

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 3121-17:2003

VỮA XÂY DỰNG - PHƯƠNG PHÁP THỬ

PHẦN 17: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ION CLO HOÀ TAN TRONG NƯỚC

Mortar for masonry - Test methods

Part 17: Determination of water soluble chloride content

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng ion clo hoà tan trong nước của vữa tươi và vữa khô trộn sẵn.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 3121-2 : 2003 Vữa xây dựng - Phương pháp thử - Phần 2: Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.

TCVN 4851 : 89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Nguyên tắc

Hoà tan toàn bộ lượng ion clo có trong mẫu vữa bằng nước cất. Kết tủa hàm lượng ion clo hoà tan trong nước bằng dung dịch bạc nitrat tiêu chuẩn lấy dư. Chuẩn độ lượng bạc nitrat dư bằng dung dịch amoni sunfua xianua tiêu chuẩn có sử dụng muối sắt III làm chất chỉ thị, từ đó tính ra lượng ion clo có trong mẫu.

4 Thiết bị, hoá chất và thuốc thử

4.1 Thiết bị

- Cân phân tích, loại cân đến 200g, độ chính xác đến 0,0001 gam;
- Buret 10ml, có vạch chia tới 0,01ml;
- Tủ sấy, có bộ phận điều chỉnh và ổn định nhiệt độ;
- Giấy lọc (đường kính lỗ khoảng 20 μ m);
- Pipet 5 ml;
- Bình tam giác 500 ml;
- Bình định mức 1000 ml;
- Bình hút ẩm;
- Sàng có kích thước lỗ sàng 10 mm và 0,125 mm;
- Cốc thuỷ tinh boro silicat 250 ml;
- Cốc thuỷ tinh boro silicat miệng rộng có nắp đậy kín, dung tích khoảng 500 ml;
- Bình nhựa có nắp vặn, dung tích 150 ml;
- Máy lắc, có khả năng xoay 500 vòng/phút hoặc máy khuấy từ.

4.2 Hoá chất và thuốc thử

Sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước cất theo TCVN 4851 : 89 (ISO 3696 : 1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

- Axit nitric đặc (HNO₃), d = 1,4 - 1,42 kg/l ở 20°C;
- Axit nitric, pha loãng 1+2;
- Axit nitric, pha loãng 1+100;
- Bạc nitrat (AgNO₃), sấy khô ở 150°C, sau đó để nguội và cất giữ trong bình hút ẩm;
- Bạc nitrat (AgNO₃), dung dịch 0,1 N. Hoà tan 16,988 bạc nitrat với nước trong bình định mức 1000 ml đến vạch mức. Cất giữ dung dịch trong lọ thuỷ tinh nâu, tránh ánh sáng;
- Amoni sunfua xianua (NH₄SCN);
- Amoni sunfua xianua (NH₄SCN), dung dịch 0,1N. Hoà tan 7,6g amoni sunfua xianua trong nước đến vạch mức 1000ml;

Xác định hệ số f bằng cách chuẩn độ dung dịch amoni sunfua xianua 0,1N với dung dịch bạc nitrat (AgNO₃) 0,1N, sử dụng chỉ thị muối Morh;

– Chỉ thị muối Morh $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 10%.

5 Cách tiến hành

5.1 Lấy khoảng 1,5 lít mẫu đã chuẩn bị theo TCVN 3121-2 : 2003

– Đối với mẫu vừa tươi, trộn đều lại mẫu trước khi lấy 250 gam cho vào cốc 500ml và sấy ở nhiệt độ $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ hoặc $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ (với mẫu có chứa hợp chất hữu cơ, như phụ gia, polystiren...);

– Đối với mẫu khô, nghiền mẫu qua sàng 10mm, trộn đều và lấy 500 gam để nghiền tiếp đến khi lọt hết qua sàng 0,125mm. Mẫu này dùng để phân tích.

Chú thích - Các ion kim loại sinh ra trong quá trình nghiền cần được loại bỏ bằng phương pháp hút từ.

5.2 Tách ion clo hoà tan trong nước.

Cân chính xác 10g + 0,05g mẫu đã chuẩn bị ở trên cho vào bình nhựa 150ml, thêm 100ml nước, đóng kín nắp bình, đặt vào máy lắc và lắc trong 60 phút với tốc độ 600 vòng/phút (hoặc có thể dùng máy khuấy từ thay cho máy lắc). Lấy bình ra khỏi máy lắc, để yên từ 15 giờ – 24 giờ (tốt nhất là để qua đêm). Sau đó lọc rửa bằng nước cất với giấy lọc định tính chảy trung bình, dung dịch lọc thu vào cốc 250ml. Rửa cặn bằng 25ml \pm 5ml nước cất.

Axit hoá dung dịch lọc bằng cách thêm 200ml dung dịch HNO_3 (1+2) và đun sôi dung dịch.

Sau đó dùng pipet thêm chính xác 5 ml dung dịch AgNO_3 0,1N vào dung dịch đang sôi. Giữ dung dịch sôi trong thời gian từ 1,5 phút đến 2 phút, lấy ra để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 5 ml giọt chỉ thị muối Morh vào cốc và chuẩn độ bằng dung dịch NH_4SCN 0,1N cho đến khi dung dịch xuất hiện màu nâu gạch. Ghi lại lượng dung dịch NH_4SCN 0,1N cần thiết cho phép chuẩn độ (V_1)

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng ion có trong thuốc thử. Ghi lại lượng dung dịch NH_4SCN 0,1N cần thiết cho phép chuẩn độ trắng (V_2).

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ion clo (Cl^-), tính bằng %, theo công thức:

$$\text{Cl}^- = (V_2 - V_1) \cdot f \cdot \frac{3,545}{10 \cdot m} \cdot 100$$

trong đó:

V_2 là thể tích Amoni sunfua xianua đã tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililít (ml); V_1 là thể tích Amoni sunfua xianua đã tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililít (ml);

3,545 là đương lượng gam của clo;

f là nồng độ phân tử gam, được xác định như sau:

$$f = \frac{\text{ml.V.}(\text{AgNO}_3, 0,1\text{N})}{\text{ml.V.}(\text{NH}_4\text{SCN}, 0,1\text{N})}$$

m là khối lượng phần mẫu thử ($10\text{g} \pm 0,05\text{g}$), tính bằng gam.

Kết quả thử là giá trị trung bình cộng kết quả của hai phép xác định, lấy chính xác đến 0,01%.

Trường hợp hàm lượng ion clo trong vừa vượt quá 0,17% khối lượng mẫu thử, điều đó có thể thấy khi màu đỏ xuất hiện ngay với giọt đầu tiên trong quá trình chuẩn độ với dung dịch NH_4SCN . Điều đó có nghĩa là lượng thuốc thử bạc nitrat không đủ cho lượng ion clo tương đối lớn. Do đó, nên thử lại với lượng mẫu thử ban đầu nhỏ hơn.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- địa điểm, thời gian, người lấy và chuẩn bị mẫu;
- loại vữa;
- phương pháp lấy và chuẩn bị mẫu vữa;
- kết quả thử (giá trị hàm lượng ion clo của từng phép xác định và kết quả cuối cùng của mẫu thử);
- ngày và người thử mẫu;
- số hiệu của tiêu chuẩn này;
- các chú ý khác trong quá trình thử.