

TCVN xxxx-5:20xx

Xuất bản lần 1

**CỐT LIỆU - PHƯƠNG PHÁP THỬ CÁC TÍNH CHẤT
HÓA HỌC - PHẦN 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MUỐI
CHLORIDE TAN TRONG ACID**

*Aggregates - Tests for chemical properties -
Part 5: Determination of acid soluble chloride salts*

HÀ NỘI - 20xx

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Thuật ngữ, định nghĩa	5
4 Thuộc thử	6
5 Thiết bị, dụng cụ	7
6 Nguyên tắc	8
7 Lấy mẫu.....	8
8 Chuẩn bị phân mẫu thử	8
9 Cách tiến hành	8
10 Biểu thị kết quả	9
11 Báo cáo thử nghiệm.....	9
Thư mục tài liệu tham khảo	10

Lời nói đầu

TCVN xxxx-5:20xx được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn BS EN 1744-5:2006, Tests for chemical properties of aggregates - Part 5: Determination of acid soluble chloride salts.

TCVN xxxx-5:20xx do Viện Khoa học Công nghệ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Ủy ban Tiêu chuẩn Đo lường chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Cốt liệu - Phương pháp thử các tính chất hóa học - Phần 5: Xác định hàm lượng muối chloride tan trong acid

Aggregates - Tests for chemical properties - Part 5: Determination of acid soluble chloride salts

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng muối chloride hòa tan trong acid có thể có trong cốt liệu. Tiêu chuẩn này phù hợp với các loại cốt liệu chứa chloride không phải do việc tiếp xúc hoặc ngâm trong nước nhiễm mặn. Ví dụ một số loại cốt liệu như: cốt liệu tái chế có chứa xi măng đã thủy hóa, trong đó chloride có thể tồn tại ở dạng calcium chloroaluminates và một số cốt liệu có nguồn gốc từ các vùng sa mạc mà chloride được hấp thụ trong các hạt cốt liệu.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 1744-1:2009+A1:2012), *Tests for chemical properties of aggregates - Part 1: Chemical analysis (Cốt liệu - Phương pháp thử các tính chất hóa học - Phần 1: Phân tích hoá học)*;

TCVN xxxx-1:20xx (EN 932-1), *Tests for general properties of aggregates - Part 1: Method of sampling (Cốt liệu - Các quy định chung trong thử nghiệm - Phần 1: Phương pháp lấy mẫu)*;

TCVN xxxx-5:20xx (EN 932-5), *Tests for general properties of aggregates - Part 5: Common equipment and calibration (Cốt liệu - Các quy định chung trong thử nghiệm - Phần 5: Thiết bị thường dùng và hiệu chuẩn)*;

TCVN 11553 (ISO 384:2015), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh và chất dẻo - Nguyên tắc thiết kế và kết cấu của dụng cụ đo thể tích (Laboratory glass and plastics ware - Principles of design and construction of volumetric instruments)*;

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Bình định mức (Laboratory glassware - One-mark volumetric)*.

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1

Phần mẫu thử (test portion)

TCVN xxxx-5:20xx

Mẫu được sử dụng toàn bộ trong một thí nghiệm riêng.

3.2

Mẫu thử (test specimen)

Mẫu sử dụng cho một lần thử đơn lẻ khi phương pháp thử yêu cầu nhiều hơn một lần thử cho một tính chất.

3.3

Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)

Mẫu rút gọn từ mẫu gộp sử dụng cho thí nghiệm trong phòng.

4 Thuốc thử

Trừ khi có quy định khác, chỉ sử dụng các thuốc thử, hoá chất có độ tinh khiết phân tích và nước khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

CHÚ THÍCH 1: Trừ khi có quy định khác, ký hiệu “%” được hiểu là “phần trăm khối lượng”.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp không đưa ra dung sai, các giá trị được nêu đối với thể tích hoặc khối lượng của thuốc thử được coi là xấp xỉ. Khi đó, thể tích lấy từ ống đong chia vạch và khối lượng cân trên cân kỹ thuật theo quy định tại 5.1 sẽ được coi là có đủ độ chính xác cho các mục đích của tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 3: Trừ khi có quy định khác, các dung dịch thuốc thử được coi là có độ ổn định trong thời gian dài.

CHÚ THÍCH 4: Phải coi tất cả các hoá chất là các chất độc hại tiềm ẩn và phải thực hiện các biện pháp phòng ngừa thích hợp trước khi sử dụng. Trước khi bắt đầu bất cứ thử nghiệm nào, luôn phải dành thời gian để đánh giá các nguy cơ có thể xảy ra và luôn duy trì thực hiện công tác này.

4.1 Yêu cầu chung về khối lượng riêng

Các dung dịch thuốc thử đậm đặc được tính bằng gam trên centimet khối (g/cm^3) ở nhiệt độ (20 ± 2) °C như sau:

Acid clohydric : 1,18 đến 1,19;

Acid nitric : 1,40 đến 1,42;

Acid sulfuric : 1,84;

Amoni hydroxide : 0,88 đến 0,91;

Mức độ pha loãng được biểu thị theo tổng thể tích dung dịch.

CHÚ THÍCH: Cho phép sử dụng các dung dịch thương phẩm pha sẵn để thay thế.

4.2 Thuốc thử xác định hàm lượng muối chloride hòa tan trong acid bằng phương pháp Volhard

4.2.1 Dung dịch bạc nitrate (AgNO_3), 0,100 mol/L, sấy khoảng 20 g bạc nitrate trong ít nhất 1 h ở nhiệt độ (110 ± 5) °C, để nguội trong bình hút ẩm. Cân ($16,987 \pm 0,001$) g bạc nitrate đã sấy khô, hoà

tan trong nước và chuyển vào bình định mức dung tích 1 L (5.6), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh tối màu (5.7) và tránh ánh sáng mặt trời.

4.2.2 Dung dịch thiocyanate (KSCN hoặc NH₄SCN), nồng độ khoảng 0,1 mol/L, hoà tan 9,7 g kali thiocyanate (KSCN) hoặc 7,6 g amonium thiocyanate (NH₄SCN) trong nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Dùng pipet, lấy 25 mL dung dịch bạc nitrate (4.2.1) vào bình nón (5.8), thêm 5 mL acid nitric (4.2.3) và 1 mL dung dịch chỉ thị amonium sắt (III) sulfate (4.2.5).

Dùng dung dịch thiocyanate để chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu trắng sữa sang nâu đỏ bền vững (sử dụng buret (5.9)). Ghi thể tích dung dịch thiocyanate tiêu tốn.

Nồng độ của dung dịch thiocyanate, C_T , tính bằng mol/L, theo công thức:

$$C_T = \frac{2,5}{V_0} \quad (1)$$

trong đó:

V_0 : là thể tích dung dịch thiocyanate tiêu tốn trong chuẩn độ, tính bằng mililit (mL).

Chuẩn hóa dung dịch hàng tuần hoặc trước khi sử dụng nếu phép thử không tiến hành thường xuyên.

4.2.3 Acid nitric (HNO₃), nồng độ khoảng 6 mol/L, thêm 100 mL dung dịch acid nitric (4.1) vào 150 mL nước, đun sôi dung dịch trong tủ hút (5.11) cho đến khi dung dịch mất màu, để nguội đến nhiệt độ phòng.

4.2.4 3,5,5-trimethylhexan-1-ol, tinh khiết kỹ thuật, không chứa chloride .

4.2.5 Dung dịch chỉ thị amonium sắt (III) sulfate (NH₄Fe(SO₄)₂.12H₂O), hoà tan 50 g amonium sắt (III) sulfate vào 60 g nước ấm, thêm tiếp 10 mL acid nitric (4.2.3).

Để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, bảo quản trong chai thủy tinh (5.10).

5 Thiết bị, dụng cụ

Tất cả các thiết bị dụng cụ phải phù hợp các yêu cầu chung của TCVN xxxx-5:20xx (EN 932-5).

Tất cả các dụng cụ thủy tinh định mức phải có độ chính xác cấp B theo TCVN 11553 (ISO 384:2015). Đối với thử nghiệm đánh giá và thử nghiệm nhóm vật liệu phải sử dụng dụng cụ thủy tinh định mức cấp chính xác A.

5.1 Cân phân tích, có khả năng cân đến 100 g, độ chính xác 0,1 mg.

5.2 Hai phễu lọc, đường kính khoảng 100 mm, sử dụng giấy lọc loại chảy nhanh (đường kính lỗ khoảng 20 μm), có đường kính phù hợp với phễu lọc.

5.3 Hai cốc có mỏ 250 mL.

5.4 Đũa thủy tinh.

TCVN xxxx-5:20xx

5.5 Pipet: dung tích 1 mL, 5 mL, 25 mL.

5.6 Hai bình định mức, dung tích 1 L phù hợp với TCVN 7153 (ISO 1042).

5.7 Chai thủy tinh tối màu, sử dụng để bảo quản hoá chất, thuốc thử.

5.8 Bình nón có nắp kín, dung tích 100 mL và 250 mL.

5.9 Buret, loại 50 mL, có vạch chia chính xác đến 0,1 mL

5.10 Chai thủy tinh không màu, sử dụng để đựng hoá chất, thuốc thử.

5.2.11 Tủ hút khí độc.

6 Nguyên tắc

Phương pháp này sử dụng để xác định tổng hàm lượng halogen trừ fluoride và biểu thị kết quả dưới dạng hàm lượng ion chloride. Chiết tách ion chloride từ mẫu cốt liệu đã được nghiền mịn bằng acid nitric loãng đun sôi.

CHÚ THÍCH: sulfide oxi hóa thành sulfate và không gây ảnh hưởng.

Thêm một lượng dư chính xác dung dịch bạc nitrate vào dung dịch để kết tủa chloride. Sau khi đun sôi, phần kết tủa và cốt liệu rắn còn lại được rửa bằng dung dịch acid nitric loãng và loại bỏ. Làm nguội dịch lọc và nước rửa đến nhiệt độ phòng, sau đó dùng dung dịch thiocyanate để chuẩn độ lượng dư bạc nitrate, sử dụng amoni sắt (III) sulfate làm chất chỉ thị (phương pháp Volhard).

7 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy theo TCVN xxxx-1:20xx (EN 932-1).

Phải đảm bảo sao cho mẫu phòng thí nghiệm là mẫu đại diện về độ ẩm và thành phần rắn của lô cốt liệu.

8 Chuẩn bị phần mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN xxxx-1:20xx (EN 1744-1:2009+A1:2012), mục 12.3. Lấy khoảng 2 g bột làm mẫu thử.

9 Cách tiến hành

Cân mẫu thử và ghi lại khối lượng, m chính xác đến 0,1 mg, chuyển vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào 50 mL nước cất và vừa dùng thìa thủy tinh khuấy đều vừa thêm vào 50 mL dung dịch acid nitric HNO₃ (1 + 2). Đun sôi dung dịch khoảng 1 min, trong quá trình đun thỉnh thoảng khuấy đều dung dịch.

CHÚ THÍCH: Cốt liệu chứa cacbonat sẽ tạo bọt khi thêm acid. Trong trường hợp này, thêm axit từ từ và liên tục khuấy.

Dùng pipet (5.5) thêm chính xác 5 mL dung dịch bạc nitrate 0,100 mol/l vào dung dịch đang sôi. Sau đó đun sôi dung dịch trong tối đa 1 min và lọc dung dịch qua giấy lọc (5.2) đã rửa sạch bằng acid nitric

loãng (1 + 100) vào bình nón 500 mL. Rửa cốc thủy tinh, đĩa thủy tinh và phễu lọc bằng acid nitric loãng (1 + 100) cho đến khi thu được 200 mL dung dịch. Để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng.

Thêm 5 mL dung dịch chỉ thị amoni sắt (III) sulfate (4.2.5) và chuẩn độ lượng bạc nitrate dư bằng dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate cho đến khi dung dịch xuất hiện màu nâu đỏ.

Ghi lại thể tích V_1 của dung dịch thiocyanate đã tiêu tốn.

Nếu hàm lượng chloride của cốt liệu lớn hơn 0,85% phải thí nghiệm lại với phần mẫu thử nhỏ hơn.

Lặp lại quy trình trên với mẫu thử thứ hai.

10 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chloride (C_a), được tính bằng phần trăm (%) theo công thức:

$$C_a = 3,545 \times \frac{5-10 \times C_T \times V_1}{1000} \times \frac{100}{m} = 0,3545 \times \frac{5-10 \times C_T \times V_1}{m} \quad (2)$$

trong đó:

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

V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate tiêu tốn, tính bằng mililit (mL);

C_T là nồng độ của dung dịch tiêu chuẩn thiocyanate, tính bằng mol trên lít (mol/L).

Kết quả là giá trị trung bình của hai mẫu thử, tính bằng phần trăm (%), chính xác đến 0,01 %.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nguồn gốc mẫu thử;
- c) Ký hiệu mẫu;
- d) Khối lượng khô của mẫu đã thí nghiệm (g);
- e) Kết quả thí nghiệm;
- f) Ngày nhận mẫu;
- g) Ngày thí nghiệm;
- h) Người thí nghiệm.

Thư mục tài liệu tham khảo

EN 196-21:1989, Methods of testing cement: Determination of the chloride, carbon dioxide and alkali content of cement.

EN 932-2: 1999, Test for general properties of aggregates - Methods of reducing laboratory samples.
