



**TI-B 15 (86)
Prøvningsmetode
Tilslagsmaterialer. Chloridindhold**

Prøvningsmetode Tilslagsmaterialer. Chloridindhold

Deskriptorer:

Birte Fangel

Udgave: 1
Dato: December 1986
Sideantal: 4 / Bilag: 0
Udarbejdet af: Birte Fangel

Prøvningsmetode Tilslagsmaterialer. Chloridindhold

1. Anvendelsesområde

Metoden anvendes til at bestemme indholdet af vandopløselige chlorider i tilslagsmaterialer (sand og sten) til beton.

2. Referencer

BS 812, part 4, 1976. British Standard Methods for Sampling and testing of mineral aggregates sand and fillers.

3. Definitioner

Vægkonstans: Regnes at gælde, når prøvens vægt ikke ændrer sig mere end 0,1 % ved tørring ved 105°C i 4 timer.

Normalitet: Måleenhed for koncentrationen af et stof i en væske.

Titration: Metode, hvor man anvender en opløsning med kendt koncentration til at bestemme koncentrationen af en anden opløsning, hvormed den kan reagere.

Indikator: Stof, der ændrer farve, når et andet stof er til stede. Derved indikeres tilstedeværelsen af dette andet stof.

4. Prøveudtagning

Analysen udføres på en repræsentativ prøve efter DS 405.0. Følgende prøvestørrelser anvendes:

Største kornstørrelse	mm	≤	16	31,5
Mindste prøvemængde	g		500	2500

Det skal specielt sikres, at prøven både er repræsentativ med hensyn til fast stof og til fugt. Det skal sikres, at prøven ikke kan tabe vand undtagen ved fordampning.

5. Prøvningsmetode

5.1 Princip

Efter denne metode bestemmes mængden af vandopløselig chlorid i en prøve.

Prøven henstår i vand 24 timer. Rystes i denne tid mindst 3 gange mindst med 3 timers mellemrum.

De chlorider, der er opløst i vandfasen analyseres. En del af væsken udtages, gøres sur med salpetersyre og mængden af chlorid bestemmes ved titration med sølvnitrat og ammoniumthiocyanat (Volhard-titration).

5.2 Apparatur

Neddelingsapparat, fx sten- eller sanddeler.

Tørreskab, ventileret og med termostatregulering for 105°C ± 5°C.

Vægt, der kan veje 3 kg med en nøjagtighed på 0,1 g.

Flasker, 1-2 l plastikflaske med stor åbning og skruelåg.

100 ml pipette.

Glasflasker, koniske, ca. 300 ml.

Burette, 2 stk. 10 ml, inddeling 0,05 ml. Den ene til sølvnitratopløsning, den anden til ammoniumthiocyanatopløsning.

Filterpapir og tragt kan være nødvendig i få tilfælde.

5.2.1 Kemikalier

Demineraliseret vand.

Salpetersyre (HNO₃) koncentreret.

Sølvnitratopløsning (AgNO₃) 0,1 normal

Ammoniumthiocyanatopløsning (NH₄SCN) 0,1 normal

Nonanol-(1) (C₉H₁₉OH) eller benzylalkohol (C₇H₇OH)

Ferriammoniumsulfatopløsning (NH₄Fe(SO₄)₂)

Mættet og tilsat 10 volumenprocent salpetersyre.

5.3 Prøvetilberedning

Prøven tørres ved 105°C til vægskonstans. Prøven deles i sand eller stender til prøvestørrelsen er som angivet i afsnit 4.

5.4 Fremgangsmåde

Bestem analyseprøvens masse, m , og hæld prøven ned i en plastflaske. Tilsæt en kendt mængde demineraliseret vand m_{V1} (ca. 500 g). Sæt låget på og ryst flasken. Lad prøven stå 24 timer, ryst endnu 2 gange med mindst 3 timers mellemrum. Afpipetter en kendt mængde væske m_{V2} i en konisk kolbe, 100 ml er som regel passende. Hvis væsken er stærkt grumset, filtreres den, og filteret skylles 2 gange med demineraliseret vand. Tilsæt ca. 3 ml koncentreret salpetersyre. Tilsæt ca. 1 ml ferriammoniumsulfatopløsning og tilsæt derefter et par dråber fra buretten med ammoniumthiocyanatopløsning. Der ses nu en kraftig brunfarvning. Tilsæt derefter sølvnitratopløsning fra den anden burette til brunfarvningen forsvinder og tilsæt yderligere et par milliliter sølvnitratopløsning. Tilsæt 2-3 ml nonanol (eller benzylalkohol) og ryst kraftigt til sølvchloriden rykkes over i den organiske fase.

Titre resterende mængde sølvnitrat med ammoniumthiocyanatopløsningen, ryst kraftigt omkring omslagspunktet. Fortsæt titreringen langsomt under kontinuerlig intensiv, blanding indtil opløsningen har opnået en permanent svag rødlig farve.

Aflæs forbruget af sølvnitratopløsningen V_1 og forbrugt ammoniumthiocyanatopløsningen V_2 .

5.5 Resultater

Chloridindholdet, Cl beregnes efter formelen

$$Cl \% = \frac{3,545 (V_1 N_1 - V_2 N_2) \cdot m_{V1}}{m \cdot m_{V2}}$$

V_1 = tilsat mængde sølvnitratopløsning i ml

N_1 = sølvnitratopløsningens normalitet = 0,100

V_2 = forbrugt mængde ammoniumthiocyanatopløsning i ml

N_2 = ammoniumthiocyanatopløsningens normalitet = 0,100

m = oprindelig analyseprøves masse i gram

m_{V1} = masse af vand, der hældes på prøven i gram

m_{V2} = masse af vand, der afpipetteres i ml

Chloridindholdet angives i vægt % af tør prøve med 3 decimaler.

Resultatet kan omregnes til:

Natriumchlorid ved at gange med 1,65
Calciumchlorid ved at gange med 1,57