

Cốt liệu cho bê tông và vữa – Phương pháp thử – Phần 19: Xác định hàm lượng silic oxit vô định hình

*Aggregates for concrete and mortar – Test methods –
Part 19: Determination of amorphous silicate content*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hoá học xác định hàm lượng silic oxit vô định hình tác dụng với kiềm xi măng của cốt liệu cho bê tông và vữa.

2 Tài liệu viện dẫn

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 7572-1 : 2006 Cốt liệu cho bê tông và vữa – Phương pháp thử – Phần 1: Lấy mẫu.

3 Thiết bị và thuốc thử

3.1 Sàng tiêu chuẩn, kích thước mắt sàng 5 mm; 300 µm; 140 µm.

3.2 Cân kỹ thuật, chính xác đến 0,1 %;

3.3 Lò nung với nhiệt độ nung đến 1 100 °C.

3.4 Bình kim loại, làm bằng thép không gỉ.

3.5 Tủ sấy có bộ phận điều khiển nhiệt độ.

3.6 Bếp cách thuỷ.

3.7 Bình định mức, bằng thuỷ tinh, dung tích 20 ml.

3.8 Phễu, chén sứ hoặc chén bạch kim.

3.9 Giấy lọc không tro băng trắng.

3.10 Nước cất, theo TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987), hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.12 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 1 N.

3.13 HCl đặc, $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$.

3.14 Hỗn hợp dung dịch AgNO_3 (trong 100 ml dung dịch có 1 g AgNO_3 và 5 ml HNO_3).

4 Chuẩn bị mẫu thử

Đá nguyên khai hoặc đá dăm (sỏi) được lấy mẫu với khối lượng theo Bảng 1.

Bảng 1 – Khối lượng mẫu đá nguyên khai hoặc đá dăm (sỏi)

Cỡ hạt lớn nhất của cốt liệu, mm	Khối lượng mẫu, kg
10	0,25
20	1,00
40	5,00
70	15,00
Đá nguyên khai	1 kg/1 loại khoáng thể

Mẫu được loại bỏ tạp chất bẩn và được đập nhỏ thành các hạt lọt qua sàng 5 mm, sau đó trộn đều và rút gọn bằng cách chia tư hoặc bằng máng chia mẫu để có đến 250 g.

Tiếp tục đập nhỏ mẫu đã rút gọn trên để lấy 100 g cỡ hạt 0,14 mm – 0,3 mm. Đặt mẫu trong sàng 0,14 mm, rửa sạch bằng tia nước rồi sấy khô đến khối lượng không đổi. Từ đó lấy ra mẫu nhỏ, mỗi mẫu 25 g để thử.

5 Tiến hành thử

Cho vào mỗi bình kim loại bằng thép không gỉ một lượng 25 g mẫu thử và đổ vào bình 25 ml dung dịch NaOH 1 N. Xoay tròn bình vài lần để bọt khí thoát ra, xong đậy nắp đặt bình vào tủ sấy có nhiệt độ $80 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. Sau 24 giờ nhắc bình ra, làm nguội trong 15 phút bằng nước lạnh tới nhiệt độ phòng. Tiếp đó, đem bình lọc qua giấy lọc vào một ống nghiệm khô. Đầu tiên không lắc bình cho dung dịch chảy từ từ theo đũa thuỷ tinh vào phễu đến hết sau đó gắp các chất không hoà tan

ra bỏ lên giấy lọc. Quá trình lọc kết thúc khi dung dịch chảy qua giấy lọc không quá 1 giọt trong thời gian 10 giây (chú ý không rửa cặn trên giấy lọc).

Để tăng nhanh tốc độ lọc có thể dùng bình tam giác có gắn bơm tạo chân không bằng tia nước.

Lắc đều ống nghiệm thu chất lọc để tạo dung dịch đồng nhất; dùng pipét lấy 10 ml dung dịch nước cho vào bình thuỷ tinh 20 ml, đổ nước cất vào đến mức 200 ml rồi lắc đều.

Để xác định lượng silic hoà tan, lấy 100 ml dung dịch mới chế được vào chén sứ, đổ tiếp vào 5 ml đến 10 ml axit clohydric đặc rồi cô cạn trên bếp cách thuỷ. Cô xong làm ẩm cặn trong chén bằng 5 ml axit clohydric trong 5 phút đến 10 phút rồi đổ 100 ml nước cất nóng vào chén, dùng đĩa thuỷ tinh khuấy đều, giữ tiếp 10 phút trên bếp cách thuỷ rồi đem lọc.

Rửa cặn trên giấy lọc bằng nước nóng cho hút axit clohydric (để nhận biết, nhỏ 1 giọt đến 2 giọt dung dịch hỗn hợp $\text{AgNO}_3 + \text{HNO}_3$ vào ít nước rửa qua giấy lọc. Nếu nước vẫn trong là được). Đặt giấy lọc cùng cặn trên nó vào chén sắt, cô cạn trên bếp cách thuỷ rồi đặt vào tủ sấy có nhiệt độ $110\text{ }^\circ\text{C}$ trong 30 phút. Sau đó làm ẩm lại cặn trong chén bằng 5 ml axit clohydric đặc phụ thêm nước rồi đem lọc, rửa lọc trên giấy lọc bằng nước nóng lần nữa cho hết axit clohydric (các nhận biết như nêu trên).

Giấy lọc cùng với cặn nung trong chén bạch kim đã biết trước khối lượng, ở nhiệt độ $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ đến $1\ 100\text{ }^\circ\text{C}$ trong 10 phút, rồi đem cân. Khối lượng cặn trong chén (m) tương ứng là lượng silic dioxit hoà tan trong 100 ml dung dịch.

6 Tính kết quả

Hàm lượng silic oxit vô định hình hoà tan ($\text{SiO}_2_{\text{vdh}}$), tính bằng milimol trong 1 lít dung dịch NaOH, được xác định theo công thức:

$$\text{SiO}_2_{\text{vdh}} = m \times 3\ 300$$

trong đó

m là khối lượng cặn trong chén tương ứng lượng silic dioxit hoà tan trong 100 ml dung dịch.

Kết quả được lấy chính xác đến 0,01 %.

7 Báo cáo thử nghiệm