

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN X480-10:202X

Xuất bản lần 1

**PHỤ GIA CHO BÊ TÔNG, VỮA XÂY VÀ VỮA RÓT -
PHƯƠNG PHÁP THỬ - PHẦN 10: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CHLORIDE HÒA TAN TRONG NƯỚC**

*Admixtures for concrete, mortar and grout - Test methods -
Part 10: Determination of water soluble chloride content*

HÀ NỘI – 202X

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Nguyên tắc	5
3 Thiết bị, dụng cụ	5
4 Cách tiến hành	6
5 Biểu thị kết quả	8
6 Báo cáo thử nghiệm.....	8

TCVN X480-10:202X

Lời nói đầu

TCVN X480-10:202X được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn BS EN 480-10:2009, Admixtures for concrete, mortar and grout - Test methods - Part 10: Determination of water soluble chloride content.

TCVN X480-10:202X 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.

TCVN X480:202X Phụ gia cho bê tông, vữa xây và vữa rót - Phương pháp thử gồm các phần sau:

- Phần 1: Bê tông và vữa đối chứng dùng cho thử nghiệm;
- Phần 2: Xác định thời gian đông kết;
- Phần 4: Xác định độ tách nước của bê tông;
- Phần 5: Xác định độ hút nước mao dẫn;
- Phần 6: Phân tích phổ hồng ngoại;
- Phần 8: Xác định hàm lượng chất khô;
- Phần 10: Xác định hàm lượng chloride hòa tan trong nước;
- Phần 11: Xác định đặc tính lỗ rỗng trong bê tông đã đóng rắn;
- Phần 12: Xác định hàm lượng kiềm của phụ gia;
- Phần 13: Vữa đối chứng dùng cho thử nghiệm phụ gia cho vữa xây;
- Phần 14: Xác định ảnh hưởng của phụ gia đến tính chất ăn mòn cốt thép bằng thử nghiệm điện hóa;
- Phần 15: Bê tông đối chứng và phương pháp thử dùng cho thử nghiệm phụ gia biến tính độ nhớt.

Phụ gia cho bê tông, vữa xây và vữa rót - Phương pháp thử -

Phần 10: Xác định hàm lượng chloride hòa tan trong nước

Admixtures for concrete, mortar and grout - Test methods - Part 10: Determination of water soluble chloride content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng muối halogen hòa tan trong nước (trừ fluoride) có trong phụ gia.

Tổng hàm lượng muối halogen hòa tan trong nước được biểu thị bằng hàm lượng muối chloride.

2 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng ion chloride (bao gồm các ion halogen khác trừ fluoride) có trong phụ gia bằng cách dùng dung dịch bạc nitrate kết tủa ion chloride theo phản ứng sau:



Sử dụng máy đo pH để xác định thời điểm phản ứng kết thúc.

Lượng mẫu sử dụng để thử nghiệm được tính toán đối với phụ gia có hàm lượng chloride nhỏ hơn 0,1 % theo khối lượng. Nếu đã biết trước hoặc dự kiến hàm lượng chloride có thể lớn hơn 0,1 %, cần pha loãng phụ gia theo một tỷ lệ chính xác trước khi tiến hành thử nghiệm.

3 Thiết bị, dụng cụ

3.1 Máy đo pH

Có thể sử dụng một trong hai loại sau:

- Máy đo pH có thể đo và vẽ đồ thị từng điểm một.
- Máy đo pH được kết nối với một buret tự động.

3.2 Điện cực

Có thể sử dụng một trong hai loại sau:

- Tổ hợp gồm hai điện cực gồm:
 - Điện cực chỉ thị: Ag;

TCVN X480-10:202X

2) Điện cực so sánh: sulfate thủy ngân (chất điện phân KNO_3) hoặc calomel với gel agar (chất điện phân KNO_3);

b) Điện cực kết hợp (chỉ thị và so sánh) Ag - AgCl (chất điện phân KNO_3).

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các điện cực khác như điện cực chọn lọc ion khi không ảnh hưởng đến kết quả.

3.3 Thiết bị khác

3.3.1 Cân phân tích, có khả năng cân đến 200 g, độ chính xác 0,1 mg.

3.3.2 Buret, loại 20 mL có vạch chia chính xác đến 0,05 mL.

3.3.3 Cốc có mỏ loại 250 mL, 500 mL.

3.3.4 Bình định mức, dung tích 1000 mL.

3.3.5 Thiết bị gia nhiệt có máy khuấy từ.

3.3.6 Bình chia độ, dung tích 10 mL, 20 mL, 50 mL.

3.4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử, hoá chất loại tinh khiết phân tích.

3.4.1 Acid nitric đặc (HNO_3).

3.4.2 Hydrogen peroxide (H_2O_2), 30 % theo khối lượng (110 thể tích).

3.4.3 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 33 % theo khối lượng.

3.4.4 Nước cất hoặc nước khử ion.

3.4.5 Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

3.4.6 Acetone ($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}$).

3.4.7 Dung dịch bạc nitrate (AgNO_3), 0,01 mol/L, nồng độ N chính xác đến $\pm 0,0001$.

4 Cách tiến hành

4.1 Chuẩn bị mẫu thử

4.1.1 Phụ gia dạng lỏng

Cân (10 ± 1) g mẫu thử chính xác đến 0,01 g, cho mẫu vào một cốc thủy tinh 250 mL hoặc 500 mL.

4.1.2 Phụ gia dạng bột

Cân (5 ± 1) g mẫu thử chính xác đến 0,01 g, cho mẫu vào một cốc thủy tinh 250 mL hoặc 500 mL.

4.2 Cách xác định

4.2.1 Tổng quát

Tùy thuộc vào thành phần của phụ gia, sử dụng một trong các phương pháp sau đây.

4.2.2 Phương pháp 1

Nếu phụ gia không chứa các thành phần gây ảnh hưởng đến thử nghiệm, như lignosulfonate, thiocyanate hoặc các tác nhân khử, dùng nước cất hoặc nước khử ion pha loãng (đối với phụ gia dạng nước) hoặc hòa tan mẫu (đối với phụ gia dạng bột) để thu được 100 mL dung dịch. Sau đó, thêm 80 mL acetone vào dung dịch, tiếp tục thêm axit nitric loãng cho đến khi pH đạt ($2,0 \pm 0,5$), tiến hành chuẩn độ ion chloride bằng dung dịch bạc nitrate, ghi lại thể tích (V) dung dịch bạc nitrate đã sử dụng chính xác đến 0,05 mL.

Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng với cùng điều kiện và ghi lại thể tích (V_0) chính xác đến 0,05 mL.

CHÚ THÍCH: Một số phụ gia có thể tạo bọt trong quá trình đun sôi, có thể thêm ethanol để giảm bớt hiện tượng này.

4.2.3 Phương pháp 2

Nếu phụ gia có chứa hoặc có thể chứa lignosulfonate hoặc các tác nhân khử, dùng nước cất hoặc nước khử ion pha loãng (đối với phụ gia dạng nước) hoặc hòa tan mẫu (đối với phụ gia dạng lỏng) để thu được 100 mL dung dịch. Sau đó, thêm 5 mL natri hydroxide vào dung dịch rồi tiếp tục thêm 10 mL hydrogen peroxide. Điều này có thể gây ra phản ứng tỏa nhiệt.

Thêm dung dịch natri hydroxide để đảm bảo pH của dung dịch trên 8,5, tránh mất ion chloride. Đun sôi dung dịch trong 30 min bằng thiết bị gia nhiệt có máy khuấy từ.

Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ (20 ± 2) °C. Sau đó, thêm 80 mL acetone vào dung dịch rồi tiếp tục thêm axit nitric loãng cho đến khi pH đạt ($2,0 \pm 0,5$), tiến hành chuẩn độ ion chloride bằng dung dịch bạc nitrate, ghi lại thể tích (V) dung dịch bạc nitrat đã sử dụng chính xác đến 0,05 mL.

Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng với cùng điều kiện và ghi lại thể tích (V_0) chính xác đến 0,05 mL.

4.2.4 Phương pháp 3

CHÚ THÍCH: Thực hiện thử nghiệm trong tủ hút để giảm thiểu rủi ro từ phản ứng tỏa nhiệt và thoát khí hydrogen cyanide. Người thí nghiệm phải mặc quần áo bảo hộ phù hợp.

Nếu phụ gia có chứa hoặc có thể chứa thiocyanate, dùng nước cất hoặc nước khử ion pha loãng (đối với phụ gia dạng nước) hoặc hòa tan mẫu (đối với phụ gia dạng lỏng) để thu được 100 mL dung dịch, sau đó cho dung dịch thu được vào cốc thủy tinh 500 mL để tránh mất mẫu do bị tràn.

Cẩn thận thêm 5 mL dung dịch natri hydroxide, tiếp tục thêm 10 mL hydrogen peroxide vào dung dịch.

Điều này có thể gây ra phản ứng tỏa nhiệt rất mạnh. Sau khi ổn định, thêm tiếp 10 mL hydrogen peroxide và thêm tiếp ba lần nữa. Thêm dung dịch natri hydroxide để đảm bảo pH của dung dịch trên 8,5, tránh mất ion chloride.

Đun sôi dung dịch trong 3 h rồi làm nguội dung dịch đến nhiệt độ (20 ± 2) °C. Sau đó, chuyển dung dịch vào một cốc thủy tinh 250 mL, dùng nước cất hoặc nước khử ion rửa sạch cốc thủy tinh 500 mL.

TCVN X480-10:202X

Thêm 80 mL acetone vào dung dịch, tiếp tục thêm axit nitric loãng cho đến khi pH đạt $(2,0 \pm 0,5)$, tiến hành chuẩn độ ion chloride bằng dung dịch bạc nitrate, ghi lại thể tích (V) dung dịch bạc nitrate đã sử dụng chính xác đến 0,05 mL.

Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng với cùng điều kiện và ghi lại thể tích (V_o) chính xác đến 0,05 mL.

5 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ion chloride (W_{Cl}), tính bằng phần trăm theo khối lượng (%), chính xác đến 0,01 %, theo công thức sau:

$$W_{Cl} = \frac{3,55 \times (V - V_o) \times N}{m} \quad (1)$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch bạc nitrate đã sử dụng trong thử nghiệm, tính bằng mililit (mL);

V_o là thể tích dung dịch bạc nitrate sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

N là nồng độ của dung dịch bạc nitrate, tính bằng mol trên lít (mol/L);

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

6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) Ký hiệu mẫu;
- b) Ngày thử nghiệm;
- c) Tên phòng thử nghiệm;
- d) Người thử nghiệm;
- e) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- f) Thiết bị sử dụng;
- g) Phương pháp thử nghiệm đã sử dụng (ví dụ: phương pháp 1, 2 hoặc 3); nếu sử dụng phương pháp 2 hoặc 3, cần ghi rõ thể tích hydrogen peroxide, thời gian đun sôi và các hiện tượng trong quá trình thử nghiệm (nếu có);
- h) Ngày lấy mẫu, nguồn gốc mẫu;
- i) Hàm lượng ion chloride, chính xác đến 0,01 %.

CHÚ THÍCH: Tất cả ba phương pháp đều cung cấp tổng hàm lượng ion halogen (trừ fluoride) dưới dạng chloride. Khi sử dụng phương pháp 2, thiocyanate được tính vào chloride.