

BỘ XÂY DỰNG

Số: 03/2005/QĐ-BXD

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Hà nội, ngày 06 tháng 1 năm 2005

QUYẾT ĐỊNH CỦA BỘ TRỞNG BỘ XÂY DỰNG

Về việc ban hành TCXDVN 325 : 2004 "Phụ gia hoá học cho bê tông "

BỘ TRỞNG BỘ XÂY DỰNG

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

TCXDVN 325 : 2004 " Phụ gia hóa học cho bê tông "

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

Điều 3. Các Ông Chánh văn phòng Bộ, Vụ trưởng Vụ Khoa học Công nghệ và Thủ trưởng các đơn vị có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Quyết định này ./.

BỘ TRỞNG BỘ XÂY DỰNG

Nơi nhận:

- Nh điều 3
- VP Chính Phủ
- Công báo
- Bộ T pháp
- Vụ Pháp chế
- Lu VP&Vụ KHCN



Nguyễn Hồng Quân

TCXDVN

TIÊU CHUẨN XÂY DỰNG VIỆT NAM

TCXDVN 325 : 2004

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA HOÁ HỌC CHO BÊ TÔNG

Chemical Admixtures for Concrete

HÀ NỘI – 2004

Mục lục

	Trang
	g
Lời nói đầu.....	5
Phần 1 - Yêu cầu kỹ thuật.....	7
1 Phạm vi tác dụng.....	7
2 Tài liệu viện dẫn.....	7
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	7
4 Yêu cầu kỹ thuật.....	9
4.1 Yêu cầu về tính năng cơ lý.....	9
4.2 Yêu cầu về độ đồng nhất.....	9
4.3 Thí nghiệm lại có giới hạn.....	9
5 Bao gói và ghi nhãn.....	10
6 Bảo quản và vận chuyển.....	11
7 Các thông tin do nhà sản xuất cung cấp.....	11
8 Tình huống từ chối.....	11
Phần 2 – Các phương pháp thử.....	13
1 Phạm vi tác dụng.....	13
2 Tài liệu viện dẫn.....	13
3 Lấy mẫu.....	13
4 Các phương pháp thử.....	14
4.1 Vật liệu.....	14
4.2 Thành phần bê tông thí nghiệm.....	14
4.2.1 Thành phần hỗn hợp bê tông đối chứng.....	14
4.2.2 Thành phần hỗn hợp bê tông chứa phụ gia thử nghiệm.....	15
4.3 Chế tạo và bảo dưỡng mẫu thử.....	15
4.3.1 Chế tạo và bảo dưỡng mẫu thử.....	15
4.3.2 Số lượng mẫu thử.....	15
4.4 Thủ các tính chất của hỗn hợp bê tông.....	15
4.4.1 Xác định độ sụt.....	15
4.4.2 Xác định thời gian đông kết.....	15
4.4.3 Xác định hàm lượng bột khí.....	15
4.4.4 Xác định lượng nén trộn yêu cầu.....	15

4.5	Thử các tính chất của bê tông đã đóng rắn.....	16
4.5.1	Xác định cường độ nén.....	16
4.5.2	Xác định cường độ uốn.....	16
4.5.3	Xác định độ co.....	16
4.6	Xác định độ đồng nhất của phụ gia.....	16
4.6.1	Xác định hàm lượng chất khô.....	16
4.6.2	Xác định hàm lượng tro.....	16
4.6.3	Xác định tỉ trọng của phụ gia lỏng.....	16
4.6.4	Xác định hàm lượng ion clo.....	16
4.6.5	Phổ hồng ngoại.....	16
	Phụ lục A (quy định): Thí nghiệm xác định thời gian đông kết của bê tông.....	17
	Phụ lục B (quy định): Thí nghiệm xác định hàm lượng chất khô của phụ gia hoá học.....	19
	Phụ lục C (quy định): Thí nghiệm xác định hàm lượng tro của phụ gia hoá học....	21
	Phụ lục D (quy định): Thí nghiệm xác định tỷ trọng của phụ gia hoá học dạng lỏng.....	22
	Phụ lục E (quy định): Thí nghiệm xác định hàm lượng ion clo trong phụ gia hoá học.....	23
	Phụ lục F (tham khảo): Phân tích phổ hồng ngoại phụ gia hoá học.....	25

Lời nói đầu

TCXDVN 325 : 2004 “Phụ gia hóa học cho bê tông” quy định yêu cầu kỹ thuật cho 7 loại phụ gia dùng cho bê tông xi măng pooclăng.

TCXDVN 325 : 2004 được Bộ Xây dựng ban hành theo Quyết định số ... ngày...tháng....năm 2004

Phụ gia hóa học cho bê tông

Chemical Admixtures for Concrete

Phần 1 - Yêu cầu kỹ thuật

Technical Specification

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định các yêu cầu kỹ thuật áp dụng cho 7 loại phụ gia hóa học dùng cho bê tông xi măng pooc lăng gồm:

- Phụ gia hóa dẻo giảm nồng, ký hiệu loại A;
- Phụ gia chậm đông kết, ký hiệu loại B;
- Phụ đóng rắn nhanh, ký hiệu loại C;
- Phụ gia hóa dẻo - chậm đông kết, ký hiệu loại D;
- Phụ gia hóa dẻo - đóng rắn nhanh, ký hiệu loại E;
- Phụ gia siêu dẻo (giảm nồng mức cao), ký hiệu loại F;
- Phụ gia siêu dẻo - chậm đông kết, ký hiệu loại G.

1.2 Các loại phụ gia nh: phụ gia cuốn khí, phụ gia kị nồng, phụ gia trọng nở, phụ gia bền sun phát... không thuộc phạm vi của tiêu chuẩn này.

2 Tài liệu viện dẫn

- TCVN 5117- 90, Bao gói - Bao đựng bằng giấy - Thuật ngữ và kiểu.
- TCVN 6405- 98, Bao bì - Ký hiệu bằng hình vẽ cho bao bì vận chuyển.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Phụ gia hóa học (Chemical Admixtures): là chất được đưa vào mẻ trộn trước hoặc trong quá trình trộn với một liều lượng nhất định (không lớn hơn 5 % khối lượng xi măng), nhằm mục đích thay đổi một số tính chất của hỗn hợp bê tông và bê tông sau khi đóng rắn.

3.2 Phụ gia hóa dẻo giảm nồng (Water-reducing admixtures): là phụ gia làm tăng độ sụt của hỗn hợp bê tông khi giữ nguyên tỉ lệ Nước/Xi măng, hoặc cho phép giảm lượng nồng trộn mà vẫn giữ nguyên được độ sụt của hỗn hợp bê tông, thu được bê tông có cường độ cơ học cao hơn.

3.3 Phụ gia chậm đông kết (Retarding admixtures): là phụ gia làm giảm tốc độ phản ứng ban đầu giữa xi măng và nồng, do đó làm kéo dài thời gian đông kết của bê tông.

- 3.4 Phụ đóng rắn nhanh (Accelerating admixtures):** là phụ gia làm tăng nhanh tốc độ phản ứng ban đầu giữa xi măng và nóc, do đó rút ngắn thời gian đông kết của bê tông và làm tăng cường độ của bê tông ở tuổi ngắn ngày.
- 3.5 Phụ gia hóa dẻo - chậm đông kết (Water-reducing and retarding admixtures):** là phụ gia kết hợp được các chức năng của phụ gia hóa dẻo (3.2) và phụ gia chậm đông kết (3.3).
- 3.6 Phụ gia hóa dẻo - đóng rắn nhanh (Water-reducing and accelerating admixtures):** là phụ gia kết hợp được các chức năng của phụ gia hóa dẻo (3.2) và phụ gia đóng rắn nhanh (3.4).
- 3.7 Phụ gia siêu dẻo (giảm nóc mức cao) (Water-reducing, high range admixtures):** là phụ gia cho phép giảm một lượng lớn nóc trộn không nhỏ hơn 12 % mà vẫn giữ nguyên được độ sụt của hỗn hợp vữa bê tông, thu được bê tông có cường độ cao hơn.
- 3.8 Phụ gia siêu dẻo - chậm đông kết (Water-reducing, high range, and retarding admixtures):** là phụ gia kết hợp được chức năng của phụ gia siêu dẻo (3.7) và phụ gia chậm đông kết (3.3).
- 3.9 Kiểm tra độ đồng nhất:** công việc kiểm tra được thực hiện để đánh giá toàn bộ các tính chất vật lý và hóa học của các loại phụ gia trước khi đưa vào sử dụng.
- 3.10 Hỗn hợp bê tông đối chứng:** là hỗn hợp bê tông chuẩn không có phụ gia dùng làm mẫu so sánh.
- 3.11 Hỗn hợp bê tông có phụ gia thử nghiệm:** là hỗn hợp bê tông trong thành phần có chứa phụ gia với liều lượng tối ưu theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.
- 3.12 Mẫu đơn:** là mẫu được lấy một lần đơn lẻ.
- 3.13 Mẫu hỗn hợp:** là mẫu được tạo thành ít nhất từ 3 mẫu đơn lấy từ 1 lô.
- 3.14 Lô:** là số lượng phụ gia được sản xuất trong cùng một điều kiện tại một nhà máy trong cùng một khoảng thời gian nhất định.

4 Yêu cầu kỹ thuật

4.1 Yêu cầu về tính năng cơ lý

Hỗn hợp bê tông sau khi trộn và bê tông sau khi đóng rắn có sử dụng một trong 7 loại phụ gia hóa học (trong mục 1) phải thỏa mãn các yêu cầu về hàm lượng nóc trộn, thời gian đông kết, cường độ nén, cường độ uốn và độ co cứng cho trong bảng 1 của tiêu chuẩn này.

Bê tông sử dụng phụ gia hóa học có cường độ nén, cường độ uốn ở tuổi 6 tháng và 1 năm không được thấp hơn cường độ nén, cường độ uốn của chính nó ở tuổi 28 ngày và 90 ngày.

Hàm lượng bột khí của bê tông sử dụng phụ gia hóa học không được vượt quá 3 %.

4.2 Yêu cầu về độ đồng nhất

Phụ gia hóa học có cùng một nguồn gốc phải có thành phần hóa học nh của nhà sản xuất công bố và phải thỏa mãn các yêu cầu về độ đồng nhất cho trong bảng 2 của tiêu chuẩn này.

4.3 Thí nghiệm lại có giới hạn

Người mua có quyền yêu cầu thí nghiệm lại (có giới hạn) để xác định sự phù hợp của loại phụ gia định mua với các yêu cầu kỹ thuật của tiêu chuẩn này.

Việc thí nghiệm lại để xác định các tính năng kỹ thuật của phụ gia đối với hỗn hợp vữa bê tông và bê tông bao gồm: xác định hàm lượng nồng độ trộn yêu cầu, thời gian đông kết, cường độ chịu

nén ở tuổi 3 ngày, 7 ngày và 28 ngày. Kết quả thí nghiệm lại đối với từng loại phụ gia phải đáp ứng các yêu cầu nêu trong bảng 1.

Bảng 1 – Các yêu cầu về tính năng cơ lý

- Khi độ thay đổi chiều dài của mẫu bê tông đối chứng là B %, với B nhỏ hơn 0,03 %

Việc thí nghiệm lại để xác định tính đồng nhất của các lô hàng định mua so với mẫu ban đầu của nhà sản xuất bao gồm: hàm lượng chất khô, tỷ trọng, hàm lượng ion clo, độ pH (tiến hành theo phụ lục B, C, D, E trong phần 2 của tiêu chuẩn này). Kết quả thí nghiệm lại đối với từng loại phụ gia phải đáp ứng các yêu cầu nêu trong bảng 2.

Bảng 2 - Yêu cầu về độ đồng nhất của phụ gia hóa học

Tên chỉ tiêu	Giá trị công bố của nhà sản xuất	Giá trị chấp nhận được	
		Phụ gia lỏng	Phụ gia không lỏng
1. Hàm lượng chất khô, %	C _k	C _k ± 5	C _k ± 4
2. Tỷ trọng, g/cm ³	ρ	ρ ± 0,02	-
3. Hàm lượng ion clo, %	E	E ± 0,05E hoặc E ± 0,2 (Lấy giá trị nào nhỏ hơn)	
4. Độ pH	P	P ± 1	
5. Hàm lượng tro, %	T _R	T _R ± 1	
6. Phổ hồng ngoại	-	Tương tự với mẫu chuẩn ban đầu của nhà sản xuất.	

CHÚ THÍCH:

- 1) Các chỉ số nêu trong bảng 2 đã bao gồm cả sai số cho phép trong quá trình làm thí nghiệm ở các phòng thí nghiệm khác nhau.
- 2) Nếu người mua yêu cầu đánh giá độ đồng nhất của phụ gia bằng phân tích phổ hấp thụ của tia hồng ngoại, khi đó việc thí nghiệm phổ hồng ngoại đối với lô hàng tiến hành theo phụ lục G. Kết quả so sánh với mẫu chuẩn do nhà sản xuất đưa ra ban đầu phải cơ bản tương tự nhau.
- 3) Khi phụ gia được dự định sử dụng trong bê tông cốt thép ứng suất trc, nhà sản xuất phải công bố bằng văn bản hàm lượng ion clo có trong phụ gia.
- 4) Phụ gia được coi là không có hàm lượng ion clo đáng kể nếu hàm lượng ion clo trong phụ gia không lớn hơn 1,5 g/lít đối với phụ gia lỏng (khi liều lượng sử dụng không quá 2 lít/1m³ bê tông), hoặc 0,3 % đối với phụ gia bột.
- 5) Các loại phụ gia hóa học đáp ứng yêu cầu của tiêu chuẩn này không có nghĩa là chấp nhận cho sử dụng phụ gia đó trong bê tông cốt thép ứng suất trc.
- 6) Độ pH của phụ gia có thể bị thay đổi theo thời gian, khi có sự khác biệt lớn về độ pH (vợt với qui định trong bảng 2), phụ gia vẫn có thể sử dụng được nhưng phải tiến hành các thí nghiệm kiểm tra toàn bộ tính năng của phụ gia đảm bảo các yêu cầu tương ứng nêu trong bảng 1 của tiêu chuẩn này.

5 Bao gói và ghi nhãn

Phụ gia được đóng gói trong các bao, hoặc thùng chứa phải được nhà sản xuất ghi nhãn rõ ràng, phù hợp với TCVN 5117 : 1990, TCVN 6045 : 1998, bao gồm:

- Tên cơ sở sản xuất;

- Tên thương mại của phụ gia, loại phụ gia (theo phân loại của tiêu chuẩn này);
- Khối lượng hoặc thể tích không kể bao bì;
- Ngày, tháng, năm sản xuất;
- Thời hạn sử dụng.

6 Bảo quản và vận chuyển

Phụ gia phải được cất giữ một cách thích hợp cho phép dễ dàng kiểm tra và nhận dạng đúng từng lô hàng (hoặc chuyến hàng).

Phụ gia phải được bảo quản trong điều kiện kín thích hợp để tránh tác động của thời tiết nh ma, nắng, môi trường ẩm ướt...

Phụ gia phải được vận chuyển trên các phương tiện thích hợp, tránh làm biến dạng, thủng, rách bao bì dẫn đến làm thất thoát khối lượng cũng như ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm.

7 Các thông tin do nhà sản xuất cung cấp

Nhà sản xuất có trách nhiệm cung cấp các thông tin sau:

- Tên thương mại của phụ gia;
- Loại phụ gia (theo phân loại của tiêu chuẩn này);
- Mô tả trạng thái vật lý của sản phẩm;
- Thành phần hoạt tính chính của phụ gia;
- Liều lượng sử dụng;
- Hàm lượng chất khô; tỷ trọng (đối với phụ gia lỏng); hàm lượng ion clo (% khối lượng phụ gia); độ pH;
- Hứng dẫn an toàn cho người sử dụng (nếu là chất độc hại, ăn da hoặc ăn mòn...);
- Điều kiện bảo quản và thời hạn sử dụng;
- Tên và địa chỉ phòng thí nghiệm nơi đã thí nghiệm chấp nhận phụ gia.

8 Tình huống từ chối

- 8.1** Kiểm tra sự tuân thủ ban đầu: phụ gia sẽ bị loại bỏ nếu các chỉ tiêu kỹ thuật của nhà sản xuất đa ra không đáp ứng được các yêu cầu kỹ thuật (mục 4) của tiêu chuẩn này.
- 8.2** Kiểm tra bằng phong pháp thí nghiệm lại (có giới hạn): phụ gia sẽ bị loại bỏ nếu kết quả thí nghiệm lại không thỏa mãn các yêu cầu trong bảng 1 và 2 của tiêu chuẩn này.
- 8.3** Kiểm tra bao bì đóng gói: người mua được quyền bác bỏ toàn bộ lô hàng nếu việc bao bì đóng gói vi phạm một trong 2 điều sau:
 - a) Khối lượng (hoặc thể tích) bao gói (hoặc thùng chứa) thay đổi quá theo quy định bao gói so với khối lượng (hoặc thể tích) được ghi trên nhãn;
 - b) Khối lượng (hoặc thể tích) trung bình của 50 bao gói (hoặc thùng chứa) khi lấy kiểm tra một cách ngẫu nhiên nhỏ hơn khối lượng (hoặc thể tích) được ghi trên nhãn.
- 8.4** Khi phụ gia được sử dụng cho bê tông có yêu cầu không cuốn khí, phụ gia bị từ chối sử dụng nếu bê tông chứa loại phụ gia này có hàm lượng khí lớn hơn 3 %.

Phần 2 - Các phương pháp thử

Test Methods

Phương pháp thử phụ gia hóa học bao gồm các thí nghiệm kiểm tra các tính năng của phụ gia trên hỗn hợp bê tông, bê tông đã đóng rắn và các thí nghiệm xác định độ đồng nhất của phụ gia. Các phương pháp thử này dùng cho việc thí nghiệm chấp nhận nói chung. Những điều kiện được tiêu chuẩn hóa trong các thí nghiệm này nhằm đảm bảo kết quả thí nghiệm trong phòng thí nghiệm có độ chính xác cao, vì vậy không mô phỏng theo các điều kiện thực tế ở công trường.

1 Phương vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các phương pháp thử áp dụng cho 7 loại phụ gia hóa học dùng cho bê tông xi măng Pooclăng theo tên gọi và ký hiệu nh mục 1.1 phần 1.

2 Tài liệu viện dẫn

- TCVN 2682 : 1999, Xi măng pooclăng - Yêu cầu kỹ thuật;
- TCVN 1770 : 1986, Cát xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật;
- TCVN 1771 : 1987, Đá dăm, sỏi và sỏi dăm dùng trong xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật;
- TCXDVN 302 : 2004, Nóc trộn bê tông và vữa - Yêu cầu kỹ thuật;
- TCVN 3105 : 1993, Hỗn hợp bê tông nặng và bê tông nặng - Lấy mẫu, chế tạo và bảo dưỡng mẫu thử;
- TCVN 3106 : 1993, Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp thử độ sụt;
- TCVN 3111 : 1993, Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp xác định hàm lượng bột khí;
- TCVN 3118 : 1993, Bê tông nặng - Phương pháp xác định cồng độ nén;
- TCVN 3119 : 1993, Bê tông nặng - Phương pháp xác định cồng độ kéo khi uốn;
- TCVN 3117 : 1993, Bê tông nặng - Phương pháp xác định độ co.

3 Lấy mẫu

3.1 Mẫu để thí nghiệm phụ gia có thể là mẫu đơn hoặc mẫu hỗn hợp. Mẫu thử có thể được lấy tại nơi sản xuất, nơi cung cấp (nơi bán hàng) hoặc tại nơi sử dụng.

3.2 Mẫu dùng để đánh giá chất lượng của một nguồn (hoặc một lô phụ gia) đáp ứng các yêu cầu kỹ thuật của tiêu chuẩn này phải là mẫu hỗn hợp tạo thành từ các mẫu đơn lấy từ các vị trí khác nhau của lô, đủ để đại diện cho lô.

3.3 Mẫu dùng để thí nghiệm đánh giá độ đồng nhất và sự tương đồng của các lô phụ gia khác nhau có cùng một nguồn phải là mẫu hỗn hợp lấy từ các lô riêng rẽ. Khi độ đồng nhất của từng lô phụ gia đã được đảm bảo cho phép sử dụng các mẫu đơn.

3.4 Lấy mẫu phụ gia lỏng: phụ gia lỏng phải được khuấy đều trước khi lấy mẫu. Một mẫu đơn được lấy ít nhất 0,5 lít. Đối với 1 lô hàng (hoặc 1 chuyến hàng) phải lấy ít nhất 3 mẫu đơn tại các vị trí khác nhau đại diện cho lô (hoặc chuyến hàng) đó. Mẫu hỗn hợp được lấy ít nhất 4 lít từ hỗn hợp trộn đều các mẫu đơn đã lựa chọn. Khi phụ gia chứa trong bồn hoặc tách lớn thì mẫu đơn được lấy với lượng bằng nhau từ các vị trí trên, giữa và dọc bằng một dụng cụ lấy mẫu chuyên

dùng thích hợp. Các mẫu phải được bảo quản trong các bình kín, không thấm nước và vật liệu làm bình không được tác dụng với phụ gia. Các mẫu phải được ghi nhãn rõ ràng nh qui định trong mục 3.6.

3.5Lấy mẫu phụ gia không phải là chất lỏng: các mẫu đơn được lấy ít nhất 1 kg và đại diện cho không quá 2 tấn phụ gia. Mẫu đơn phải lấy tối thiểu 4 mẫu từ các vị trí khác nhau phân bố đều trên toàn khối lượng của lô hàng cần kiểm tra. Mẫu hỗn hợp được lấy ít nhất 2 kg đến 3 kg từ hỗn hợp trộn đều các mẫu đơn đã lựa chọn. Các mẫu được bảo quản trong các bình kín, chống ẩm và được ghi nhãn rõ ràng nh qui định trong mục 3.6. Các mẫu phụ gia không phải chất lỏng cần phải được hoà tan trong nước trước khi thí nghiệm.

3.6 Ghi nhãn mẫu

- Tên gọi của phụ gia và hãng sản xuất;
- Nơi lấy mẫu;
- Số lô (hoặc số hiệu mẫu);
- Ngày, tháng, năm lấy mẫu;
- Kiểu mẫu đơn hoặc mẫu hỗn hợp;
- Họ tên người lấy mẫu.

4 Các phương pháp thử

4.1 Vật liệu

4.1.1 Xi măng: dùng loại xi măng pooc lăng đáp ứng tiêu chuẩn TCVN 2682 : 1999, Xi măng pooc lăng - Yêu cầu kỹ thuật.

GHI CHÚ:

Có thể cho phép dùng xi măng pooc lăng hỗn hợp để kiểm tra nhưng không dùng để tử chối.

4.1.2 Cát: dùng loại vừa có mô đun độ lớn từ 2,3 đến 2,7 và phải thoả mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 1770 : 1986, Cát xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật.

4.1.3 Đá dăm (sỏi): dùng loại đá dăm (sỏi) thoả mãn các yêu cầu kỹ thuật của TCVN 1771 : 1987, Đá dăm, sỏi và sỏi dăm dùng trong xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật. Đá dăm, sỏi sử dụng cho thí nghiệm phải cùng một loại có thành phần hạt giống nhau, vì vậy lượng cốt liệu khô cho một lần thí nghiệm phải đủ dùng để chế tạo mẫu thử (mẫu bê tông đối chứng và mẫu bê tông có phụ gia thử nghiệm) và cả mẫu để phân tích thành phần hạt.

4.1.4 Nước trộn: nước trộn phải đáp ứng tiêu chuẩn TCXDVN 302 : 2004, Nước trộn bê tông và vữa - Yêu cầu kỹ thuật.

4.2 Thành phần bê tông thí nghiệm

Trừ những công việc có yêu cầu đặc biệt, trong các thử nghiệm phụ gia hóa học, dùng bê tông có thành phần nh sau:

4.2.1 Thành phần hỗn hợp bê tông đối chứng

Xi măng: (310 ± 3) kg

Cát: (765 ± 5) kg

Đá dăm: từ 5 mm đến 10 mm: (400 ± 5) kg

từ 10 mm đến 20 mm: (740 ± 5) kg

Nó:

- Nếu mẫu đối chứng dùng để đánh giá mức độ giảm nóc của phụ gia, điều chỉnh lượng nóc để hỗn hợp bê tông đối chứng đạt độ sụt (90 ± 10) mm.
- Nếu mẫu đối chứng dùng để đánh giá mức độ tăng độ sụt của bê tông khi dùng phụ gia (thành phần bê tông không thay đổi), điều chỉnh lượng nóc để hỗn hợp bê tông đối chứng đạt độ sụt (30 ± 10) mm.

4.2.2 Thành phần hỗn hợp bê tông chứa phụ gia thử nghiệm

Thêm phụ gia, các thành phần xi măng và cốt liệu giữ nguyên nh thành phần hỗn hợp bê tông đối chứng, lượng dùng nóc được giảm và điều chỉnh sao cho độ sụt của hỗn hợp bê tông có chứa phụ gia thử nghiệm giống nh độ sụt của hỗn hợp bê tông đối chứng, hoặc giữ nguyên lượng dùng nóc (bao gồm cả lượng nóc trong phụ gia) trong trường hợp đánh giá khả năng thay đổi độ sụt của hỗn hợp bê tông.

4.3 Chế tạo và bảo dřng mẫu thử

4.3.1 Chế tạo và bảo dřng mẫu thử: được tiến hành theo TCVN 3105 : 1993, Hỗn hợp bê tông nặng và bê tông nặng - Lấy mẫu, chế tạo và bảo dřng mẫu thử.

4.3.2 Số lượng mẫu thử: các mẫu cần được lấy và chế tạo phải đại diện cho mỗi thí nghiệm, điều kiện thí nghiệm và tuổi thí nghiệm. Mỗi điều kiện thí nghiệm là một phép thử gồm một hỗn hợp bê tông đối chứng và một hỗn hợp bê tông chứa phụ gia thử nghiệm. Các mẫu cần được lấy ít nhất từ 3 mẻ trộn riêng lẻ. Số lượng tối thiểu các mẫu thí nghiệm cho một loại phụ gia được qui định tại bảng 3.

**Bảng 3 - Số lượng tối thiểu các mẫu theo điều kiện thí nghiệm và tuổi thí nghiệm
cho một loại phụ gia**

Tên chỉ tiêu	Điều kiện thí nghiệm	Số lượng tuổi thí nghiệm	Số lượng tối thiểu các mẫu
Lượng dùng nóc	2	1	2
Thời gian đông kết	2	1	2
Hàm lượng bột khí	2	1	2
Cồng độ nén	2	5	30
Cồng độ uốn	2	3	18
Độ co	2	1	6

Trong một ngày phải tạo được ít nhất 2 loại mẫu cho một thí nghiệm ứng với 2 điều kiện thí nghiệm và các tuổi thí nghiệm. Phải hoàn thành việc chế tạo tất cả các mẫu trong vòng 3 ngày liên tục. Tất cả các phép thử so sánh đều phải tiến hành song song trên các mẫu bê tông đối chứng và mẫu bê tông chứa phụ gia thử nghiệm được chế tạo trong cùng một điều kiện và có cùng ngày tuổi.

4.4 Thủ các tính chất của hỗn hợp bê tông

4.4.1 Xác định độ sụt: theo TCVN 3106 : 1993, Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp thử độ sụt.

4.4.2 Xác định thời gian đông kết: tiến hành theo phụ lục A của tiêu chuẩn này.

4.4.3 Xác định hàm lượng bọt khí: theo TCVN 3111 : 1993, Hỗn hợp bê tông nặng - Phương pháp xác định hàm lượng bọt khí.

4.4.4 Xác định lượng nóc trộn yêu cầu: lượng nóc trộn yêu cầu là lượng nóc đa vào trong mẻ trộn (bao gồm cả lượng nóc của phụ gia đa vào) để hỗn hợp bê tông đạt được độ sụt theo yêu cầu, tính bằng lít/m³ bê tông, chính xác tới 1 lít/m³.

4.5 Thủ các tính chất của bê tông đã đóng rắn

4.5.1 Xác định cồng độ nén: theo TCVN 3118 : 1993, Bê tông nặng - Phương pháp xác định cồng độ nén.

4.5.2 Xác định cồng độ uốn: theo TCVN 3119 : 1993, Bê tông nặng - Phương pháp xác định cồng độ kéo khi uốn.

4.5.3 Xác định độ co: theo TCVN 3117 : 1993, Bê tông nặng - Phương pháp xác định độ co.

Thời gian bảo dưỡng ẩm (tính cả thời gian mẫu thử nằm trong khuôn) là 14 ngày, sau đó bảo quản mẫu tiếp 14 ngày trong điều kiện khô trong không khí (nhiệt độ không khí (27 ± 2) °C; độ ẩm (50 ± 4 %)). Ở thời điểm này xác định độ thay đổi chiều dài của các mẫu so sánh với kết quả đo chiều dài ở thời điểm mẫu vừa mới tháo ra khỏi khuôn với độ chính xác tới 0,001 %. Nếu độ thay đổi chiều dài khô của bê tông đối chứng (sau khi bảo quản khô 14 ngày trong không khí) là 0,030 % hoặc lớn hơn, thì độ thay đổi chiều dài khô của bê tông chứa phụ gia biểu thị theo phần trăm so với bê tông đối chứng, giá trị cực đại không được vượt giá trị cho trong bảng 1. Nếu bê tông đối chứng có độ thay đổi chiều dài khô nhỏ hơn 0,030 %, thì độ thay đổi chiều dài khô của bê tông chứa phụ gia không được lớn hơn độ thay đổi chiều dài khô của bê tông đối chứng 0,010 %.

4.6 Xác định độ đồng nhất của phụ gia

4.6.1 Xác định hàm lượng chất khô: theo phụ lục B.

4.6.2 Xác định hàm lượng tro: theo phụ lục C.

4.6.3 Xác định tỷ trọng của phụ gia lỏng: theo phụ lục D.

4.6.4 Xác định hàm lượng ion clo: theo phụ lục E.

4.6.5 Phổ hồng ngoại: theo phụ lục F.

Phụ lục A

(Qui định)

Thí nghiệm xác định thời gian đông kết của bê tông

A.1 Nguyên tắc thử

Thời gian đông kết của bê tông được xác định trên vữa xi măng - cát sàng tách từ hỗn hợp vữa bê tông bằng sàng. Dùng thiết bị ấn xuyên mô tả ở mục A.2 để xác định thời gian tính từ khi trộn xi măng với nước đến khi vữa xi măng đạt cường độ kháng xuyên $3,5 \text{ N/mm}^2$ (bắt đầu đông kết) và $27,5 \text{ N/mm}^2$ (kết thúc đông kết).

A.2 Thiết bị và dụng cụ thử

A.2.1 Sàng kim loại: Lõi vuông, kích thước lỗ sàng 5,0 mm

A.2.2 Bình đựng: cứng cạnh, kín nóc, không thấm nước, không dính dầu mỡ, mặt cắt có thể là hình tròn hoặc hình chữ nhật có kích thước ít nhất 150 mm và sâu ít nhất là 150 mm. Các bình đựng cần có diện tích bề mặt đủ thoả mãn cho số điểm chọc xuyên yêu cầu.

A.2.3 Đồng hồ bấm

A.2.4 Dụng cụ ấn xuyên: Bằng kim loại có khả năng đo chỉ thị và ghi lại lực xuyên, bao gồm các bộ phận:

- Bộ phận xuyên: gồm 6 mũi xuyên đầu phẳng có thiết diện là hình tròn, liên kết với thanh xuyên bằng ren, có thể tháo lắp dễ dàng. Mặt phẳng mũi xuyên vuông góc với trực của thanh chọc xuyên, Diện tích mặt cắt các mũi xuyên: 645 mm^2 , 323 mm^2 , 161 mm^2 , 65 mm^2 , 32 mm^2 , 16 mm^2 . Ở khoảng cách 25 mm cách mặt mũi xuyên, trên thanh xuyên có khắc vạch đánh dấu giới hạn chiều sâu khi xuyên;
- Phần ấn xuyên: có khả năng đo, chỉ thị và ghi nhận lực ấn xuyên, sức đo tối thiểu là 600 N với sai số cho phép $\pm 10 \text{ N}$.

A.2.5 Nhiệt kế kỹ thuật: dải đo từ $0 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $100 \text{ }^\circ\text{C}$, sai số $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$

A.3 Thực hiện

A.3.1 Tách vữa và đổ vào bình đựng

Tách vữa khỏi bê tông tơi bằng cách sàng qua sàng 5,0mm. Trộn lại vữa bằng bay cứng và đổ vào bình đựng đến cách miệng bình 10mm. Dẫn nhẹ bình đựng 4 lần sau mỗi lần thêm vữa. Hoàn thành việc đổ vữa vào bình đựng trong vòng 15 phút kể từ khi trộn xong hỗn hợp bê tông.

A.3.2 Điều kiện giữ mẫu

- Đối với thử nghiệm trong phòng thí nghiệm: nhiệt độ giữ mẫu (27 ± 2) $^\circ\text{C}$.

- Đối với thử nghiệm dới tác động của điều kiện thực tế: lu giữ mẫu ở điều kiện dự kiến sử dụng.

A.3.3 Cách tiến hành

- Trước khi kiểm tra khả năng kháng xuyên của mẫu, cần phải loại bỏ phần nóc tách khỏi hỗn hợp bê tông trên mặt mẫu bằng cách dùng dụng cụ pipet hoặc kê một bên khuôn lên sao cho mặt mẫu nghiêng 10° so với phong nằm ngang trong khoảng 2 phút để nóc thoát ra ngoài.
- Sử dụng dụng cụ ấn xuyên bắt đầu từ mũi xuyên lớn nhất. Ấn mạnh dụng cụ ấn xuyên sao cho mũi xuyên xuyên sâu (25 ± 2) mm vào mẫu vừa trong khoảng thời gian (10 ± 2) giây. Đọc chỉ số lực xuyên trên bộ phận chỉ thị lực, ghi lại kết quả lực xuyên và khoảng thời gian tương ứng tính từ lúc trộn xi măng với nóc đến khi thí nghiệm xuyên.
- Đo liên tục cồng độ kháng xuyên của mẫu 30 phút/lần. Khi lực kháng xuyên tăng gần quá khả năng đo lực cho phép của dụng cụ, cần thay mũi xuyên nhỏ hơn dần cho đến mũi xuyên cuối cùng (16 mm^2).

A.3.4 Xử lý kết quả thí nghiệm

Tính toán cồng độ kháng xuyên (N/mm^2) ở các lần thí nghiệm khác nhau bằng cách chia lực xuyên (tính bằng N) cho diện tích mặt mũi xuyên tương ứng (tính bằng mm^2). Xác định các thời gian đạt được cồng độ kháng xuyên $3,5 \text{ N/mm}^2$ và $27,5 \text{ N/mm}^2$ bằng cách nội suy tuyến tính giữa các kết quả ngay kề trên và dưới các giá trị này. Kết quả báo cáo chính xác ± 15 phút.

Phụ lục B

(Qui định)

Thí nghiệm xác định hàm lượng chất khô của phụ gia hóa học

B.1 Xác định hàm lượng chất khô của các phụ gia dạng lỏng.

B.1.1 Dụng cụ và thiết bị

- Lọ thuỷ tinh miệng rộng có nắp;
- Bình hút ẩm;
- Pipet 5 ml;
- Tủ sấy có khống chế nhiệt độ;
- Cân phân tích, độ chính xác $\pm 0,001$ g.

B.1.2 Thực hiện

Cân khoảng từ 25 g đến 30 g cát trắng tiêu chuẩn và cho vào một lọ thuỷ tinh miệng rộng có nắp. Tháo nắp và đặt lọ có chứa cát vào tủ sấy rồi sấy trong (24 ± 1) giờ ở nhiệt độ $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$. Đậy nắp lọ và cho vào bình hút ẩm để nguội đến nhiệt độ phòng. Sau đó cân chính xác $\pm 0,001$ g. Tháo nắp, dùng pipet nhỏ từ từ 4 ml phụ gia lỏng lên toàn bộ phần cát. Đậy nắp lại và cân chính xác $\pm 0,001$ g. Tháo nắp và đặt lọ chứa cát và phụ gia vào tủ sấy rồi sấy trong (24 ± 1) giờ ở nhiệt độ $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$. Đậy nắp lọ và cho vào bình hút ẩm để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó cân chính xác $\pm 0,001$ g.

B.1.3 Tính toán kết quả

Hàm lượng chất khô của phụ gia lỏng được tính nhau, với độ chính xác $\pm 1\%$:

$$C_k = (G_3 - G_1) / (G_2 - G_1) \times 100 \quad (\text{B.1})$$

Trong đó:

C_k là hàm lượng chất khô của phụ gia, tính bằng phần trăm (%);

G_1 là khối lượng lọ có cả nắp chứa cát đã sấy khô, tính bằng gam (g);

G_2 là khối lượng lọ có cả nắp chứa cát đã sấy khô và phụ gia cha sấy khô, tính bằng gam (g);

G_3 là khối lượng lọ có cả nắp chứa cát và phụ gia đã sấy khô, tính bằng gam (g).

B.2 Xác định hàm lượng chất khô của phụ gia không lỏng

B.2.1 Dụng cụ và thiết bị

- Lọ thuỷ tinh miệng rộng có nắp;
- Bình hút ẩm;
- Tủ sấy có khống chế nhiệt độ;
- Cân phân tích có độ chính xác $\pm 0,001$ g.

B.2.2 Thực hiện

Cân khoảng 3 g phụ gia không lỏng và cho vào lọ thuỷ tinh miệng rộng có nắp đã biết trác khối lượng rồi cân lọ chứa phụ gia chính xác $\pm 0,001$ g. Tháo nắp rồi đặt lọ thuỷ tinh chứa phụ gia vào tủ sấy và sấy trong (24 ± 1) giờ ở nhiệt độ $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$. Đậy nắp lọ và cho vào bình hút ẩm để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó cân lọ chứa phụ gia đã sấy chính xác $\pm 0,001$ g.

B.2.3 Tính toán kết quả

Hàm lượng chất khô của phụ gia không lỏng được tính nhau, với độ chính xác $\pm 1\%$.

$$C_k = (G_3 - G_1) / (G_2 - G_1) \times 100 \quad (\text{B.2})$$

Trong đó:

C_k là hàm lượng chất khô của phụ gia, tính bằng phần trăm (%);

G_1 là khối lượng đã biết trác của lọ có nắp, tính bằng gam (g);

G_2 là khối lượng của lọ có nắp chứa phụ gia chưa sấy khô, tính bằng gam (g);

G_3 là khối lượng của lọ có nắp chứa phụ gia đã sấy khô, tính bằng gam (g).

Phụ lục C

(Qui định)

Thí nghiệm xác định hàm lượng tro của phụ gia hóa học

C.1 Dụng cụ và thiết bị

- Bình hút ẩm;
- Bếp cách thuỷ;
- Lò nung Mupho;
- Cân phân tích có độ chính xác ± 0,001 g.

C.2 Thực hiện

Nung chén nung có nắp ở $(600 \pm 25) {}^{\circ}\text{C}$ trong vòng 15 phút đến 30 phút. Chuyển vào bình hút ẩm để nguội trong 30 phút và cân cả chén nung có nắp chính xác ± 0,001 g. Cho khoảng 1 g phụ gia vào chén, đậy nắp và cân lại. Nếu là phụ gia dạng rắn làm ẩm mẫu bằng một vài ml nước, sau đó làm bay hơi đến khô trên bếp cách thuỷ. Cuối cùng chuyển chén nung có chứa phụ gia đã được cô khô trên bếp cách thuỷ vào lò nung Mupho ở nhiệt độ phòng và từ từ đốt nóng sao cho nhiệt độ đạt được $300 {}^{\circ}\text{C}$ trong vòng 1 giờ và $600 {}^{\circ}\text{C}$ trong vòng từ 2 giờ đến 3 giờ. Duy trì nhiệt độ lò nung ở $(600 \pm 25) {}^{\circ}\text{C}$ trong (24 ± 1) giờ. Lấy chén ra khỏi lò nung và đậy nắp, để nguội trong bình hút ẩm. Sau khi nguội 30 phút, cân chén nung có nắp cùng lượng tro còn lại trong chén với độ chính xác ± 0,001 g.

C.3 Tính toán kết quả

Hàm lượng tro được tính nhau với độ chính xác ± 1 %:

$$T_R = (G_3 - G_1) / (G_2 - G_1) \times 100 \quad (\text{C.1})$$

Trong đó:

T_R là hàm lượng tro của phụ gia, tính bằng phần trăm (%);

G_1 là khối lượng chén nung và nắp, tính bằng gam (g);

G_2 là khối lượng chén nung có nắp và mẫu trước khi nung, tính bằng gam (g);

G_3 là khối lượng chén nung có nắp và mẫu sau khi nung, tính bằng gam (g).

Phụ lục D

(Qui định)

Thí nghiệm xác định tỷ trọng của phụ gia hóa học dạng lỏng**D.1 Dụng cụ**

- Ống khắc vạch hình trụ 500ml;
- Tỉ trọng kế;
- Thùng giữ nhiệt.

D.2 Thực hiện

Cho phụ gia lỏng vào ống có đong có khắc vạch hình trụ 500ml, cẩn thận tránh tạo bọt. Thả từ từ tỷ trọng kế vào chất lỏng trong ống đến khi nó ở trạng thái tự do lơ lửng và không chạm vào thành ống. Đặt ống đong có chứa mẫu và tỷ trọng kế vào thùng giữ nhiệt ở $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$ đến khi phụ gia trong ống đạt nhiệt độ ổn định ở $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Đọc giá trị tỷ trọng kế tại đáy mặt cong với độ chính xác $\pm 0,002$.

CHÚ Ý:

Nếu có bọt xuất hiện trong khi chuyển phụ gia vào ống lờng hình trụ, chờ cho bọt tan hết hoặc bọt nổi hết lên bề mặt và vớt toàn bộ bọt ra khỏi ống tróc khi thả tỷ trọng kế vào.

Phụ lục E

(Qui định)

Thí nghiệm xác định hàm lượng ion clo trong phụ gia hóa học

E.1 Các thuốc thử

Các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết hóa học:

- Amôni nitrat (NH_4NO_3): dung dịch bão hòa trong nước;
- Axit nitric (HNO_3) đậm đặc 70 % (15 N);
- Dung dịch chuẩn natri clorua (NaCl) 0,1 N, được chuẩn bị bằng cách hòa tan 5,845 g NaCl (sấy khô ở 150 °C trong 2 giờ) trong nước và pha loãng đến 1 lít trong bình định mức;
- Dung dịch bạc nitrat (AgNO_3) 0,1 N được chuẩn bị bằng cách hòa tan 17,0 g AgNO_3 trong nước và pha loãng đến 1 lít.

E.2 Các thiết bị

- Máy đo điện thế hoặc máy đo pH;
- Điện cực bạc;
- Bình chứa muối bắc cầu: bình thuỷ tinh đúc đổ đầy dung dịch amôn nitrat NH_4NO_3 bão hòa và bao gồm một cầu nối chất lỏng thích hợp, tốt nhất là kiểu ống bọc ngoài bằng thuỷ tinh nhám;
- Điện cực đối chứng calomen: lắp vừa khít bên trong bình chứa muối bắc cầu ở trên.

E.3 Thực hiện

Cân chính xác $\pm 0,01$ g một mẫu đại diện khoảng từ 10 g đến 12 g phụ gia vào cốc mở 250 ml và thêm 50 ml nước rồi tiếp theo 2 ml axit nitric đậm đặc. Nếu mẫu không hòa tan hoàn toàn lọc qua giấy lọc nhanh và rửa phần cặn bằng nước.

Đối với phụ gia không chứa hoặc có chứa ion clo ít hơn khoảng 6 g/lít thì lấy toàn bộ dung dịch thu được để xác định ion clo, nhưng đối với các phụ gia chứa ion clo với lượng lớn hơn thì pha dung dịch nhận được đến một thể tích biết trước trong bình định mức và để phân tích xác định ion clo lấy bằng pipet một thể tích tương ứng chứa đến khoảng 70 mg ion clo.

Dùng giấy chỉ thị để kiểm tra độ axit của dung dịch thí nghiệm, thêm axit nitric cho tới khi dung dịch chuyển sang axit và pha loãng đến khoảng 150 ml. Thêm 10 ml dung dịch natri clorua bằng pipet và nhúng điện cực bạc vào và nối chất lỏng trong bình chứa cầu nối muối với dung

dịch. Nối các điện cực với máy đo điện thế hoặc máy đo pH và từ từ chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat, duy trì dung dịch phụ gia được khuấy đều liên tục bằng máy khuấy từ hoặc máy khuấy cơ học thích hợp trong suốt quá trình chuẩn độ. Ghi chép điện thế và số đọc burét tương ứng ở các khoảng thời gian đều nhau và khi đạt đến điểm cuối thì điện thế tăng nhanh hơn. Thêm bạc nitrat với lượng từ 0,1 ml đến 0,4 ml. Tiếp tục chuẩn thêm từ 1 ml đến 2 ml xa về điểm cuối. Thêm 10 ml dung dịch natri clorua bằng pipet nữa vào dung dịch phụ gia và tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat với cùng thao tác nh trên.

E.4 Tính toán kết quả

E.4.1 Xác định điểm cuối của quá trình chuẩn độ

Nếu E là điện thế (tính bằng mV) và V là thể tích (tính bằng ml) dung dịch AgNO_3 được thêm tương ứng, xác định điểm cuối của mỗi lần chuẩn bằng cách tính toán sự thay đổi về thế cho các giá trị chuẩn đạt được ($\Delta E / \Delta V$ tính bằng mV/ml) và sau đó vẽ đồ thị tịnh quan $\Delta E / \Delta V$ (trục tung - Y) với các thể tích dung dịch AgNO_3 được thêm (trục hoành - X). Giá trị cực đại của $\Delta E / \Delta V$ trên đường cong cho giá trị điểm cuối của quá trình chuẩn độ.

E.4.2 Tính toán hàm lượng ion clo

Hàm lượng ion clo theo khối lượng của mẫu được lấy làm thí nghiệm được tính nhau với độ chính xác $\pm 0,2\%$:

$$[Cl^-] = \frac{3,546 \times (2V_1 - V_2)}{W \times (V_2 - V_1)} \quad (\text{E.1})$$

Trong đó:

$[Cl^-]$ là hàm lượng ion clo, tính bằng phần trăm (%);

V_1 là thể tích dung dịch AgNO_3 dùng để chuẩn độ mẫu và 10 ml dung dịch $\text{NaCl} 0,1\text{ N}$, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch AgNO_3 dùng để chuẩn độ mẫu và 20 ml dung dịch $\text{NaCl} 0,1\text{ N}$, tính bằng mililit (ml);

W là khối lượng mẫu được lấy ban đầu, tính bằng gam (g).

Phụ lục F

(Tham khảo)

Phân tích hồng ngoại phụ gia hóa học

F.1 Thuốc thử

Kali bicromat ($K_2Cr_2O_7$) tinh khiết hóa học.

F.2 Các dung dịch và thiết bị

- Cốc thuỷ tinh;
- Đĩa Petri;
- Chày cối thuỷ tinh;
- Tủ sấy khống chế đợc nhiệt độ;
- Thiết bị trộn bằng chảo và bi thép cứng chạy điện;
- Khuôn tạo đĩa mẫu cho phân tích hồng ngoại;
- Máy hút chân không;
- Máy đo phổ hồng ngoại.

F.3 Thực hiện

F.3.1 Đối với các phụ gia lỏng, dùng nớc cất pha loãng mẫu phụ gia đã biết trước hàm lượng chất khô để tạo ra một dung dịch có nồng độ chất khô khoảng 0,015 g/ml. Dùng pipét nhỏ 5 ml dung dịch pha loãng trên vào đĩa petri, thêm vào đó 2,5 g bicromat kali và 5 mg nớc cất, khuấy trộn cho hoà tan hết. Đặt dung dịch vào tủ sấy và sấy ở $(105 \pm 5)^\circ C$ trong (24 ± 1) giờ. Để nguội và chuyển phần khô còn lại vào cối thuỷ tinh và nghiền thành bột mịn, cần làm nhanh để tránh hút ẩm. Cân 0,1 g bột khô đã nghiền và 0,4 g kali bicromat rồi trộn đều trong chảo thép có bi cứng của máy trộn chạy điện trong 30 giây.

F3.2 Đối với phụ gia không lỏng, nghiền 10 g phụ gia đã đợc sấy khô thành bột mịn bằng cối và chày, chuyển mẫu vào đĩa petri và đặt vào tủ sấy rồi sấy ở $(105 \pm 5)^\circ C$ trong (24 ± 1) giờ. Cân 0,005 g bột đã sấy khô và nghiền 0,995 g kali bicromat rồi trộn đều trong chảo thép có bi thép cứng của thiết bị trộn chạy điện trong 30 giây.

F3.3 Cân 0,3 g hỗn hợp trộn đã đợc chuẩn bị ở mục F.3.1 hoặc F.3.2 ở trên và cho vào khuôn thích hợp có thể tạo đợc chân không. Dùng máy hút chân không để hút ép mẫu trong 2 phút, tiếp tục hút chân không và ép mẫu với lực thích hợp trong 3 phút để hỗn hợp tạo thành một cái đĩa dày khoảng 1 mm. Lấy đĩa mẫu ra khỏi khuôn để xác định phổ hấp phụ hồng ngoại để thu đợc phổ hấp thụ hồng ngoại.
