



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
2-0001976

(51)⁷ **C04B 7/00, 22/08, 7/02, 7/04, 7/12**

(13) **Y**

(21) 2-2018-00362

(22) 29.03.2011

(67) 1-2011-00833

(45) 25.02.2019 371

(43) 25.07.2011 280

(73) **VIỆN VẬT LIỆU XÂY DỰNG (VN)**

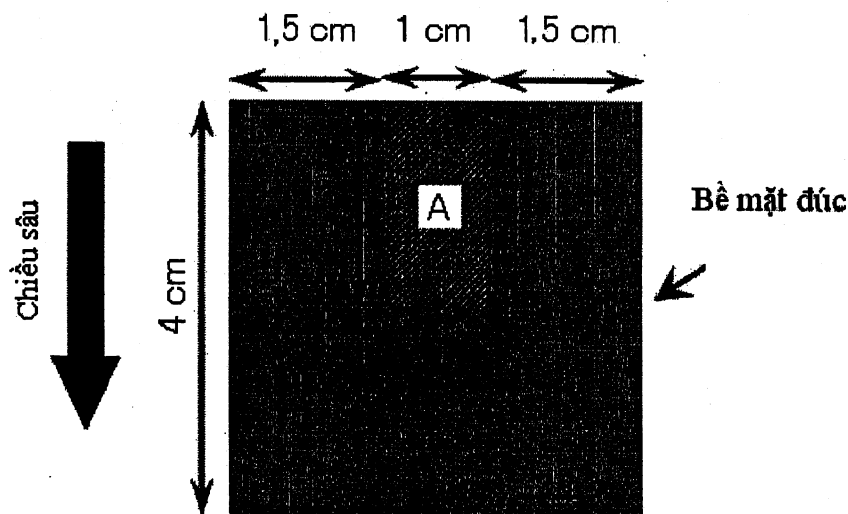
Số 235 Nguyễn Trãi, phường Thanh Xuân Trung, quận Thanh Xuân, thành phố Hà Nội

(72) Lương Đức Long (VN), Lưu Thị Hồng (VN), TETSUYA KATO (JP), Yoshifumi OHGI (JP), Shoichi OGAWA (JP)

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) **XI MĂNG COMPOSIT CÓ ĐỘ BỀN CHỊU SULFAT VÀ/HOẶC CHỊU NƯỚC BIỂN**

(57) Sáng chế đề cập đến xi măng composit chứa clinke xi măng và phụ gia xi măng như các loại xỉ, canxi cacbonat, thạch cao, tro than, khói silic oxit, đá silic oxit, đá lửa hoặc các loại tương tự. Điều này cho phép tạo ra vật liệu xi măng đã hoá rắn có độ bền chịu sulfat và/hoặc độ bền chịu nước biển tốt. Ngoài ra, vật liệu xi măng đã hoá rắn có nhiệt hydrat hoá thấp và đủ bền để sử dụng trong thực tế.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc chịu nước biển

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu chịu nước được biết đến từ rất lâu. Xi măng Portland được sử dụng với lượng lớn để tạo bê tông là ví dụ điển hình của vật liệu chịu nước.

Tuy nhiên, bê tông và vữa được tạo ra bằng cách chỉ sử dụng xi măng Portland làm vật liệu thô chịu nước dễ bị tấn công bởi các sulfat trong đất và nước như nước ngầm, nước biển, v.v.. Sự tấn công này dẫn đến làm giảm giá trị của bê tông và vữa do nở thể tích và nứt vỡ.

Phụ gia xi măng cho phép cải thiện độ bền chịu sulfat và/hoặc độ bền chịu nước biển.

Xi măng composit có bán trên thị trường chứa phụ gia xi măng (xem ví dụ so sánh 5) có độ bền chịu sulfat tốt hơn xi măng Portland.

Tuy nhiên, những môi trường giàu sulfat trên thực tế, chẳng hạn đất sulfat, bờ biển, nước biển, khu mỏ, v.v., đòi hỏi xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc nước biển tốt hơn nữa.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế đề xuất xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc chịu nước biển rất tốt.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, vấn đề nêu trên có thể được giải quyết thông qua việc đánh giá hàm lượng clinke xi măng có trong xi măng composit và thành phần hóa học của xi măng composit này.

Sáng chế đề xuất xi măng composit theo các mục được nêu dưới đây:

1. Xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc chịu nước biển, chứa clinke xi măng có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ $2.500\text{cm}^2/\text{g}$ đến $5.000\text{cm}^2/\text{g}$ và phụ gia xi măng, trong đó:

lượng clinke xi măng là nhỏ hơn 60% khối lượng,

tỷ lệ khối lượng $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 2,00 đến 3,00,

tỷ lệ khối lượng CaO/SiO_2 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,00 đến 2,20,

tổng lượng SO_3 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,5% khối lượng đến 6,0% khối lượng,

độ giãn nở 12 tháng được đánh giá theo TCVN 7713:2007 của xi măng composit là 0,032% hoặc nhỏ hơn, và

phụ gia xi măng chứa xi bẽ mặt có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ $2.500\text{cm}^2/\text{g}$ đến $10.000\text{cm}^2/\text{g}$ và thạch cao có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ $2.000\text{cm}^2/\text{g}$ đến $8.000\text{cm}^2/\text{g}$.

2. Xi măng composit theo điểm 1, trong đó nhiệt hydrat hoá 28 ngày là nhỏ hơn hoặc bằng $75\text{cal}/\text{g}$.

3. Xi măng composit theo điểm 1 hoặc 2, trong đó phụ gia xi măng chứa canxi cacbonat có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ $3000\text{cm}^2/\text{g}$ đến $12.000\text{cm}^2/\text{g}$.

4. Xi măng composit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó phụ gia xi măng chứa tro than đá có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ $2.000\text{cm}^2/\text{g}$ đến $10.000\text{cm}^2/\text{g}$.

Hiệu quả của sáng chế

Xi măng composit theo sáng chế cho phép sản xuất ra vật liệu xi măng cứng có độ bền chịu sulfat và/hoặc độ bền chịu nước biển rất tốt, cũng như đủ bền khi sử dụng trong thực tế.

Do đó, xi măng composit theo sáng chế là thích hợp trong việc tạo vữa và bê tông được sử dụng trong môi trường giàu sulfat như đất sulfat, bờ biển, nước biển, khu mỏ, v.v..

Ngoài ra, xi măng composit theo sáng chế cho phép sản xuất ra vật liệu xi măng có nhiệt hydrat hóa thấp, và thích hợp trong việc tạo ra vữa và bê tông chịu được môi trường ở nhiệt độ cao (cao hơn 30°C) có chiều dày lớn hơn 20cm và bê tông khối lớn.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1 là mặt cắt ngang của mẫu vữa, mà diện tích được đo bằng phép phân tích vi lượng dò điện tử (Electron Probe Micro).

Mô tả chi tiết sáng chế

Xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc độ bền chịu nước biển rất tốt chứa clinke xi măng và hỗn hợp phụ gia xi măng, trong đó lượng clinke xi măng là nhỏ hơn 60% khối lượng, tỷ lệ khối lượng của $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 2,00 đến 3,00, tỷ lệ khối lượng của CaO/SiO_2 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,00 đến 2,20, và tổng lượng SO_3 nằm trong khoảng từ 1,5 đến 6,0% của xi măng composit khối lượng.

Lượng clinke xi măng là nhỏ hơn 60%.

Khi lượng clinke xi măng nhỏ hơn 60% khối lượng, độ bền chịu sulfat và độ bền chịu nước biển của vật liệu xi măng đã hóa rắn được cải thiện.

Để đạt được sự cân bằng giữa độ bền chịu sulfat, độ bền chịu nước biển, nhiệt hydrat hóa và độ bền, thì Tốt hơn là, lượng clinke xi măng nằm trong khoảng từ 15 đến 50% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 48% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 21 đến 45% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 22 đến 40% khối lượng.

Clinke xi măng có thể được sử dụng, ví dụ, các loại khác nhau của clinke xi măng Portland như clinke xi măng Portland thông thường, clinke xi măng Portland có độ bền cao, clinke Portland có nhiệt lượng trung bình, clinke xi măng có nhiệt lượng thấp hoặc các dạng tương tự.

Tốt hơn là, diện tích bề mặt riêng Blaine của clinke xi măng nằm trong khoảng từ 2500 đến 5000 cm^2/g , và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3000 đến 4700 cm^2/g .

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine nhỏ hơn 2500 cm^2/g , thì clinke xi măng có hoạt tính thấp, và độ bền của vật liệu xi măng đã hóa rắn này có thể bị giảm đi.

Khi bề mặt riêng Blaine lớn hơn $5000\text{cm}^2/\text{g}$, thì tính dễ chảy và/hoặc khả năng gia công của vật liệu xi măng được trộn tươi có thể bị giảm đi.

Tỷ lệ khối lượng của $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 2,00 đến 3,00.

Khi tỷ lệ khối lượng $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ của xi măng composit nằm ngoài khoảng nêu trên, thì tính chất bền sulfat và nước biển của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Để đạt được sự cân bằng giữa độ bền chịu sulfat, độ bền chịu nước biển, nhiệt hydrat hóa và độ bền, thì tỷ lệ khối lượng của $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 2,10 đến 2,90, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2,20 đến 2,85, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,30 đến 2,80, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,35 đến 2,75.

Tỷ lệ khối lượng CaO/SiO_2 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,00 đến 2,20.

Khi tỷ lệ khối lượng CaO/SiO_2 của xi măng composit nằm ngoài khoảng nêu trên, thì độ bền chịu sulfat và độ bền chịu nước biển của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Để đạt được sự cân bằng giữa độ bền chịu sulfat, độ bền chịu nước biển, nhiệt hydrat hóa và độ bền, thì tốt hơn là tỷ lệ khối lượng của CaO/SiO_2 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,10 đến 2,15, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,20 đến 2,10, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,30 đến 2,05, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,05.

Tổng lượng SO_3 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,5 đến 6,0% khối lượng.

Khi tổng lượng SO_3 của xi măng composit nhỏ hơn 1,5% khối lượng, thì tính dễ chảy và khả năng gia công của vật liệu xi măng được trộn tươi có thể bị giảm đi.

Khi tổng lượng SO_3 trong xi măng composit lớn hơn 6,0% khối lượng, thì vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm giá trị do sự giãn nở và thể nhiệt hydrat hóa có thể gia tăng.

Để đạt được sự cân bằng giữa độ bền chịu sulfat, độ bền chịu nước biển, nhiệt hydrat hóa và độ bền, thì tổng lượng SO_3 nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,5% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5,0% khối lượng.

Nhiệt hydrat hóa trong 28 ngày của xi măng composit nhỏ hơn hoặc bằng 75cal/g.

Khi nhiệt hydrat hóa trong 28 ngày của xi măng composit lớn hơn 75cal/g, thì sự rạn nứt có thể xảy ra trên vật liệu xi măng đã hóa rắn do ứng suất nhiệt.

Để ngăn chặn sự rạn nứt do ứng suất nhiệt, thì tốt hơn là nhiệt hydrat hóa trong 28 ngày của xi măng composit là nhỏ hơn hoặc bằng 70cal/g và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 68cal/g.

Nhiệt hydrat hóa trong 28 ngày được đo theo tiêu chuẩn TCVN 6070: 2005. Thử nghiệm này được thử ở 27°C , và phù hợp cho việc đánh giá nhiệt hydrat hóa trong môi trường nhiệt độ cao.

Phụ gia cho xi măng có thể được sử dụng, ví dụ, các loại khác nhau của xỉ (như xỉ lò cao, xỉ lò điện hình cung, xỉ sắt (II)-niken hoặc các dạng xỉ tương tự), canxi cacbonat, thạch cao, tro than, khói silic oxit, đá silic oxit, đá lửa hoặc dạng đá tương tự. Các phụ gia xi măng này có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc tùy ý kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Tốt hơn là, để tăng độ bền chịu sulfat và độ bền chịu nước biển, xi măng composit theo sáng chế là xi măng dưới đây:

- (1) xi măng composit chứa clinke xi măng, xỉ và thạch cao,
- (2) xi măng composit chứa clinke xi măng, xỉ, thạch cao và canxi cacbonat,
- (3) xi măng composit chứa clinke xi măng, xỉ, tro than, thạch cao và canxi cacbonat, và
- (4) xi măng composit chứa (1), (2) hoặc (3) chứa thêm đá lửa hoặc chất tương tự

Tốt hơn là, lượng xỉ của xi măng composit (1) nằm trong khoảng từ 34 đến 83,5% khối lượng và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 44 đến 70% khối lượng.

Tốt hơn là, lượng xỉ của xi măng composit (2) nằm trong khoảng từ 33 đến 82,5

khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 70% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 45 đến 65% khối lượng.

Tốt hơn là, lượng canxi cacbonat của xi măng composit (2) nằm trong khoảng từ 1 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 10% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 6% khối lượng.

Tốt hơn là, để cải thiện độ bền chịu sulfat và độ bền chịu nước biển, tỷ lệ canxi cacbonat với thạch cao của xi măng composit (2) là nhỏ hơn 1,0.

Tốt hơn là, lượng xỉ của xi măng composit (3) nằm trong khoảng từ 33 đến 82,5% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 70% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 45 đến 65% khối lượng.

Tốt hơn là, lượng canxi cacbonat của xi măng composit (3) nằm trong khoảng từ 1 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 10% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8% khối lượng.

Tốt hơn là, lượng tro của xi măng composit (3) nằm trong khoảng từ 1 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 13% khối lượng.

Tốt hơn là, lượng đá lửa của xi măng composit (4) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 7 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của tổng lượng xi măng composit của mỗi loại xi măng theo (1), (2) và (3).

Bằng cách điều chỉnh tỷ lệ clinke xi măng và phụ gia xi măng nằm trong các khoảng lượng nêu trên, có thể thu được xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc bền nước biển rất tốt.

Xi có thể được sử dụng, ví dụ, xỉ lò cao của xỉ ở dạng bột được tạo hạt bằng nước thu được bằng cách làm mát và nghiền nhỏ xỉ lò cao được nấu chảy, mà được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ trong quá trình sản xuất gang trong lò cao, hoặc xỉ lò cao dạng bột từ xỉ làm mát chậm ở dạng bột, thu được bằng cách làm mát chậm và nghiền nhỏ xỉ lò cao nấu chảy.

Tốt hơn là, xỉ theo sáng chế là các loại của xỉ lò cao.

Tốt hơn là, diện tích bề mặt riêng của xi nằm trong khoảng từ 2500 đến 10,000cm²/g, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3000 đến 9000cm²/g.

Khi bề mặt riêng Blaine nhỏ hơn 2500cm²/g, thì xi có hoạt tính thấp, và độ bền chịu sulfat, và độ bền chịu nước biển cũng như độ bền của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine lớn hơn 10000cm²/g, thì xi trở nên khó nghiền, ngoài ra, tính chảy và/hoặc khả năng gia công của hỗn hợp vật liệu xi măng được trộn tươi có thể bị giảm đi.

Thạch cao có thể được sử dụng, ví dụ, thạch cao dihydrat, thạch cao nửa hydrat, thạch cao khan hoặc các loại tương tự. Chúng có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp từ hai loại hoặc tùy ý kết hợp nhiều loại.

Thạch cao có thể được sử dụng là chất thải công nghiệp ở dạng thạch cao của quá trình khử lưu huỳnh của khí ống khói, các tấm thạch cao thừa, phospho thạch cao hoặc các dạng tương tự, hoặc thạch cao tự nhiên.

Tốt hơn là, diện tích bề mặt riêng Blaine của thạch cao nằm trong khoảng từ 2000 đến 8000cm²/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3000 đến 7000cm²/g.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine là nhỏ hơn 2000cm²/g, thì thạch cao có hoạt tính thấp, và độ bền của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine là lớn hơn 8000cm²/g, thì thạch cao trở nên khó nghiền, ngoài ra, tính dễ chảy và/hoặc khả năng gia công của vật liệu xi măng được trộn tươi có thể bị giảm đi.

Canxi cacbonat có thể được sử dụng, ví dụ, canxi cacbonat dạng bột được sử dụng trong công nghiệp, bột đá vôi hoặc dạng tương tự. Bột đá vôi là thích hợp vì có giá thành thấp.

Bột đá vôi được tạo ra bằng cách nghiền nhỏ (và nếu cần thiết, được làm khô và phân loại) đá vôi, mà là nguyên liệu thô tự nhiên.

Những loại khác của canxi cacbonat có thể được sử dụng là bụi của các loại vôi nghiền, san hô hoặc các loại tương tự có thành phần chính là canxi cacbonat, hoặc các sản phẩm được xử lý nêu trên.

Tốt hơn là, diện tích bề mặt riêng Blaine của canxi cacbonat nằm trong khoảng từ 3000 đến 12000cm²/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4000 đến 11000cm²/g, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 6050 đến 11000cm²/g.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine là nhỏ hơn 3000cm²/g, thì canxi cacbonat có hoạt tính thấp, và độ bền chịu sulfat, và độ bền chịu nước biển cũng như độ bền của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine là lớn hơn 12000cm²/g, thì canxi cacbonat trở nên khó nghiền, ngoài ra tính dễ chảy và/hoặc khả năng gia công của vật liệu xi măng được trộn tươi có thể bị giảm đi.

Tro than cũng có thể được sử dụng, là chất thải công nghiệp như tro, tro clinke hoặc dạng tương tự. Chúng có thể được sử dụng ở riêng lẻ hoặc tùy ý kết hợp với hai hoặc nhiều loại.

Diện tích bề mặt riêng Blaine của tro than nằm trong khoảng từ 2000 đến 10000cm²/g, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2500 đến 6500cm²/g.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine nhỏ hơn 2000cm²/g, thì tro than này có hoạt tính thấp, và độ bền của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Khi diện tích bề mặt riêng Blaine là lớn hơn 10000cm²/g, thì tro than là khó thu được, ngoài ra tính dễ chảy và/hoặc khả năng gia công của vật liệu xi măng được trộn tươi có thể bị giảm đi, và hiệu quả giảm nhiệt hydrat hóa có thể bị giảm đi.

Quy trình sản xuất xi măng composit theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ, bao gồm:

quy trình, trong đó phụ gia xi măng như xỉ lò cao đã được nghiền nhỏ, thạch cao nghiền hoặc dạng tương tự được bổ sung vào clinke xi măng đã nghiền, và chúng được trộn với nhau, và

quy trình trong đó sau khi thu được xi măng Portland bằng cách trộn clinke xi măng được nghiền với thạch cao được nghiền (hoặc cùng nghiền clinke xi măng và thạch cao), phụ gia xi măng như xỉ lò cao được nghiền, thạch cao nghiền hoặc các loại tương tự được bổ sung vào xi măng Portland, và được trộn.

Để đạt được sự cân bằng giữa độ bền chịu sulfat, độ bền chịu nước biển, nhiệt hydrat hóa và độ bền, thì tốt hơn là, lượng Fe_2O_3 của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,2% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 1,9% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2 đến 1,8% khối lượng.

Tốt hơn là, tổng lượng SO_3 thẩm thấu theo thử nghiệm dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% khối lượng.cm.

Khi tổng lượng SO_3 thẩm thấu là lớn hơn 1,0% khối lượng.cm, thì độ bền chịu sulfat và độ bền chịu nước biển của vật liệu xi măng đã hóa rắn có thể bị giảm đi.

Phương pháp thử nghiệm về tổng lượng thẩm thấu SO_3 thẩm thấu:

(A) Mẫu vữa được tạo ra bằng cách trộn xi măng, cát silic dioxit và nước. Mẫu vữa được trộn có tỷ lệ xi măng: cát: nước = 1:3:0,5 được cho vào khuôn (4x4x16cm). Ngay sau khi đúc, phủ khuôn bằng thép cứng, kính, hoặc tấm dẻo, bịt kín tấm này vào khuôn để không bị tiếp xúc với nước, và khuôn vào bể đóng rắn trong nước ở nhiệt độ $35 \pm 3^\circ\text{C}$ trong $23\frac{1}{2}$ giờ \pm 30 phút. Tại thời điểm $23\frac{1}{2}$ giờ \pm 30 phút, lấy khuôn ra khỏi bể và tách mẫu ra khỏi khuôn. Sau khi lấy mẫu ra, cắt tất cả các mẫu, trừ hai mẫu bị vỡ, trong bể đóng rắn chứa nước vôi bão hòa ở 27°C . Hai mẫu vỡ được làm mát tới nhiệt độ môi trường bằng khăn ẩm ở nhiệt độ 27°C , và sau đó nén chúng. Nếu độ bền trung bình của hai mẫu là 20MPa hoặc lớn hơn, đặt tất cả các mẫu này trong dung dịch nước Na_2SO_4 5% khối lượng ở nhiệt độ 27°C . Nếu độ bền trung bình của hai mẫu không đạt 20MPa, thì cắt các mẫu đã được tách khỏi khuôn trong bể đóng rắn và thử nghiệm các mẫu bổ sung. Đoán trước hai mẫu đầu tiên khi độ bền nén đạt được ít nhất là 20Mpa. Kiểm tra lại dự đoán này và đặt tất cả các mẫu trong dung dịch nước Na_2SO_4 5% khối lượng ở nhiệt độ 27°C . Nếu giá trị độ bền trong 24 giờ là nhỏ hơn 20MPa và không thể thực hiện thử nghiệm bổ sung trong cùng một ngày, hoặc không chắc đạt được giá trị độ bền vượt 20Mpa và độ bền vượt 21MPa khi thử nghiệm vào ngày sớm tiếp theo, thì không cần thiết phải làm lại mẻ này.

(B) Mẫu được xử lý trong dung dịch nước Na_2SO_4 5% khối lượng trong 12 tháng (27°C).

(C) Mẫu vữa thu được được bao phủ bởi nhựa metacrylat, được cắt vuông góc theo chiều dài, đánh bóng và phủ lớp cacbon. Dầu lửa được sử dụng trong quá trình cắt và đánh bóng để tránh các chất dễ hòa tan trong nước bị tách rửa.

(D) Nồng độ SO_3 và SiO_2 và diện tích "A" được nêu trên Fig.1 được đo bằng cách phân tích sơ đồ EPMS (Electron Probe Micro – analysis – phép phân tích vi lượng bằng đầu dò điện tử) có sử dụng phương pháp đường cong chuẩn hoá.

Điều kiện phép đo: tăng dần điện thế lên 15kV, dòng điện là 100 nA, đơn vị thời gian đo là 40 ms/điểm, cỡ ảnh điểm kích thước là 100x100 m và đường kính cực dò 50 m. Vật liệu chuẩn được sử dụng để xác định lượng anhydrit ($CaSO_4$) đối với SO_3 và volastonit ($CaSiO_3$) đối với SiO_2 .

Bảng sự chênh lệch giữa nồng độ SiO_2 trong composit xi măng nhão và những loại khác, diện tích ảnh điểm của composit xi măng nhão được phân biệt. Cụ thể, các diện tích ảnh điểm với nồng độ SiO_2 từ 5 đến 60% khối lượng được lấy dưới dạng composit xi măng nhão.

(E) Nồng độ SO_3 của composit xi măng nhão được lấy trung bình cho mỗi 100 m theo chiều sâu. Sau đó, lập ra đồ thị với nồng độ SO_3 trung bình trên trục tung và chiều sâu trên trục hoành.

(F) Biết nồng độ SO_3 trung bình nằm trong khoảng từ 1,50 đến 1,75cm và từ 1,75 đến 2,00cm lần lượt là $ave_{1,50-1,75} SO_3$ và $ave_{1,75-2,00} SO_3$.

Nồng độ SO_3 được đo ban đầu của xi măng này bằng cách phân tích huỳnh quang tia X hoặc phương pháp phân tích ướt được viết tắt là $preSO_3$.

Nếu đạt điều kiện $preSO_3 \times 0,9 \leq ave_{1,50-1,75} SO_3 \leq preSO_3 \times 1,1$ và $preSO_3 \times 0,9 \leq ave_{1,750-2,00} SO_3 \leq preSO_3 \times 1,1$, thì mục (G) được tiến hành. Nếu không đạt được điều kiện này, thì quy trình nên bắt đầu lại từ bước (A).

Nếu không đạt được điều kiện thông qua bước bắt đầu, thì tổng lượng SO_3 thẩm thấu được đánh giá là lớn hơn 3,0% khối lượng.cm.

(G) Tích phân đồ thị được thực hiện bởi quy trình (E) nằm trong khoảng từ 0,0 đến 2,0cm được tính bằng quy tắc hình thang. Gọi nồng độ của SO_3 trung bình là từ 1,5

đến 2,0cm là $aveSO_3$. Giá trị này nhận được bằng cách lấy giá trị số nguyên được tính ở trên trừ đi $aveSO_3 \times 2$. Giá trị này được xác định là tổng lượng SO_3 thâm thấu.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được giải thích chi tiết trên cơ sở các ví dụ dưới đây, tuy nhiên sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

1. Phương pháp sản xuất xi măng composit

Xi măng composit được tạo ra bằng cách trộn clinke xi măng Portland thông thường (với lượng C_3S là 51% khối lượng, lượng C_2S là 25% khối lượng, lượng C_3A là 8% khối lượng và hàm lượng C_4AF là 11% khối lượng) có diện tích bề mặt riêng Blaine là $3400\text{cm}^2/\text{g}$, xỉ lò cao có diện tích bề mặt riêng Blaine là $3100\text{cm}^2/\text{g}$, thạch cao có diện tích bề mặt riêng Blaine là $6000\text{cm}^2/\text{g}$, đá vôi có diện tích bề mặt riêng Blaine là $10000\text{cm}^2/\text{g}$ với thành phần canxi cacbonat là 96% khối lượng, và tro bay có diện tích bề mặt riêng Blaine là $3500\text{cm}^2/\text{g}$, tỷ lệ khối lượng được thể hiện trong Bảng 1.

Tỷ lệ khối lượng của SiO_2/Al_2O_3 , tỷ lệ khối lượng CaO/SiO_2 và lượng Fe_2O_3 của xi măng composit cũng được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

STT	Tỷ lệ khối lượng					Tỷ lệ khối lượng SiO ₂ /Al ₂ O ₃	Tỷ lệ khối lượng CaO/SiO ₂	Lượng Fe ₂ O ₃ (%khối lượng)	
	Clinke xi măng	Xi lò cao	Tro	Bột đá vôi	Thạch cao (theo lượng SO ₃)				
Ví dụ	1	30	70	-	-	3,5	2,52	1,77	1,1
	2	30	70	-	-	5,0	2,54	1,81	1,1
	3	50	50	-	-	4,0	2,80	2,07	1,7
	4	27	63	-	10	3,5	2,52	1,98	2,6
	5	28	67	-	5	3,5	2,52	1,87	1,0
	6	28	67	-	5	5,0	2,54	1,91	1,0
	7	38	57	-	5	3,0	2,64	2,04	1,4
	8	38	57	-	5	4,5	2,64	2,04	1,4
	9	47	48	-	5	4,0	2,79	2,17	1,6
	10	25	60	10	5	3,0	2,74	1,88	1,6
	11	51	34	10	5	3,5	2,74	1,88	2,4
	12	45	30	20	5	3,5	2,57	1,52	2,8
	13	23	52	20	5	3,5	2,35	1,28	2,1
	14	23	52	20	5	5,0	2,37	1,31	2,0
	15	39	26	30	5	3,5	2,46	1,23	3,2
Ví dụ so sánh	1	62	38	-	-	2,7	3,01	2,21	2,0
	2	57	38	-	5	3,5	2,96	2,32	1,9
	3	80	20	-	-	4,2	3,48	2,58	2,6
	4	100	-	-	-	2,0	4,34	2,94	3,5
	5	90	-	-	10	2,2	4,20	2,87	3,3

2. Đánh giá thử nghiệm (1)

Ba thử nghiệm dưới đây được tiến hành như sau:

* Thử nghiệm độ bền chịu sulfat

Các mức giãn nở của xi măng trong 6 tháng và 12 tháng theo các ví dụ từ 1 đến 15 và ví dụ so sánh từ 1 đến 5 được đo theo tiêu chuẩn TCVN 7713:2007.

* Thử nghiệm về nhiệt hydrat hóa

Nhiệt hydrat hóa trong 28 ngày của xi măng theo các ví dụ từ 1 đến 15 và ví dụ so sánh từ 1 đến 5 được đo theo tiêu chuẩn TCVN 6070:2005

* Thử nghiệm về độ nén

Độ bền nén trong 6 tháng được đo theo tiêu chuẩn tiêu chuẩn TCVN 6016:1995.

Các kết quả của ba thử nghiệm nêu trên được thể hiện trong Bảng 2

Bảng 2

STT	Mức giãn nở trong 6 tháng (%)	Mức giãn nở trong 12 tháng (%)	Nhiệt hydrat hoá (cal/g)	Độ bền nén (Mpa)	
Ví dụ thực hiện sáng chế	1	0,011	0,049	70,0	49,1
	2	0,01	0,019	70,0	50
	3	0,018	0,027	74,0	51,9
	4	0,031	0,053	50,6	44,3
	5	0,027	0,032	61,8	45,9
	6	0,022	0,028	63,1	45,1
	7	0,013	0,031	57,3	48,5
	8	0,014	0,025	55,4	46,1
	9	0,018	0,026	74,0	51,4
	10	-0,004	-0,002	54,7	42,7
	11	0,009	0,027	69	55,4
	12	0,003	0,018	64,4	51,9
	13	-0,005	0,008	46,9	39,4
	14	-0,006	-0,008	45,6	37,7
	15	-0,002	0,014	34,6	49,4
Ví dụ so sánh	1	0,05	hỏng	84,9	61,8
	2	0,049	0,055	71	55,4
	3	0,054	hỏng	94	57,7
	4	0,066	hỏng	104,4	54,4
	5	0,079	0,461	101,2	54,1

Bảng 2 cho thấy xi măng theo các ví dụ từ 1 đến 15 có độ bền chịu sulfat ưu việt, nhiệt hydrat hóa thấp và độ bền đủ để sử dụng trong thực tế.

3. Đánh giá thử nghiệm (2)

Tổng lượng SO_3 thẩm thấu đối với các xi măng theo các ví dụ 1, 2, 5, 6 và từ 11 đến 15 và ví dụ so sánh 1 và 4 được đo theo phương pháp mô tả trên đây.

Các kết quả cho trong Bảng 3

Bảng 3

TT		Tổng lượng SO_3 thẩm thấu (%khối lượng.cm)
Ví dụ thực hiện sáng chế	1	0,59
	2	0,36
	5	0,65
	6	0,58
	11	0,95
	12	0,81
	13	0,63
	14	0,38
	15	0,76
Ví dụ so sánh	1	1,3
	4	2,7

Bảng 3 cho thấy tổng lượng SO_3 thẩm thấu đối với các xi măng theo các ví dụ 1, 2, 5, 6 và từ 11 đến 15 là nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% khối lượng.cm

4. Đánh giá thử nghiệm (3)

Mẫu vữa được tạo ra bằng xi măng (ví dụ 5, 7 và 10, ví dụ so sánh 4 nêu trong Bảng 1), cát silic dioxit và nước. Mẫu vữa được trộn này có tỷ lệ xi măng: cát: nước 1:3:0,5 cho vào khuôn có kích thước (4x4x16cm). Ngay sau khi được đặt vào khuôn, phủ các khuôn bằng thép cứng, kính hoặc tấm dẻo, bọc kín tấm này vào khuôn để tránh nước, và đặt khuôn vào bể đóng rắn trong nước ở nhiệt độ $35 \pm 3^\circ\text{C}$ trong $23\frac{1}{2}$ giờ ± 30 phút. Tại thời điểm $23\frac{1}{2}$ giờ ± 30 phút lấy khuôn từ bể ra và tách lấy mẫu. Sau khi tách khuôn, cắt tất cả các mẫu được ngâm trong dung dịch nước vôi bão hòa ở 27°C trừ hai mẫu bị vỡ. Hai mẫu này được làm mát tới nhiệt độ môi trường bằng khăn ẩm ở 27°C , và sau đó được nén. Nếu độ bền trung bình của hai mẫu lớn hơn hoặc bằng 20MPa thì đặt tất cả các mẫu chịu nước biển nhân tạo có nồng độ đậm đặc gấp

10 lần ở nhiệt độ 270C. Nếu đạt được 20MPa, cắt các mẫu đã tách trong bể đóng rắn và các mẫu thử nghiệm bổ sung. Dự đoán hai mẫu đầu tiên khi độ bền nén sẽ đạt ít nhất là 20MPa. Kiểm tra dự đoán này và đặt tất cả các mẫu chịu nước biển nhân tạo đậm đặc gấp mười lần ở nhiệt độ ở 27°C. Nếu giá trị độ bền này ở 24 giờ là nhỏ hơn 20MPa và không thể thực hiện thử nghiệm bổ sung trong cùng một ngày, hoặc, không chắc đạt được giá trị trên 20MPa và độ bền trên 21MPa khi thực hiện thử nghiệm và sớm tiếp theo, thì không cần thiết làm lại mẻ này.

Các mẫu vừa thu được sau 12 tháng được cắt vuông góc theo chiều dài mẫu. Sau đó, các chiều sâu thẩm thấu clo vào xi măng ở ví dụ 5,7 và 10, và ví dụ so sánh 4 được xác định bằng cách phun AgNO_3 lên các bề mặt vết cắt. Phương pháp thử nghiệm này dựa trên phản ứng hóa học, mà kết tủa trắng được tạo ra do phản ứng của Ag^+ từ dung dịch nước bạc nitrat và Cl^- trong các lỗ.

Kết quả cho thấy, chiều sâu thâm nhập của clo vào các xi măng theo các ví dụ 5, 7 và 10 là nhỏ hơn một phần ba chiều sâu thâm nhập của clorua của ví dụ so sánh 4.

Điều này cho thấy xi măng composit theo sáng chế cho phép tạo ra vật liệu xi măng đã hoá rắn, mà ngăn chặn lại sự thâm nhập của các ion bên ngoài như ion clorua, ion sulfat v.v..

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Xi măng composit có độ bền chịu sulfat và/hoặc chịu nước biển, chứa clinke xi măng có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ 2.500cm²/g đến 5.000cm²/g và phụ gia xi măng, trong đó:

lượng clinke xi măng là nhỏ hơn 60% khối lượng,

tỷ lệ khối lượng SiO₂/Al₂O₃ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 2,00 đến 3,00,

tỷ lệ khối lượng CaO/SiO₂ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,00 đến 2,20,

tổng lượng SO₃ của xi măng composit nằm trong khoảng từ 1,5% khối lượng đến 6,0% khối lượng,

độ giãn nở 12 tháng được đánh giá theo TCVN 7713:2007 của xi măng composit là 0,032% hoặc nhỏ hơn, và

phụ gia xi măng chứa xi bẽ mặt có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ 2.500cm²/g đến 10.000cm²/g và thạch cao có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ 2.000cm²/g đến 8.000cm²/g.

2. Xi măng composit theo điểm 1, trong đó nhiệt hydrat hoá 28 ngày là nhỏ hơn hoặc bằng 75cal/g.

3. Xi măng composit theo điểm 1 hoặc 2, trong đó phụ gia xi măng chứa canxi cacbonat có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ 3000cm²/g đến 12.000cm²/g.

4. Xi măng composit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó phụ gia xi măng chứa tro than đá có diện tích bề mặt riêng Blaine nằm trong khoảng từ 2.000cm²/g đến 10.000cm²/g.

Fig. 1

