$  là lượng tạp chất chứa trong  $g_1$ ).

7.3.4. Tính kết quả : Hàm lượng  $\text{SiO}_2$  của cốt liệu hòa tan trong dung dịch NaOH 1N được tính theo công thức (1) :

$$S_c = 3330 \times (g_1 - g_2) \quad (1)$$

Trong đó :

$S_c$  - Hàm lượng silic dioxit hòa tan chứa dung dịch gốc (7.2.3), mmol/l.

3330 - Hệ số chuyển đổi lượng  $SiO_2$  hòa tan tính bằng g sang mmol/l

$g_1$  - Lượng  $SiO_2$  trong 100ml dung dịch pha loãng thu được ở (7.3.2),g.

$g_2$  - Lượng tạp chất có trong 100ml dung dịch pha loãng thu được ở (7.3.3), g.

*Chú thích : Có thể xác định hàm lượng silic dioxit hòa tan bằng phương pháp trắc quang (Photometric method).*

#### 7.4. Xác định độ giảm kiềm

7.4.1. Lấy 20ml dung dịch pha loãng (7.2.5) vào bình nón 200ml, thêm 2-3 giọt phenolphthalein và chuẩn độ bằng axit clohydric HCl, 0,05N cho đến khi hết màu đỏ của phenolphthalein. Cũng chuẩn độ như vậy với 20ml dung dịch pha loãng từ mẫu trắng (7.2.6).

7.4.2. Tính kết quả. Độ giảm kiềm được tính theo công thức (2) :

$$R_c = (20N/V_1) \times (V_3 - V_2) \times 1000 \quad (2)$$

Trong đó :

$R_c$  - độ giảm kiềm, mmol/l.

N - nồng độ HCl dùng để chuẩn độ.

$V_1$  - số ml dung dịch pha loãng lấy từ (7.2.5).

$V_2$  - số ml HCl dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu thử.

$V_3$  - số ml HCl dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu trắng.

1000 - hệ số chuyển đổi ml sang lít.

### 8. Đánh giá kết quả

8.1. Thử nghiệm được coi là đạt khi không có giá trị  $R_c$  hoặc  $S_c$  thử trên lượng mẫu riêng biệt nào sai lệch quá trung bình số học của ba giá trị kết quả thử :

- 12mmol/l khi giá trị trung bình nhỏ hơn hoặc bằng 100mmol/l.
- 12% khi giá trị trung bình lớn hơn 100mmol/l.

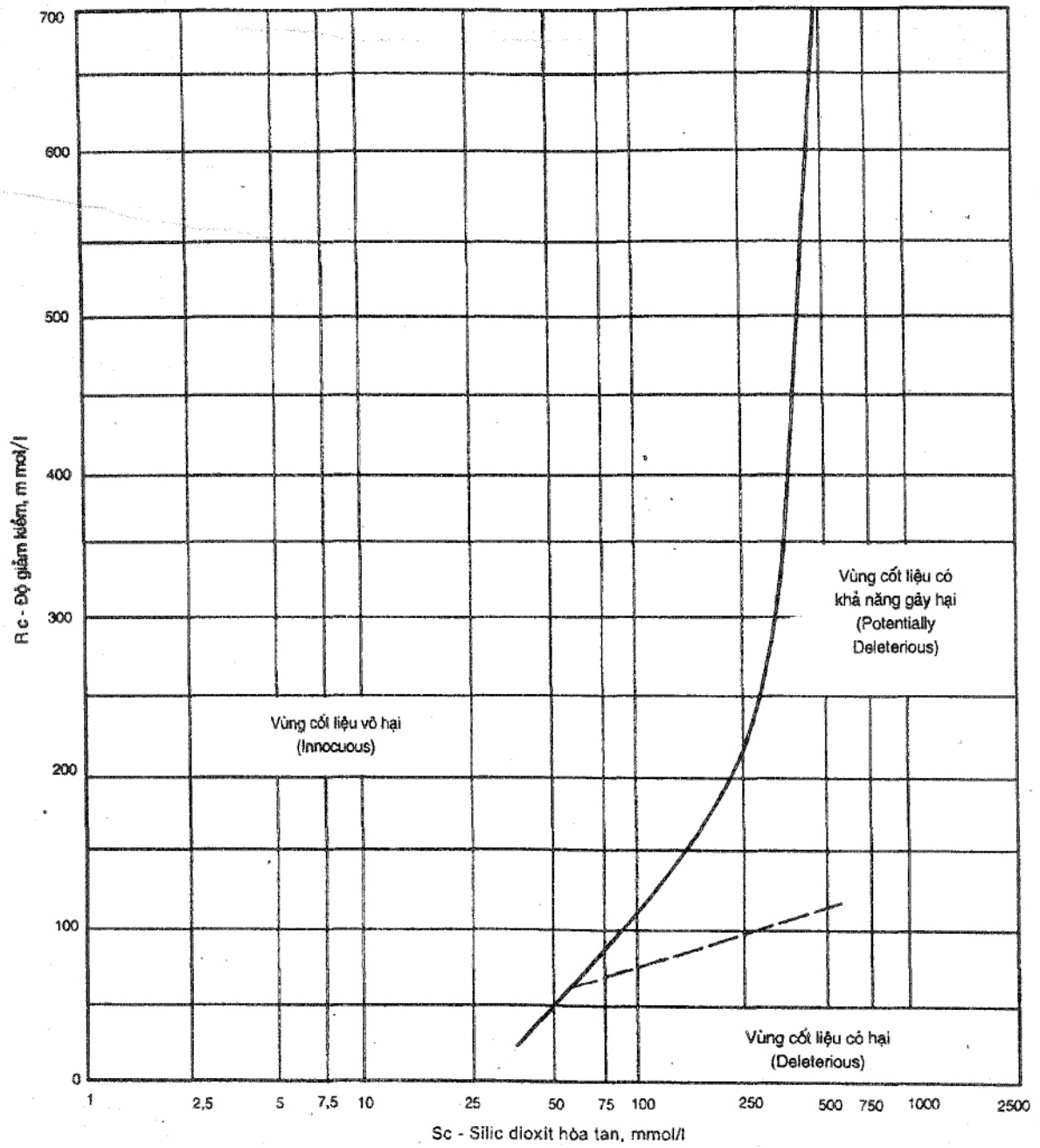
8.2. Dựng ba điểm từ ba cặp kết quả thử nghiệm  $R_c$ ,  $S_c$  lên giản đồ hình 2.

*Chú thích : Giản đồ hình 2 được xây dựng khi dùng xi măng có tổng lượng kiềm là 1,38% với cốt liệu tạo thành vữa có độ nở lớn hơn 0,1% trong 1 năm và thanh vữa có độ nở nhỏ hơn 0,1% trong 1 năm trong điều kiện thí nghiệm như nhau.*

8.3. Khả năng phản ứng kiềm - silic của cốt liệu thử theo phương pháp hóa học được đánh giá như sau :

8.3.1. Vô hại (Innocuous) : Mức ít làm hư hại kết cấu bê tông.

Khi cả ba điểm kết quả thử nghiệm đều nằm trên vùng cốt liệu vô hại tức ở phía trái đường cong vẽ nét liền trên giản đồ hình 2.



Hình 2 : Giản đồ phân vùng khả năng phản ứng kiềm - silic của cốt liệu.

8.4.2. Có hại (Deleterious) : Mức làm hư hại nhiều tới kết cấu bê tông.

Khi một trong ba điểm kết quả thử nghiệm nằm trên vùng cốt liệu có hại tức phía phải đường cong vẽ nét liền và phía dưới đường thẳng nét đứt trên giản đồ hình 2.

8.4.3. Có khả năng gây hại (potentially deleterious) : Mức trung bình về khả năng gây hại kết cấu bê tông.

Khi một trong ba điểm kết quả thử nghiệm nằm ở vùng cốt liệu có khả năng gây hại tức phía phải đường cong vẽ nét liền và phía trên đường thẳng nét đứt, kể cả các điểm nằm trên đường cong và nét đứt.

*Chú thích :*

- 1) Phương pháp hóa học xác định khả năng phản ứng kiềm - silic là phương pháp nhanh, với cốt liệu cho kết quả nằm ở vùng vô hại thì có thể yên tâm sử dụng. Với cốt liệu nằm ở vùng khác của giản đồ, cần kết hợp thêm các phương pháp thử khác trước khi đưa ra kết luận sử dụng.
- 2) Đối với các loại cốt liệu có chứa nhóm cacbonat của canxi, magiê hoặc sắt như : canxit, dolomit, magnesit hoặc siderit hoặc các silicat của magiê như antigorit (serpentine) có thể làm sai lệch kết quả thử theo tiêu chuẩn này. Cần thử thêm tiêu chuẩn ASTM C 295 - 90 để xác định sự có mặt của các khoáng trên.
3. Đối với cốt liệu thuộc loại có khả năng gây hại (8.4.3) thì nên thử nghiệm bổ sung theo phương pháp thử thanh vữa ASTM C 227-90 hoặc xem xét các dấu hiệu phản ứng kiềm - silic trên các công trình bằng bê tông đã sử dụng chúng để có kết luận tin cậy.
- 4) Đối với các loại cốt liệu cacbonat thì ngoài phản ứng kiềm - silic cốt liệu còn có khả năng gây phản ứng kiềm - cacbonat. Khả năng phản ứng cacbonat với kiềm được thử nghiệm bổ sung để đánh giá theo ASTM C 586-92.

## 9. Biên bản thử

Trong biên bản thử ghi rõ :

- Kí hiệu mẫu.
- Nơi lấy mẫu và nguồn gốc cốt liệu (mô khai thác).
- Tên đơn vị và ngày thử nghiệm.
- Tiêu chuẩn thử nghiệm (số hiệu tiêu chuẩn này).
- Kết quả xác định  $R_c$ ,  $S_c$  của từng lượng mẫu.
- Vị trí các cặp điểm ( $R_c$ ,  $S_c$ ) trên giản đồ hình 2.
- Đánh giá cốt liệu theo phản ứng kiềm - silic.