

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11833:2017

THẠCH CAO PHOSPHO DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT XI MĂNG

Phosphogypsum for cement production

Lời nói đầu

TCVN 11833:2017 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.

THẠCH CAO PHOSPHO DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT XI MĂNG

Phosphogypsum for cement production

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho thạch cao phospho tái chế từ bã thải của quá trình sản xuất add trihydro tetraoxophosphat (H_3PO_4) dùng làm phụ gia điều chỉnh thời gian đông kết cho xi măng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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 cả bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 141:2008 Xi măng - Phương pháp phân tích hóa học;

TCVN 3121-3:2003 Vữa xây dựng - Phương pháp thử - Phần 3 Xác định độ lưu động của vữa tươi (phương pháp bàn dẫn);

TCVN 5438 Xi măng - Thuật ngữ và định nghĩa;

TCVN 6016:2011 (ISO 679:2009) Xi măng - Phương pháp thử- Xác định cường độ;

TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008) Xi măng - Phương pháp thử - Xác định thời gian đông kết và độ ổn định thể tích;

TCVN 7024:2013 Clanhke xi măng poóc lăng;

TCVN 8654:2011 Thạch cao và sản phẩm thạch cao - Phương pháp xác định hàm lượng nước liên kết và hàm lượng sunfua trioxit tổng số;

TCVN 8826:2011 Phụ gia hóa học cho bê tông;

TCVN 9339:2012 Bê tông và vữa xây dựng - Phương pháp xác định pH bằng máy đo pH;

TCVN 9807:2013 Thạch cao dùng để sản xuất xi măng.

3 Thuật ngữ, định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa theo TCVN 5438, TCVN 9807:2013 và các thuật ngữ, định nghĩa sau:

3.1

Thạch cao phospho (Phosphogypsum)

Sản phẩm tái chế từ bã thải quá trình sản xuất add trihydro tetraoxophosphat (H_3PO_4).

3.2

Xi măng đối chứng (Control cement)

Xi măng được chế tạo bằng cách nghiền mịn clanhke xi măng poóc lăng với lượng cần thiết thạch cao tự nhiên.

3.3

Xi măng thí nghiệm (Test cement)

Xi măng được chế tạo bằng cách nghiền mịn clanhke xi măng poóc lăng với lượng cần thiết thạch cao phospho.

4 Yêu cầu kỹ thuật

4.1 Chỉ tiêu kỹ thuật của thạch cao phospho

Thạch cao phospho dùng làm phụ gia điều chỉnh thời gian đông kết cho xi măng phải thỏa mãn các chỉ tiêu kỹ thuật nêu ở Bảng 1.

Bảng 1 - Yêu cầu kỹ thuật đối với thạch cao phospho

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Hàm lượng CaSO ₄ .2H ₂ O, %, không nhỏ hơn	75
2. Hàm lượng phospho pentoxide hòa tan (P ₂ O ₅ hòa tan), %, không lớn hơn	0,1
3. Hàm lượng phospho pentoxide tổng (P ₂ O ₅ tổng), %, không lớn hơn	0,7
4. Hàm lượng fluoride tan trong nước (F _{hòa tan}), %, không lớn hơn	0,02
5. Hàm lượng fluoride tổng (F _{tổng}), %, không lớn hơn	0,6
6. pH, không nhỏ hơn	6,0
7. Độ ẩm, % (*)	Yêu cầu công bố
8. Chỉ số hoạt độ phóng xạ an toàn (I), không lớn hơn	1
(*) Yêu cầu về độ ẩm theo thỏa thuận giữa bên mua và bên bán.	

4.2 Chỉ tiêu về thử nghiệm thạch cao phospho trong xi măng

Thạch cao phospho ngoài thỏa mãn các yêu cầu trong Bảng 1 còn cần phải thỏa mãn các yêu cầu cơ lý khi đưa vào xi măng nêu ở Bảng 2.

Bảng 2 -Yêu cầu thử nghiệm trong xi măng của thạch cao phospho

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Mức tăng lượng nước tiêu chuẩn so với xi măng đối chứng, %, nhỏ hơn	1
2. Chênh lệch thời gian kết thúc đông kết so với xi măng đối chứng, h, nhỏ hơn (**)	2
3. Độ ổn định thể tích thử theo khuôn Le Chatelier (***)	Không đổi so với mẫu đối chứng
4. Mức giảm cường độ nén so với xi măng đối chứng, % không lớn hơn	
- 3 ngày ± 45 min	5
- 28 ngày ± 8 h	5
5. Mức giảm độ lưu động của vữa xi măng so với xi măng đối chứng, %, nhỏ hơn	5
6. Mức ăn mòn cốt thép so với xi măng đối chứng	Không thay đổi dạng đường cong điện thế - thời gian
7. Tính tương thích giữa xi măng và phụ gia giảm nước, so với xi măng đối chứng	
- Mức giảm độ lưu động của hồ xi măng sau trộn, %, không lớn hơn	10
- Mức tăng tổn thất độ lưu động của hồ xi măng sau 60 min, %, không lớn hơn	5
(**). (***) Thời gian kết thúc đông kết, độ ổn định thể tích của mẫu xi măng thí nghiệm phải đảm bảo thỏa mãn theo các tiêu chuẩn về xi măng hiện hành.	

5 Phương pháp thử**5.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử****5.1.1 Lấy mẫu thử**

5.1.1.1 Lấy mẫu thạch cao phospho theo Điều 6.1 trong TCVN 9807:2013.

5.1.1.2 Lấy mẫu clanhke xi măng poóc lăng có chất lượng không thấp hơn loại C_{PC} 40 theo TCVN 7024:2013. Khối lượng đủ để chế tạo mẫu xi măng đối chứng và mẫu xi măng thí nghiệm.

5.1.1.3 Lấy mẫu thạch cao thiên nhiên có chất lượng không thấp hơn loại G_n 80 theo TCVN 9807:2013.

5.1.2 Chuẩn bị mẫu thử

5.1.2.1 Xác định hàm lượng sulfur trioxide (SO₃) trong thạch cao thiên nhiên và thạch cao phospho theo TCVN 8654:2011.

5.1.2.2 Xác định hàm lượng sulfur trioxide (SO₃) trong clanhke xi măng poóc lăng theo TCVN 141:2008.

5.1.2.3 Chế tạo 10 kg xi măng đối chứng bằng máy nghiền thí nghiệm từ clanhke xi măng poóc lăng và thạch cao thiên nhiên, đảm bảo hàm lượng SO₃ trong xi măng từ 2,0 đến 2,5 % theo khối lượng, tỷ diện (3500 ±100) cm²/g.

5.1.2.4 Chế tạo 10 kg xi măng thí nghiệm bằng máy nghiền thí nghiệm từ clanhke xi măng poóc lăng và thạch cao phospho trong cùng điều kiện như khi chế tạo xi măng đối chứng để đảm bảo tỷ diện và hàm lượng SO₃ trong mẫu xi măng thí nghiệm tương đương mẫu xi măng đối chứng. Sai lệch hàm lượng SO₃ của mẫu xi măng thí nghiệm và mẫu xi măng đối chứng không vượt quá 0,2 %.

5.2 Xác định các chỉ tiêu kỹ thuật của thạch cao phospho

5.2.1 Hàm lượng CaSO₄.2H₂O

Xác định theo 6.3 TCVN 9807:2013.

5.2.2 Hàm lượng phospho pentoxide (P₂O₅) và fluoride (F)

Xác định theo Phụ lục A.

5.2.3 Độ pH

Mẫu thạch cao phospho được chuẩn bị theo 6.2 TCVN 9339:2012;

Tiến hành đo theo Điều 7 trong TCVN 9339:2012;

Giá trị pH của thạch cao phospho tính bằng trung bình cộng kết quả đo của hai thí nghiệm tiến hành song song của cùng một mẫu, lấy chính xác tới 0,01 đơn vị pH.

5.2.4 Độ ẩm

Xác định theo TCVN 9807:2013

5.2.5 Hoạt độ phóng xạ

Xác định theo Phụ lục D

5.3 Xác định các chỉ tiêu về thử nghiệm trong xi măng

5.3.1 Lượng nước tiêu chuẩn

Xác định theo TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008)

Mức tăng lượng nước tiêu chuẩn so với xi măng đối chứng ΔN, tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\Delta N = N_{tn} - N_{đc} \quad (1)$$

trong đó:

ΔN: Mức tăng lượng nước tiêu chuẩn so với xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%);

N_{tn}: Nước tiêu chuẩn của xi măng thí nghiệm, tính bằng phần trăm (%);

N_{đc}: Nước tiêu chuẩn của xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%).

5.3.2 Thời gian đông kết

Xác định theo TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008);

Tính chênh lệch thời gian kết thúc đông kết so với xi măng đối chứng ΔT_{kt}, h, theo công thức:

$$\Delta T_{kt} = IT_{tn} - T_{đc} \quad (2)$$

trong đó:

ΔT_{kt}: Chênh lệch thời gian kết thúc đông kết so với xi măng đối chứng, tính bằng giờ (h);

T_{tn}: Thời gian kết thúc đông kết của xi măng thí nghiệm, tính bằng giờ (h);

T_{đc}: Thời gian kết thúc đông kết của xi măng đối chứng, tính bằng giờ (h).

5.3.3 Độ ổn định thể tích

Xác định theo TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008).

5.3.4 Cường độ nén

Xác định theo TCVN 6016:2011 (ISO 679:2009);

Tính mức giảm cường độ nén so với xi măng đối chứng L_R, tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$L_R = \frac{R_{đc} - R_{tn}}{R_{đc}} \times 100 \quad (3)$$

trong đó:

L_R : Mức giảm cường độ so với xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%);

R_{tn} : Cường độ nén của xi măng thí nghiệm, tính bằng Mega Pascal (MPa);

$R_{đc}$: Cường độ nén của xi măng đối chứng, tính bằng Mega Pascal (MPa).

5.3.5 Độ lưu động của vữa xi măng

Chuẩn bị vữa theo TCVN 6016:2011 (ISO 679:2009);

Xác định theo TCVN 3121-3:2003;

Tính mức giảm độ lưu động của vữa xi măng L_{fv} , tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$L_{fv} = \frac{F_{đc} - F_{tn}}{F_{đc}} \times 100 \quad (4)$$

trong đó:

L_{fv} : Mức giảm độ lưu động của vữa xi măng thí nghiệm so với xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%);

F_{tn} : Độ lưu động của vữa xi măng thí nghiệm, tính bằng milimét (mm);

$F_{đc}$: Độ lưu động của vữa xi măng đối chứng, tính bằng milimét (mm).

5.3.6 Ăn mòn cốt thép

Xác định theo Phụ lục B.

5.3.7 Tính tương thích giữa xi măng và phụ gia giảm nước

Xác định theo Phụ lục C.

Biểu thị kết quả như sau:

5.3.7.1 Mức giảm độ lưu động sau trộn của hồ xi măng thí nghiệm so với xi măng đối chứng L_f , tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$L_f = \frac{F_{đc} - F_{tn}}{F_{đc}} \times 100 \quad (5)$$

trong đó:

L_f : Mức giảm độ lưu động sau trộn của hồ xi măng thí nghiệm so với xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%);

F_{tn} : Độ lưu động sau trộn của hồ xi măng thí nghiệm, tính bằng milimét (mm);

$F_{đc}$: Độ lưu động sau trộn của hồ xi măng đối chứng, tính bằng milimét (mm).

5.3.7.2 Mức tăng tổn thất độ lưu động sau 60 min của hồ xi măng thí nghiệm so với xi măng đối chứng ΔF , tính bằng phần trăm (%), tính theo công thức:

$$\Delta F = FL_{tn} - FL_{đc} \quad (6)$$

trong đó:

ΔF : Tăng tổn thất độ lưu động sau 60 min của hồ xi măng thí nghiệm so với xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%);

FL_{tn} : Tổn thất độ lưu động sau 60 min của hồ xi măng thí nghiệm, tính bằng phần trăm (%);

$FL_{đc}$: Tổn thất độ lưu động sau 60 min của hồ xi măng đối chứng, tính bằng phần trăm (%).

6. Vận chuyển và bảo quản

6.1 Thạch cao phospho khi xuất xưởng phải có phiếu chất lượng kèm theo với các nội dung sau:

- Loại và nguồn gốc thạch cao phospho;
- Tên và địa chỉ cơ sở cung cấp;
- Giá trị các mức chỉ tiêu chất lượng theo Điều 4 của tiêu chuẩn này;
- Số hiệu lô sản xuất;
- Ngày, tháng, năm xuất xưởng.

6.2 Khi vận chuyển thạch cao phospho phải tránh lẫn các tạp chất, các dị vật có hại và phải có biện pháp che chắn để tránh mưa và ẩm ướt.

Phụ lục A

(quy định)

Xác định hàm lượng muối phosphat quy đổi ra phospho pentoxide (P₂O₅) và hàm lượng flouride (F) của thạch cao phospho

A.1 Phạm vi áp dụng

Phụ lục này quy định phương pháp xác định hàm lượng muối phosphat quy đổi ra phospho pentoxide (P₂O₅) và flouride (F) của thạch cao phospho.

A.2 Dụng cụ, thiết bị

Các dụng cụ thủy tinh thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và

A.2.1 Cân phân tích, có độ chính xác 0,0001 g.

A.2.2 Cân kỹ thuật, có độ chính xác 0,001 g.

A.2.3 Tủ sấy, có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ đến (300 ± 5) °C.

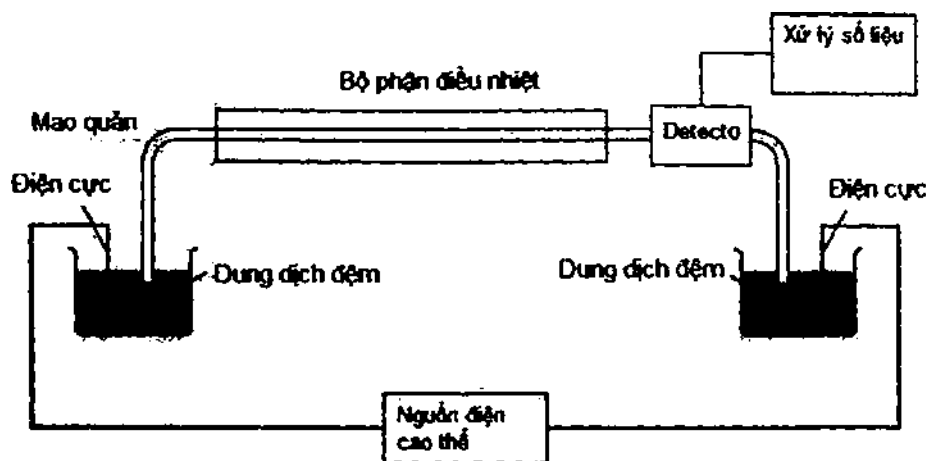
A.2.4 Lò nung, có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ đến (950 ± 50) °C.

A.2.5 Pipet paster các loại: 100 µL; 200 µL; 1000 µL.

A.2.6 Màng lọc 0,45 µm và các xylanh để lọc mẫu.

A.2.7 Máy đo màu UV-VIS (quang phổ hấp thụ phân tử): Có khả năng làm việc tại bước sóng 725 nm độ chính xác đo bước sóng hoạt động là ± 1 nm hoặc thấp hơn, dải hấp thụ từ 0,1 đến 1,0; hiển thị về độ hấp thụ ± 1 % hoặc thấp hơn.

A.2.8 Thiết bị điện di mao quản: Mô hình thiết bị điện di mao quản được mô tả trong Hình A.1.



Hình A.1 - Mô hình thiết bị điện di mao quản

CHÚ DẪN:

Hệ đệm: L- Histidin/Mes (pH = 6,0);

Mao quản silica với tổng chiều dài: 50 cm, chiều dài hiệu dụng là 40 cm, đường kính mao quản: 50 µm;

Bơm mẫu: theo phương pháp thủy động lực học kiểu xiphông ở độ cao 20 cm trong 60 s;

Thế điện di: -17 kV.

A.3 Quy định chung

A.3.1 Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là "nước").

A.3.2 Hóa chất dùng trong phân tích có độ tinh khiết không thấp hơn "tinh khiết phân tích" (TKPT).

A.3.3 Hóa chất pha loãng được biểu thị theo tỷ lệ thể tích. Ví dụ HCl (1 + 1) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với thể tích nước.

A.3.4 Chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng cân của mẫu thử và một thí nghiệm trắng (bao gồm các lượng thuốc thử như đã nêu trong tiêu chuẩn, nhưng không có mẫu thử) để hiệu chỉnh kết quả.

Chênh lệch (tính theo giá trị tuyệt đối) giữa hai kết quả xác định song song không được vượt giới hạn cho phép, nếu vượt giới hạn cho phép phải tiến hành phân tích lại.

Việc xây dựng lại đồ thị chuẩn (nếu có) được tiến hành định kỳ theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị theo cách làm nêu trong tiêu chuẩn.

A.4 Hóa chất, thuốc thử

A.4.1 Dung dịch natri hydroxide (NaOH) tiêu chuẩn 1 N: pha từ ống fixanal.

A.4.2 Dung dịch H₂SO₄ tiêu chuẩn (10,6 ± 0,1) N: hòa tan 300 mL H₂SO₄ đậm đặc trong 600 mL nước, làm nguội đến nhiệt độ phòng, định mức thành 1 L. Chuyển hóa nồng độ bằng dung dịch NaOH 1 N tiêu chuẩn trước khi sử dụng.

A.4.3 Dung dịch amoni molybdat 2,5 %: Hòa tan 25 g amoni molybdate tetrahydrate (NH₄)₆Mo₂O₂₄.4H₂O vào khoảng 250 mL nước ấm và chuyển vào cốc dung tích 1 L đã có chứa sẵn 500 mL dung dịch H₂SO₄ 10,6 N. Khuấy kỹ. Để nguội rồi pha loãng bằng nước đến thể tích 1 L, bảo quản trong chai thủy tinh.

A.4.4 Acid ascorbic: sử dụng dạng bột mịn để hòa tan.

A.4.5 Dung dịch HCl tiêu chuẩn, nồng độ (6,5 ± 0,1) N: pha loãng 540 mL dung dịch HCl đậm đặc bằng nước đến thể tích 1 L. Chuẩn hóa lại bằng dung dịch NaOH 1 N tiêu chuẩn trước khi sử dụng.

A.4.6 Natri fluoride (NaF) tinh khiết.

A.4.7 Dung dịch phosphat gốc: Hòa tan 0,1917 KH₂PO₄ khan nước và định mức thành 1 L

- Chuẩn bị dung dịch fluoride (F⁻) gốc 0,01 M: Cân chính xác khoảng (21 ± 0,1) mg chất chuẩn natri fluoride (NaF) trên cân phân tích, hòa tan bằng nước trong cốc dung tích 50 mL và chuyển vào bình định mức 50 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc kỹ.

- 2- (N-morpholino) ethanesulfonic (MES) (Merck, hàm lượng ≥ 99 %)

- L-Histidin (C₆H₉N₃O₂), (Fluka, hàm lượng 99,5 %)

A.5 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn đều mẫu, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, dùng cối chày đồng nghiền nhỏ mẫu đến lọt hết qua sàng 0,25 mm. Rút gọn mẫu bằng phương pháp chia tư lấy khoảng 50 g và nghiền mẫu đến lọt hết qua sàng 0,1 mm. Tiếp tục dùng phương pháp chia tư để lấy khoảng 12 g đến 15 g mẫu nghiền mịn trên cối mã não đến cỡ hạt lọt qua sàng 0,063 mm dùng làm mẫu phân tích hóa học. Lượng mẫu còn lại bảo quản trong lọ (túi) kín làm mẫu lưu.

Mẫu dùng để phân tích hóa học được sấy ở nhiệt độ (45 ± 5) °C đến khối lượng không đổi, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng trước khi tiến hành cân để thử nghiệm.

A.6 Phương pháp xác định hàm lượng phospho pentoxide (P₂O₅)

A.6.1 Nguyên tắc

Ở nhiệt độ cao, trong môi trường acid các dạng của phosphat được chuyển về dạng orthophosphat và phản ứng với amoni molybdate để tạo ra phức molybdophosphoric, khử phức này bằng add ascorbic sang dạng màu xanh có cực đại hấp thụ ở bước sóng λ = 725 nm, cường độ màu của phức tỷ lệ với lượng phosphat có trong dung dịch.

A.6.2 Cách tiến hành

- Xây dựng đường chuẩn:

Chuẩn bị các dung dịch có hàm lượng P₂O₅ từ 0 đến 0,5 %: Cho vào các bình định mức dung tích 250 mL lần lượt các thể tích dung dịch photphat làm việc tiêu chuẩn, cho tiếp 25 ml HCl 6,5 N. Cho nước đến vạch mức, lắc đều.

Chuẩn bị mẫu trắng: Lấy một bình định mức dung tích 250 mL khác, cho vào 25 mL dung dịch acid HCl 6,5 N, cho nước đến vạch mức, lắc đều.

Đo/ so màu các dung dịch (có hiệu chỉnh bằng mẫu trắng) theo thứ tự từ A.6.2.1.2 đến A.6.2.1.3

Từ hàm lượng phospho pentoxide (P₂O₅) có trong mỗi bình và trị số độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

- Phân tích mẫu: Tùy thuộc vào mục đích phân tích, lựa chọn tiến hành theo một trong các cách sau:

A.6.2.1 Xác định P₂O₅ tổng

A.6.2.1.1 Cân khoảng 0,5 g mẫu phân tích hóa học (A.5), chính xác đến 0,0001 g vào cốc dung tích 250 mL, làm ẩm bằng 10 mL nước, thêm 25 mL dung dịch HCl 6,5 N, đun sôi nhẹ dùng đũa thủy tinh khuấy tan các hạt đen. Lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc bằng trung vào bình định mức dung tích 250 mL, rửa cốc, giấy lọc và phần silic không tan bằng nước nóng đến hết acid (thử bằng giấy pH). Để nguội dung dịch lọc đến nhiệt độ phòng rồi thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

A.6.2.1.2 Dùng pipet lấy 50 mL dung dịch lọc thu được vào cốc dung tích 250 mL, thêm tiếp 5 mL dung dịch amonimolipdat 2,5 % và 0,1 g acid ascorbic bột mịn. Khuấy kỹ để hòa tan hết lượng acid ascorbic. Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun dung dịch đến sôi trên bếp điện. Mở nắp kính và đun sôi thêm khoảng $(1,5 \pm 0,5)$ min.

Để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng rồi chuyển vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

A.6.2.1.3 Đo độ hấp thụ quang của dung dịch tại bước sóng 725 nm, dung dịch so sánh là mẫu trắng.

A.6.2.1.4 Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm được hàm lượng phospho pentoxide có trong bình.

A.6.2.2 Xác định P_2O_5 hòa tan

A.6.2.2.1 Cân khoảng 1,0 g mẫu phân tích hóa học (A.5), chính xác đến 0,0001 g, vào cốc dung tích 250 mL, thêm nước đến thể tích khoảng 50 mL, đun sôi nhẹ khoảng 2 min. Trong quá trình đun, dùng đũa thủy tinh dầm tan các hạt đen. Lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc bằng trung vào bình định mức dung tích 250 mL, rửa cốc và giấy lọc và phần silic không tan bằng nước nóng đến thể tích khoảng 100 mL. Để nguội dung dịch lọc đến nhiệt độ phòng rồi thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

A.6.2.2.2 Tiến hành đo/so màu để xác định hàm lượng phospho pentoxide (có hiệu chỉnh bằng mẫu trắng) theo thứ tự từ A.6.2.1.2 đến A.6.2.1.4

A.6.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng phospho pentoxide, tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$P_2O_5 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (A1)$$

trong đó:

m_1 là lượng phospho pentoxide tìm được trên đồ thị chuẩn, tính bằng gam (g);

m_0 là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g);

Chênh lệch (tính theo giá trị tuyệt đối) giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,01 %.

A.7 Phương pháp xác định hàm lượng fluoride (F⁻)

A.7.1 Nguyên tắc

Sau khi hòa tan để chuyển lượng F⁻ vào dung dịch, sử dụng kỹ thuật điện di mao quản (CE) để tách fluoride (F⁻) theo nguyên tắc sau:

Trong dung dịch chất điện giải (có chất đệm pH), dưới tác dụng của một điện trường E xác định (được sinh ra bởi điện thế V đặt vào hai đầu mao quản), fluoride (F⁻) được tách khỏi các ion cùng có mặt trong dung dịch bởi tốc độ di chuyển khác biệt được hình thành từ tính chất của dòng điện di thẩm thấu (EOF) với điện tích và kích thước đặc trưng.

Định tính fluoride (F⁻) dựa trên thời gian di chuyển của các ion từ khi bơm mẫu đến khi xuất hiện tín hiệu cực đại.

Việc định lượng fluoride (F⁻) dựa trên diện tích pic (peak) tương ứng, diện tích pic sẽ tỷ lệ với nồng độ ion có trong dung dịch (trong khoảng tuyến tính).

Đối với mẫu thạch cao phospho, định lượng fluoride (F⁻) bằng phương pháp thêm chuẩn trong khoảng tuyến tính của đường chuẩn.

A.7.2 Cách tiến hành

- Xây dựng đường chuẩn:

Chuẩn bị các dung dịch có nồng độ fluoride (F⁻) từ $(5 \cdot 10^6 - 10^4)$ M: Thêm vào các bình định mức dung tích 250 mL lần lượt các thể tích dung dịch fluoride (F⁻) gốc, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Tiến hành các bước theo thứ tự từ A.7.2.1.2 đến A.7.2.1.4.

Từ nồng độ fluoride (F⁻) có trong mỗi dung dịch và diện tích pic tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

- Phân tích mẫu: Tùy thuộc vào mục đích phân tích, lựa chọn tiến hành theo một trong các cách sau

A.7.2.1 Xác định fluoride (F⁻) tổng

A.7.2.1.1 Cân khoảng 1 g mẫu phân tích hóa học (A.5), chính xác đến 0,0001 g vào cốc polyetylen chịu nhiệt, dung tích 250 mL, thêm 15 mL nước, thêm tiếp 3 mL dung dịch H₂SO₄ đậm đặc, đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ rồi đun sôi nhẹ khoảng 2 min.

Trong quá trình đun, dùng đũa polyetylen dầm tan các hạt đen. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng rồi chuyển vào bình định mức dung tích 250 mL thêm nước đến vạch, lắc đều.

Lọc hỗn hợp qua phễu lọc (khô) vào bình tam giác (khô), thu được dung dịch A. Sử dụng dung dịch 6 là dung dịch được pha loãng từ dung dịch A với hệ số pha loãng (a) phù hợp để xác định hàm lượng fluoride (F⁻) theo phương pháp điện di mao quản.

A.7.2.1.2 Lọc dung dịch qua màng lọc 45 µm.

A.7.2.1.3 Bơm một phần dung dịch đã được pha loãng vào phía đầu của mao quản (đối diện detector - xem Hình A1). Sau khi bơm, fluoride (F⁻) trong dung dịch sẽ được phân tách khỏi các hợp phần mang điện khác trên cơ sở tốc độ di chuyển khác nhau trong điện trường (sinh ra do thế áp vào 2 điện cực ở 2 dung dịch đệm), được phát hiện bằng detector ở phần cuối mao quản.

A.7.2.1.4 Xác định diện tích pic đặc trưng của fluoride (F⁻)

A.7.2.1.5 Lấy chính xác một phần khác của dung dịch B, thêm chính xác một lượng dung dịch fluoride (F⁻) tiêu chuẩn làm việc, thu được dung dịch C sao cho nồng độ fluoride (F⁻) trong dung dịch C có giá trị tăng lên một lượng là ΔC.

A.7.2.1.6 Tiến hành các bước theo thứ tự từ A.7.2.1.2 đến A.7.2.1.4.

A.7.2.2 Xác định fluoride (F⁻) hòa tan

A.7.2.2.1 Cân khoảng 3 g mẫu phân tích hóa học (A.5), chính xác đến 0,0001 g vào cốc polyethylen chịu nhiệt, dung tích 250 mL, thêm 40 mL nước, đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ rồi đun sôi nhẹ khoảng 2 min. Trong quá trình đun, dùng thìa polyethylen dầm tan các hạt đen. Làm nguội dung dịch rồi chuyển vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Lọc hỗn hợp qua phễu lọc (khô) vào bình tam giác (khô), thu được dung dịch D. Sử dụng dung dịch E là dung dịch được pha loãng từ dung dịch D với hệ số pha loãng (a) phù hợp để xác định hàm lượng fluoride (F⁻) theo phương pháp điện di mao quản.

A.7.2.2.2. Tiến hành các bước theo thứ tự từ A.7.2.1.2 đến A.7.2.1.6, trong đó tại A.7.2.1.5 thì sử dụng dung dịch E (thay cho dung dịch B) và thêm chính xác một lượng dung dịch fluoride (F⁻) tiêu chuẩn làm việc để thu được dung dịch G với nồng độ fluoride (F⁻) đã được tăng thêm lên.

A.7.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng fluoride (F⁻), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$F^- = \frac{\Delta C \times S \times a \times 18,99}{\Delta S} \times \frac{V}{m} \times 100 \quad (A2)$$

trong đó:

ΔC là nồng độ chuẩn fluoride (F⁻) đã được tăng thêm, tính bằng mol trên lít (mol/L);

S là diện tích pic đặc trưng của F⁻ khi phân tích dung dịch pha loãng, tính bằng centimet vuông (cm²);

ΔS là chênh lệch giữa diện tích pic (đặc trưng của fluoride (F⁻)) thu được khi phân tích dung dịch pha loãng và diện tích pic (đặc trưng của fluoride (F⁻)) thu được khi phân tích dung dịch pha loãng đã thêm chuẩn, tính bằng centimet vuông (cm²);

a là hệ số pha loãng;

18,99 là phân tử gam của fluoride F⁻, tính bằng gam trên mol (g/mol);

V là thể tích định mức dung dịch sau khi hòa tan mẫu, tính bằng mililit (mL);

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

Phụ lục B

(quy định)

Phương pháp thí nghiệm nhanh ăn mòn cốt thép (Phương pháp vừa tươi)

B.1 Nguyên tắc

Thí nghiệm nhanh ăn mòn cốt thép dựa trên cơ sở đo phân cực anốt điện cực dương cốt thép đặt trong vừa tươi, khi đặt một dòng ngoài I tĩnh, sau đó vẽ đường cong điện thế - thời gian. Từ dạng đường cong điện thế - thời gian, có thể kết luận cốt thép có khả năng bị ăn mòn hay không.

B.2 Dụng cụ, thiết bị

- **Máy biến áp hằng số (Potentiometer):** Thiết bị đo ăn mòn cốt thép chuyên dùng phù hợp với yêu cầu của tiêu chuẩn này, hoặc máy biến điện áp hằng số (đưa ra dòng điện trong phạm vi (0 - 2000) µA, (0 - 2) V, độ chính xác ±1 %);

- **Điện cực calomen;**

- **Đồng hồ đo thời gian;**

- **Dây dẫn điện:** lõi đồng vỏ nhựa;
- **Sơn cách điện** (parafin, nhựa thông);
- **Khuôn thí nghiệm:** khuôn nhựa di động có đáy, kích thước (40 x 100 x 150) mm.

B.3 Quy trình thí nghiệm

B.3.1 Chế tạo điện cực cốt thép

Gia công thanh cốt thép tròn trơn dùng trong xây dựng thành mẫu thử có đường kính 8 mm, chiều dài 100 mm, trị số cho phép lớn nhất của độ nhám bề mặt, bằng 1,6 μm , dùng xăng, ethanol, acetone lần lượt loại bỏ dầu mỡ, hàn vào một đầu của mẫu thử một đoạn dây dẫn dài (130 -150) mm, sau đó dùng acetone để loại bỏ triệt để thuốc hàn, hai đầu thanh cốt thép quét - nhúng vật liệu sơn cách điện nhựa thông (parafin) nóng chảy, chừa đoạn giữa còn lại dài 80 mm, tính diện tích bề mặt của nó. Cốt thép qua xử lý bảo quản trong đồ đựng khô ráo để chuẩn bị sử dụng, mỗi tổ mẫu thử có 6 thanh.

B.3.2 Chế tạo vữa xi măng cát

Khi không có yêu cầu đặc biệt nào, lựa chọn tỷ lệ nước/xi măng bằng 0,5, tỷ lệ xi măng/cát 1:2 để chế tạo vữa, nước là loại nước cất, cát phù hợp với cát sử dụng trong tiêu chuẩn TCVN 6016:2011. Quy trình trộn được tiến hành trộn khô 1 min và trộn ướt 3 min.

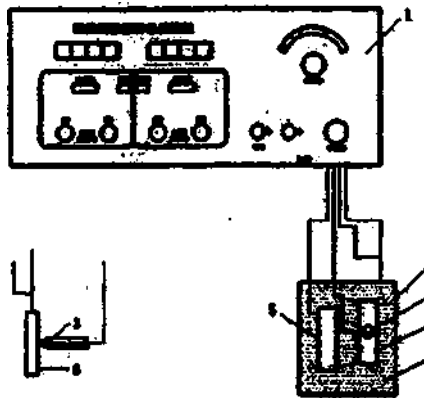
B.3.3 Cho vữa và điện cực vào khuôn

Rót vữa đã chuẩn bị xong vào khuôn, đầu tiên rót một nửa (chiều dày khoảng 20 mm). Sau đó kiểm tra 2 thanh điện cực cốt thép nếu không có dấu hiệu rỉ sét thì đặt song song lên trên bề mặt vữa, khoảng cách 40 mm, kéo dây dẫn ra, sau đó đổ vữa lên trên và xoa phẳng mặt vữa, gõ nhẹ thành bên của khuôn để vữa lên chặt.

B.3.4 Kết nối thiết bị thí nghiệm

Nối các trang thiết bị thí nghiệm theo như B.1, lấy một thanh cốt thép gọi là cực dương nối với lỗ nối dây “nghiên cứu” và lỗ “ký hiệu”, thanh còn lại là cực âm (tức điện cực phụ trợ) nối vào lỗ nối dây “phụ trợ” của máy, sau đó cho đầu dưới của thanh điện cực calomen nhằm vào vị trí chính giữa của điện cực dương cốt thép rồi cho tiếp xúc với bề mặt của vữa tươi và vuông góc với bề mặt vữa.

Dây dẫn của điện cực calomen nối vào lỗ nối dây “tham chiếu” của máy. Trong một số các thiết bị đo độ ăn mòn cốt thép hiện đại, hoặc máy biến dòng/máy biến điện áp hằng số, thì dây dẫn của điện cực vào là dây dẫn đa dây (bó chùm), thì chỉ cần theo quy định lần lượt nối ba kẹp dây vào cốt thép điện cực dương, cốt thép điện cực âm và điện cực calomen là được.



CHÚ DẪN:

1. Thiết bị đo ăn mòn cốt thép hoặc máy biến điện áp/máy biến dòng hằng số;
2. Khuôn nhựa cứng;
3. Điện cực calomen;
4. Vữa cát tươi;
5. Điện cực âm cốt thép;
6. Điện cực dương cốt thép

Hình B.1 - Sơ đồ thiết bị đo điện áp hóa cực dương của vữa tươi

B.3.5 Tiến hành đo

- a) Ngay sau khi kết nối thiết bị thí nghiệm xong, trước khi nối điện, đọc số đo điện thế tự nhiên V của cực dương cốt thép (tức chênh lệch điện áp giữa cực dương cốt thép và điện cực calomen).
- b) Nối điện, đồng thời với mật độ dòng điện 50.10^{-2}A/m^2 (tức $50 \mu\text{A/cm}^2$) tiến hành hiệu chỉnh đồng hồ μA đến giá trị yêu cầu. Đồng thời bắt đầu tính thời gian, lần lượt là 2 min, 4 min, 6 min, 8 min, 10 min,

15 min, 20 min, 25 min, 30 min, lần lượt ghi lại điện thế hóa cực dương.

B.4 Xử lý kết quả thí nghiệm

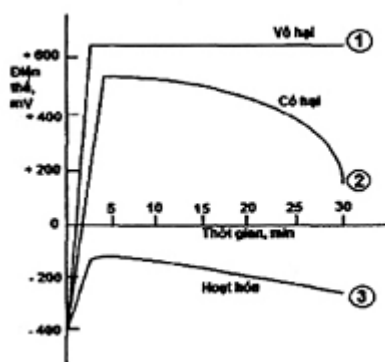
B.4.1 Gọi giá trị trung bình kết quả đo điện cực của 3 thí nghiệm là giá trị đo điện thế cực hóa cực dương cốt thép, lấy thời gian làm trục hoành, điện thế hóa cực dương làm trục tung, vẽ đường cong điện thế - thời gian (như Hình B.2).

B.4.2 Dựa vào đường cong điện thế - thời gian để phán đoán ảnh hưởng của xi măng và thạch cao phospho trong vữa đến sự ăn mòn cốt thép.

(a) Sau khi nối điện vào điện cực, điện thế cực dương cốt thép nhanh chóng tăng lên theo chiều dương, đồng thời trong khoảng 1 min đến 5 min đạt đến giá trị điện thế cực đại, sau đó 30 min, giá trị điện thế không giảm thấp xuống rõ rệt, như thể hiện trên đường cong số ① của Hình B2, tức thuộc đường cong thụ động hóa. Điều đó biểu thị màng thụ động hóa bề mặt cực dương cốt thép không bị tổn hại, là vô hại đối với cốt thép.

(b) Sau khi nối điện, điện thế cực dương cốt thép lúc đầu tăng theo chiều dương, sau đó dần dần giảm xuống, như đường cong số ② của Hình B2, biểu thị màng thụ động hóa bề mặt cốt thép đã bị phá hủy. Còn đường cong số ③ là đường cong hoạt hóa, biểu thị màng thụ động hóa bề mặt cốt thép bị phá hoại nghiêm trọng. Cả hai tình trạng này cho thấy màng thụ động hóa bề mặt cốt thép đã bị phá hủy.

(c) Sau khi nối điện, theo sự thay đổi của thời gian, điện thế cực dương cốt thép có thể có lúc xuất hiện trạng thái trung gian của đường cong số ① và số ② trong Hình B2, tức là điện thế đầu tiên tăng theo chiều dương đến giá trị điện thế hơi dương (ví dụ ≥ 600 mV), tiếp theo ổn định một thời gian, sau đó thể hiện xu hướng đi xuống, nếu giá trị điện thế nhanh chóng giảm xuống, thì thuộc tình trạng số ②. Nếu giá trị điện thế giảm xuống chậm, và sự thay đổi không nhiều, thì tiếp tục thí nghiệm và ghi lại điện thế cực dương lần lượt ở 35, 40, 45, 50, 55, 60 min, nếu đường cong điện thế duy trì ổn định không giảm xuống nữa, có thể cho rằng bề mặt cốt thép có thể duy trì hoàn hảo bề mặt thụ động hóa, thạch cao là vô hại với cốt thép; nếu đường cong điện thế tiếp tục giảm xuống, có thể thấy màng thụ động hóa đã bị phá hoại để chuyển biến thành trạng thái hoạt hóa.



Hình B2 - Đường cong điện thế - thời gian

Phụ lục C

(quy định)

Phương pháp thí nghiệm tính tương thích giữa xi măng và phụ gia giảm nước

C.1 Phạm vi áp dụng

Phụ lục tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tính tương thích giữa xi măng sử dụng thạch cao phospho và phụ gia giảm nước.

C.2 Nguyên tắc

Tính tương thích giữa xi măng và phụ gia giảm nước được thể hiện thông qua độ lưu động và độ sụt giảm lưu động của hồ xi măng sử dụng phụ gia giảm nước.

C.3 Điều kiện phòng thí nghiệm và thiết bị, dụng cụ

C.3.1 Điều kiện phòng thí nghiệm

Nhiệt độ của phòng thí nghiệm duy trì ở nhiệt độ (27 ± 2) °C, độ ẩm tương đối không thấp hơn 50 %.

C.3.2 Thiết bị, dụng cụ

C.3.2.1 Máy trộn hồ, phù hợp theo yêu cầu của TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008);

C.3.2.2 Côn thử độ lưu động, được chế tạo bằng kim loại, thành trong nhẵn bóng không có vết đen, trầy xước, đường kính miệng trên của côn 36 mm, đường kính miệng dưới của côn 60 mm, chiều cao

60 mm;

C.3.2.3 Tấm kính ϕ 400 mm, dày 5 mm;

C.3.2.4 Dao gạt;

C.3.2.5 Thước kẹp, khoảng đo 300 mm, độ chính xác 1 mm;

C.3.2.6 Đồng hồ bấm giây, độ chính xác 0,1 s;

C.3.2.7 Cân, lượng cân 100 g, độ chính xác 0,01 g; lượng cân 1000 g, độ chính xác 1 g.

C.3.2.8 Cốc đong 400 mL;

C.3.2.9 Ống đong 250 mL, độ chính xác 1 mL.

C.4 Thành phần hồ xi măng

C.4.1 Xi măng

Trước khi thí nghiệm, cần phải sàng xi măng qua sàng lỗ vuông kích thước 1 mm và trộn đều. Khi xi măng thí nghiệm được lấy từ nơi khác đem đến phòng thí nghiệm và lưu giữ trên 24 h, thì phải cho xi măng vào trong dụng cụ đựng kín khí, vật liệu dụng cụ đựng không được có phản ứng với xi măng.

C.4.2 Nước

Phù hợp với TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008);

C.4.3 Phụ gia giảm nước tiêu chuẩn

C.4.3.1 Chỉ tiêu chất lượng của phụ gia giảm nước tiêu chuẩn

- Phụ gia giảm nước phù hợp với TCVN 8826:2011.

C.4.3.2 Độ ổn định chất lượng phụ gia

Khi sử dụng hai phụ gia giảm nước tiêu chuẩn từ hai lô khác nhau để thí nghiệm độ lưu động với một loại xi măng bất kỳ nào đó, thì chênh lệch độ lưu động của phụ gia giảm nước tiêu chuẩn do nguyên nhân chất lượng gây ra phải phù hợp theo yêu cầu của bảng C1.

Bảng C1 - Chỉ tiêu độ ổn định chất lượng

	Độ lưu động của hồ xi măng (mm)	
	Ban đầu	Sau 60 min
Sai lệch lớn nhất	4	4

C.4.4 Nhiệt độ của xi măng, nước, phụ gia giảm nước và dụng cụ thí nghiệm phải đồng nhất với nhiệt độ của phòng thí nghiệm.

C.5 Tỷ lệ pha của hồ xi măng

Tỷ lệ pha của hồ xi măng xem Bảng C2.

Bảng C2 - Tỷ lệ thành phần một mẻ trộn

Xi măng (g)	Nước (mL)	Tỷ lệ nước/xi măng	Phụ gia giảm nước tiêu chuẩn (theo phần trăm khối lượng xi măng), %
500 \pm 2	145 \pm 1	0,29	0,8

CHÚ THÍCH: Lượng pha phụ gia giảm nước được tính phụ gia ở trạng thái khô. Khi sử dụng phụ gia thể lỏng phải tính quy đổi về phụ gia trạng thái khô, đồng thời khi cho nước phải giảm lượng nước chứa trong phụ gia.

C.6 Quy trình thí nghiệm

C.6.1 Tiến hành dùng máy trộn để trộn từng mẻ trộn.

C.6.2 Đặt tấm kính lên bàn làm việc, đồng thời đảm bảo bề mặt tấm kính nằm ngang.

C.6.3 Dùng vải ẩm để làm ướt toàn bộ tấm kính, thành trong của khuôn trụ, cối trộn, cánh máy trộn. Đặt khuôn trụ vào giữa tấm kính, dùng vải ẩm phủ lên.

C.6.4 Cho đồng thời phụ gia giảm nước và khoảng 1/2 lượng nước vào cối, sau đó dùng lượng nước dư còn lại để rửa đồ đựng phụ gia giảm nước cho đến sạch và cho toàn bộ vào cối, cho xi măng vào, đặt cối vào máy trộn, tiến hành trộn theo quy trình trộn nêu trong TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008).

C.6.5 Lấy cối ra, dùng bay vừa đảo trộn vừa gạt toàn bộ khối hồ vào trong côn đặt giữa tấm kính. Đối với loại hồ có độ lưu động kém thì dùng dao gạt để trộn và chọc để làm cho hồ điền đầy côn. Dùng dao gạt để gạt phần hồ nhô lên trên côn và xoa phẳng bề mặt trên, ngay sau đó nhấc từ từ côn lên. Sau khi nhấc côn, dùng dao gạt hết hồ dính trên thành côn đảm bảo lượng hồ của mỗi lần thí nghiệm cơ bản như nhau. Sau khi nhấc côn ra 1 min, dùng thước cặp đo đường kính lớn nhất và đường kính

của đường vuông góc của nó, giá trị trung bình đo được là trị số độ lưu động sau trộn.

C.6.6 Nhanh chóng dùng dao gạt để gạt hết, không để sót, toàn bộ hồ trên bề mặt tấm kính vào lại trong cối, đồng thời dùng các biện pháp thích hợp phủ kín, để tránh hơi nước bốc hơi.

C.6.7 Làm sạch tấm kính và côn.

C.6.8 Sau 60 min kể từ lúc bắt đầu cho xi măng, đem khối hồ xi măng đã để tĩnh tiến hành trộn lại theo quy trình trộn nêu trong TCVN 6017:2015 (ISO 9597:2008) lặp lại C.6.5, xác định trị số độ lưu động sau 60 min của các mẫu hồ xi măng.

C.7 Biểu thị kết quả

Tổn thất độ lưu động sau 60 min (FL), tính bằng phần trăm (%), được xác định theo công thức:

$$FL = \frac{F_{bd} - F_{60}}{F_{bd}} \times 100 \quad (C1)$$

trong đó:

FL: Tổn thất độ lưu động sau 60 min, tính bằng phần trăm (%);

F_{bd} : Độ lưu động ban đầu, tính bằng milimét (mm);

F_{60} : Độ lưu động sau 60 min, tính bằng milimét (mm);

Kết quả làm tròn đến một chữ số sau dấu phẩy.

Phụ lục D

(quy định)

Phương pháp xác định hoạt độ phóng xạ tự nhiên của thạch cao phospho

D.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp phòng thí nghiệm dùng để xác định hoạt độ phóng xạ của các nhân phóng xạ (Ra-226, Th-232 và K-40) của vật liệu trong phòng thí nghiệm có loại trừ ảnh hưởng của phóng xạ môi trường xung quanh.

D.2 Nguyên tắc

Phương pháp xác định hoạt độ phóng xạ riêng của vật liệu xây dựng là phương pháp phổ kế gamma đo bức xạ gamma tự nhiên theo các mức năng lượng khác nhau để xác định hoạt độ phóng xạ riêng của các hạt nhân phóng xạ U (Ra), Th và K có trong vật liệu.

Hoạt độ phóng xạ của vật liệu xây dựng được xác định dựa trên nguyên tắc đo cường độ các mức năng lượng bức xạ gamma đại diện cho các hạt nhân phóng xạ U(Ra), Th và K có trong vật liệu và so chúng với mẫu chuẩn của máy đo, từ đó xác định hoạt độ phóng xạ riêng của chúng.

D.3 Thiết bị và dụng cụ

D.3.1 Máy phổ kế gamma phù hợp với quy định như sau:

+ Dải năng lượng bức xạ gamma ghi nhận từ 0,1 đến 3 MeV (Mega electron Volt);

+ Bộ các mẫu chuẩn hoạt độ phóng xạ của các hạt nhân phóng xạ tự nhiên Ra-226, Th-232 và K-40 đã được đăng kiểm quốc gia hoặc quốc tế;

+ Thiết bị đo được kiểm tra đăng kiểm quốc gia phù hợp với Chứng chỉ đo lường quốc gia, có Quy định hướng dẫn thực hiện đo và đánh giá kết quả.

D.3.2 Bình chì giảm phóng xạ kích thước phù hợp thiết bị đo;

D.3.3 Bộ hộp nhựa kích thước quy định phù hợp thiết bị đo, có nắp để đựng mẫu vật liệu;

D.3.4 Máy kẹp hàm để nghiền mẫu;

D.3.5 Sàng có kích thước lỗ 0,5 mm;

D.3.6 Tủ sấy, cho phép sấy đến 120 °C;

D.3.7 Cân kỹ thuật có độ chính xác đến 1 g.

D.4 Lấy mẫu, chuẩn bị mẫu thử và tiến hành đo

- Xác định hoạt độ phóng xạ của các nhân phóng xạ (Ra-226, Th-232 và K-40) trong vật liệu với các mẫu chọn từ các mẫu đại diện.

- Mẫu đại diện có được bằng cách trộn đều và chia tư;

- Tùy theo thể tích hộp chứa mẫu của thiết bị đo phóng xạ mà lấy khối lượng mẫu đại diện từ 2,5 kg

đến 10 kg, mẫu được cho vào bao 2 lớp, giữa 2 lớp đặt phiếu ghi tên vật liệu, tên cơ sở gửi mẫu, vị trí và ngày lấy mẫu.

- Mẫu đại diện được lấy khi nghiệm thu lô sản phẩm phù hợp các quy định hiện hành. Mẫu được chuẩn bị bằng cách đập, nghiền nhỏ vật liệu xây dựng. Cho phép sử dụng các mảnh vụn có được khi sau khi xác định độ bền nén, uốn, kéo sản phẩm hay các mẫu được chuẩn bị riêng.

- Mẫu được gia công thành bột có kích thước hạt $\leq 0,5$ mm. Mẫu bột cần phải đựng trong hộp hoặc túi kín.

- Các mẫu đại diện đã lấy theo quy định trên được sấy đến khối lượng không đổi, sau đó cho vào các hộp chứa và cân xác định khối lượng.

- Các hộp chứa được đậy kín, ghi nhãn và lưu trong phòng trong khoảng thời gian theo bản Quy trình hướng dẫn cách đo hoạt độ phóng xạ đã quy định nhằm có sự ổn định hoạt độ phóng xạ của các hạt nhân phóng xạ.

- Các hộp có mẫu được lần lượt đưa vào thiết bị đo phóng xạ và tiến hành đo theo Quy trình hướng dẫn đo đã được phê duyệt.

D.5 Biểu thị kết quả đo

Kết quả đo hoạt độ phóng xạ của các nhân phóng xạ (Ra-226, Th-232, và K-40) trong mẫu đại diện là giá trị hoạt độ phóng xạ riêng trung bình (C_{jtb}) của mỗi hạt nhân phóng xạ C_j (C_{Ra} , C_{Th} , C_K) của ít

nhất 3 mẫu: $C_j(tb) = 1/n \sum_{i=1}^n C_{ji}$ (D1)

trong đó $i = 1, 2, \dots, n$; n là số mẫu và C_j (C_{Ra} , C_{Th} , C_K) là các số đo hoạt độ phóng xạ riêng của các nhân phóng xạ (Ra-226, Th-232, và K-40) tương ứng.

Độ lệch bình phương trung bình (Δ_{jtb}) khi đo được tính theo công thức:

$$\Delta_{jtb} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ji} - C_{jtb})^2}{n-1}} \quad (D2)$$

Kết quả xác định chỉ số hoạt độ phóng xạ an toàn (I) của vật liệu kiểm tra theo công thức:

$$I_1 = C_{Ra}/300 + C_{Th}/200 + C_K/3000 \quad (D3)$$

trong đó:

$$C_j = C_{jtb} + \Delta_{jtb} \quad (D4)$$