

# TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

## TCVN 9203 : 2012

### XI MĂNG POỐC LĂNG HỖN HỢP - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHỤ GIA KHOÁNG

*Portland blended cement - Method for determination of mineral admixture*

#### Lời nói đầu

**TCVN 9203 : 2012** được chuyển đổi từ TCXDVN 308:2003 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 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

**TCVN 9203 : 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.

### XI MĂNG POỐC LĂNG HỖN HỢP - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHỤ GIA KHOÁNG

*Portland blended cement - Method for determination of mineral admixture*

#### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định gần đúng hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

#### 2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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 các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 141:2008, *Xi măng - Phương pháp phân tích hóa học.*

TCVN 4787:2009 (EN 196-7:2007), *Xi măng - Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.*

TCVN 7131:2002, *Đất sét - Phương pháp phân tích thành phần hóa học.*

TCVN 8654:2011, *Thạch cao và sản phẩm thạch cao - Phương pháp xác định hàm lượng nước liên kết và hàm lượng sunfua trioxit.*

TCVN 9191:2011, *Đá vôi - Phương pháp phân tích thành phần hóa học.*

#### 3. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

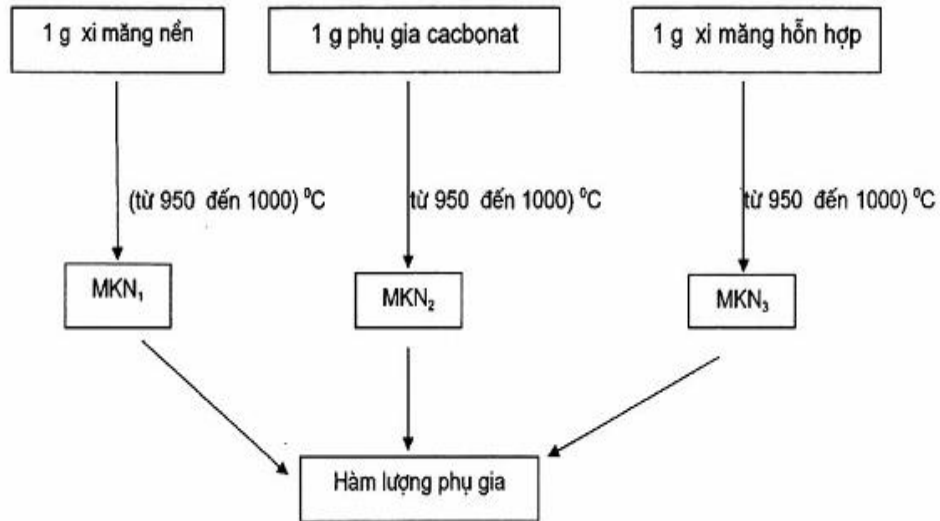
Lấy mẫu clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng hỗn hợp, phụ gia khoáng theo TCVN 4787:2009. Clanhke và phụ gia khoáng có hạt kích thước lớn (cỡ hạt > 2 mm) phải đập nhỏ cho đến cỡ hạt nhỏ hơn 2 mm. Lấy mẫu theo TCVN 4787:2009 cho vào lọ thủy tinh hoặc túi nhựa kín.

Mẫu đưa về phòng thí nghiệm đổ trên tờ giấy, láng, trộn đều. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, giã nhỏ đến khi lọt qua sàng 0,25 mm. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 25 g, đem nghiền trong cối mã não thành bột mịn (lọt qua sàng 0,063mm) để làm mẫu phân tích. Phần còn lại được bảo quản trong lọ thủy tinh đậy kín. Việc chuẩn bị mẫu clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng phải được làm càng nhanh càng tốt, để tránh mẫu tiếp xúc với không khí xung quanh.

Sấy mẫu đã nghiền mịn trong khoảng nhiệt độ từ 105°C đến 110°C đến khối lượng không đổi và trộn đều dùng làm mẫu phân tích.

#### 4. Xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp





**Hình 1. Sơ đồ nung để xác định hàm lượng phụ gia cacbonat theo hàm lượng MKN**

#### 4.1.2.2. Cách tiến hành

Tiến hành xác định lượng MKN của clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng hỗn hợp theo TCVN 141:2008. Hàm lượng MKN của đá vôi theo TCVN 9191:2011.

Cân 1 g mẫu thử ( $g$ ) chuẩn bị theo Điều 3 chính xác đến 0,001 g cho vào chén sứ (đã nung ở nhiệt độ từ 950 đến 1000 °C đến khối lượng không đổi, cân khối lượng chén và mẫu ( $g_1$ ), cho chén sứ vào lò nung. Nung ở nhiệt độ (950 ÷ 1000) °C trong 1 h, lấy mẫu ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ trên 15 min làm nguội trong bình chống ẩm và cân đến khối lượng không đổi ( $g_2$ ). Hàm lượng MKN tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{MKN (\%)} = \frac{g_1 - g_2}{g} \times 100$$

Trong đó:

$g_1$ : khối lượng mẫu và chén trước khi nung, tính bằng gam (g);

$g_2$ : khối lượng chén và mẫu sau khi nung, tính bằng gam (g);

$g$ : khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

#### 4.1.2.3. Biểu thị kết quả

Hàm lượng phụ gia cacbonat (P) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính bằng phần trăm theo công thức sau:

$$P (\%) = \frac{M_u - M_k}{M_p - M_k} \times 100$$

Trong đó:

$M_u$ : hàm lượng MKN của xi măng poóc lăng hỗn hợp, tính bằng phần trăm (%);

$M_k$ : hàm lượng MKN của xi măng poóc lăng nền, tính bằng phần trăm (%);

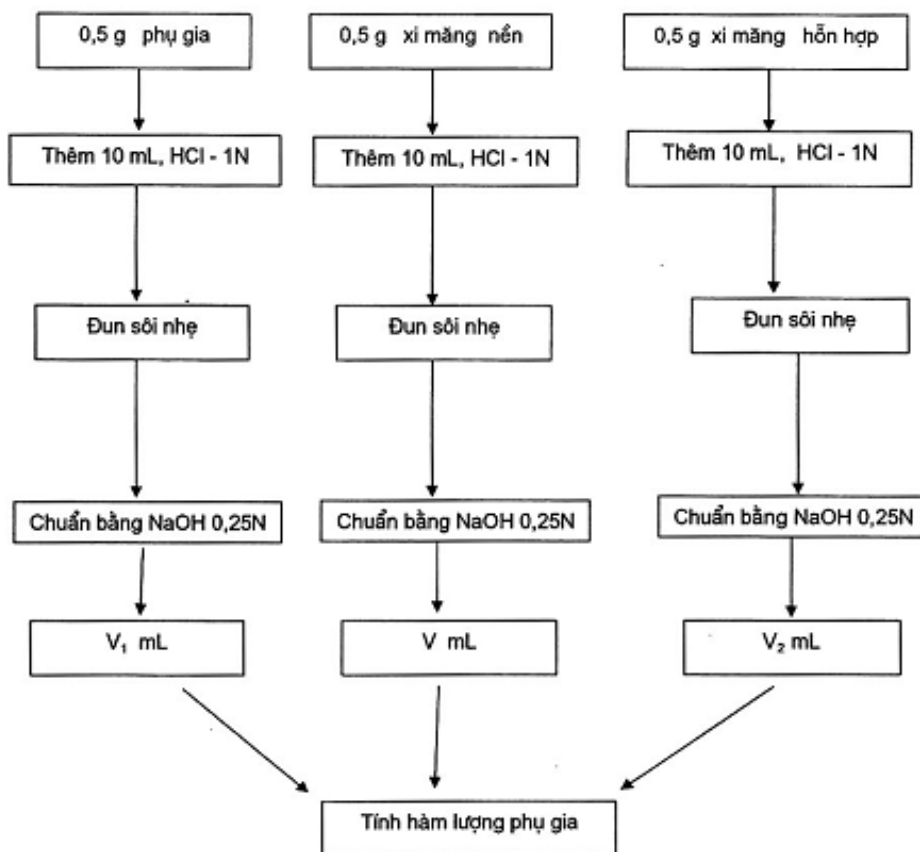
$M_p$ : hàm lượng MKN của phụ gia, tính bằng phần trăm (%).

### 4.1.3. Xác định hàm lượng phụ gia khoáng không phải là khoáng cacbonat theo phương pháp hòa tan

#### 4.1.3.1. Nguyên tắc

Cianhke xi măng poóc lăng dễ hòa tan hoàn toàn trong axit HCl loãng, phụ gia khoáng thuộc nhóm cao silic hòa tan kém hoặc hầu như không tan trong axit HCl loãng.

Dùng lượng dư HCl 1N hòa tan các mẫu thử: phụ gia khoáng, xi măng poóc lăng nền (chứa 4% thạch cao), xi măng poóc lăng hỗn hợp; lần lượt xác định hàm lượng axit HCl dư bằng dung dịch NaOH 0,25 N cho từng mẫu thử. Từ đó tính ra hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.



Hình 2. Sơ đồ xác định hàm lượng phụ gia theo phương pháp hòa tan

#### 4.1.3.2. Dụng cụ và hóa chất

- Bình tam giác thể tích 250 mL;
- Ống sinh hàn;
- Dung dịch HCl - 1N;
- Dung dịch NaOH - 0,25N;
- Chỉ thị phenolphthalêin 0,1% (trong rượu ethylic).

#### 4.1.3.3. Cách tiến hành

Tiến hành phân tích theo quy trình sau đây cho các mẫu thử: Xi măng poóc lăng nền, phụ gia khoáng, xi măng poóc lăng hỗn hợp.

Cân 0,5g mẫu thử chuẩn bị theo Điều 3 chính xác đến 0,001 g, cho vào bình tam giác dung tích 250 mL, thêm tiếp vào bình khoảng từ 10 đến 15 mL nước cất và lắc đều.

Dùng buret thêm chính xác 10 mL axit HCl- 1N vào bình chứa mẫu, lắc đều.

Lắp ống sinh hàn hồi lưu và đun sôi lăn tăn trên bếp điện trong 5 min (đun sôi lâu sẽ làm bay hơi một phần axit). Ngừng đun, dùng bình tia nước cất nguội tráng rửa ống sinh hàn và thành bình, tháo bỏ ống sinh hàn.

Thêm vào bình 1-2 giọt chỉ thị phenolphthalein, chuẩn độ lượng HCl còn lại trong bình bằng dung dịch NaOH - 0,25N đến xuất hiện màu hồng. Ghi lại thể tích NaOH - 0,25N tiêu thụ khi chuẩn độ  $V_x$  mL).

#### 4.1.3.4. Biểu thị kết quả

Hàm lượng phụ gia (P) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp được tính bằng phần trăm, theo công thức sau:

$$P (\%) = \frac{V_2 - V}{V_1 - V} \times 100$$

Trong đó:

V: thể tích NaOH 0,25 N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu xi măng nền, tính bằng mL;

$V_1$ : thể tích NaOH 0,25 N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu phụ gia, tính bằng mL;

$V_2$ : thể tích NaOH 0,25 N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, tính bằng mL;

### **4.2. Xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi không biết hợp phần ban đầu**

#### 4.2.1. Sơ đồ phân tích

Xác định hàm lượng phụ gia khoáng khi không biết hợp phần ban đầu trong xi măng poóc lăng hỗn hợp thực hiện theo trình tự sau:

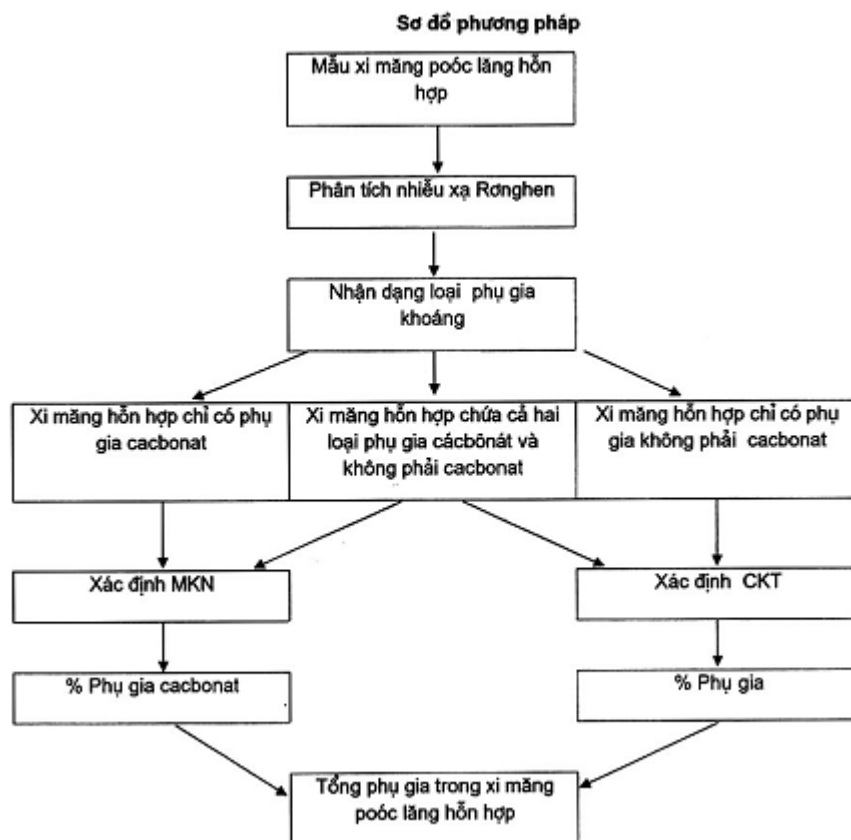
**Bước 1:** Phân tích nhiễu xạ rơnghen để nhận dạng nguồn gốc phụ gia khoáng.

**Bước 2:** Tùy thuộc vào dạng phụ gia khoáng sử dụng, dùng phương pháp hóa học phù hợp để xác định hàm lượng phụ gia khoáng này:

+ Xi măng poóc lăng hỗn hợp chỉ có phụ gia là khoáng cacbonát: Dùng phương pháp xác định hàm lượng mất khi nung (MKN).

+ Xi măng poóc lăng hỗn hợp chỉ có phụ gia không phải là khoáng cacbonát: Dùng phương pháp xác định cặn không tan (CKT).

+ Xi măng poóc lăng hỗn hợp có cả hai loại là phụ gia khoáng cacbonat và không phải khoáng cacbonát: Dùng phương pháp xác định hàm lượng MKN và hàm lượng CKT.



Hình 3. Sơ đồ phương pháp xác định phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp

#### 4.2.2. Xác định hàm lượng phụ gia không phải là khoáng cacbonat theo hàm lượng cặn không tan (CKT)

##### 4.2.2.1. Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử bằng dung dịch axit HCl loãng, lọc lấy phần cặn không tan, lọc, rửa, sấy, nung và cân cặn không tan, tính toán hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

##### 4.2.2.2. Cách tiến hành

Xác định hàm lượng CKT trong mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp theo TCVN 141:2008. Đối với xi măng poóc lăng hỗn hợp có phụ gia là xỉ nhiệt điện hàm lượng cặn không tan và giấy lọc được sấy ở nhiệt độ trong khoảng từ 105 đến 110 °C và cân đến khối lượng không đổi (vì trong xỉ nhiệt điện có lẫn một số tạp chất hữu cơ).

##### 4.2.2.3. Biểu thị kết quả

Hàm lượng CKT trong mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, tính bằng %, theo công thức sau:

$$\text{CKT (\%)} = \frac{g_1 - g_2}{g} \times 100$$

Trong đó:

g<sub>1</sub>: khối lượng của giấy lọc và cặn sau khi sấy, tính bằng gam.

g<sub>2</sub>: khối lượng của giấy lọc đã sấy khô, tính bằng gam.

g: khối lượng của mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Hàm lượng phụ gia ( $P_1$ ) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính bằng phần trăm (%) theo công thức sau:

$$P_1 (\%) = \text{CKT}(\%) \times K$$

Trong đó:

CKT: chỉ số hàm lượng phần trăm (%) của cặn không tan trong mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp;

K: hệ số chuyển đổi từ lượng CKT (của phụ gia) thành lượng phụ gia tương ứng như trong Bảng 1.

**Bảng 1: Hệ số K của các loại phụ gia**

Loại phụ gia	Giá trị hệ số K	Hàm lượng CKT có trong phụ gia
Đá Bazan	1,666	60 %
Xỉ nhiệt điện	1,111	90 %
Đá Silic	1,052	95 %

#### 4.2.3. Xác định hàm lượng phụ gia cacbonat trong xi măng poóc lăng hỗn hợp

##### 4.2.3.1. Nguyên tắc

Nung mẫu thử ở nhiệt độ từ 600 đến 1000°C đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng mẫu (mất khi nung- MKN) tính ra hàm lượng phụ gia cacbonat có trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

##### 4.2.3.2. Cách tiến hành

Cân 1g mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp (g) chuẩn bị theo Điều 3 chính xác đến 0,001 g vào chén sứ đã được nung trước ở nhiệt độ từ 950 đến 1000 °C (đến khối lượng không đổi).

Cho chén sứ có mẫu vào lò nung, nung ở nhiệt độ 600 °C trong 1 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình nung chén và mẫu 15 min ở nhiệt độ 600 °C, để nguội và cân đến khi khối lượng không đổi ( $g_1$ ).

Tiếp tục cho chén và mẫu vào lò nung tiếp ở nhiệt độ 1000 °C trong 1 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ 1000 °C trong 15 min để nguội và cân đến khi khối lượng không đổi ( $g_2$ ).

##### 4.2.3.3. Biểu thị kết quả

Hàm lượng MKN tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\text{MKN} (\%) = \frac{g_1 - g_2}{g} \times 100$$

Trong đó:

$g_1$ : khối lượng mẫu và chén sau khi nung ở nhiệt độ 600 °C, tính bằng gam (g);

$g_2$ : khối lượng mẫu và chén sau khi nung ở nhiệt độ 1000 °C, tính bằng gam (g);

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

Hàm lượng phần trăm phụ gia cacbonat ( $P_2$ ), tính bằng phần trăm (%), trong xi măng poóc lăng hỗn hợp tính theo công thức sau:

$$P_2 (\%) = \text{MKN} (\%) \times 2,272$$

Trong đó:

MKN: chỉ số hàm lượng phần trăm MKN của mẫu thử;

2,272: hệ số chuyển đổi từ hàm lượng MKN về lượng đá vôi tương ứng (100 / 44).

#### 4.2.4. Xác định hàm lượng phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp có phụ gia cacbonat và không phải cacbonat

##### 4.2.4.1. Nguyên tắc

Tiến hành xác định cả hai chỉ tiêu hàm lượng MKN và CKT trên mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, từ đó tính ra hàm lượng của phụ gia cacbonat, phụ gia không phải là cacbonat và tổng hàm lượng của phụ gia trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

##### 4.2.4.2. Cách tiến hành

Cân hai lượng cân mẫu xi măng poóc lăng hỗn hợp, lần lượt tiến hành xác định:

- Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT) trong mẫu thử theo cách làm đã nêu trong Điều 4.2.2 của quy trình này. Tính ra hàm lượng phần trăm phụ gia không phải các bô nát ( $P_1$ ) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

- Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN) trong mẫu thử theo cách làm nêu trong Điều 4.2.3 của quy trình này. Tính ra hàm lượng phần trăm phụ gia các bô nát ( $P_2$ ) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp.

##### 4.2.4.3. Biểu thị kết quả

Tổng hàm lượng phần trăm phụ gia (P) trong xi măng poóc lăng hỗn hợp theo công thức:

$$P (\%) = P_1(\%) + P_2(\%)$$

### NỘI DUNG THAY ĐỔI KHI CHUYỂN NGANG TCXDVN 308 : 2003 THÀNH TCVN 9203 : 2011

TT	Nội dung chuyển đổi	TCXDVN 308-2003	TCVN 9203 : 2010
1	Tên tiêu chuẩn	Giữ nguyên	
2	Lời nói đầu	Quy trình do Viện Vật liệu xây dựng - Bộ Xây dựng biên soạn. Vụ Khoa học công nghệ (BXD) đề nghị, Bộ Xây dựng ban hành	<b>TCVN 9203 : 2011</b> được chuyển đổi từ TCXDVN 308 : 2003 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 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật. <b>TCVN 9203 : 2011</b> 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.
3	Phạm vi áp dụng	Phần I: Xi măng poóc lăng hỗn hợp - Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng biết hợp phần ban	Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng



		<p>đầu.</p> <p>Quy trình này quy định phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi biết hợp chất ban đầu.</p> <p>Phần II: Xi măng poóc lăng hỗn hợp - Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng không biết hợp phần ban đầu.</p> <p>Quy trình này quy định phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi không biết hợp phần ban đầu.</p>	hỗn hợp.
4	Tài liệu viện dẫn	<p>TCVN 141:1998 Xi măng - Phương pháp phân tích hóa học.</p> <p>TCVN 4748:2001 Xi măng - Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử</p> <p>TCVN ... :2003 Đá vôi - Phương pháp phân tích thành phần hóa học</p> <p>TCVN 3171:2002 Đất sét - Phương pháp phân tích thành phần hóa học</p>	<p>Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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 các sửa đổi, bổ sung (nếu có).</p> <p>TCVN 141:2008, <i>Xi măng - Phương pháp phân tích hóa học.</i></p> <p>TCVN 4787:2009 (EN 196-7:2007), <i>Xi măng - Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.</i></p> <p>TCVN 7131:2002, <i>Đất sét - Phương pháp phân tích thành phần hóa học.</i></p> <p>TCVN 8654:2011, <i>Thạch cao và sản phẩm thạch cao - Phương pháp xác định hàm lượng nước liên kết và hàm lượng sunfua trioxit.</i></p> <p>TCVN 9191:2011, <i>Đá vôi - Phương pháp phân tích thành phần hóa học</i></p>
5	Chuẩn bị mẫu thử	Lấy mẫu theo TCVN 4787:2001	Lấy mẫu theo TCVN 4787:2009
6	Mục 4	Phương pháp xác định hàm	Phương pháp xác định

		lượng phụ gia khoáng trong xi măng PCB	hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp
	Phần 1	Phần I: Xi măng poóc lăng hỗn hợp - Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng đã biết hợp phần ban đầu. (Khuyến khích áp dụng)	4.1. Xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi đã biết hợp phần ban đầu.
	Mục 1.1.1	Nguyên tắc của phương pháp: - Clanhke XMPL và XMPL hỗn hợp phân tích theo TCVN 141:1998 - Thạch cao theo quy trình phân tích hóa học thạch cao của Viện VLXD	Nguyên tắc: - Clanhke XMPL và XMPL hỗn hợp phân tích theo TCVN 141:2008 - TCVN 8654:2011, <i>Thạch cao và sản phẩm thạch cao - Phương pháp xác định hàm lượng nước liên kết và hàm lượng sunfua trioxit.</i> TCVN 9191:2011, <i>Đá vôi - Phương pháp phân tích thành phần hóa học.</i>
	Mục 1.2.2	Cách tiến hành: - Tiến hành xác định lượng MKN của CLKXMPL và XMPL hỗn hợp theo TCVN 141:1998 - Hàm lượng MKN của đá vôi theo quy trình của Viện VLXD	Cách tiến hành: - Tiến hành xác định lượng MKN của CLKXMPL và XMPL hỗn hợp theo TCVN 141:2008 - Hàm lượng MKN của đá vôi theo TCVN 312:2004
	Phần 2	Phần II: Xi măng poóc lăng hỗn hợp - Phương pháp xác định hàm lượng phụ gia khoáng không biết hợp phần ban đầu. (Tham khảo)	4.2. Xác định hàm lượng phụ gia khoáng trong xi măng poóc lăng hỗn hợp khi không biết hợp phần ban đầu
	Mục II.2.2	Cách tiến hành - Xác định hàm lượng CKT trong mẫu XMPL hỗn hợp theo TCVN 141:1998	Cách tiến hành - Xác định hàm lượng CKT trong mẫu XMPL hỗn hợp theo TCVN 141:2008

#### BẢN TIẾP THU Ý KIẾN

TT	Ý kiến đề nghị chỉnh sửa	Tiếp thu của CN DA
1	Năm công bố tiêu chuẩn là 2012	Tiếp thu và sửa năm công bố là 2012
2	Bổ sung lần xuất bản	Tiếp thu và sửa: Xuất bản lần 1
3	Lời nói đầu bổ sung thông tin về sự thay thế	Tiếp thu

4	Thống nhất thuật ngữ trong tiêu chuẩn	Tiếp thu
5	<p>Một số góp ý chi tiết</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Điều 2: viện dẫn đầy đủ số liệu tiêu chuẩn và cập nhật số liệu tiêu chuẩn được chuyển đổi từ các TCXD</li> <li>- Điều 4: cần bố cục lại</li> <li>- Điều 4.1.2.1 sửa "quy định trong Hình 2" thành "quy định trong hình 1"</li> </ul>	<p>Tiếp thu và sửa đổi</p> <p>Tiếp thu và sửa đổi; Điều 4.1: Phụ gia khoáng cacbonat; Điều 4.2: Phụ gia không phải khoáng cacbonat</p> <p>Tiếp thu và sửa đổi</p>
6		Soát xét và sửa lỗi chính tả