

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 3121-17:2022

Xuất bản lần 2

**VỮA XÂY DỰNG – PHƯƠNG PHÁP THỬ –
PHẦN 17: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ION CHLORIDE HÒA TAN
TRONG NƯỚC**

*Mortar for masonry – Test methods –
Part 17: Determination of water soluble chloride content*

HÀ NỘI - 2022

Lời nói đầu

TCVN 3121-17:2022 thay thế TCVN 3121-17:2003 và được xây dựng trên cơ sở EN 1015-17.

TCVN 3121-17:2022 do Viện Vật liệu xây dựng – Bộ 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.

Bộ TCVN 3121:2022 Vừa xây dựng – Phương pháp thử, bao gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 3121-1:2022, Phần 1: Xác định kích thước hạt lớn nhất của cốt liệu;
- TCVN 3121-2:2022, Phần 2: Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử;
- TCVN 3121-3:2022, Phần 3: Xác định độ lưu động của vữa tươi (phương pháp bàn dẫn);
- TCVN 3121-6:2022, Phần 6: Xác định khối lượng thể tích vữa tươi;
- TCVN 3121-8:2022, Phần 8: Xác định khả năng giữ độ lưu động;
- TCVN 3121-9:2022, Phần 9: Xác định thời gian bắt đầu đông kết của vữa tươi;
- TCVN 3121-10:2022, Phần 10: Xác định khối lượng thể tích mẫu vữa đóng rắn;
- TCVN 3121-11:2022, Phần 11: Xác định cường độ uốn và nén của vữa đóng rắn;
- TCVN 3121-12:2022, Phần 12: Xác định cường độ bám dính của vữa đóng rắn trên nền;
- TCVN 3121-17:2022, Phần 17: Xác định hàm lượng ion chloride hòa tan trong nước;
- TCVN 3121-18:2022, Phần 18: Xác định hệ số hút nước do mao dẫn của vữa đóng rắn.

Vữa xây dựng – Phương pháp thử**Phần 17: Xác định hàm lượng ion chloride hòa 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 chloride hòa tan trong nước của vữa tươi và vữa khô trộn sẵn.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi 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 bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 3121-2:2022, *Vữa xây dựng – Phương pháp thử – Phần 2: Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử*;

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

3 Nguyên tắc

Hòa tan toàn bộ lượng ion chloride có trong mẫu vữa bằng nước cất. Kết tủa hàm lượng ion chloride hòa 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 chloride có trong mẫu.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Cân phân tích, loại cân đến 200 g, độ chính xác đến 0,0001 g;

4.2 Buret 10 ml, có vạch chia tới 0,1 mL;

4.3 Tủ sấy, có bộ phận điều chỉnh và ổn định nhiệt độ;

4.4 Giấy lọc (đường kính lỗ khoảng 20 μm);

TCVN 3121-17:2022

4.5 Pipet 5 mL;

4.6 Bình tam giác 500 mL;

4.7 Bình định mức 1000 mL;

4.8 Bình hút ẩm;

4.9 Sàng, có kích thước lỗ sàng 10 mm và 0,125 mm;

4.10 Cốc thủy tinh boro silicat 250 mL;

4.11 Cốc (Lọ) thủy tinh boro silicat miệng rộng có nắp đậy kín, dung tích khoảng 500 mL;

4.12 Bình nhựa, có nắp vặn, dung tích 150 mL;

4.13 Máy lắc, có khả năng xoay 60 rpm hoặc máy khuấy từ.

5 Hóa chất, thuốc thử

Sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước cất theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Acid trioxonitrat đặc (HNO_3), $d = 1,40 - 1,42 \text{ kg/L}$ ở 20°C ;

5.2 Acid trioxonitrat, pha loãng 1 + 2;

5.3 Acid trioxonitrat, pha loãng 1 + 100;

5.4 Bạc nitrat (AgNO_3), sấy khô ở 150°C , sau đó để nguội và cất giữ trong bình hút ẩm;

5.5 Bạc nitrat (AgNO_3), dung dịch 0,1 N. Hoà tan 16,988 g bạc nitrat với nước trong bình định mức 1000 mL đến vạch mức. Cất giữ dung dịch trong lọ thủy tinh nâu, tránh ánh sáng;

5.6 Amoni sulfur xianua (NH_4SCN);

5.7 Amoni sulfur xianua (NH_4SCN), dung dịch 0,1 N. Hoà tan 7,6 g amoni sulfur xianua trong nước đến vạch mức 1000 mL;

Xác định hệ số f bằng cách chuẩn độ dung dịch amoni sulfur xianua 0,1 N với dung dịch bạc nitrat (AgNO_3) 0,1 N, sử dụng chỉ thị muối Morh;

5.8 Chỉ thị muối Morh $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 10 %. Hòa 10 mL dung dịch acid trioxonitrat (1+2) với 100 mL dung amoni sắt (III) sulfat trong nước.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu

6.1.1 Vữa khô trộn sẵn

Lấy khoảng 1,5 kg vữa khô trộn sẵn đã chuẩn bị theo TCVN 3121-2:2022, nghiền mẫu qua sàng 10 mm nếu cần thiết. Sau đó tiến hành theo 6.1.3.

6.1.2 Vữa tươi trộn sẵn

Lấy khoảng 1,5 L mẫu đã chuẩn bị theo TCVN 3121-2:2022. Trộn đều lại mẫu, sau đó rút gọn lấy khoảng 250 g cho vào cốc 500 mL và sấy ở nhiệt độ $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ hoặc $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ (với mẫu có chứa hợp chất hữu cơ, như cốt liệu polystiren, ...) đến khối lượng không đổi (chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp cách nhau 2 h không vượt quá 0,2 % khối lượng mẫu khô). Nghiền mẫu qua sàng 10 mm, sau đó tiến hành theo 6.1.3.

6.1.3 Nghiền mẫu

Lấy 50 g và nghiền đến khi hoàn toàn lọt qua sàng 0,125 mm. Dùng mẫu này để phân tích.

CHÚ THÍCH: Các ion kim loại sinh ra trong quá trình nghiền cần được loại bỏ bằng phương pháp hút từ.

6.2 Tách ion chloride hoà tan trong nước

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

Acid hóa dung dịch lọc bằng cách thêm 20 mL dung dịch HNO_3 (1 + 2) và đun sôi dung dịch. Sau đó dùng pipet thêm chính xác 5 mL dung dịch AgNO_3 0,1 N vào dung dịch đang sôi. Giữ dung dịch sôi trong thời gian từ 1,5 min đến 2 min, lấy ra để nguội đến nhiệt độ phòng. Chuyển dung dịch sang bình tam giác 500 mL, thêm 5 giọt chỉ thị muối Morh vào cốc và chuẩn độ bằng dung dịch NH_4SCN cho đến khi dung dịch xuất hiện màu nâu gạch. Ghi lại lượng dung dịch NH_4SCN cần thiết cho phép chuẩn độ (V_1).

Làm song song một thí nghiệm trắng (không có vữa). Ghi lại lượng dung dịch NH_4SCN cần thiết cho phép chuẩn độ mẫu trắng (V_2).

7 Biểu thị kết quả

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

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

trong đó:

TCVN 3121-17:2022

V_2 : thể tích amoni sulfur xianua đã tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

V_1 : thể tích amoni sulfur xianua đã tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

f : là hệ số nồng độ, được xác định như sau:

$$f = \frac{V(\text{AgNO}_3\ 0,1\text{N})}{V_2}$$

m : khối lượng phần mẫu thử ($(10 \pm 0,05)$ g), tính bằng gam (g);

$V(\text{AgNO}_3\ 0,1\ \text{N})$: thể tích dung dịch $\text{AgNO}_3\ 0,1\ \text{N}$ cho vào, tính bằng mililit (mL), $V = 5\ \text{mL}$.

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 chloride trong vữa 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 chloride tương đối lớn. Do đó, nên thử lại với lượng mẫu thử ban đầu nhỏ hơn.

8 Báo cáo thử nghiệm

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

- địa điểm, thời gian, người lấy và chuẩn bị mẫu;
 - tên tổ chức/cá nhân và phương pháp lấy và chuẩn bị mẫu;
 - loại vữa;
 - ngày và thời gian, tên người thử nghiệm;
 - kết quả thử (giá trị hàm lượng ion chloride của từng phép xác định và kết quả cuối cùng của mẫu thử, độ chính xác đến 0,01 % theo phần trăm khối lượng vữa);
 - viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - các chú ý khác nếu có.
-