

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN xxxx-17:2023

Xuất bản lần 1

VỮA XÂY DỰNG - PHƯƠNG PHÁP THỬ

**PHẦN 17: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CLORUA HÒA TAN
TRONG NƯỚC CỦA HỖN HỢP VỮA**

*Methods of test for mortar for masonry - Part 17: Determination of water-soluble
chloride content of fresh mortars*

HÀ NỘI - 2023

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn.....	5
3 Nguyên tắc.....	5
4 Ký hiệu.....	6
5 Thiết bị, dụng cụ.....	6
6 Hóa chất thử.....	6
7 Mẫu thử.....	7
8 Cách tiến hành.....	8
9 Biểu thị kết quả.....	8
10 Báo cáo thử nghiệm.....	9

Lời nói đầu

TCVN xxxx-17:2023 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn BS EN 1015-17:2000+A1:2004, Methods of test for mortar for masonry - Part 17: Determination of water-soluble chloride content of fresh mortars.

TCVN xxxx-17:2023 do Viện Khoa học Công nghệ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Vữa xây dựng - Phương pháp thử - Phần 17: Xác định hàm lượng clorua hòa tan trong nước của hỗn hợp vữa

Methods of test for mortar for masonry - Part 17: Determination of water-soluble chloride content of fresh mortars

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng clorua hòa tan trong nước của hỗn hợp vữa.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN xxxx-1:20xx (EN 998-1), *Specification for mortar for masonry - Part 1: Rendering and plastering mortar (Vữa xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật - Phần 1: Vữa trát)*.

TCVN xxxx-2:20xx (EN 998-2), *Specification for mortar for masonry - Part 2: Masonry mortar (Vữa xây dựng - Yêu cầu kỹ thuật - Phần 2: Vữa xây)*.

TCVN xxxx-2:20xx (EN 1015-2), *Methods of test for mortar for masonry - Part 2: Sampling and preparation of test mortars (Vữa xây dựng - Phương pháp thử - Phần 2: Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử)*.

TCVN xxxx-3:20xx (EN 1015-3), *Methods of test for mortar for masonry - Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table) (Vữa xây dựng - Phương pháp thử - Phần 3: Xác định độ lưu động của hỗn hợp vữa (phương pháp bàn rần))*

ISO 384 *Laboratory glassware - Principles of design and construction of volumetric glassware (Dụng cụ thủy tinh trong phòng thí nghiệm - Nguyên tắc thiết kế và cấu tạo của dụng cụ thủy tinh đo thể tích)*.

3 Nguyên tắc

Chuẩn bị dung dịch nước chiết chứa clorua hòa tan trong nước từ mẫu vữa. Clorua hòa tan được kết tủa bằng cách sử dụng thể tích đã biết của dung dịch bạc nitrat tiêu chuẩn. Sulfua có trong hỗn hợp bị oxy hóa thành sulfat hoặc bị phân hủy và không làm nhiễu. Sau khi đun sôi, kết tủa được rửa bằng axit nitric loãng và loại bỏ. Phần nước lọc ra và nước rửa được làm lạnh xuống dưới 25 °C. Bạc nitrat dư được chuẩn độ bằng dung dịch amoni thiocyanat tiêu chuẩn sử dụng muối sắt (III) làm chất chỉ thị.

Phương pháp này cho biết tổng hàm lượng halogen trừ florua và biểu thị kết quả dưới dạng phần trăm clorua của mẫu.

4 Ký hiệu

V_1 Thể tích dung dịch Amoni thiocyanat khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

V_2 Thể tích dung dịch Amoni thiocyanat khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

m khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

f hệ số nồng độ mol liên quan đến dung dịch Amoni thiocyanat (NH_4SCN) (thường 0,1 mol/L).

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Nguyên tắc chung

Dụng cụ thủy tinh đo thể tích phải có độ chính xác phân tích, tức là loại A hoặc loại B, được quy định trong ISO 384.

5.2 Cân phân tích có khả năng cân đến 200 g, độ chính xác 0,0001 g.

5.3 Buret 10 mL, có vạch chia 0,1 mL.

5.4 Bình hút ẩm chứa magie peclorat khan [$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$] hoặc chất hút ẩm phù hợp khác.

5.5 Giấy lọc thô đường kính lỗ khoảng 20 μm .

5.6 Pipet dung tích 5 mL.

5.7 Bình tam giác có nắp đậy dung tích 500 mL.

5.8 Cốc thủy tinh dung tích 250 mL.

5.9 Sàng lỗ vuông có kích thước lỗ 10 mm và 0,125 mm.

5.10 Chai nhựa ny lông có nắp vặn, dung tích khoảng 150 mL.

5.11 Máy lắc quay có khả năng quay với tốc độ 60 vòng/min hoặc **máy khuấy từ và bộ nổi tiếp** được phủ ny lông.

5.12 Bình định mức có dung tích 1000 mL.

5.13 Bình miệng rộng bằng thủy tinh borosilicat có nắp đậy kín, dung tích khoảng 500 mL.

6 Hóa chất thử

6.1 Nguyên tắc chung

Mức độ pha loãng axit nitric đậm đặc được cho dưới dạng tổng thể tích, ví dụ, axit nitric loãng 1+2 nghĩa là trộn 1 thể tích axit nitric đậm đặc với 2 thể tích nước.

- Sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

- Xác định hệ số f , xem 6.8.

6.2 Acid nitric đậm đặc (HNO₃), tỷ trọng (1,40 ÷ 1,42) kg/L ở 20 °C.

6.3 Acid nitric loãng 1 + 2.

6.4 Acid nitric loãng 1 + 100.

6.5 Bạc nitrat (AgNO₃), được sấy khô ở 150 °C, sau đó làm nguội và giữ trong bình hút ẩm (5.4).

6.6 Dung dịch bạc nitrat, 0,10 mol/L. Hòa tan 16,988 g bạc nitrat (6.5) trong nước (6.10) trong bình định mức 1000 mL (5.12) và đến vạch định mức. Giữ dung dịch trong bình thủy tinh màu nâu và tránh ánh sáng.

6.7 Amoni thiocyanat (NH₄SCN).

6.8 Dung dịch amoni thiocyanat, xấp xỉ 0,10 mol/L. Hòa tan 7,6 g amoni thiocyanat (6.7) trong nước đến vạch định mức 1000 mL.

Xác định hệ số *f* bằng cách chuẩn độ dung dịch amoni thiocyanat (6.8) với thể tích đã biết của dung dịch bạc nitrat chuẩn (0,1 mol/L) (6.6) sử dụng chỉ thị amoni sắt (III) sunfat (6.9).

6.9 Dung dịch chỉ thị amoni sắt (III) sunfat [NH₄Fe(SO₄)₂.12H₂O]. Thêm 10 mL acid nitric loãng 1 + 2 (6.3) vào 100 mL dung dịch amoni sắt (III) sunfat bão hòa trong nước.

6.10 Nước, có độ dẫn điện tối đa 2 mS/cm.

7 Mẫu thử

7.1 Quy định chung

Hỗn hợp vữa cho phép thử này phải có thể tích tối thiểu là 1,5 L hoặc ít nhất là 1,5 lần khối lượng cần thiết để thực hiện phép thử, lấy giá trị nào lớn hơn và phải được rút gọn từ mẫu thử đại diện của vữa khô sản xuất trong nhà máy hoặc mẫu thử đại diện của hỗn hợp vữa cho tất cả vữa khác (xem EN 1015-2) bằng dụng cụ chia mẫu hoặc phương pháp chia tư hoặc bằng cách chuẩn bị từ các thành phần khô và nước trong phòng thí nghiệm. Chuẩn bị hai mẫu thử từ hỗn hợp vữa này.

Hỗn hợp vữa tại nhà máy và các loại hỗn hợp vữa vôi cát phối liệu trước phải được thí nghiệm trong thời gian làm việc của chúng. Vữa chuẩn bị trong phòng thí nghiệm, trừ vữa chậm đông kết phải được sử dụng ngay lập tức.

Đối với vữa khô trộn sẵn và vữa chuẩn bị trong phòng thí nghiệm, thời gian trộn được tính từ thời điểm tất cả các thành phần vật liệu được cho vào máy trộn.

7.2 Chuẩn bị

7.2.1 Vữa khô trộn sẵn

Nếu cần thiết, nghiền mẫu để lọt hoàn toàn qua sàng 10 mm (5.9). Sau đó xử lý mẫu như trong 7.3.

7.2.2 Hỗn hợp vữa

Trộn đều mẫu và rút gọn về khoảng 250 g. Sau đó cho vào bình miệng rộng (5.13) và đậy kín bằng nắp. Trước khi thử, trộn đều mẫu bằng bay. Sấy khô mẫu ở (105 ± 5) °C đến khối lượng không đổi

(khi vừa có các thành phần hữu cơ, ví dụ cốt liệu làm bằng polystyrene trương nở, sấy ở nhiệt độ $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Mẫu được sấy đến khối lượng không đổi nếu hai lần cân liên tiếp, cách nhau 2 h trong quá trình sấy, không chênh lệch quá 0,2 % khối lượng của mẫu khô. Nghiền mẫu đã sấy khô để lọt hoàn toàn qua sàng 10 mm (5.9). Sau đó xử lý mẫu như trong 7.3.

7.3 Nghiền mẫu

Rút gọn mẫu về 50 g và nghiền mẫu lọt hoàn toàn qua sàng 0,125 mm. Sử dụng mẫu này để phân tích.

Nếu không có thiết bị nghiền cơ học phù hợp, sử dụng quy trình sau để lấy mẫu phân tích. Nghiền mẫu còn lại lọt hoàn toàn qua sàng 2,4 mm. Nghiền mẫu nhỏ đại diện cho mẫu thử có khối lượng không ít hơn 30 g để lọt hoàn toàn qua sàng 0,500 mm. Trộn đều mẫu nhỏ đã nghiền và lấy từ mẫu nhỏ đã nghiền này khối lượng không ít hơn 12 g và nghiền cho lọt hoàn toàn qua sàng 0,125 mm. Đây là mẫu sử dụng để phân tích.

CHÚ THÍCH: Kim loại phát sinh trong quá trình nghiền phải được loại bỏ bằng nam châm trước khi phân tích.

8 Cách tiến hành

8.1 Tách clorua hòa tan trong nước

Cân $(10 \pm 0,005)$ g mẫu (được nghiền mịn qua sàng 0,125 mm) ở nhiệt độ $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$ và cho vào chai ny lông (5.10). Thêm 100 mL nước cất hoặc nước khử ion (6.10), đóng nắp chai và lắc bình trong 60 phút bằng máy lắc quay với tốc độ khoảng 60 vòng/min hoặc sử dụng máy khuấy từ có phủ ny lông (5.11). Để yên chai qua đêm (không ít hơn 15 h và không quá 24 h).

Lọc mẫu qua giấy lọc và thu phần nước lọc vào cốc thủy tinh 250 mL (5.8). Rửa cặn trên giấy lọc bằng 25 ± 5 mL nước cất hoặc nước khử ion (6.10). Axít hóa dịch lọc bằng cách thêm 20 mL axít nitric (HNO_3) loãng (1 + 2) (6.3) và đun sôi. Tiến hành như 8.2.

8.2 Cách tiến hành

Dùng pipet (5.6) thêm 5 mL dung dịch bạc nitrat (6.6) vào dung dịch đang sôi từ 8.1. Sau đó đun sôi trong $(1,5 \div 2,0)$ min và để nguội xuống $25 ^\circ\text{C}$. Chuyển dung dịch sang bình tam giác 500 mL (5.7), tráng lại cốc bằng nước cất hoặc nước khử ion.

Thêm 5 giọt dung dịch chỉ thị (6.9) và dùng buret (5.3) để chuẩn độ bằng dung dịch amoni thiocyanat (6.8) lần lượt lắc mạnh bình và kiểm tra cho đến khi dung dịch tạo màu nâu đỏ nhạt không còn biến mất khi lắc. Ghi lại thể tích, V_1 , của dung dịch amoni thiocyanat được sử dụng trong phép chuẩn độ.

Làm song song với mẫu không có vữa và ghi lại thể tích V_2 của dung dịch amoni thiocyanat được sử dụng trong phép chuẩn độ mẫu trắng.

9 Biểu thị kết quả

Xác định khối lượng tính bằng gam, chính xác đến 0,001 g. Xác định thể tích từ buret (5.3) tính bằng mililít, chính xác đến 0,05 mL.

Hàm lượng clorua (% Cl) tính bằng phần trăm (%), theo công thức sau:

$$\% Cl = (V_2 - V_1) \times f \times \frac{3,545}{10 \times m} \quad (1)$$

trong đó:

V_1 Thể tích dung dịch Amoni thiocyanat khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

V_2 Thể tích dung dịch Amoni thiocyanat khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

m khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

f hệ số nồng độ mol liên quan đến dung dịch Amoni thiocyanat (NH_4SCN) (thường 0,1 mol/L).

Hệ số nồng độ f được tính theo công thức sau:

$$f = \frac{V}{V_2} \quad (2)$$

trong đó:

V là thể tích của AgNO_3 (0,10 mol/L).

CHÚ THÍCH: Ký hiệu m thể hiện cho khối lượng chuẩn của phần mẫu thử là $(10 \pm 0,005)$ g từ 8.1.

Phần trăm hàm lượng clorua được tính bằng giá trị trung bình của hai lần thử, kết quả làm tròn đến 0,01 %.

Nếu hàm lượng clorua của vữa vượt quá 0,17 % khối lượng mẫu thử thì theo quy trình 7.2 xuất hiện ngay màu đỏ khi nhỏ giọt dung dịch amoni thiocyanat (6.8) đầu tiên. Điều này có nghĩa là lượng Bạc Nitrat cho vào không đủ cho lượng clorua tương đối lớn và do đó phép thử này sẽ phải lặp lại với phần tử mẫu thử nhỏ hơn.

CHÚ THÍCH: Sau khi chiết thử như trong 8.1, có thể xác định ion clo bằng các phương pháp thay thế (Ví dụ: Điện cực Ion hoặc X.R.F.) với điều kiện phương pháp tương ứng với phương pháp trên.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử phải bao gồm các thông sau:

- a) Số hiệu, tiêu đề, ngày ban hành của tiêu chuẩn;
- b) Địa điểm, thời gian lấy và chuẩn bị mẫu;

CHÚ THÍCH: Mẫu thử đại diện là mẫu được lấy từ nguồn có số lượng lớn, được sử dụng cho tất cả các thử nghiệm trong EN 1015.

- c) Phương pháp được sử dụng để lấy mẫu thử đại diện (nếu biết), tên đơn vị lấy mẫu;
- d) Chung loại, xuất xứ và ký hiệu của mẫu vữa được nêu trong EN 998;

- e) Ngày thử nghiệm;
 - f) Phương pháp thử sử dụng và thông tin chi tiết về các mẫu thử bao gồm: Số lượng, kích thước, khối lượng ..., nếu thích hợp;
 - g) Phương pháp chuẩn bị;
 - h) Ngày và giờ chuẩn bị các mẫu thử để thí nghiệm;
 - i) Giá trị trung bình của hàm lượng clorua chính xác đến 0,01 % tính theo phần trăm khối lượng vữa;
 - j) Nhận xét (nếu có).
-