

Cốt liệu cho bê tông và vữa – Phương pháp thử – Phần 15: Xác định hàm lượng clorua

*Aggregates for concrete and mortar – Test methods –
Part 15: Determination of chloride content*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng clorua trong cốt liệu và trong bê tông theo hai trạng thái: hoà tan trong nước và hoà tan trong axit.

CHÚ THÍCH Trong hầu hết các trường hợp, hàm lượng clorua tan trong axit được xem như hàm lượng clorua tổng.

2 Tài liệu viện dẫn

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 7572-1 : 2006 Cốt liệu cho bê tông và vữa – Phương pháp thử – Phần 1: Lấy mẫu.

3 Qui định chung

3.1 Nước dùng trong quá trình thử nghiệm là nước cất theo TCVN 4851 : 1989, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.2 Hoá chất dùng trong thử nghiệm có độ tinh khiết không thấp hơn “tinh khiết phân tích”.

3.3 Hoá chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn.

Ví dụ: HNO₃ (1+2) là dung dịch gồm 1 thể tích HNO₃ đậm đặc trộn đều với 2 thể tích nước cất.

3.4 Thí nghiệm được tiến hành song song trên hai lượng cân của mẫu thử. Chênh lệch giữa hai kết quả thử phải nằm trong giới hạn cho phép, nếu vượt quá phải tiến hành thử lại.

4 Thiết bị và dụng cụ thử

4.1 Thiết bị lấy mẫu

4.1.1 **Dụng cụ để lấy mẫu bê tông:** máy khoan ống lấy lõi. Máy cắt lấy mẫu bê tông dạng cục hoặc máy khoan xoay đập lấy mẫu bê tông ở dạng bột.

4.1.2 **Mũi khoan ống lấy lõi,** có đường kính 60 mm hoặc mũi khoan lấy bột có đường kính từ 10 mm đến 16 mm.

4.1.3 **Thìa hoặc que gạt** bằng thép không rỉ để lấy mẫu bê tông dạng bột từ lỗ khoan, **giấy bóng kính** để hứng mẫu khoan.

4.1.4 **Túi đựng mẫu** bằng polyetylen.

4.2 Thiết bị gia công mẫu

4.2.1 **Búa, cối chày** bằng đồng hoặc gang để đập và nghiền cốt liệu hoặc bê tông dạng cục.

4.2.2 **Sàng cỡ** 140 μm hoặc 150 μm .

4.3 Thiết bị và dụng cụ phân tích mẫu

4.3.1 **Cân kỹ thuật** có độ chính xác tới 0,01 g.

4.3.2 **Cân phân tích** có độ chính xác tới 0,0001 g.

4.3.3 **Tủ sấy** có bộ phận điều khiển nhiệt độ.

4.3.4 **Dụng cụ thủy tinh** các loại để phá mẫu và chuẩn độ.

4.3.5 **Giấy lọc định lượng không tro** loại chảy chậm.

4.3.6 Bếp điện.

4.3.7 Tủ hút.

5 Hoá chất

5.1 Bạc nitrat AgNO_3 , dung dịch 0,1 N. Dùng ống chuẩn có sẵn. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh màu tối để tránh bị ánh sáng chiếu trực tiếp.

5.2 Amoni sunfoxyanua NH_4SCN , dung dịch 0,1 N hoặc **kali sunfoxyanua KSCN** , dung dịch 0,1 N. Dùng ống chuẩn hoặc hoà tan 8,50 g NH_4SCN hoặc 10,50 g KSCN trong nước cất và định mức đến 1 000 ml, lắc đều.

5.3 Axit nitric HNO_3 , nồng độ (1+4). Pha loãng 100 ml HNO_3 ($d = 1,42$) với 400 ml nước cất, khuấy đều.

5.4 Chỉ thị sắt (III) amoni sunfat $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Hoà tan 50 g $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ trong 100 ml nước cất, đun nóng cho tan hoàn toàn và thêm vào 1ml HNO_3 ($d = 1,42$) rồi để nguội. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh.

5.5 Hyđrô peoxit H_2O_2 , dung dịch 30 %

CHÚ THÍCH Nếu không dùng ống chuẩn cần phải định chuẩn lại các dung dịch đã pha trước khi tiến hành phép thử.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

6.1 Cốt liệu

6.1.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 7572-1 : 2006. Từ mẫu trung bình rút gọn để lấy ra khối lượng mẫu như sau:

- cát: 500 g dưới sàng 5 mm;
- đá (sỏi): theo khối lượng qui định trên Bảng 1, tùy theo cỡ hạt hoặc đường kính hạt cốt liệu lớn nhất.

Bảng 1 – Khối lượng mẫu

Đường kính hạt lớn nhất, mm	10	20	40	70
Cỡ hạt, mm	5 ÷ 10	10 ÷ 20	20 ÷ 40	40 ÷ 70
Khối lượng mẫu, kg	0,5	1,0	10,0	30,0

CHÚ THÍCH Đá nguyên khai hoặc đá có cỡ hạt trên 70 mm lấy 13 tầng đến 15 tầng đập nhỏ thành cỡ hạt 40 mm đến 70 mm và rút gọn để 30 kg mẫu.

6.1.2 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.2.1 Từ mẫu đá (sỏi), cỡ hạt lớn hơn hoặc bằng 5 mm, dùng búa đập nhỏ thành các hạt có cỡ nhỏ hơn. Trộn đều, rút gọn để có khối lượng cỡ hạt theo Bảng 1. Tiếp tục đập nhỏ và rút gọn cho tới khi nhận được 500 g mẫu cỡ hạt nhỏ hơn 5 mm.

6.1.2.2 Chia 500 g cát hoặc đá (sỏi) đã chuẩn bị thành hai phần bằng nhau: 250 g làm mẫu lưu; 250 g làm mẫu thử.

6.1.2.3 Trộn đều 250 g mẫu, dùng phương pháp chia tư lấy ra khoảng 100 g mẫu, nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 140 µm hoặc 150 µm. Sau đó đưa mẫu vào khay, sấy đến khối lượng không đổi, rồi để nguội trong bình hút ẩm, nhận được mẫu thử.

6.2 Bê tông

6.2.1 Lấy mẫu

Mẫu bê tông có thể lấy từ kết cấu dưới dạng cục hoặc dạng bột. Quá trình lấy mẫu cần đảm bảo không làm thay đổi thành phần vật chất của mẫu và không để tạp chất khác lẫn vào mẫu. Khối lượng bê tông cần thiết như sau:

- mẫu ở dạng cục hay lõi khoan, không ít hơn 100 g
- mẫu ở dạng bột, không ít hơn 15 g

CHÚ THÍCH

1) Để lấy được mẫu đại diện đủ khối lượng 15 g, dùng khoan xoay đập với mũi khoan có đường kính từ 10 mm đến 16 mm, khoan khoảng 6 mũi trong một vùng khoảng 0,15 mm² cho đến khi lấy được đủ khối lượng mẫu, khoan lấy mẫu theo từng chiều sâu 1, 2, 3 ... cm nếu cần thiết.

2) Trường hợp lấy mẫu bằng khoan ống có dùng nước để khoan nên lấy mẫu có đường kính lớn hơn 70 mm, sau đó cắt khô lấy khoảng 25 g ở phần giữa mẫu đem nghiền lấy mẫu thử nghiệm để tránh sai số bởi hàm lượng clorua bị hoà tan trong nước khi khoan.

6.2.2 Chuẩn bị mẫu thử

6.2.2.1 Mẫu bê tông dạng cục tiến hành chuẩn bị như điều 6.1.2 cho đến khi nhận được mẫu thử ở dạng bột.

6.2.2.2 Mẫu bê tông dạng bột sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi, sau đó để nguội trong bình hút ẩm, nhận được mẫu thử

7 Tiến hành thử

7.1 Nguyên tắc

Hàm lượng clorua được xác định theo nguyên tắc kết tủa clorua hoà tan bằng một lượng bạc nitrat dư, chuẩn lượng bạc nitrat không phản ứng bằng amoni sunfoxyanua hoặc kali sunfoxyanua với chỉ thị sắt (III) amôni sunfat. Trình tự tiến hành như sau:

7.2 Xác định hàm lượng clorua hoà tan trong nước

7.2.1 Cân khoảng 5 g [*m*] (chính xác đến 0,0001 g) từ mẫu thử đã chuẩn bị theo 6.1.2.3 hoặc 6.2.2.2 cho vào cốc 250 ml. Thêm 50 ml nước cất, đậy kín bằng mặt kính đồng hồ, đun sôi trên bếp điện trong 2 phút. Giữ yên trong 24 giờ. Lọc không tro loại chảy chậm và rửa bằng nước cất nóng.

7.2.2 Chuyển toàn bộ nước lọc sang cốc 250 ml, thêm vào 3 ml HNO₃ (1+4) và 3 ml H₂O₂ (30 %). Đậy kín cốc bằng mặt kính đồng hồ, giữ yên trong 1 phút đến 2 phút. Đun cốc sôi thật nhanh trên bếp điện rồi chuyển cốc ra khỏi bếp, để nguội.

CHÚ THÍCH Cốc phải được đậy kín trong quá trình đun nóng để ngăn cản clorua không bị thất thoát do bay hơi.

7.2.3 Thêm một giọt chỉ thị phenolphtalein vào dung dịch đã chuẩn bị, nếu xuất hiện màu hồng cho thêm vài giọt axit nitric 5 % đến khi dung dịch mất màu hồng.

7.2.4 Cho một lượng dư dung dịch bạc nitrat có nồng độ 0,1 N [N_1] và có thể xác định [V_1] vào dung dịch trên, đun nóng nhẹ để đảm bảo kết tủa hoàn toàn bạc clorua. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 1 ml chỉ thị sắt (III) amoni sunfat và nhận biết lượng bạc nitrat không phản ứng bằng dung dịch amoni sunfoxyanua 0,1 N đã tiêu tốn [V_2].

7.3 Xác định hàm lượng clorua hoà tan trong axit

7.3.1 Cân khoảng 5 g [m] (chính xác đến 0,0001 g) từ mẫu thử đã chuẩn bị theo 6.1.2.3 hoặc 6.2.2.2 cho vào cốc 250 ml. Thêm 50 ml nước cất, đậy kín bằng mặt kính đồng hồ.

7.3.2 Cốc được đun sôi trên bếp điện trong 2 phút. Để nguội và lọc dung dịch qua giấy lọc không tro loại chảy chậm và rửa bằng nước cất nóng. Sau đó tiến hành tương tự 7.2.4.

7.4 Tính kết quả

Hàm lượng clorua [Cl^-] trong mẫu thử, được tính bằng phần trăm (%) khối lượng, theo công thức:

$$\% [Cl] = \frac{0,0355(V_1N_1 - V_2N_2)}{m} \times 100$$

trong đó:

0,0355 là số gam clo tương ứng với một mili đương lượng clo;

V_1 là thể tích bạc nitrat đã cho vào, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích amoni sunfoxyanua dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

N_1 là nồng độ dung dịch bạc nitrat;

N_2 là nồng độ dung dịch amoni sunfoxyanua;

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

Kết quả hàm lượng clorua của cốt liệu hoặc bê tông là trung bình cộng kết quả thử trên hai lượng cân, chênh lệch giữa hai kết quả không được lớn hơn 0,005 %.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các nội dung sau:

- ký hiệu mẫu;
 - nơi lấy mẫu và nguồn gốc cốt liệu (mở khai thác) hoặc tên bộ phận công trình lấy mẫu bê tông;
 - tên đơn vị và ngày thí nghiệm;
 - viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - hàm lượng clorua trong mẫu (hàm lượng clorua hoà tan trong nước hoặc trong a xít).
-