

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Lấy mẫu và thí nghiệm ion clo trong bê tông và các cốt liệu thô của bê tông

AASHTO T 260-97 (2005)

LỜI NÓI ĐẦU

- Việc dịch ấn phẩm này sang tiếng Việt đã được Hiệp hội Quốc gia về đường bộ và vận tải Hoa kỳ (AASHTO) cấp phép cho Bộ GTVT Việt Nam. Bản dịch này chưa được AASHTO kiểm tra về mức độ chính xác, phù hợp hoặc chấp thuận thông qua. Người sử dụng bản dịch này hiểu và đồng ý rằng AASHTO sẽ không chịu trách nhiệm về bất kỳ chuẩn mức hoặc thiệt hại trực tiếp, gián tiếp, ngẫu nhiên, đặc thù phát sinh và pháp lý kèm theo, kể cả trong hợp đồng, trách nhiệm pháp lý, hoặc sai sót dân sự (kể cả sự bất cẩn hoặc các lỗi khác) liên quan tới việc sử dụng bản dịch này theo bất cứ cách nào, dù đã được khuyến cáo về khả năng phát sinh thiệt hại hay không.
- Khi sử dụng ấn phẩm dịch này nếu có bất kỳ nghi vấn hoặc chưa rõ ràng nào thì cần đối chiếu kiểm tra lại so với bản tiêu chuẩn AASHTO gốc tương ứng bằng tiếng Anh.

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Font: Arial

Style Definition: Normal: Justified

Style Definition: Heading 4: Indent: Left: 0", Hanging: 0.59"

Style Definition: Style6: Indent: Left: 0.59", Hanging: 0.2", Tab stops: Not at 0.3"

Style Definition: Note1 Char: Space Before: 12 pt, After: 12 pt, Line spacing: At least 15 pt

Style Definition: Note2

Style Definition: Style5: Justified

Formatted: Style1, Left, Indent: Left: 0", Space After: 0 pt, Border: Bottom: (No border), Tab stops: Not at 3" + 4.38" + 6.5" + 7.01"

Formatted: Portuguese (Brazil)

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Lấy mẫu và thí nghiệm ion clo trong bê tông và các cốt liệu thô của bê tông

AASHTO T 260-97 (2005)

1 PHẠM VI ÁP DỤNG

- 1.1 Phương pháp này giới thiệu việc xác định hàm lượng ion clo tan trong axit hoặc hàm lượng ion clo tan trong nước của các cốt liệu, xi măng Portland, vữa hoặc bê tông.
- 1.2 Tổng hàm lượng clo thường tương đương với lượng clo tan trong axit. Tuy nhiên, các phụ gia hữu cơ hoặc khoáng chất chứa clo không tan trong axit có thể có mặt trong bê tông và các cốt liệu thô của bê tông. Những thành phần này có thể trở nên hòa tan trong axit trong quá trình tiếp xúc lâu dài với môi trường kiềm trong bê tông hoặc vữa.
- 1.3 Tuổi vữa bê tông hoặc xi măng thủy hóa Portland tại thời điểm lấy mẫu sẽ có tác động đến hàm lượng ion clo tan trong nước. Vì vậy, trừ phi muốn nghiên cứu về sớm ngày tuổi, bê tông phải được bảo dưỡng tốt và đủ ít nhất 28 ngày tuổi trước khi lấy mẫu.
- 1.4 Tiêu chuẩn này cung cấp hai qui trình xác định hàm lượng ion clo. Quy trình A, xác định hàm lượng ion clo tan trong axit và hàm lượng ion clo tan trong nước bằng chuẩn độ điện thế hoặc điện cực lựa chọn ion (Phương pháp thí nghiệm trong phòng); và qui trình B, xác định hàm lượng clo tan trong axit bằng điện cực lựa chọn ion (Phương pháp thí nghiệm trong phòng).
- 1.5 Lưu huỳnh được biết là chất gây cản trở trong việc xác định hàm lượng clo. Cốt liệu xi lò cao và xi măng chứa nhiều hợp chất lưu huỳnh và lưu huỳnh gây ra sự cản trở đó. Sự cản trở này có thể được triệt tiêu qua việc xử lý như đã lưu ý trong trình tự thí nghiệm. Các cốt liệu khác tạo ra khí nặng mùi như khí H2S khi đổ axit vào cũng phải được xử lý tương tự.
- 1.6 Các giá trị báo cáo trong hệ đơn vị SI được coi là giá trị tiêu chuẩn

QUY TRÌNH A – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ION CLO TAN TRONG AXIT VÀ HÀM LƯỢNG ION CLO TAN TRONG NƯỚC BẰNG THIẾT BỊ CHUẨN ĐIỆN THẾ HOẶC ĐIỆN CỰC LỰA CHỌN ION (PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM TRONG PHÒNG)

2 DUNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

- 2.1 Các thiết bị lấy mẫu cho Quy trình A và B được liệt kê ở Phần 2.1.1 hoặc 2.1.2.
- 2.1.1 Máy khoan lõi

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Left: 0.79", Right: 0.47", Section start: Odd page, Not Different first page header

Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Style5, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Border: Top: (No border), Bottom: (No border)

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed

2.1.2 Máy khoan kiểu xoay đập với thước đo độ sâu và mũi khoan hoặc mũi khoan tạo bột với đủ loại đường kính để cung cấp một mẫu đặc trưng có đủ kích thước cho thí nghiệm.

2.1.2.1 Hộp chứa mẫu phải có khả năng giữ mẫu trong tình trạng không bị bắn.

2.1.2.2 Thìa có kích thước phù hợp để lấy mẫu từ trong các lỗ khoan.

2.1.2.3 Bình xịt hoặc thiết bị phù hợp khác để loại bỏ vật liệu bột thừa ra khỏi lỗ trước khi khoan lại.

2.1.2.4 Thiết bị có khả năng xác định vị trí và độ sâu cốt thép chính xác tới ± 3 mm ($\pm 1/8$ in.).

2.2 Thiết bị dùng cho thí nghiệm hóa học:

2.2.1 Ion clo hoặc điện cực lựa chọn ion bạc/ sulfat và các dung dịch do nhà sản xuất kiến nghị.

Chú thích 1 – Những điện cực được đề xuất là điện cực clo kết hợp với Orion 96-17 hoặc Orion 94-6 điện cực bạc/ sulfat hoặc tương đương. Điện cực bạc/ sulfat yêu cầu sử dụng một điện cực tham chiếu phù hợp (Orion 90-02 hoặc tương đương).

2.2.2 Một millivon kế tương thích với điện cực ion.

Chú thích 2 – Milivon kế được đề xuất là loại milivon kế kỹ thuật số Orion – Model 701 A ph/mV hoặc tương đương.

2.2.3 Khuấy điện từ và các thanh khuấy Teflon.

2.2.4 Ống burette chuẩn độ với độ chia 0.1mL.

2.2.5 Thiết bị cân phù hợp với Tiêu chuẩn M231 – Loại A

2.2.6 Thiết bị cân phù hợp với Tiêu chuẩn M231 – Loại G2.

2.2.7 Bếp điện, nung nóng bề mặt tới nhiệt độ từ 250-400°C.

2.2.8 Dụng cụ thủy tinh, các cốc 100 và 250 mL, phễu lọc, thanh khuấy, kính, ống nhỏ giọt, chai rửa.

2.2.9 Sàng – Tiêu chuẩn US 300 μ m (No.50).

2.2.10 Giấy lọc No. 40 và No. 41 mác Whatman (hoặc tương đương).

Chú thích 3 – Nếu dùng giấy lọc tương đương, cần phải kiểm tra để xác định chúng không chứa clo có thể nhiễm vào mẫu.

3 CHẤT PHẢN ỨNG

3.1 HNO₃ đặc (tỷ trọng 1.42).

3.2 NaCl, cấp chất phản ứng (Tiêu chuẩn chính).

Formatted: Heading 4, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: Arial, French (France)

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: Arial, French (France)

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 3, Left, Indent: Left: 0", First line: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Font: Arial

3.3 Dung dịch tiêu chuẩn NaCl nồng độ 0.01. Sấy NaCl cấp chất phản ứng trong lò ở nhiệt độ 105°C. Để nguội trong bình hút ẩm, xác định khối lượng của khoảng 0,5844g với độ chính xác 0,0001g, hòa tan trong nước cất, và chuyển sang bình thí nghiệm có thể tích 1 lít. Đổ nước cất tới vạch đánh dấu và trộn. Tính toán chính xác nồng độ N như sau:

$$N_{NaCl} = (0,0100) \frac{(W_{actual})}{0,5844} \quad (1)$$

Trong đó:

W_{actual} = Khối lượng thực tế của NaCl, và

N_{NaCl} = Nồng độ N của dung dịch NaCl

3.4 Dung dịch tiêu chuẩn $AgNO_3$ nồng độ 0.01. Xác định khối lượng của 1,7g chất phản ứng $AgNO_3$, hòa tan trong nước cất, lọc vào chai thủy tinh màu nâu, đổ đầy và trộn đều. Chuẩn hóa 25,00 mL dung dịch NaCl bằng phương pháp chuẩn độ điện thế dung dịch theo mục 5.4. Tính toán nồng độ N chính xác như sau:

$$N_{AgNO_3} = \frac{(V_{NaCl})(N_{NaCl})}{V_{AgNO_3}} \quad (2)$$

Trong đó:

N_{AgNO_3} = nồng độ của dung dịch $AgNO_3$

V_{NaCl} = Thể tích (mL) của dung dịch NaCl

N_{NaCl} = Nồng độ N của dung dịch NaCl

V_{AgNO_3} = Thể tích (mL) của dung dịch $AgNO_3$

3.5 Nước cất

Chú thích 4 – Có thể dùng nước đã khử ion thay cho nước cất cho các mẫu nếu không yêu cầu độ chính xác cao.

3.6 Chất thử màu da cam Methyl.

3.7 Ethanol tổng hợp, hoặc methanol kỹ thuật.

3.8 Hydrogen Peroxide (30%).

4 PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU

4.1 Mẫu bê tông:

4.1.1 Xác định độ sâu cần xác định hàm lượng Clo trong bê tông.

Chú thích 5 – Có một phương pháp tiên lợi cho việc xác định vị trí và độ sâu của cốt thép là dùng thiết bị đo chiều dày pachometer có khả năng xác định vị trí và độ sâu của cốt thép với độ chính xác tới ± 3 mm (0,125 in).

4.1.2 Phương pháp lấy lõi – Khoan lấy lõi ở độ sâu đã chọn.

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Left, Indent: Left: 0.75", Space After: 6 pt, Tab stops: Not at 0.5"

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Left, Indent: Left: 0.75", Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Tab stops: Not at 0.5"

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Tab stops: Not at 0.5"

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Font: Italic

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering, Tab stops: Not at 0.5"

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed

4.1.2.1 Khi nhận mẫu trong phòng thí nghiệm không phải ở dạng bột, mẫu phải được nghiền và tán thành bột. Mọi công việc cắt hoặc nghiền mẫu phải làm khô (không dùng nước). Tất cả vật liệu phải lọt qua sàng 0,300mm (No. 50). Mọi dụng cụ tán bột và sàng phải được rửa bằng rượu cồn hoặc nước cất và phải để khô trước khi sử dụng cho từng mẫu riêng (Xem Chú thích ở Mục 4.1.3.7 sau).

4.1.3 Phương pháp tán bột:

4.1.3.1 Đặt sẵn thước đo chiều sâu của máy khoan đập để nó khoan tới 13mm (0.5 in) trước khi tới độ sâu mong muốn.

4.1.3.2 Dùng mũi khoan hoặc mũi khoan tạo bột để khoan cho đến khi thước đo chạm mặt bê tông.

4.1.3.3 Làm sạch hoàn toàn lỗ khoan và vùng xung quanh bằng bình xịt hoặc dụng cụ phù hợp khác.

4.1.3.4 Đặt lại thước đo chiều sâu để cho phép khoan thêm 13mm (0.5 in).

4.1.3.5 Làm bê tông tươi thành bột cho đến khi thước đo độ sâu lại chạm mặt bê tông.

Chú thích 6 – Trong khi làm tươi bê tông, phải cẩn thận để phòng mũi khoan mài bê tông bên thành lỗ trước khi khoan tới độ sâu lấy mẫu. Để đảm bảo chắc chắn điều này, một số người dùng đã sử dụng mũi khoan có đường kính nhỏ hơn 6mm (0.25 in) so với mũi khoan dùng theo Mục 4.1.3.2.

4.1.3.6 Dùng thìa để thu hồi ít nhất 10g vật liệu còn lại trong lỗ khoan và bỏ vào túi đựng mẫu.

4.1.3.7 Nếu mẫu thu hồi được không lọt qua sàng 0,300mm (No. 50), phải tán nghiền thêm trong phòng thí nghiệm cho đến khi toàn bộ mẫu mịn hơn 0,300mm (No. 50).

Chú thích 7 – Trong khi thu hồi và tán mẫu thành bột, mọi người phải chú ý không được tiếp xúc mẫu bằng tay hoặc tiếp xúc với các nguồn thải ra của cơ thể hoặc nguồn bị nhiễm bẩn. Hơn nữa, tất cả dụng cụ lấy mẫu (mũi khoan, thìa, chai lọ, sàng v.v...) phải được rửa bằng rượu cồn hoặc nước cất và phải sấy khô trước khi dùng cho từng mẫu riêng. Rượu cồn thường được ưa dùng hơn vì nó nhanh khô một cách tự nhiên.

4.2 Mẫu vật liệu thô:

4.2.1 Phải lấy mẫu xi măng và chế bi như đã miêu tả trong Tiêu chuẩn T 127 về cách lấy mẫu và số lượng xi măng thủy phân Portland.

4.2.2 Phải lấy mẫu cốt liệu mịn và thô theo miêu tả trong Tiêu chuẩn T 2 về lấy mẫu cốt liệu. Mẫu phải được làm nhỏ lại theo Tiêu chuẩn T 248 về thu nhỏ mẫu cốt liệu đến kích thước thí nghiệm.

4.2.3 Các mẫu thí nghiệm phải có tối thiểu qui mô sau:

- Xi măng – 100g,
- Cát – 300g.

Formatted: Font: Italic

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Arial, French (France)

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 4, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: Arial, French (France)

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: Italic

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 3, Left, Indent: Left: 0", First line: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Style6, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

- Cốt liệu thô - 3000g.

4.2.4 Mẫu cốt liệu thô phải được nghiền để lọt qua sàng 4.75mm (No. 4) và sau đó thu lại còn khoảng 300g. Phần 300g cuối cùng của cốt liệu thô hoặc cốt liệu mịn phải được nghiền để lọt qua sàng 0.300mm (No. 50).

5 QUY TRÌNH

Hai quy trình riêng biệt trình bày ở đây để xác định hàm lượng ion clo tan trong axit hoặc hàm lượng ion clo tan trong nước. Đối với hàm lượng ion clo tan trong axit, phải làm theo Mục 5.1 và 5.2, sau đó tiếp tục với Mục 5.4. Đối với hàm lượng ion clo tan trong nước, phải làm theo Mục 5.1 và 5.3, sau đó tiếp tục với Mục 5.4.

5.1 Xác định khối lượng của 3g mẫu bột đại diện cho vật liệu thí nghiệm với độ chính xác tới miligram.

Chú thích 8 – Một số người sấy khô mẫu trong lò ở nhiệt độ 105°C để ổn định mẫu và xác định mẫu khô trước khi phân tích. Quy trình tùy chọn này tạo một cơ sở ổn định để so sánh tất cả các kết quả qua việc triệt tiêu độ ẩm như là một biến số. Nói chung, tin rằng việc sấy khô chỉ cần thiết khi muốn có độ chính xác rất cao (Xem tài liệu tham khảo 1 về các dữ liệu trong lĩnh vực này).

5.2 Quy trình xác định hàm lượng ion clo tan trong axit:

5.2.1 Chuyển mẫu một cách định lượng vào một cái cốc; đổ 10 mL nước cất, khuấy để cho bột ở dạng lơ lửng. Đổ 3 mL axit HNO₃ đặc và tiếp tục khuấy cho đến khi vật liệu phân ly toàn bộ. Dùng thanh khuấy lấy ra một cục bất kỳ và pha vào 50mL nước nóng. Khuấy đều cho đến khi đảm bảo mẫu tan toàn bộ. Nếu mẫu có chứa xỉ lò cao hoặc vật liệu có chứa hợp chất lưu huỳnh, phải đổ thêm 3 mL dung dịch hydrogen peroxide (dung dịch 30%).

Đổ 5 giọt chất chỉ thị màu da cam methyl và khuấy. Nếu màu vàng đến vàng da cam xuất hiện, dung dịch không đủ lượng axit. Cho thêm từng giọt axit HNO₃ đặc và tiếp tục khuấy cho đến khi trong dung dịch tồn tại màu hồng nhạt đến đỏ. Đặt cốc lại bằng một tấm kính để theo dõi, trong khi vẫn giữ lại thanh khuấy trong cốc. Đun dung dịch axit hoặc vừa đến khi sôi trên bếp điện với nhiệt độ trung bình từ 250-400°C khoảng 1 phút. Lấy ra khỏi bếp, lọc qua giấy lọc đúp (loại giấy lọc số 40-41 mác Whatman hoặc tương đương).

5.2.2 Rửa giấy lọc 10 lần bằng nước cất nóng, chú ý không lấy giấy lọc ra khỏi bề mặt phễu. Cuối cùng, lấy giấy lọc ra khỏi phễu cẩn thận và rửa bề mặt ngoài giấy với nước cất nóng; Sau đó rửa chóp phễu. Lượng dung dịch đã lọc cuối cùng phải vào khoảng từ 125 đến 150mL. Đặt lại bằng tấm thủy tinh và để nguội tới nhiệt độ phòng không có khói HCl.

Chú thích 9 –Do sự có mặt tương đối của vật liệu không hòa tan trong mẫu, nội dung mẫu sẽ có màu xám tối, khiến cho việc phát hiện màu chỉ thị khó khăn tại thời điểm thử. Vì vậy, nên tiến hành thực hiện vài mẫu thử nghiệm để có kinh nghiệm phân tích trong việc phát hiện màu chỉ thị.

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Heading 3, Left, Indent: Left: 0", First line: 0", Space Before: 0 pt, Tab stops: Not at 0.5"

Formatted: Left, Indent: Left: 0.59", Space Before: 0 pt

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: Italic

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed

Chú thích 10 – Nói chung, với một mẫu đã chế bi để lot 100% qua sàng 0,300mm (No.50) cho phép xác định bất kỳ mức clo dự tính nào với độ chuẩn xác thích hợp. Các mẫu chứa cốt liệu có thành phần silic cao có thể yêu cầu phải nghiền mịn hơn để tối thiểu hóa việc va chạm trong quá trình thực hiện Bước 5.2. Việc này cũng là trường hợp khi bê tông có chứa chất biến tính như latex hoặc polymer.

5.3 Quy trình xác định hàm lượng ion clo tan trong nước:

5.3.1 Chuyển mẫu một cách định lượng vào một cái cốc, đổ 60-70mL nước cất vào. Đậy cốc bằng một tấm thủy tinh để quan sát và đun đến sôi trên một bếp điện- khuấy từ bằng một nam châm nhỏ. Đun sôi 5 phút, sau đó để yên 24 giờ trong không khí không có hơi HCl.

5.3.2 Lọc lớp chất lỏng trong suốt phía trên trong cốc bằng giấy lọc đúp (loại giấy số 41 trên 40 mác Whatman hoặc tương đương) vào một cốc 250mL; cần chú ý khi chuyển chất lỏng không để giọt nào dính vào tấm kính thủy tinh, và dùng thanh khuấy để trợ giúp việc di chuyển. Đổ đủ nước cất nóng H₂O vào để làm ngập bất kỳ phần còn sót lại trong cốc đầu tiên, khuấy đều trong một phút trên thiết bị khuấy điện từ, và lọc vào cốc 250mL cùng với việc lắc cốc. Rửa cốc và thanh khuấy một lần bằng nước cất nóng vào phễu lọc. Rửa giấy lọc một lần với nước cất nóng. Nhấc giấy lọc cẩn thận ra khỏi phễu và rửa mặt ngoài giấy bằng nước cất nóng. Đặt giấy lọc ra bên cạnh và rửa bên trong phễu và đầu phễu với nước cất nóng. Cuối cùng, nhỏ 1-2 giọt chất thử màu da cam methyl vào cốc 150mL; sau đó đổ từng giọt axit HNO₃ đặc vào và tiếp tục khuấy cho đến khi có màu từ hồng đến đỏ. Nếu mẫu có chứa xỉ lò cao hoặc vật liệu khác có lưu huỳnh thì phải đổ thêm 3mL hydrogen peroxide (30% dung dịch). Bổ sung dung dịch từ 125 đến 150mL bằng nước cất.

5.4 Có ba phương pháp kế tiếp nhau để xác định hàm lượng ion clo của dung dịch. Tất cả các phương pháp đều sử dụng một điện cực lựa chọn ion (Cl⁻ hoặc Ag⁺) và mọi phương pháp nhằm mục đích phân tích này đều cho kết quả có độ chuẩn xác gần bằng nhau.

5.4.1 *Phương pháp I: Chuẩn độ điện thế* - Đổ đầy dung dịch clo nhà sản xuất kiến nghị vào điện cực Cl⁻ hoặc điện cực Ag⁺, cắm điện cực vào milivon kế (nên dùng loại kỹ thuật số hơn là loại đọc đĩa số), và xác định điểm xấp xỉ tương đương bằng cách đim điện cực vào một cốc đựng nước cất. Ghi lại chỉ số gần đúng của milivon kế (thường không ổn định trong nước). Đổ cẩn thận 4,00mL dung dịch NaCl có nồng độ N 0,0100 vào cốc đựng mẫu đã nguội được chuẩn bi ở Phần 5.3 và, liên tục khuấy lắc. Lấy điện cực ra khỏi cốc đựng nước cất, lau điện cực bằng giấy thấm, và đim điện cực vào dung dịch mẫu. Đặt toàn bộ tổ hợp cốc - điện cực lên thiết bị khuấy từ và bắt đầu khuấy nhẹ. Dùng một ống chuẩn độ đã hiệu chỉnh để đổ từ từ và ghi chép lượng dung dịch AgNO₃ có nồng độ 0,01 tiêu chuẩn cần thiết để milivon kế có chỉ số tới - 40mV của điểm tương đương đã xác định trong nước cất. Sau đó đổ từng 0,10mL dung dịch AgNO₃ có nồng độ N 0,01 tiêu chuẩn và ghi lại chỉ số đo của milivon kế sau mỗi lần đổ.

Khi gần tiếp cận điểm tương đương, lượng dung dịch AgNO₃ đổ thêm tương đương sẽ gây ra sự thay đổi càng lớn về chỉ số đo của milivon kế. Khi đã qua điểm tương

Formatted: Font: Italic

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

đương, sự thay đổi theo từng đơn vị thể tích sẽ giảm dần. Tiếp tục chuẩn độ điện thế cho đến khi số đo của milivon kế đi qua điểm xấp xỉ tương đương ít nhất 40mV.

Điểm cuối của chuẩn độ điện thế thường gần với điểm xấp xỉ tương đương trong nước cất và có thể xác định được bằng (1) vẽ đồ thị giữa lượng dung dịch AgNO₃ đã thêm và chỉ số của milivon kế. Điểm cuối sẽ tương đương với điểm uốn của đường cong các kết quả khi đã làm trơn hoặc (2) tính hiệu số trong các chỉ số đo của milivon kế giữa các lần đổ thêm dung dịch AgNO₃ và tính tổng lượng dung dịch AgNO₃ tương ứng với mỗi hiệu số (có nghĩa là các điểm trung bình giữa các lần đổ thêm kế tiếp nhau).

Dữ liệu thô		Hiệu số	
Dung lượng chuẩn độ	Chỉ số của milivon kế	Điểm giữa chuẩn độ	Sai số milivon
4.2 mL	130.0	4.25 mL	5.0
4.3 mL	135.0	4.35 mL	7.0
4.4 mL	142.0	4.45 mL	10.0
4.5 mL	152.0	v.v...	

Điểm cuối sẽ nằm gần với điểm giữa tạo ra do sự thay đổi lớn nhất trong số đo của milivon kế. Nó có thể xác định bằng cách vẽ đồ thị giữa các điểm giữa và các hiệu số rồi xác định lượng AgNO₃ tương ứng với hiệu số lớn nhất trên đường cong đều vẽ qua các điểm. Tuy nhiên, nó thường được ước lượng chính xác mà không cần vẽ đường cong qua các điểm giữa được chọn tương đương với hiệu số lớn nhất có điều chỉnh sự không đối xứng, nếu có. Nói cách khác, nếu hiệu số trên từng phía của hiệu số lớn nhất không đối xứng, phải điều chỉnh điểm cuối bằng toán học theo hướng của các hiệu số lớn nhất. Xem các ví dụ chi tiết về việc điều chỉnh này trong tài liệu tham khảo 1.

5.4.1.1 *Tính toán:*

Xác định điểm cuối của chuẩn độ điện thế như đã miêu tả ở Mục 5.4.1 bằng cách vẽ một đường cong hoặc ước lượng từ các số dữ liệu. Tính toán phần trăm Cl⁻ theo công thức:

$$\text{Phần trăm Cl}^- = \frac{(3.5453(V_1N_1 - V_2N_2))}{W} \quad (3)$$

Trong đó:

V₁ = Điểm cuối tính bằng mL của AgNO₃;

N₁ = Nồng độ của AgNO₃;

Formatted: Font: Arial
Formatted: Font: Arial
Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted Table

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Font: Italic
Formatted: Heading 4, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering
Formatted: Bullets and Numbering
Formatted: Portuguese (Brazil)
Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt
Formatted: Not Superscript/ Subscript
Formatted: Indent: Left: 0.05"
Formatted Table
Formatted: Left, Indent: Left: 1", Space Before: 0 pt, After: 0 pt
Formatted: Font: (Default) Arial
Formatted: Font: (Default) Arial
Formatted: Border: Top: (No border)
Field Code Changed
Field Code Changed

W = Khối lượng mẫu bê tông gốc tính bằng gram;

V_2 = Lượng dung dịch NaCl đổ thêm tính bằng mL, và

N_2 = Nồng độ của dung dịch NaCl.

5.4.2 Phương pháp II: Phương pháp vẽ Gran – Phương pháp này tương thích với một điện cực lựa chọn ion Ag^+ hoặc Cl^- . Gắn điện cực đã chọn vào một milivon kế kỹ thuật số tương thích sau khi đã đổ vào một lượng dung dịch cần thiết theo chỉ dẫn của nhà sản xuất điện cực. Rửa sạch điện cực với nước cất H_2O và lau khô bằng giấy thấm.

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

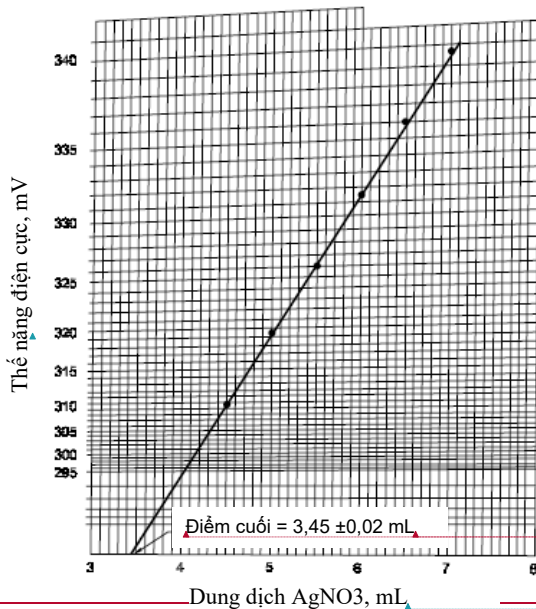
Xác định khối lượng dung dịch và cốc theo Mục 5.3 nhưng không có tấm kính đậy và ghi lại khối lượng. Dùng một ống chuẩn độ đã hiệu chỉnh để chuẩn độ điện thế của mẫu tới 225 ± 5 mV (đối với điện cực Cl^-) hoặc 310 ± 5 mV (đối với điện cực Ag^+) với dung dịch $AgNO_3$ có nồng độ N là 0.01 tiêu chuẩn. Ghi lại lượng dung dịch đổ thêm và chỉ số đo của milivon kế.

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Tiếp tục chuẩn độ điện thế theo mức tăng 0.50 mL, ghi lại lượng đổ thêm và chỉ số đo của milivon kế mỗi khi đổ thêm. Ghi chép lại dữ liệu của ít nhất 5 lần đổ thêm. Sau đó đổ hết dung dịch trong cốc đi, làm sạch, sấy khô và xác định khối lượng của cốc và. Trừ đi khối lượng cốc từ khối lượng cốc và lượng dung dịch để xác định lượng dung dịch.

Ví dụ được minh họa ở Hình 1. Thông tin bổ sung về phương pháp Gran xin xem ở tài liệu tham khảo Số 2.

Formatted: Note1 Char



Formatted: Font: Times New Roman

Formatted: Font: 10 pt

Formatted: Left

Formatted: Font: 10 pt, Italian (Italy)

Formatted: Font: Times New Roman

Hình 1. Sử dụng phương pháp Gran để xác định điểm cuối trong việc chuẩn độ điện thế của axit từ bê tông.

5.4.2.1 Tính toán theo phương pháp Gran

Tính toán các giá trị đã hiệu chỉnh cho từng dung lượng ghi được ở Mục 5.4.2 bằng phương trình:

$$V_{\text{correct}} = \frac{V_{\text{record}}}{W/100} \quad (4)$$

W = Lượng dung dịch ban đầu tính bằng gram, và

V_{record} = Dung lượng ghi được, tính bằng mL.

Nếu có bất kỳ giá trị chính xác V nào lớn hơn 10, xem Mục 5.4.2.2. Nếu nhỏ hơn 10, phải vẽ đồ thị của các giá trị đã điều chỉnh này với các số đo milivon tương ứng trên giấy vẽ đồ thị Orion Gran Plot (loại đã điều chỉnh 10% khối lượng với mỗi vạch chia chính trên trục tung tương ứng với 5 milivon) hoặc tương đương. Vẽ đường thẳng nhất qua các điểm và đọc điểm cuối tại điểm giao giữa đường thẳng và trục hoành trên đồ thị. Tính điểm cuối thực tế bằng công thức:

$$E_a \text{ tại điểm cuối} = E_g \left(\frac{W}{100} \right) \quad (5)$$

Trong đó:

E_g = điểm cuối xác định trên đồ thị, tính bằng mL, và

W = lượng dung dịch, tính bằng g.

Sau đó:

$$\text{Phần trăm Cl} = \frac{3.5453 E_a N}{W_c} \quad (6)$$

Trong đó:

E_a = điểm cuối thực tế, mL,

N = Nồng độ N của dung dịch AgNO_3 , và

W_c = khối lượng mẫu bê tông, gr.

5.4.2.2 Tính toán bổ sung cho phương pháp Gran

Khi thể tích hiệu chỉnh V xác định được ở Mục 5.4.2.1 lớn hơn 10, phải loại bỏ giá trị này và làm theo qui trình sau:

Chọn một hằng số để sau khi đã trừ tất cả các dung lượng V ghi được sẽ cho một giá trị nhỏ hơn 10mL.

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Heading 4, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Left, Indent: Left: 1", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Font: Arial, English (United States), Not Superscript/ Subscript

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Note1 Char, Left, Space Before: 0 pt

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Font: Arial, English (United States), Not Superscript/ Subscript

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Heading 4, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed

Chú thích 11 – Hằng số này được ký hiệu là X trong công thức sau, thường được lấy là số chẵn là 5, 10, 15, 20 v.v...

Tính lượng dung dịch W đã điều chỉnh bằng:

$$W_r = W + X \quad (7)$$

Trong đó:

W = lượng dung dịch ban đầu, gr. và

X = hằng số.

Sau đó tính dung lượng đã hiệu chỉnh cho từng dung lượng ghi được theo:

$$V_{\text{correct}} = \frac{V_{\text{record}} - X}{W_r / 100} \quad (8)$$

Vẽ các giá trị này và xác định điểm cuối E_g trên đồ thị như đã miêu tả ở Mục 5.4.2.1. Khi đó điểm cuối thực tế E_a là:

$$E_a = E_g \left(\frac{W_r}{100} \right) + X \quad (9)$$

Trong đó:

E_a = điểm cuối thực tế, mL.

E_g = điểm cuối theo đồ thị, mL.

W_r = lượng dung dịch đã hiệu chỉnh, gr và

X = hằng số đã chọn như trên.

Tính hàm lượng clo theo công thức đã cho ở Mục 5.4.2.1.

5.4.3 Phương pháp chuẩn độ nguyên tử – Phương pháp này tương thích với các điện cực lựa chọn ion Cl⁻ hoặc Ag⁺. Việc xác định điểm cuối milivon và qui trình thí nghiệm phải phù hợp với kiến nghị của nhà sản xuất thiết bị.

5.4.3.1 Tính toán chuẩn độ nguyên tử

Sau khi đã xác định được điểm cuối với chuẩn độ nguyên tử, việc tính toán sẽ tương tự như ở Mục 5.4.1.1.

5.5 Số phần trăm Clo có thể chuyển đổi thành kg của Cl/m³ (lb/yd³) của bê tông như sau:

$$\text{Kg Cl/m}^3 = \% \text{Cl} \left(\frac{UW}{100} \right) \quad (10)$$

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 1", Space Before: 0 pt

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Left, Indent: Left: 1", Space Before: 0 pt

$$\left(lbCl^- / yd^3 = \% Cl \left(\frac{UW}{100} \right) \right) \tag{11}$$

Trong đó:

UW = đơn vị khối lượng của bê tông trên mét khối (yard khối)

Chú thích 12 - Đơn vị khối lượng là 2323 kg/m³ (3915 lb/yd³) thường được giả định cho khối lượng bê tông kết cấu bình thường khi chưa biết đơn vị khối lượng thực tế.

6 ĐỘ CHÍNH XÁC

6.1 Các báo cáo về độ chính xác trình bày dưới đây dựa trên cơ sở hướng dẫn trong ASTM C 670, "Chuẩn bị báo cáo về độ chính xác của các phương pháp thí nghiệm vật liệu xây dựng". Các phương pháp nhất thiết có sai lệch nhau chút ít do độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm là hằng số cho toàn bộ lượng Clo được kiểm tra trong lúc độ chính xác giữa các phòng thí nghiệm thay đổi theo hàm lượng Clo. Tuy nhiên, cả hai báo cáo đều dựa trên sự khác nhau của giới hạn sigma 2 (D2S). Chỉ số (D2S) là sự khác nhau giữa hai kết quả thí nghiệm riêng biệt và chúng đáng lẽ phải bằng nhau hoặc chỉ vượt quá đối với 1 trong 20 trường hợp trong việc thực hiện bình thường, đúng trình tự của việc phân tích hóa học.

6.2 **Độ chính xác khi một người thực hiện thí nghiệm**- Độ lệch tiêu chuẩn do một người thực hiện thí nghiệm được lấy là 0,0024% Clo¹. Vì vậy, kết quả của hai thí nghiệm riêng biệt do cùng một người thực hiện với vật liệu như nhau không được chênh nhau quá 0,0068% Clo.

6.3 **Độ chính xác từ nhiều phòng thí nghiệm** – Tiêu chí đánh giá khả năng chấp thuận kết quả thí nghiệm nồng độ ion clo do nhiều phòng thí nghiệm thực hiện bằng phương pháp thí nghiệm này được thể hiện ở Bảng 1.

Bảng 1 - Độ chính xác từ nhiều phòng thí nghiệm

Độ chính xác do nhiều phòng thí nghiệm thực hiện về nồng độ ion clo	Độ lệch chuẩn ^a	Phạm vi chấp thuận của 2 kết quả ^a
0.0176	0.0030	0.0085
0.0268	0.0031	0.0088
0.0313	0.0032	0.0091
0.0592	0.0037	0.0105
0.1339	0.0048	0.0136
0.2618	0.0069	0.0195

^a Các chỉ số này thể hiện riêng cho các giới hạn (1S) và (D2S) đã miêu tả trong ASTM 670, giới thiệu kinh nghiệm chuẩn bị báo cáo về độ chính xác của các phương pháp thí nghiệm vật liệu xây dựng.

Formatted: Font: Arial
Formatted: Font: Arial
Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt

Formatted: Font: Arial
Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)
Formatted: Bullets and Numbering
Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Table Headings, Left, Space Before: 0 pt

Formatted Table

Formatted: Font: 10 pt
Formatted: Left, Indent: Left: 0.63", Space Before: 0 pt
Formatted: Font: 10 pt
Formatted: Font: 10 pt
Formatted: Left, Space Before: 0 pt
Formatted: Font: (Default) Arial
Formatted: Font: (Default) Arial
Formatted: Border: Top: (No border)
Field Code Changed
Field Code Changed

TCVN xxxx:xx

AASHTO T 260-97 (2005)

Chú thích: Các chữ số ở cột 2 là độ lệch chuẩn và được coi là phù hợp với nồng độ ion clo ở Cột 1. Các số ở Cột 3 là các giới hạn mà các kết quả giữa 2 phòng thí nghiệm thực hiện không được vượt quá.

Formatted: Note2, Space Before: 0 pt, Tab stops: 1.38", Left

Formatted: Style5, Space Before: 0 pt

QUY TRÌNH B – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ION CLO TAN TRONG AXIT BẰNG PHƯƠNG PHÁP HẤP THU NGUYÊN TỬ (PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM TRONG PHÒNG)

7 DUNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

7.1 Xem Mục 2.1 về Thiết bị lấy mẫu.

7.2 Thiết bị thí nghiệm hóa học.

7.2.1 Thiết bị đo ảnh phổ hấp thu nguyên tử.

Chú thích 13 – Bài viết về phương pháp này hầu hết có thể áp dụng cho thiết bị Perkin Elmer Model 503 A.A. có chiều dài mở hàn 50mm (2 in) và đọc kết quả bằng kỹ thuật số. Các phòng thí nghiệm sử dụng các thiết bị khác thay vì thiết bị Perkin Elmer cần áp dụng đầy đủ theo phương pháp này.

7.2.2 Tổ hợp lọc No. XX1104710 (đường kính 47mm) hoặc tương đương. Màng lọc No. HAWPO4700 (màng 0.45 µm) hoặc tương đương.

Chú thích 14 – Nếu sử dụng màng lọc tương đương, phải kiểm tra để xác định chúng có chứa Clo sẽ nhiễm vào mẫu hay không.

7.2.3 Bình chuẩn độ 100mL có nắp chặn bằng thủy tinh (thủy tinh trong suốt).

7.2.4 Bình chuẩn độ 100mL (có độ quang hoá thấp, có nắp chặn bằng thủy tinh).

7.2.5 Các ống hút hóa học với kích thước phù hợp đáp ứng hoặc vượt yêu cầu sai số theo quy định trong thông báo No. NBS Circular 602 về thiết bị đo dung lượng loại A.

7.2.6 Cẩn phân tích có độ nhạy tới 0.0001g phù hợp với M 231 loại A.

7.2.7 Thiết bị lọc chân không Fisher với một cốc thủy tinh hoặc một bình nhựa cổ ngựa, đủ cao để đặt bình chuẩn độ 100mL ở dưới.

7.2.8 Bếp điện

7.2.9 Nguồn chân không

7.2.10 Ống nhựa Vinyl

8 CHẤT PHẢN ỨNG

8.1 Cacbonat calcium cấp chất phản ứng.

8.2 Hydrogen peroxide (30%).

8.3 Chất phản ứng màu Methyl da cam.

8.4 Axit Nitric đặc (tỷ trọng 1.42).

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Border: Top: (No border)

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note1 Char, Left, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Heading 3, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 1, Left, Indent: Left: 0", First line: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed

8.5 Nitrate bac, cấp chất phản ứng(Tiêu chuẩn chủ yếu).

8.6 Sodium clo, cấp chất phản ứng(Tiêu chuẩn chủ yếu).

8.7 Sodium nitrate, cấp chất phản ứng

8.8 Nước cất.

9 PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU

Xem Phần 4 về Phương pháp lấy mẫu

10 TIÊU CHUẨN HÓA

10.1 Sấy khô đạt lượng vật liệu tiêu chuẩn (AgNO_3 , NaCl , CaCO_3 và NaNO_3) ở nhiệt độ 105°C tới khi có khối lượng ổn định. Làm nguội và để trong lò hút ẩm.

10.1.1 Xác định đủ khối lượng của từng vật liệu tiêu chuẩn nói trên để tác động với các dung dịch sau:

- Ag^+ , 100 mg/L,
- Cl^- , 100 mg/L,
- Na^+ , 100 mg/L, và
- Ca^{++} , 500 mg/L.

10.2 Đổ 10 mL gồm 1+9 HNO_3 vào mỗi bình độ chuẩn 100mL có actinic thấp. Ước lượng đủ dung dịch Clo sao cho mỗi bình sẽ chứa nồng độ ion clo là 0.0, 0.1, 0.25, 0.50, 0.75, 1.0, 2.0 và 3.0 mg/L. Nồng độ 0.0 sẽ là tiêu chuẩn bac (Ag) 10 mg/L.

10.3 Thực hiện công việc với 8 bình chuẩn độ theo Mục 11.7.1 đến 11.7.3.

10.4 Đặt các thông số hoạt động về A.A theo qui trình của nhà sản xuất khi sử dụng một đèn bằng bac.

10.5 Hút 10 mg/L dung dịch Ag^+ tiêu chuẩn với nồng độ ion clo bằng 0 và để 10 mg ở cửa sổ đọc số liệu.

10.6 Hút 7 bình chuẩn độ còn lại chứa từ 0.1 đến 3.0 mg/L nồng độ ion clo, và ghi lại số đo. Lập lại qui trình này ít nhất 3 lần ở 3 ngày khác nhau để thu được số đo trung bình. Xây dựng dữ liệu chuẩn hóa bằng hút một cách ngẫu nhiên.

10.7 Vẽ một đường cong trên giấy vẽ đồ thị tuyến tính, vẽ đồ thị giữa lượng Ag^+ ion xác định được bằng thiết bị A.A. và 7 tiêu chuẩn clo (Xem Hình 2a).

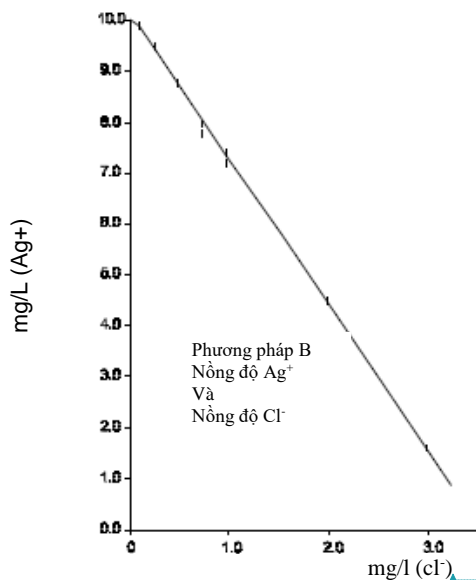
Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Border: Top: (No border)

Formatted: Font: Arial, English (United States)

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering



Hình 2a - Phương pháp B

11 TRÌNH TỰ

- 11.1 Sau khi nhận mẫu và đã loại hết bất kỳ ion tự do phát sinh khi chuẩn bị mẫu, nghiền mẫu để lọt qua sàng 300 μm (Số 50). Nếu mẫu nhận được quá to, cần phải đập vỡ làm bốn trước khi nghiền.
- 11.2 Sấy mẫu ở nhiệt độ 105° đến ổn định khối lượng và để nguội trong bình hút ẩm.
- 11.3 Xác định khối lượng của bột mẫu đặc trưng cho vật liệu thí nghiệm với độ chính xác tới mg. Chuyển sang cốc 150 mL và đổ 10 mL axit pha loãng (1+9) để làm tan mẫu càng nhiều càng tốt. Đánh tan các cục vón bằng thanh khuấy.
- 11.4 Nếu có sự hiện diện của cacbonate, để mẫu yên cho đến khi hết bong bóng.
- 11.5 Nếu tại thời điểm đó dung dịch không có tính axit, chỉ cho lượng axit nitric vừa đủ để tạo ra màu đỏ với chất thử methyl da cam.
- 11.6 Đun nóng vừa trên bếp điện cho đến khi vừa sôi tới, để sôi 5 phút hoặc cho đến khi mọi phản ứng ngừng. Lấy ra khỏi bếp và để nguội. Lọc chân không (bằng thiết bị lọc Fisher hoặc tương đương qua một màng 0.45 μm hoặc tổ hợp lọc lỗ nhỏ số XX1104710, màng lọc số HAWP04700 hoặc tương đương) vào một bình chuẩn độ 100mL (Xem Hình 2b). Rửa các chất kết tủa bằng ba hoặc bốn phần nước cất, pha loãng dung dịch.

Formatted: Font: Arial

Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Font: Arial

Formatted: Font: Times New Roman

Formatted: Font: Arial

Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

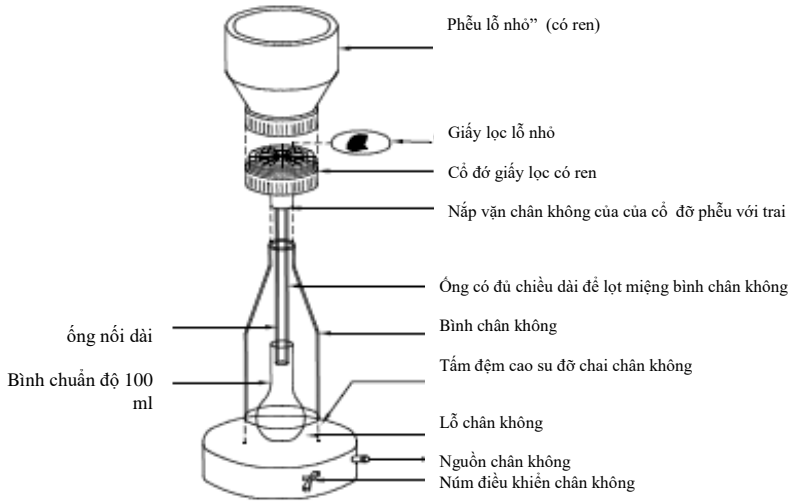
Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Font: (Default) Arial

Formatted: Border: Top: (No border)

Field Code Changed

Field Code Changed



Hình 2b – Sơ đồ thiết bị lọc – Phương pháp B

11.7 Lấy khoảng 10mL dung dịch mẫu đã lọc đổ vào bình chuẩn độ 100mL (có độ quang hoá thấp). Không phải cân mẫu; có thể pha loãng thêm nếu nồng độ tương đối cao.

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

11.7.1 Đổ 1.5mL hydrogen peroxide và lắc mạnh trong một phút.

11.7.2 Đổ 10mL dung dịch nitrat bạc 100 mg/L. Lắc mạnh bình một lần nữa và để yên trong một giờ.

11.7.3 Dùng thiết bị lọc nhỏ hoặc thiết bị tương đương nói trên để lọc chân không vào bình chuẩn độ 100 mL (độ quang hóa thấp) chứa 5 mL dung dịch sodium và 1 mL dung dịch canxi. Rửa chất kết tủa bằng ba hoặc bốn phần nước lọc. Pha loãng dung dịch. Chất lọc này chứa các ion bạc không phản ứng từ kết tủa của clorua bạc. Các ion không phản ứng này được tìm thấy bằng qui trình hấp thụ nguyên tử tiêu chuẩn của bạc, bao gồm việc đo các tiêu chuẩn thích hợp trong quá trình xác định.

11.7.4 Vẽ thêm các ion Ag⁺ còn lại vào đường cong (Hình 1) và xác định nồng độ clo (mg/L).

12 TÍNH TOÁN

Formatted: Font: Arial

12.1 Tính toán số phần trăm Clo trong bê tông hoặc trong các cốt liệu thô của bê tông như sau:

Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)

Formatted: Heading 2, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering

Formatted: Bullets and Numbering

$$\text{Số phần trăm Cl} = \left(\frac{l}{V} \right) \left(\frac{mg / LCl^-}{W} \right) \quad (12)$$

Formatted: Left, Indent: Left: 1", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Trong đó:

V = lượng dung dịch đã dùng ở Phần 11.7; mL và

W = khối lượng mẫu bê tông ban đầu; g.

Phương trình này giả định rằng lượng dung dịch được pha loãng tới 100mL.

13 ĐỘ CHÍNH XÁC

Các dữ liệu đã được tổng hợp phù hợp cho việc sử dụng để đưa ra sự công bố về độ chính xác của phương pháp này.

14 CÁC TÀI LIỆU THAM KHẢO

14.1 Clear, K.C. Đánh giá bê tông xi măng Portland để sửa chữa mặt cầu vĩnh cửu. Report FHWA-RD-74-5. Federal Highway Administration, U.S. Department of Transportation, February 1974.

14.2 Clemena, G.C., J.W. Reynolds, and R. M. Mc Cormick. Nghiên cứu so sánh Clo trong bê tông đông cứng -. Report No. FHWA-RD-77-84 77-R7. Virginia Highway and Transportation Research Council, August 1976.

¹ Các chữ số đặc trưng cho các giới hạn (1S) và (D2S) đã được miêu tả trong ASTM C 670, chuẩn bị báo cáo độ chính xác của phương pháp thí nghiệm vật liệu xây dựng.

Tiêu chuẩn thí nghiệm

Formatted: Font: Arial
Formatted: Font: Arial
Formatted: Tab stops: Not at 6.5"

Formatted: Font: Arial
Formatted: Bullets and Numbering
Formatted: Note1 Char, Indent: Left: 0", Space Before: 0 pt, After: 0 pt

Formatted: Font: Arial
Formatted: Heading 1, Left, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering, Border: Top: (No border)
Formatted: Heading 2, Space Before: 0 pt, After: 0 pt, No bullets or numbering
Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Note2, Indent: Left: 0.59", Hanging: 0.16", Space Before: 0 pt, After: 0 pt, Border: Top: (No border)

Formatted: Font: (Default) Arial
Formatted: Font: (Default) Arial
Formatted: Border: Top: (No border)
Field Code Changed
Field Code Changed