

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9336 : 2012

BÊ TÔNG NẶNG - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SUNFAT

Heavy concrete - Method for determination of sulfate content

Lời nói đầu

TCVN 9336:2012 được chuyển đổi từ TCXDVN 329:2004 thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm b khoản 2 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 9336:2012 do Viện Khoa học Công nghệ 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.

BÊ TÔNG NẶNG - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SUNFAT

Heavy concrete - Method for determination of sulfate content

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng sunfat hòa tan trong bê tông, bằng phương pháp khối lượng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho bê tông dùng xi măng chứa bari.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

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

TCVN 7572-15:2006, *Cốt liệu cho bê tông và vữa. Phương pháp thử. Phần 15: Xác định hàm lượng clorua.*

3. Thiết bị, dụng cụ

3.1. Thiết bị, dụng cụ lấy mẫu

3.1.1. Thiết bị lấy mẫu bê tông dạng cục:

- Máy khoan ống lấy lõi bê tông, đường kính mũi khoan từ 50 mm đến 150 mm.
- Máy cắt bê tông.

3.1.2. Thiết bị lấy mẫu bê tông dạng bột:

Máy khoan điện cầm tay, đường kính mũi khoan từ 10 mm đến 16 mm.

3.1.3. 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.

3.1.4. Túi đựng mẫu bằng polyetylen.

3.2. Thiết bị, dụng cụ gia công mẫu

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

3.2.2. Máy nghiền bi hoặc nghiền lác (hoặc các thiết bị đập, nghiền khác).

3.2.3. Sàng, có kích thước mắt sàng 0,14 mm hoặc 0,15 mm.

3.2.4. Cân kỹ thuật có độ chính xác đến 0,01 g.

3.3. Thiết bị, dụng cụ phân tích mẫu

- 3.3.1.** Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0001 g;
- 3.3.2.** Tủ sấy đạt nhiệt độ 200 °C, có bộ phận điều khiển nhiệt độ tự động.
- 3.3.3.** Lò nung đạt nhiệt độ đến 900 °C, có bộ phận điều khiển nhiệt độ tự động;
- 3.3.4.** Bếp đun cách thủy, bếp điện;
- 3.3.5.** Tủ hút hơi độc;
- 3.3.6.** Chén sứ dung tích 30 mL hoặc 50 mL;
- 3.3.7.** Bình hút ẩm đường kính 140 mm hoặc 200 mm;
- 3.3.8.** Giấy lọc định lượng không tro:
- Loại chảy trung bình có đường kính lỗ khoảng 7 μm ;
 - Loại chảy chậm có đường kính lỗ khoảng 2 μm ;
- 3.3.9.** Dụng cụ thủy tinh các loại dùng để phá mẫu và phân tích:
- Cốc thủy tinh (bền nhiệt và hóa chất) có dung tích 250 mL và 500 mL;
 - Bình định mức dung tích 250 mL và 500 mL;
 - Ống đong dung tích 250 mL và 500 mL;
 - Mặt kính đồng hồ, đường kính 100 mm;
 - Đũa thủy tinh;
 - Phễu thủy tinh.

4. Hóa chất

- 4.1.** Nước dùng trong quá trình thử nghiệm là nước theo TCVN 4851:1989;
- 4.2.** Hóa chất dùng trong thử nghiệm có độ tinh khiết không thấp hơn "tinh khiết phân tích" (TKPT);
- 4.3.** Hóa chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn. Ví dụ HCl (1 + 9) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc trộn đều với 9 thể tích nước.
- 4.4.** Axit clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$;
- 4.5.** Axit clohydric (HCl), pha loãng (1+ 9);
- 4.6.** Axit clohydric (HCl), pha loãng (1 + 49);
- 4.7.** Bari clorua (BaCl_2), dung dịch 10 %. Hòa tan 10 g bari clorua trong 90 mL nước, khuấy đều;
- 4.8.** Bạc nitrat (AgNO_3), dung dịch 0,5 %. Hòa tan 0,5 g nitrat trong 100 mL nước, khuấy đều. Bảo quản trong lọ thủy tinh màu sẫm.

5. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

5.1. Lấy mẫu

- Mẫu bê tông được lấy ở dạng cục hoặc dạng bột bằng các thiết bị mô tả ở 3.1.1 và 3.1.2;
- Lấy mẫu bê tông theo 6.2.1 của TCVN 7572-15:2006;
- Mẫu sau khi lấy được bảo quản trong túi polyetylen kín nhằm hạn chế tiếp xúc với không khí;
- Khối lượng mẫu bê tông lấy ở dạng cục không ít hơn 100 g;
- Khối lượng mẫu bê tông lấy ở dạng bột không ít hơn 25 g;

5.2. Chuẩn bị mẫu

5.2.1. Mẫu ở dạng cục

a) Các khối, cục bê tông lấy từ cấu kiện được làm sạch bụi bẩn trên bề mặt. Dùng búa hoặc chày đập nhỏ thành các hạt có kích thước khoảng 1 mm đến 2 mm, rút gọn theo phương pháp chia tư đến khi thu được khoảng 25 g mẫu. Phần mẫu còn lại được bảo quản trong túi polyetylen, buộc kín để làm mẫu lưu.

b) Sấy sơ bộ mẫu ở nhiệt độ $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$, nghiền nhỏ đến khi lọt hết qua sàng có kích thước mắt sàng 0,14 mm hoặc 0,15 mm.

c) Sấy mẫu ở nhiệt độ $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm, nhận được mẫu thử. Việc chuẩn bị mẫu cần tiến hành càng nhanh càng tốt, để mẫu tiếp xúc với không khí xung quanh trong thời gian ít nhất.

5.2.2. Mẫu ở dạng bột

Mẫu ở dạng bột được chuẩn bị như 5.2.1b và 5.2.1c

6. Cách tiến hành

6.1. Nguyên tắc

- Dùng HCl loãng (1 + 9) để chiết phần sunfat hòa tan trong mẫu bê tông vào dung dịch;
- Kết tủa ion sunfat trong môi trường axit bằng bari clorua, tạo thành bari sunfat;
- Sau đó tiến hành lọc, rửa, nung kết tủa ở nhiệt độ $(850 \pm 25) ^\circ\text{C}$ và cân.

6.2. Cách tiến hành

6.2.1. Cân $(5 \pm 0,005)$ g mẫu thử đã sấy khô (chuẩn bị theo 5.2.1 hoặc 5.2.2), cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml. Tắm ướt mẫu bằng nước cất, thêm từ từ 100 mL dung dịch HCl loãng (1 + 9) vào cốc và khuấy đều, đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ.

6.2.2. Đun sôi cốc trên bếp điện trong 5 min, dùng đũa thủy tinh dầm cho bột mẫu hòa tan trong axit. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro loại chảy trung bình, rửa kết tủa 2 lần bằng HCl loãng (1 + 49) nóng. Sau đó rửa lại bằng nước cất đun sôi cho đến hết ion clo, nước lọc rửa thu vào cốc 250 mL;

CHÚ THÍCH: Nên tiến hành hòa tan mẫu trong tủ hút hơi độc (3.3.5). Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ để tránh axit bắn ra ngoài khi đun sôi.

6.2.3. Đun sôi cốc chứa nước lọc, đồng thời đun sôi dung dịch bari clorua 10%. Dùng ống hút, nhỏ giọt từ từ 10 mL dung dịch bari clorua 10 % nóng vào cốc chứa nước lọc, khuấy đều. Đun sôi nhẹ dung dịch trong 5 min;

6.2.4. Để yên cốc đựng dung dịch mẫu trong 6 h đến 8 h (hoặc để qua đêm) cho kết tủa lắng xuống. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro loại chảy chậm, rửa kết tủa trên giấy lọc bằng nước (theo 4.1) đun sôi cho đến hết ion clo (Cl^-). Rửa kết tủa từ 8 đến 10 lần qua giấy lọc, hứng khoảng 2 mL nước rửa từ phễu lọc cho vào cốc, thêm vào 1 đến 2 giọt AgNO_3 0,5 %. Nếu còn kết tủa hoặc vẫn đục thì tiếp tục rửa cho đến hết ion clo;

6.2.5. Chuyển giấy lọc có chứa kết tủa vào chén sứ đã nung đến khối lượng không đổi $[m_2]$. Sấy khô và đốt cháy giấy lọc chứa kết tủa trên bếp điện ra tro hoàn toàn trong môi trường oxy hóa, sao đó đưa vào lò nung;

6.2.6. Nung chén chứa kết tủa ở nhiệt độ $(850 \pm 25) ^\circ\text{C}$ trong 60 min, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ trên trong 15 min, làm nguội và cân tới khối lượng không đổi $[m_1]$.

6.3. Biểu thị kết quả

Hàm lượng sunfat quy ra SO_3 tính bằng phần trăm (%) khối lượng mẫu bê tông, theo công thức:

$$\text{SO}_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0,343}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

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

0,343 là hệ số chuyển đổi từ BaSO_4 sang SO_3 .

Thí nghiệm được tiến hành song song trên hai lượng cân của mẫu thử. Kết quả thí nghiệm là trung bình cộng của hai phép thử.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,10 %.

7. Báo cáo thử nghiệm

Trong báo cáo thử nghiệm cần có những thông tin sau:

- a) Kí hiệu mẫu, ngày, tháng, năm lấy mẫu;
- b) Nơi lấy mẫu hoặc tên cấu kiện của công trình lấy mẫu;
- c) Tên đơn vị thử nghiệm;
- d) Ngày, tháng, năm thử nghiệm;
- e) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- g) Kết quả thử ở 6.3.

MỤC LỤC

- 1. Phạm vi áp dụng
- 2. Tài liệu viện dẫn
- 3. Thiết bị, dụng cụ
 - 3.1. Thiết bị, dụng cụ lấy mẫu
 - 3.2. Thiết bị, dụng cụ gia công mẫu
 - 3.3. Thiết bị, dụng cụ phân tích mẫu
- 4. Hóa chất
- 5. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu
 - 5.1. Lấy mẫu
 - 5.2. Chuẩn bị mẫu
- 6. Cách tiến hành
 - 6.1. Nguyên tắc
 - 6.2. Cách tiến hành
 - 6.3. Biểu thị kết quả
- 7. Báo cáo thử nghiệm