

Bê tông nặng**Phương pháp xác định hàm lượng clorua trong cốt liệu và bê tông***Heavy Concrete - Method for Determination of Chloride in Aggregates and Concrete***1. Phạm vi áp dụng**

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

- Hàm lượng clorua hoà tan trong nước.
- Hàm lượng clorua hoà tan trong axit.

Chú thích: Trong hầu hết các trường hợp hàm lượng clorua hoà tan trong axit được xem như hàm lượng clorua tổng.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

- TCVN 337:1986 Cát xây dựng - Phương pháp lấy mẫu.
- TCVN 342:1986 Cát xây dựng - Phương pháp xác định thành phần hạt và modul độ lớn.
- TCVN 1772:1987 Đá dăm, sỏi và sỏi dăm dùng trong xây dựng - Phương pháp thử.
- TCVN 4851:1989 Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm.

3. Quy định chung

- 3.1 Nước dùng trong quá trình thử nghiệm là nước cất theo TCVN 4851:1989.
- 3.2 Hoá chất dùng trong thử nghiệm có độ tinh khiết không thấp hơn "tinh khiết phân tích" (CKPT).
- 3.3 Hoá chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn.
Ví dụ: HNO_3 (1+2) là dung dịch gồm 1 thể tích HNO_3 đậm đặc trộn đều với 2 thể tích nước cất.
- 3.4 Thử 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 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 60mm hoặc mũi khoan lấy bột có đường kính 10 ± 16 mm

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

4.1.3 Túi đựng mẫu bằng polyetylen

4.2 Thiết bị gia công mẫu.

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

4.2.2 Sàng cỡ 0,14 mm hoặc 0,15 mm

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 Dung dịch bạc nitrat $AgNO_3$ 0,1N. 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 Dung dịch amoni sunfoxyanua NH_4SCN 0,1N hoặc kali sunfoxyanua $KSCN$ 0,1N. Dùng ống chuẩn hoặc hoà tan 8,50 g NH_4SCN hoặc 10,50 g $KSCN$ trong nước cất và định mức đến 1000 ml, lắc đều.

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

5.4 Dung dịch chỉ thị sắt(III) amoni sunfat $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. Hoà tan 50 g $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ trong 100 ml nước cất, đun nóng cho tan hoàn toàn và thêm vào 1 ml HNO_3 ($d = 1,42$) rồi để nguội. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh.

5.5 Dung dịch hydro peoxit H_2O_2 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

6.1 Cốt liệu

6.1.1 Lấy mẫu

Lấy các mẫu cục bộ gộp thành mẫu trung bình theo TCVN 337:1986 cho cát, theo TCVN 1772:1987 cho đá (sỏi). Từ mẫu trung bình rút gọn để lấy ra khối lượng mẫu như sau:

- Cát: 500 g dưới sàng 5 mm.
- Đá (sỏi): theo 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 ÷ 15 tảng đập nhỏ thành cỡ hạt 40 ÷ 70 mm và rút gọn thành khối lượng mẫu 30 kg.

6.1.2 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.2.1 Từ mẫu đá (sỏi) có cỡ hạt lớn hơn hoặc bằng 5 mm dùng búa đập nhỏ thành các hạt có cỡ đúng trước nó, trộn đều, rút gọn theo các tiêu chuẩn ghi ở mục 6.1.1 về 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 để 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 0,14 mm hoặc 0,15 mm. Sau đó đưa mẫu vào khay, sấy ở nhiệt độ $105 \pm 5^\circ C$ 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.

6.2.1.1. 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 15g, dùng khoan xoay đập với mũi

khoan có đường kính 10 + 16mm, khoan khoảng 6 mũi trong một vùng khoảng 0,15m² 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 70mm, sau đó cắt nhỏ lấy khoảng 25g 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 mục 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 $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi rồi để nguội trong bình hút ẩm, nhận được mẫu thử.

7 Tiến hành thử

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) amoni sunfat. Trình tự tiến hành như sau:

7.1 Xác định hàm lượng clorua hoà tan trong nước.

7.1.1. Cân khoảng 5g [ml] (chính xác đến 0,0001 g) từ mẫu thử đã chuẩn bị theo mục 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 qua giấy lọc không tro loại chảy chậm và rửa bằng nước cất nóng.

7.1.2. Chuyển toàn bộ nước lọc sang cốc 250 ml, thêm vào 3 ml $\text{HNO}_3(1+4)$ và 3 ml H_2O_2

(30%). Đậy kín cốc bằng mặt kính đồng hồ, giữ yên trong 1 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.

7.1.3 Thêm 1 giọt chỉ thị phenolphthalein 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.

7.1.4 Cho một lượng dư dung dịch bạc nitrat có nồng độ 0,1N [N₁] và có thể tích xác định [V₁] vào dung dịch trên, đun nóng nhẹ để đảm bảo kết tủa hoàn toàn bạc clorua. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 1ml chỉ thị sắt(III) amoni sunfat và nhận biết lượng bạc nitrat không phản ứng bằng dung dịch amoni sunfôxyanua nồng độ 0,1N [N₂] cho đến khi vừa xuất hiện màu hồng nhạt, ghi lại lượng dung dịch amoni sunfôxyanua 0,1N đã tiêu tốn [V₂]

7.2 Xác định hàm lượng clorua hoà tan trong axit.

7.2.1 Cân khoảng 5 g [m] (chính xác đến 0,0001 g) từ mẫu thử đã chuẩn bị theo mục 6.1.2.3 hoặc 6.2.2.2 cho vào cốc 250 ml, thêm 50 ml HNO₃ (1+4), đậy kín bằng mặt kính đồng hồ.

7.2.2 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 7.1.4.

7.3. Tính kết quả:

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

$$\% [Cl] = \frac{0,0355(V_1 N_1 - V_2 N_2)}{m} \times 100$$

Trong đó:

0,0355- Số gam clo tương ứng với một mili đương lượng gam clo.

V₁- Thể tích bạc nitrat đã cho vào, ml.

V₂- Thể tích amoni sunfôxyanua dùng để chuẩn độ, ml.

N₁- Nồng độ dung dịch bạc nitrat

N₂- Nồng độ dung dịch amoni sunfôxyanua.

m - Khối lượng mẫu lấy để phân tích, gam.

7.3.2 Hàm lượng clorua của cốt liệu hoặc bê tông được tính bằng trung bình cộng kết quả thử trên hai lượng cân xác định theo 7.3.1, chênh lệch giữa hai kết quả không được lớn hơn 0,005%.

8. Phiếu kết quả

Trong phiếu kết quả ghi rõ:

- Ký hiệu mẫu.
- Nơi lấy mẫu và nguồn gốc cốt liệu(mỏ khai thác) hoặc tên bộ phận công trình lấy mẫu bê tông.
- Tên đơn vị và ngày thí nghiệm.
- Tiêu chuẩn thí nghiệm (số hiệu tiêu chuẩn này).
- Hàm lượng clorua trong mẫu(hàm lượng clorua hoà tan trong nước hoặc trong axit).