

НИИЖБ ГОССТРОЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ
РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ПЕРВОНАЧАЛЬНОГО
СОСТАВА БЕТОНА

МОСКВА-1983

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
Предисловие	3
I. Общие положения	4
2. Область применения	5
3. Рекомендуемые методы анализа	5
4. Отбор пробы для анализа	6
5. Качественный анализ пробы	6
6. Подготовка пробы	7
7. Термическое разложение пробы	8
8. Определение количества крупного заполнителя	8
9. Количественный анализ растворной части бетона с прямым определением цемента (химический метод).....	9
А. Общий случай — бетон на портландцементе с обычным (не карбонатным) песком	9
Б. Бетон на карбонатном песке	13
В. Бетон на пуццолановом цементе или влакопортландцементе (или с введением этих добавок отдельно)	14
10. Количественный анализ бетона с определением цемента по влажности (ситовой метод)	16
Приложение. Пример расчета состава затвердевшего бетона для общего случая — бетон на портландцементе с обычным (не карбонатным) песком	19

Методические рекомендации по определению первоначального состава бетона

Отдел научно-технической информации НИИЖБ
109389, Москва, 2-я Институтская ул., д.6

Редактор Т.А.Кириллова

Л- 105531 Подписано в печать 6.12.83 г. Заказ № 1354
Формат 60x84/16 Печ.л. 1,4 Т - 500 экз. Цена 20 коп.

Типография ЦЭМ ВНИИИС Госстроя СССР
121471, Москва, Можайское шоссе, д.25

Госстрой СССР

Ордена Трудового Красного Знамени
научно-исследовательский институт
бетона и железобетона
(НИИЖБ)

МЕТОДИЧЕСКИЕ
РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ПЕРВОНАЧАЛЬНОГО
СОСТАВА БЕТОНА

Утверждены
директором НИИЖБ
27 июня 1983 г.

Москва - 1983

УДК 666.972.1.002.611

Печатается по решению секции коррозии и спецбетонов НТС НИИЖБ Госстроя СССР от 27 июня 1983 г.

Методические рекомендации по определению первоначального состава бетона. М., НИИЖБ Госстроя СССР, 1983, с. 22

Методические рекомендации содержат описание методов экспериментального определения вещественного состава затвердевшего раствора и бетона, изготовленных как на чистом портландцементе, так и на цементе с активными минеральными добавками. Приведен пример расчета.

Предназначены для инженерно-технических работников строительных лабораторий и научно-исследовательских организаций.

Табл. I

© Ордена Трудового Красного Знамени
научно-исследовательский институт
бетона и железобетона, 1983

ПРЕДИСЛОВИЕ

Определение первоначального состава затвердевшего бетона и раствора имеет важное значение в строительной практике. Оно требуется в тех случаях, когда возникает необходимость установить в готовом изделии, соответствовала ли дозировка составляющих, в первую очередь - цемента, заданной марке бетона. Такая необходимость возникает, например, в случаях аварий или обнаружения недостаточной прочности бетона. Подобные случаи, хотя и являются сравнительно редкими, все же имеют место в строительной практике, поэтому методы определения первоначального состава затвердевшего бетона представляют значительный интерес как для строительных организаций, непосредственно отвечающих за качество бетона, так и для органов контроля (арбитража и т.д.).

Именно этим можно объяснить, что в ряде стран подобные методы узаконены в форме государственных или ведомственных стандартов (США, ГДР, Венгрия, Великобритания, Австралия и др.).

В 1969 г. были изданы разработанные НИИЖБ "Рекомендации методов анализа затвердевшего бетона и раствора для определения их первоначального состава" (М., 1969), в которых были обобщены все известные в литературе методы определения состава бетона и результаты обширных исследований, связанных с проверкой этих методов.

В настоящих Методических рекомендациях учтен многолетний опыт применения разработанных ранее методов для анализа затвердевших растворов и бетонов, поэтому они содержат некоторые изменения и дополнения.

Настоящие Методические рекомендации разработаны лабораторией физико-химических исследований бетонов НИИЖБ Госстроя С С С Р (инж. А.И.Лапшина и канд.техн.наук Л.В.Никитина).

Все замечания и предложения по содержанию настоящих Методических рекомендаций просим направлять в НИИЖБ по адресу: 109389, Москва, 2-я Институтская ул., д.6.

Дирекция НИИЖБ

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.1. Основным условием надежности предлагаемых методов определения состава затвердевшего бетона является представительность отобранной для анализа пробы, т.е. возможно более близкое соответствие анализируемого образца фактическому составу бетона в данной части сооружения. Эта представительность достигается большим количеством отбираемых для анализа проб и достаточной массой отдаленной пробы.

I.2. Большинство известных методов анализа затвердевшего бетона основано на растворении тонкорастертой пробы бетона соляной кислотой с последующим определением в растворе SiO_2 и CaO , по значению которых рассчитывается содержание цемента. Нерастворившаяся часть пробы бетона обычно относят за счет заполнителей. При этом неизбежно имеет место частичное растворение в кислоте песка и крупного заполнителя, что снижает точность анализа. Проведенная в НИИЖБ проверка указанных методик показала, что относительная ошибка анализа при их применении может достигать 10–20 %.

I.3. Учитывая вышесказанное, в настоящих Методических рекомендациях за основу принят комбинированный метод анализа затвердевшего раствора и бетона, состоящий из следующих операций:

- определения количества крупного заполнителя;
- анализа растворной части с целью определения содержания цемента;
- определения содержания песка – по разности.

Метод предусматривает предварительное отделение от пробы крупного заполнителя, для чего используется термическая обработка, в результате которой бетон распадается на составные части.

Учитывая, что крупный заполнитель составляет обычно около половины массы бетона, притом он более растворим, чем песок, исключение его из химической обработки способствует повышению точности анализов.

I.4. Проверка предлагаемого в настоящих Методических рекомендациях метода определения состава бетона показала, что он обеспечивает относительную точность 5–10 %.

I.5. В Методических рекомендациях приводятся также некоторые варианты указанного основного метода применительно к бетонам с различными вяжущими и заполнителями.

2. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

2.1. Настоящие Методические рекомендации распространяются на анализ затвердевшего портландцементного раствора и бетона, включая бетоны, содержащие цементы с активными минеральными добавками и заполнителями из карбонатных пород.

2.2. Методические рекомендации не распространяются на бетоны, в которых вяжущими являются глиноземистые, известково-пуццолановые и известково-шлаковые (бесклинкерные) цементы, а также на бетоны, подвергавшиеся воздействию агрессивных сред.

3. РЕКОМЕНДУЕМЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Для определения содержания цемента в пробах бетона предлагаются два метода:

метод непосредственного определения содержания цемента (химический метод);

метод определения содержания цемента по разности между массой исследуемой пробы бетона и массой заполнителей (ситовой метод).

3.2. Метод с непосредственным определением содержания цемента состоит из следующих операций:

определения количества крупного заполнителя;

определения количества цемента с помощью химического анализа;

определения количества мелкого заполнителя (песка) – по разности.

Количество крупного заполнителя определяется путем термического разложения бетона и отсеивания распавшейся массы через сито с размером ячейки 5 мм.

Количество цемента определяется путем растворения фракции, прошедшей через сито 5 мм (растворной части), в HCl, а затем в щелочи (для растворения выпавшего при обработке кислотой геля SiO_2). При такой обработке частично будут растворяться и заполнители, поэтому результаты анализа будут более точными лишь в том случае, если имеются в наличии и будут проанализированы также исходные материалы бетона. В противном случае, при расчете приходится принимать условные величины, что снижает точность анализа.

3.3. Метод определения содержания цемента по разности слагается из следующих операций:

разложения бетона нагреванием, иногда с последующей химической обработкой для отделения цемента с поверхности зерен заполнителя;

разделения (на ситах) полученных заполнителей и определение количеств отдельных фракций;

определения содержания цемента по разности.

Метод не требует специальной лаборатории и высокой квалификации исполнителей, но менее точен, так как неточности отдельных прямых определений отражаются на величине, определяемой по разности (т.е. содержанию цемента).

3.4. Выбор того или иного метода или же применение обоих производится лабораторией в зависимости от поставленной задачи и местных условий.

4. ОТБОР ПРОБЫ ДЛЯ АНАЛИЗА

4.1. Проба, вятая для анализа, должна наиболее точно отражать состав бетона в данной части сооружения. Для этого отбирается 6-8 проб в разных точках сооружения или конструкции.

4.2. В зависимости от крупности заполнителей в бетоне, размеров конструктивного элемента и других факторов масса каждой пробы может изменяться от 1 до 5 кг.

4.3. Для установления причин местных дефектов, выцветов и т.п. пробы могут отбираться по месту дефекта в меньших размерах и числе (иногда в виде единичной пробы).

5. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ ПРОБЫ

5.1. Если не имеется точных сведений о том, какой цемент и заполнитель были использованы в данном бетоне, необходимо провести качественный анализ пробы для установления:

минералогического состава заполнителей, в частности - наличия в них карбонатных зерен;

наличия и вида активных минеральных добавок.

5.2. Для установления наличия карбонатных зерен в крупном заполнителе следует выделить из бетона несколько щебенков и испытать их на вскипание при действии концентрированной соляной кислоты.

Эта проба необходима и в отношении песка (в растворной части бетона). Если песок карбонатный, раствор разложится почти полностью.

5.3. Установление наличия и вида минеральных добавок в цементе производится с помощью микроскопического анализа и по данным микрохимических реакций. Для распознавания отдельных видов добавок могут служить следующие специфические признаки:

а) характерными признаками наличия в бетоне доменных шлаков (шлакопортландцемента) является синеватый цвет на свежем изломе бетона и запах сероводорода. Для доменных гранулированных шлаков характерно преобладание острогранных изотропных зерен шлакового стекла, часто аморфных. Для этих шлаков характерно наличие ольдгамита (CaS) и минералов из группы мелилита.

При обработке шлака раствором, содержащим в 10 мл дистиллированной воды 0,35 г треххлористой сурьмы (или хлорокиси сурьмы) и 1 г винной кислоты, он окрашивается в оранжево-красный цвет, при обработке раствором ацетата свинца и уксусной кислоты - в коричнево-черный;

б) для трепелов, опоки, диатомитов характерна скрытокристаллическая, часто аморфная, тонкозернистая структура. При обработке 0,1%-ным водным раствором роданина бЖ появляется красная окраска зерен (зерна цемента остаются серыми или коричневыми);

в) туфы (трассы) определяются по ряду петрографических признаков, наиболее характерным из которых является пепловая структура (смесь обломков кристаллов и вулканического стекла).

При окрашивании роданином бЖ появляется бордовый цвет;

г) в золах преобладают шаровидные зерна стекла, окрашенные в черный и желтовато-зеленый цвета. Так как специальных красителей для золы нет, для ее обнаружения можно использовать красители, окрашивающие цемент (например, 0,1%-ный водный раствор конго красного);

д) горелые породы, глиежи (природные горелые породы), котельные шлаки характеризуются присутствием остатков глинистых минералов.

5.4. Если строительная лаборатория не располагает необходимыми специалистами и оборудованием для петрографического анализа, последний поручается специализированной петрографической лаборатории.

6. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

6.1. Отобранные пробы бетона дробятся с помощью молотка и лопатки и пресса на куски, не более максимального размера зерен крупного заполнителя в бетоне, причем стараются не повредить отдельных кусков крупного заполнителя.

6.2. Раздробленный таким образом бетон рассыпается ровным слоем на полу или на столе и подвергается квартованию до тех пор, пока оставшееся количество не станет равным 5-6 кг.

Из конечной пробы отбирают три навески по 0,5-1 кг (в зависи -

мости от предельной крупности заполнителя), помещают их в фарфоровые чашки или на поддоны из неокисляющегося металла, сушат до постоянной массы при 110 °С и взвешивают с точностью до 1 г, получая массу сухой пробы бетона (масса А). Все дальнейшие операции производятся с этими тремя навесками параллельно.

7. ТЕРМИЧЕСКОЕ РАЗЛОЖЕНИЕ БЕТОНА

7.1. Подготовленные, как указано в п.6.2 настоящих Методических рекомендаций, пробы в чашках или поддонах вносят в муфельную печь и нагревают до 400–600 °С в течение 3 ч. При этом бетон распадается на составные части, чему способствует легкое постукивание и разминание кусков в чашке резиновым или деревянным пестиком.

7.2. Если после первого нагревания распада не произойдет, прокаливание нужно повторить еще 2–3 раза. Для улучшения дезагрегации бетона горячие куски бетона после каждого нагревания можно помещать в чашку с холодной водой. В этом случае перед каждым повторным нагреванием пробу собирают в ту же чашку или поддон и высушивают.

7.3. После окончания разложения проба бетона высушивается и взвешивается с той же точностью (получаем массу В).

Полученная таким образом потеря массы при прокаливании до 600 °С (п.п.п.), %, равная

$$\frac{A - B}{A} \cdot 100 \quad (I)$$

характеризует собой, в основном, содержание гидратной воды в пробе бетона.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА КРУПНОГО ЗАПОЛНИТЕЛЯ

Полученную сухую смесь (масса В) просеивают через сито с отверстиями 5 мм для отделения крупного заполнителя от растворной части (цемент + песок). Остаток на сите с размером ячейки 5 мм взвешивают и получают массу крупного заполнителя (масса В). Масса материала, прошедшего через сито, представляет собой растворную часть бетона (масса Г).

8.2. Куски заполнителя, оставшиеся на сите 5 мм, тщательно просматриваются с помощью лупы и замеченные при этом кусочки прилипшего цемента или раствора осторожно удаляются вручную шпателем или щеткой. Снятые куски и пыль присоединяют к растворной части.

8.3. Все крупные куски щебня испытываются на присутствие карбонатов (вскипание капли HCl на поверхности щебенки). Обнаруженные щебенки карбонатных пород (известняка, доломита) отбирают пинцетом и хранят отдельно.

8.4. Оставшиеся куски крупного заполнителя (за вычетом карбонатных зерен) обрабатывают два-три раза холодной разведённой HCl (1:10) декантацией (споласкиванием), затем три раза водой, один раз 1%-ным раствором NaOH (декантацией) и опять два раза водой, после чего сушат, присоединяют отложенные карбонатные щебенки и взвешивают (масса Д). Промывные воды соединяют вместе и обрабатывают по п.8.6 настоящих Методических рекомендаций.

8.5. Если крупный заполнитель состоит, в основном, из карбонатных пород, обработка HCl не применяется.

8.6. Разность масс В-Д = К представляет количество цемента и песка, оставшееся на кусках крупного заполнителя после термической обработки и содержащееся в промывных водах (п.8.4 настоящих Методических рекомендаций). Эти воды содержат незначительный осадок (песок), который отфильтровывают, высушивают, взвешивают (масса Е) и присоединяют к массе песка.

8.7. Остаток (К-Е) представляет собой цемент, прилипший к щебню; он прибавляется к цементу растворной части. Если Е меньше 1%, он может не учитываться при расчетах.

9. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ РАСТВОРНОЙ ЧАСТИ БЕТОНА С ПРЯМЫМ ОПРЕДЕЛЕНИЕМ ЦЕМЕНТА (ХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД)

9.1. Порядок проведения анализа растворной части бетона (фракция, прошедшая через сито 5 мм) после отделения крупного заполнителя (п.8.1 настоящих Методических рекомендаций) будет различным в зависимости от результатов качественного анализа бетона (см. разд.5 настоящих Методических рекомендаций). При этом возможны следующие варианты:

А. Общий случай.

Б. Бетон на карбонатном песке.

В. Бетон на пуццолановом цементе и шлакопортландцементе (или с введением этих добавок отдельно).

А. Общий случай - бетон на портландцементе с обычным (не карбонатным) песком

9.2. Фракция, прошедшая сквозь сито 5 мм (растворная часть),

измельчается до прохождения сквозь сито 1 мм, путем квартования доводится до 50 г, из которых 5-10 г растирают в ступке до прохождения сквозь сито с сеткой № 008.

Определение нерастворимого остатка

9.3. Навеска 2 г, взятая из данной пробы, растворяется в 50 мм разбавленной HCl (1:3). Когда видимая реакция растворения закончится, содержимое стакана нагревают в течение 10-15 мин при 70 °С и дают отстояться. Декантируют, удерживая осадок как можно дольше в стакане, промывают горячей водой не менее пяти раз. К осадку добавляют 50 мл 5%-ного раствора соды, нагревают 10 мин, фильтруют горячим через беззольный фильтр, промывают водой 5-6 раз. Нерастворимый остаток помещают в фарфоровый тигель и прокалывают в муфеле при температуре 900-1000 °С до постоянной массы.

9.4. Содержание нерастворимого остатка (Н.О.), %, вычисляют по формуле

$$\text{Н.О.} = \frac{G_1}{G} \cdot 100, \quad (2)$$

где G_1 - разность массы тигля с осадком и пустого тигля, г; G - навеска растворной части бетона, г.

Полученный нерастворимый остаток растворной части относится, в основном, к мелкому заполнителю - песку.

9.5. Солянокислый фильтрат после отделения нерастворимого остатка используют для определения растворимой SiO_2 и окиси кальция.

Определение SiO_2

9.6. Для определения содержания растворимой SiO_2 рекомендуется использовать метод коагуляции желатиной (ускоренный метод). Желатина способствует коагуляции кремнекислоты и при нагревании создает условия для быстрого перевода двуокиси кремния в нерастворимое состояние. При коагуляции в концентрированном растворе HCl уменьшается сосаждение посторонних ионов и осадок SiO_2 не нуждается в проверке на чистоту.

9.7. Солянокислый раствор в стакане или фарфоровой чашке выпаривают досуха на водяной бане. Полученный осадок смачивают 10 мм HCl (уд.вес 1,19), добавляют 10 мл 1%-ного раствора желатины, энергично перемешивают в течение 5 мин, доливают 10-15 мл горячей воды. Стенки стакана обмывают горячей водой, следя за тем, чтобы осадок полностью перешел в раствор. Стакан ставят в теплое место на 15-20 мин для коагуляции осадка, который затем отфильтровывают

через неплотный беззольный фильтр в мерную колбу на 200–250 мл.

Отфильтрованный осадок кремнекислоты помещают во взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, озолят без воспламенения, прокачивают в муфельной печи при температуре 1000–1100 °С в течение 30–40 мин, охлаждают и взвешивают.

9.8. Содержание растворимой SiO_2 , %, вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{G_1}{G} \cdot 100, \quad (3)$$

где G_1 – привес тигля, г; G – навеска растворной части, г.

9.9. Фильтрат после определения SiO_2 сохраняют для определения CaO .

9.10. Для определения SiO_2 могут быть использованы также и другие методы, описанные в ГОСТ 5382–73.

Определение CaO

9.11. Перед определением CaO необходимо предварительно отделить полуторные окислы уротропином.

9.12. Для этого берут 50 мл фильтрата, оставшегося после определения SiO_2 , добавляют 3–5 капель азотной кислоты, бросают кусочек бумаги конго и нейтрализуют аммиаком до начала ее покраснения. После этого добавляют несколько капель соляной кислоты (1:3) до посинения бумаги конго. Приливают 20 мл уротропина и нагревают в течение 10 мин при температуре 80–90 °С, не доводя раствор до кипения. Как только произойдет коагуляция осадка, его отфильтровывают через фильтр с белой лентой и промывают теплым 0,5%-ным раствором уротропина.

9.13. Для определения CaO рекомендуется использовать комплексометрический метод с индикатором мурексидом. К фильтрату после отделения элементов группы полуторных окислов уротропином прибавляют 15 мл комплексона Ш, чтобы предотвратить выпадение в осадок гидрата окиси кальция. Доливают 10–12 мл 20%-ного раствора едкого натра, на кончике шпателя вводят индикатор, после чего дотитровывают раствор комплексона Ш до перехода малинового окрашивания в устойчивое фиолетовое.

Содержание CaO , %, вычисляют по формуле

$$CaO = \frac{V \cdot T_{CaO} \cdot K}{G} \cdot 100, \quad (4)$$

где V – объем 0,1 н раствора комплексона Ш, пошедший на титрование, мл; T_{CaO} – титр 0,1 н раствора комплексона Ш, выраженный

в г СаО; G – навеска растворной части, г; K – коэффициент, учитывающий разведение.

Примечание. Для приготовления сухой смеси индикатора 1 г мурексида тщательно перемешивают с 99 г безводного хлористого натрия.

9.14. Для определения СаО могут быть использованы также другие методы, изложенные в ГОСТ 5382-73.

Определение потери при прокаливании (п.п.п.).

9.15. Определение п.п.п. производят из отдельной навески. В предварительно прокаленный фарфоровый тигель отвешивают 1 г растворной части бетона, прокаливают при температуре 900–1000 °С в течение 30 мин, затем охлаждают и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянной массы. Потерю при прокаливании (п.п.п.), %, вычисляют по формуле

$$\text{п.п.п.} = \frac{G_1}{G} \cdot 100, \quad (5)$$

где G_1 – разность массы тигля до и после прокаливания, г; G – навеска, г.

9.16. Результаты анализов Н.О., SiO_2 , СаО (по пп. 9.4, 9.8, 9.13 настоящих Методических рекомендаций) рекомендуется пересчитать на прокаленное вещество. Например, для СаО по формуле

$$\% \text{ СаО} = \frac{\% \text{ СаО}}{100 - \text{п.п.п.}} \quad (6)$$

(в пересчете на прокаленное вещество)

9.17. Одновременно с анализом растворной части бетона по тем же методикам анализируются исходные материалы (если они имеются), для получения значений Н.О., SiO_2 ; СаО цемента и песка, %.

9.18. Количество цемента в растворной части пробы находят по данным химического анализа:

исходя из % Н.О. (см. п. 9.4)

$$\% \text{ цемента} = \frac{(100 - \text{Н.О. пробы}) - (100 - \text{Н.О. песка})}{(100 - \text{Н.О. цемента}) - (100 - \text{Н.О. песка})} \cdot 100 \quad (7)$$

исходя из % SiO_2 (см. п. 9.8)

$$\% \text{ цемента} = \frac{SiO_2 \text{ пробы} - SiO_2 \text{ песка}}{SiO_2 \text{ цемента} - SiO_2 \text{ песка}} \cdot 100 \quad (8)$$

исходя из % CaO (см. п. 9.13)

$$\% \text{ цемента} = \frac{\text{CaO}_{\text{пробы}} - \text{CaO}_{\text{песка}}}{\text{CaO}_{\text{цемента}} - \text{CaO}_{\text{песка}}} \cdot 100 \quad (9)$$

9.19. Расчет по формулам (7), (8), (9) требует данных о H_2O , SiO_2 и CaO в исходных материалах, что не всегда имеет место, в этом случае принимают некоторые условные допущения.

Для песка содержание SiO_2 раств = 1 %, CaO = 2 %. Для портландцемента лучше всего сделать анализ или использовать имеющиеся результаты анализов для цемента того же завода, откуда был получен цемент для изготовления испытываемого бетона (обычно это может быть установлено). Если же нельзя установить происхождение и анализ цемента, можно принять за цемент все растворимое растворной части, а нерастворимый остаток – за песок. При этом пренебрегают растворимостью песка, но вместе с тем и нерастворимым остатком цемента – обе эти неточности взаимно нейтрализуются.

9.20. Полученные значения количества цемента в растворной части переводят в % бетона, умножая на % растворной части в нем (масса Г) и деля на 100.

Б. Бетон на карбонатном песке.

9.21. В тех случаях, когда качественный анализ показал наличие карбонатов в песке, анализ дополняется определением углекислоты. Это определение проводят в отдельной навеске (1–5 г) из растворной части бетона по методике Фрезениуса–Классена или с помощью кальциметра*. Полученная величина CO_2 в % от растворной части пересчитывается затем в % от массы бетона.

9.22. Содержание известняка, %, вычисляется по формуле

$$\text{CaCO}_3 = \frac{\% \text{ CO}_2 \text{ в пробе} \cdot 2}{\% \text{ CO}_2 \text{ в CaCO}_3} \cdot 100, \quad (10)$$

где % CO_2 в пробе пересчитан на % от массы бетона, а 2 – условная величина, отвечающая обычному % CO_2 в бетонах (без карбонатного заполнителя).

9.23. Если определение CO_2 в условиях лаборатории окажется невозможным, его можно заменить определением потери при прокаливании

* См. И.И.Курбатова. Современные методы химического анализа строительных материалов. М., 1972.

(п.п.п. при 1000 °С), в которую, в основном, входит CO_2 . Это определение производится из навески 1–2 г растворной части и пересчитывается на % от массы бетона. Содержание CaCO_3 определяется по формуле

$$\text{CaCO}_3 = \frac{\text{п.п.п. } 1000 \text{ }^\circ\text{C} - 2,5}{\text{п.п.п. } 1000 \text{ }^\circ\text{C}_{\text{CaCO}_3}} \cdot 100, \quad (\text{II})$$

где 2,5 – условная величина п.п.п. в бетоне (без карбонатного заполнителя).

9.24. Когда не имеется в наличии примененного карбонатного песка или данных его анализа (т.е. содержания в нем CO_2 или п.п.п.) можно использовать для определения количества карбонатного песка иной способ: % SiO_2 умножают на 2,8 (эмпирически найденное отношение $\text{CaO}:\text{SiO}_2$ в бетоне без карбонатов), т.е. определяют количество CaO , относящееся к цементу. Вычитая это количество из всего количества CaO (п.9.13 настоящих Методических рекомендаций) в пробе, получают в остатке CaO , содержащуюся в карбонатном песке.

Разделив это значение на 56 и умножив на 100, находят количество CaCO_3 в бетоне. Если песок состоит из известняка, эта цифра будет близка к содержанию карбонатного песка в бетоне.

В. Бетон на пуццолановом цементе или шлакопортландцементе (или с введением этих добавок отдельно)

9.25. В случаях, когда петрографический анализ (п.5.3 настоящих Методических рекомендаций) обнаружит в бетоне наличие активных минеральных добавок, термическая обработка (прокаливание + погружение в воду) повторяется не менее трех раз, после чего полученная россыпь последовательно просеивается (промывается) через сито с отверстиями в 5 мм; 0,14 мм и через сито с сеткой № 008 (ГОСТ 3584–73).

9.26. Обработка крупного заполнителя (фракция крупнее 5 мм) производится как обычно (п.8.4). Остальные 3 фракции (остатки на ситах 0,14 мм и № 008 и фракция, прошедшая через сито № 008) высушивают, прокаливают и взвешивают, после чего в них анализом по пп. 9.4, 9.13, 9.15 настоящих Методических рекомендаций определяют п.п.п., H_2O и CaO . Все расчеты делаются на прокаленное вещество.

9.27. Чтобы устранить из дальнейших расчетов третий компонент – песок, следует определить содержание в песке обеих фракций (остаток на сите № 008 и фракция, прошедшая через сито № 008) и вычесть эти величины из общего % фракций, полученного по п.9.26 настоящих Мето-

дических рекомендаций. Эти поправки относятся только к двум тонким фракциям, т.к. в песчаной фракции (остаток на сите № 0,14 мм) добавки, применяемые тонкомолотыми, должны отсутствовать.

Для этого или определяют в пробе песка (если он имеется) количество обеих тонких фракций или же, если пробы песка нет, принимают по ГОСТ 10268-62 средний % пылевидных в песке (5 %), условно разделяя его таким образом:

количество фракции, прошедшей через сито 0,14 мм и оставшейся на сите с сеткой № 008, в песке равно 4 %, а количество фракции, прошедшей через сито с сеткой № 008 - 1 % от массы песка.

Процент пылевидных в данной фракции определяется умножением 4 % и 1 % соответственно на общий % песка (остаток на сите 0,14 мм) в данном образце и делением полученных произведений на 100. Полученную величину вычитают из % соответствующей фракции в образце.

9.28. Для определения содержания цемента пересчитывают % CaO, найденный при химическом анализе фракций, на растворимую часть (100-Н.О.), т.е. формула (9) принимает вид:

$$\% \text{ цемента} = \frac{\frac{\text{CaO}_{\text{фракции}}}{(100-\text{Н.О.})_{\text{фракции}}} - \text{CaO}_{\text{песка}}}{\text{CaO}_{\text{цемента}} - \text{CaO}_{\text{песка}}} \cdot 100, \quad (12)$$

причем для двух фракций (остаток на сите № 008 и фракция, прошедшая через сито № 008), в которых содержится добавка, в качестве вычитаемого принимается % CaO добавки:

$$\% \text{ цемента} = \frac{\frac{\text{CaO}_{\text{фракции}}}{(100-\text{Н.О.})_{\text{фракции}}} - \text{CaO}_{\text{добавки}}}{\text{CaO}_{\text{цемента}} - \text{CaO}_{\text{добавки}}} \cdot 100 \quad (13)$$

Полученные количества цемента, %, относятся к растворимой части фракций. Умножая их последовательно на $\frac{100}{(100-\text{Н.О.})}$ и на $\frac{100}{(\% \text{ фракции} - \text{поправка на песок})}$, получаем пофракционное содержание цемента в растворимой части исследуемой пробы.

9.29. Для определения содержания добавки из общей массы фракций (остаток на сите № 008 и фракция, прошедшая через сито № 008) в % вычитаются найденные количества цемента для этих фракций и поправка на песок (по п.9.27. настоящих Методических рекомендаций).

9.30. Общее содержание цемента и добавки в исследуемой пробе бетона находят, суммируя найденные пофракционно количества этих материалов.

9.31. Для определения содержания песка следует из массы фракции, оставшейся на сите 0,14 мм, вычесть содержание цемента в этой фракции и к остатку прибавить обе поправки на содержание пылевидных в тонких фракциях (по п.9.27 настоящих Методических рекомендаций).

9.32. Когда исходные материалы отсутствуют, допускают в формулах (12) и (13) для определения % цемента условные величины:

CaO в цементе (считая на прокаленное вещество) – 66 %

CaO в добавке, в зависимости от типа, который устанавливается качественным петрографическим анализом по п.5.3 настоящих Методических рекомендаций, %:

для зол каменных углей 1-2;
для трепелов 4-5;
для доменных шлаков 35-49;
CaO в песке 0,5-1.

9.33. Содержание доменного гранулированного шлака в цементе и цементно-песчаном растворе можно определить также по методике^{*}, основанной на избирательной растворимости цемента и гранулированного доменного шлака в ацетон-этаноловом растворе салициловой кислоты.

9.34. Для разделения золы и песка может быть использован метод центрифугирования указанной смеси в жидкости Туле (раствор 120 г иодистой ртути и 100 г иодистого калия в 75 мл дистиллированной воды), основанный на различии в удельной массе этих материалов, В процессе центрифугирования в жидкости Туле зола всплывает, а песок остается на дне.

10. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ БЕТОНА С ОПРЕДЕЛЕНИЕМ ЦЕМЕНТА ПО РАЗНОСТИ (СИТОВОЙ МЕТОД)

10.1. Данный метод может применяться в двух вариантах:

разделение бетона на компоненты только нагреванием;

разделение бетона с применением химической обработки пробы.

10.2. По первому варианту проба бетона, подготовленная как указано в п.7.1 настоящих Методических рекомендаций, подвергается повторной термической обработке до тех пор, пока в рассыпающейся

* См. "Рекомендации по определению содержания доменного гранулированного шлака в цементах". М., 1978.

смеси не исчезнут видимые глазом частички затвердевшего цемента (серого цвета).

10.3. Полученная после последнего подсушивания смесь просеивается через сита с размером отверстий 10 мм, 5 мм и 0,14 мм. Сумма остатков на сите 5 мм и более относится к крупному заполнителю.

10.4. Фракция между ситами 5 мм и 0,14 мм представляет собой, в основном, мелкий заполнитель – песок. Учитывая, однако, что по ГОСТ 8736-77 в песке допускается до 10 % фракции меньше 0,14 мм, при подсчете количества песка к сумме фракций между ситами 0,14 мм и 5 мм добавляется еще 5 % массы этой суммы за счет фракции, прошедшей через сито 0,14 мм. Остаток этой последней фракции относится к цементу.

10.5. Полное содержание цемента определяется путем вычитания из общей массы пробы бетона суммы крупного и мелкого заполнителя (т.е. суммы остатков на всех ситах) плюс вычисленная, как указано выше, доля песка во фракции меньше 0,14 мм.

10.6. Указанный метод рекомендуется применять тогда, когда более важным представляется не точность, а быстрота выполнения анализа.

10.7. При использовании второго варианта для ускорения разложения бетона рекомендуется обработка пробы раствором азотнокислого аммония (NH_4NO_3). Пробу бетона после термического разложения заливают в фарфоровой чашке таким количеством 20%-ного раствора азотнокислого аммония, чтобы жидкость покрывала куски бетона, и кипятят в течение 24 ч (т.е. в течение 4-5 рабочих дней), причем после каждого перерыва раствор заменяется свежим. Для ускорения процесса чистые куски щебня вынимаются из чашки и собираются отдельно. Ускорению разложения способствуют также легкие удары пестиком (деревянным или резиновым) и разминание смеси. Сливание отработанных растворов производится через фильтр, на котором могут остаться мелкие частички цемента или песка.

Примечание. Данный метод не применим при наличии карбонатного заполнителя, так как известняк частично растворяется в этом реактиве.

10.8. По окончании разложения бетона пробу (включая отложенные щебенки) и осадок на фильтре, через который сливались растворы, промывают водой, собирают вместе, высушивают, взвешивают и подвергают ситовому анализу по пп. 10.3 и 10.4 настоящих Методических рекомендаций для определения количества мелкого и крупного заполнителя

10.9. Содержание цемента определяется по разности между массой исследуемой пробы бетона и массой суммы мелкого и крупного заполнителя.

Приложение

ПРИМЕР РАСЧЕТА СОСТАВА ЗАТВЕРДЕВШЕГО БЕТОНА ДЛЯ ОБЩЕГО СЛУЧАЯ -
БЕТОН НА ПОРТЛАНДЦЕМЕНТЕ, С ОБЫЧНЫМ (НЕ КАРБОНАТНЫМ) ПЕСКОМ

Требуется определить вещественный состав затвердевшего бетона, если заданный состав бетона составлял:

в массовых частях 1:2,07:4,07
в % 14:29:57.

Применяем метод прямого определения содержания цемента.

А. Анализ при наличии исходных компонентов

После термического разложения, рассевания на ситах и промывки крупного заполнителя получено:

	г	%
Исходная навеска (А)	282	
Масса после термической обработки (Б) ...	276	100
Остаток на сите 5 мм (крупный заполнитель до промывки -В)	157	56,8
Прошло через сито 5 мм (Г)	119	43,2
Крупный заполнитель после промывки (Д) ..	154	55,8
Общая поправка (разность масс К)	3	1,1
В том числе:		
на песок (Е)	0,51	0,2
на цемент (К-Е)	2,49	0,9
Полная масса растворной части (Г+Е)	122	44,3

Данные химического анализа тонкорастертой средней пробы растворной части бетона и исходных материалов (по п.9 настоящих Методических рекомендаций) в % приведены в таблице.

Исследуемые компоненты бетона	Н.О.	(100-Н.О.)	SiO ₂ раств	CaO
Растворная часть	69,18	30,82	6,56	17,30
Исходный цемент	5,76	94,24	22,00	59,05
Песок	98,82	1,18	0,34	0,30

Количество цемента вычисляем по формулам (7), (8), (9) настоящих Методических рекомендаций:

в % от массы растворной части	в % от массы бетона
$\% \text{ цемента} = \frac{(30,82 - 1,18)}{94,24 - 1,18} \cdot 100 = 31,8$	$\frac{31,8 \cdot 44,3}{100} = 14,08 \quad (7)$
$\% \text{ цемента} = \frac{(6,56 - 0,34)}{22 - 0,34} \cdot 100 = 28,7$	$\frac{28,7 \cdot 44,3}{100} = 12,7 \quad (8)$
$\% \text{ цемента} = \frac{(17,3 - 0,3)}{59,05 - 0,3} \cdot 100 = 28,9$	$\frac{28,9 \cdot 44,3}{100} = 12,8 \quad (9)$

Итого средний % цемента = 13,2

Далее расчет можно вести, пользуясь или средним (13,2 %) и или максимальным % цемента (14,08).

	При среднем % цемента	При максимальном % цемента
Содержание цемента в пробе бетона с поправкой, %	13,2+0,9 = 14,1	14,08+0,9 = 14,98
Содержание песка по разности, %	44,3-14,1 = 30,2	44,3-14,08 = 29,32
Содержание песка с поправкой, %	30,2+0,2 = 30,4	29,32+0,2 = 29,52
Пропорция бетона, %	14,1:30,4:55,8	14,98:29,52:55,8
То же, в массовых частях	1:2,15:3,96	1:1,97:3,72
Отклонения в абсолютных, %	+0,1; +1,4; -1,2	+0,98; +0,52; -1,2
Относительная ошибка, %	0,7; 4,8; 2,1	7,0; 1,79; 2,1

Как видно из приведенных данных, полученные после анализа пропорции бетона 1:2,15:3,96 и 1:1,97:3,72 близки к заданной, относительные отклонения от заданного состава не превышают 5-7 %.

Для того, чтобы выразить пропорцию бетона в объемных частях, следует разделить величины масс на соответствующие объемные массы и пересчитать, приняв долю цемента за единицу.

Объемные массы, кг/м³:

цемента 1,2
 песка 1,5
 щебня 1,3

Б. При отсутствии исходных материалов.

В этом случае содержание растворимого (I00-н.0.) в растворной части (30,82 %) относим к содержанию цемента. При этом получаем следующий состав бетона:

содержание цемента $\frac{30,82,44,3}{100} = 13,6 \%$;

содержание мелкого заполнителя .. $44,3 - 13,6 = 30,7 \%$;

содержание крупного заполнителя $55,8 \%$;

состав бетона в % $13,6:30,7:55,8$;

то же, в массовых частях $1:2,26:4,10$;

отклонение от заданного состава

в абсолютных % $-0,4; +1,7; -1,2$;

относительные отклонения в % $2,85; 5,8; 2,1$.

Таким образом, и в этом случае отклонения от заданного состава бетона не превышают 6 %.