Сигнальный экземпляр

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 1015-17-2009

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КЛАДОЧНОГО РАСТВОРА

Часть 17. Определение содержания водорастворимого хлорида в растворной смеси

МЕТАДЫ ВЫПРАБАВАННЯ МУРАВАЛЬНАГА РАСТВОРУ

Частка 17. Вызначэнне колькасці водараствaральнага хларыду у растворнай сумясі

(EN 1015-17:2000+ A1:2004, IDT)

Госстандарт
Минск

Сигнальный экземпляр

УДК 691.55:692.2(083.74) МКС 91.100.10 КП 03 IDT

Ключевые слова: кладочный раствор, опредление содержания, водорастворимый хлорид

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН ПО УСКОРЕННОЙ ПРОЦЕДУРЕ научно-проектно-производственным республиканским унитарным предприятием «Стройтехнорм» (РУП «Стройтехнорм»).

ВНЕСЕН Министерством архитектуры и строительства Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 2009 г. №

В Национальном комплексе технических нормативных правовых актов в области архитектуры и строительства стандарт входит в блок 6.03 «Бетоны и растворы»

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 1015-17:2000 + A1:2004 Prüfverfahren für Mörtel für Mauerwerk . Teil 17: Bestimmung des Gehalts an wasserlöslichem Chlorid von Frischmörtel (Методы испытания кладочного раствора. Часть 17. Определение содержания водорастворимого хлорида в растворной смеси).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 125 «Каменная кладка».

Перевод с немецкого языка (de).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и европейских стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Сигнальный экземпляр

Введение

Настоящий стандарт содержит текст европейского стандарта EN 1015-17:2000+ A1:2004 на языке оригинала и его перевод на русский язык (справочное приложение Д.А).

Введен в действие, как стандарт, на который есть ссылка в Еврокоде EN 1996-2:2006.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КЛАДОЧНОГО РАСТВОРА

Часть 17. Определение содержания водорастворимого хлорида в растворной смеси

МЕТАДЫ ВЫПРАБАВАННЯ МУРАВАЛЬНАГА РАСТВОРУ

Частка 17. Вызначэнне колькасці водараствaральнага хларыду у растворнай сумясі

Methods of test for mortar for masonry

Part 17. Determination of water-soluble chloride content of fresh mortars

---

.

Дата введения 2010-01-01

Сигнальный экземпляр

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehalts an wasserlöslichem Chlorid in Frischmörteln fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

prEN 998-1, *Festlegungen für Mörtel im Mauerwerksbau — Teil 1: Putzmörtel.*

Сигнальный экземпляр

prEN 998-2, *Festlegungen für Mörtel im Mauerwerksbau — Teil 2: Mauermörtel.*

EN 1015-2, *Prüfverfahren für Mörtel für Mauerwerk — Teil 2: Probenahme von Mörteln und Herstellung von Prüfmörteln.*

EN 1015-3, *Prüfverfahren für Mörtel für Mauerwerk — Teil 3: Bestimmung der Konsistenz von Frischmörtel (mit Ausbreittisch).*

ISO 384, *Laboratory glassware — Principles of design and construction of volumetric glassware.*

3 Prinzip

Aus der Mörtelprobe wird ein wässriges Extrakt, das wasserlösliches Chlorid enthält, hergestellt. Das gelöste Chlorid wird mit einem bekannten Volumen einer Standard-Silbernitratlösung ausgefällt. Möglicherweise enthaltenes Sulfid wird zu Sulfat oxidiert oder zersetzt, so dass es sich nicht störend auf die Bestimmung auswirkt. Nach dem Sieden wird das Fällungsprodukt mit verdünnter Salpetersäure gewaschen und beiseite gestellt. Das Filtrat und die Waschflüssigkeiten werden auf eine Temperatur unter 25 °C abgekühlt. Anschließend wird das überschüssige Silbernitrat mit einer Standard-Ammoniumthiocyanatlösung titriert, wobei als Indikator ein Fe(III)-Salz verwendet wird. Mit diesem Verfahren wird der Gesamtgehalt an Halogenen (außer Fluorid) bestimmt, und das Ergebnis wird als prozentualer Chloridgehalt der Probe angegeben.

4 Symbole

V_1 Probentiter einer 0,1 M Ammoniumthiocyanatlösung (ml);

V_2 Blindtiter einer 0,1 M Ammoniumthiocyanatlösung (ml);

m Masse der Prüfprobe (g);

f Molaritätsfaktor, bezogen auf Ammoniumthiocyanatlösung (üblicherweise 0,10 mol/l).

5 Prüfeinrichtungen und -geräte

5.1 Allgemeines

Volumenmessgeräte aus Glas müssen Analysengenauigkeit aufweisen, d. h. sie müssen Klasse A oder Klasse B nach ISO 384 entsprechen.

5.2 Waage mit einem Wägebereich von 200 g und einer Fehlergrenze von 0,000 1 g

5.3 10-ml-Bürette, Skalenteilung 0,1 ml

5.4 Exsikkator mit wasserfreiem Magnesiumperchlorat ($Mg(ClO_4)_2$) oder einem anderen geeigneten Trockenmittel

5.5 Filterpapier, grob (Porendurchmesser etwa 20 µm)

5.6 5-ml-Pipette

5.7 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Stopfen

5.8 250-ml-Becherglas aus Borosilicatglas

Сигнальный экземпляр

5.9 Siebe mit einer Öffnungsweite von 10 mm und 0,125 mm

5.10 Polyethylenflasche mit Schraubverschluss, Fassungsvermögen etwa 150 ml

5.11 Rotationsschüttler, der 60 Umdrehungen in der Minute ausführen kann, oder **Magnetrührer mit polyethylenbeschichtetem Rührstab**

5.12 1 000-ml-Messkolben

5.13 Weithalsflasche aus Borosilicatglas mit luftdichtem Verschluss, Fassungsvermögen etwa 500 ml

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Der Verdünnungsgrad der konzentrierten Salpetersäure (6.2) wird als Summe der Volumenteile angegeben; so bedeutet beispielsweise verdünnte Salpetersäure 1+2 (6.3), dass 1 Volumenteil konzentrierte Salpetersäure mit 2 Volumenteilen Wasser gemischt wird.

Die verwendeten Reagenzien müssen analysenrein vorliegen.

Wegen der Bestimmung des Faktors f wird auf 6.8 verwiesen.

6.2 Konzentrierte Salpetersäure (HNO_3), Dichte bei 20 °C: 1,40 kg/l bis 1,42 kg/l

6.3 Verdünnte Salpetersäure, 1+2

6.4 Verdünnte Salpetersäure, 1+100

6.5 Silbernitrat ($AgNO_3$), bei 150 °C getrocknet und anschließend in einem Exsikkator (5.4) aufbewahrt

6.6 Silbernitratlösung 0,10 mol/l.

16,988 g Silbernitrat (6.5) sind in einem 1 000-ml-Messkolben (5.12) in Wasser (6.10) zu lösen und der Kolben ist bis zur Marke aufzufüllen. Die Lösung ist in einer braunen Glasflasche vor Licht geschützt aufzubewahren.

6.7 Ammoniumthiocyanat (NH_4SCN)

6.8 Ammoniumthiocyanatlösung, etwa 0,1 mol/l.

7,6 g Ammoniumthiocyanat (6.7) sind in Wasser zu lösen und mit Wasser auf 1 000 ml aufzufüllen.

Der Faktor f wird durch Titration der Ammoniumthiocyanatlösung (6.8) mit einem bekannten Volumen der Standard-Silbernitratlösung (0,1 mol/l) (6.6) bestimmt, wobei als Indikator Ammonium-Eisen(III)-Sulfat (6.9) zu verwenden ist.

6.9 Ammonium-Eisen(III)-Sulfat-Indikatorlösung ($NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$).

100 ml einer kalten gesättigten Ammonium-Eisen(III)-Sulfat-Wasserlösung sind 10 ml der verdünnten Salpetersäure 1+2 (6.3) zuzugeben.

6.10 Wasser, mit einer elektrischen Leitfähigkeit von höchstens 2 mS/cm.

Сигнальный экземпляр

7 Probenahme und Probenvorbereitung

7.1 Allgemeines

Die Mörtelmenge für diese Prüfung muss ein Mindestvolumen von 1,5 l oder mindestens das 1,5fache der zur Durchführung der Prüfung benötigten Menge aufweisen, wobei der größere Wert maßgebend ist; sie wird entweder durch Teilung der Sammelprobe von Trockenmörtel bei Werk-Trockenmörtel bzw. der Sammelprobe von Frischmörtel bei allen anderen Mörteln (siehe EN 1015-2), z. B. durch Viertelung, oder durch Mischen der Ausgangsstoffe mit Wasser im Labor erhalten. Es sind zwei Prüfproben aus der Frischmörtelprobe herzustellen.

Werk-Frischmörtel und Werk-Vormörtel aus Luftkalk und Sand sind innerhalb ihrer festgelegten Verarbeitbarkeitszeit zu verwenden. Im Labor hergestellte Mörtel sind, mit Ausnahme von verzögerten Mörteln, sofort zu verwenden.

Bei im Labor hergestellten Mörteln ist die Mischzeit ab dem Zeitpunkt der Zugabe des letzten Ausgangsstoffes in den Mischer zu messen.

7.2 Vorbereitung

7.2.1 Werk-Trockenmörtel

Die Probe ist gegebenenfalls soweit zu zerkleinern, dass sie rückstandsfrei durch ein 10-mm-Analysensieb (5.9) hindurchgeht. Abschließend ist nach 7.3 weiter zu verfahren.

7.2.2 Frischmörtel

Jede Probe ist gründlich zu mischen und auf etwa 250 g zu teilen. Anschließend wird sie in eine Weithalsflasche (5.13) gefüllt, die luftdicht zu verschließen ist. Unmittelbar vor Beginn der Prüfung wird die geteilte Probe erneut mit einem Spatel gemischt. Sie ist bei (105 ± 5) °C bis zur Massekonstanz zu trocknen (bei Verwendung organischer Ausgangsstoffe, z. B. Zuschlägen aus Schaumpolystyrol, ist die Probe bei (60 ± 5) °C zu trocknen). Massekonstanz gilt als erreicht, wenn zwei während der Trocknung in einem Abstand von 2 h vorgenommene Wägungen um nicht mehr als 0,2 % voneinander abweichen. Die getrocknete Probe ist soweit zu zerkleinern, dass sie rückstandsfrei durch ein 10-mm-Analysensieb (5.9) hindurchgeht. Anschließend ist nach 7.3 weiter zu verfahren.

7.3 Feinzerkleinerung

Die Probe ist auf 50 g zu teilen und soweit zu zerkleinern, dass sie rückstandsfrei durch ein Analysensieb mit 0,125 mm Öffnungsweite hindurchgeht. Der Siebdurchgang ist die Analysenprobe.

Falls kein geeignetes Zerkleinerungsgerät zur Verfügung steht, ist zur Herstellung der Analysenprobe folgendermaßen vorzugehen: Der Probenrest ist soweit zu zerkleinern, dass er rückstandsfrei durch ein 2,4-mm-Analysensieb hindurchgeht. Eine repräsentative Teilprobe mit einer Masse von mindestens 30 g ist soweit zu zerkleinern, dass sie rückstandsfrei durch ein 0,500-mm-Analysensieb hindurchgeht. Die zerkleinerte Teilprobe ist gründlich zu durchmischen, und ihr ist eine weitere Teilprobe mit einer Masse von mindestens 12 g zu entnehmen, die soweit zu zerkleinern ist, dass sie rückstandsfrei durch ein 0,125-mm-Analysensieb hindurchgeht. Der Siebdurchgang ist als Analysenprobe zu verwenden.

ANMERKUNG Bevor mit der chemischen Analyse begonnen wird, sollte metallisches Eisen, das während des Zerkleinerungsvorgangs eingetragen wurde, mit einem Magneten entfernt werden.

Сигнальный экземпляр

8 Durchführung der Prüfung

8.1 Extraktion von wasserlöslichem Chlorid

(10 ± 0,005) g der Probe (auf < 0,125 mm zerkleinert) sind bei einer Temperatur von (20 ± 5) °C zu wägen und in eine Polyethylenflasche (5.10) zu füllen. Nach Zugabe von 100 ml kaltem destillierten oder entionisierten Wasser (6.10) ist die Flasche mit einem Schraubverschluss aus Polyethylen zu verschließen und mit Hilfe eines Rotationsschüttlers mit einer Drehzahl von etwa 60 min^{-1} für die Dauer von 60 min zu schütteln oder unter Verwendung eines Magnetrührers mit einem polyethylenbeschichteten Rührstab (5.11) zu durchmischen. Man lässt die Flasche mit ihrem Inhalt über Nacht abkühlen (mindestens 15 h und höchstens 24 h).

Die suspendierte Probe ist zu filtrieren, und das Filtrat ist in einem 250-ml-Becherglas aus Borosilicatglas (5.8) aufzufangen. Der Filterrückstand ist mit (25 ± 5) ml destilliertem oder entionisiertem Wasser (6.10) zu waschen. Das Filtrat ist mit 20 ml verdünnter Salpetersäure (1+2) (6.3) anzusäuern und bis zum Sieden zu erhitzen. Anschließend ist nach 8.2 weiter zu verfahren.

8.2 Durchführung

Der siedenden Lösung (nach 8.1) sind mit einer Pipette (5.6) 5 ml Silbernitratlösung (6.6) zuzugeben. Anschließend wird die Lösung für 1,5 min bis 2 min beim Siedepunkt gehalten und auf eine Temperatur unter 25 °C abgekühlt. Der Inhalt des Bechergläses ist in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben (5.7) umzufüllen, wobei destilliertes oder entionisiertes Wasser zum Ausspülen des Bechergläses zu verwenden ist.

Nach Zugabe von 5 Tropfen Indikatorlösung (6.9) und nach Titration (5.3) mit Ammoniumthiocyanatlösung (6.8) ist der Kolben solange kräftig zu schütteln, bis ein Tropfen dieser Lösung eine schwach rötlich braune Färbung erzeugt, die beim Schütteln nicht mehr verschwindet. Das Volumen V_1 der bei der Titration verbrauchten Ammoniumthiocyanatlösung ist aufzuzeichnen.

Der gleiche Vorgang ist mit einer Probe ohne Mörtel zu wiederholen, und das Volumen V_2 der bei der Blindtitration verbrauchten Ammoniumthiocyanatlösung ist aufzuzeichnen.

9 Berechnung und Darstellung der Ergebnisse

Die Massen sind in Gramm, auf 0,001 g gerundet, anzugeben. Die Volumina, die mit Hilfe von Büretten (5.3) gemessen werden, sind in ml, auf 0,05 ml gerundet, anzugeben.

Die Ergebnisse werden als prozentualer Chloridgehalt der Probe angegeben:

$$\%\mathrm{Cl} = (V_2 - V_1) \cdot f \cdot \frac{3{,}545}{10 \cdot m}$$

Der Molaritätsfaktor f ergibt sich aus:

$$f = \frac{\text{ml } AgNO_3 \text{ (0,10 mol/l)}}{\text{ml Ammoniumthiocyanat}}$$

ANMERKUNG m gibt die Standardmasse der Prüfprobe von (10 ± 0,005) g nach 8.1 an.

Das Ergebnis, das als Mittelwert aus zwei Bestimmungen erhalten wird, ist in Prozent anzugeben, im Allgemeinen auf zwei Dezimalstellen gerundet.

Сигнальный экземпляр

Wenn der Chloridgehalt des Mörtels 0,17 % der Probenmasse überschreitet, äußert sich dies in einer Rotfärbung bei Zugabe des ersten Tropfens Ammoniumthiocyanatlösung (6.8) nach 8.2. Dies bedeutet, dass die Menge an Silbernitratreagens für diesen relativ hohen Chloridgehalt nicht ausreicht und die Prüfung deshalb mit einer kleineren Prüfprobe zu wiederholen ist.

ANMERKUNG Bei Befolgung der Extraktion nach 8.1 darf der Chloridgehalt mit alternativen Verfahren (z. B. ionenspezifische Elektrode oder Röntgenfluoreszenzanalyse) bestimmt werden, vorausgesetzt, dass zwischen dem Verfahren und dem o. g. Verfahren eine Korrelation besteht.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die folgenden Angaben enthalten (falls zutreffend):

a) Nummer, Titel und Ausgabedatum dieser Europäischen Norm;

b) Ort, Datum und Zeitpunkt der Entnahme der Prüfproben[1)2)];

c) Verfahren zur Entnahme der Prüfproben (falls bekannt) und Name der Prüfstelle, die die Probenahme vorgenommen hat;

d) Art, Herkunft und Beschreibung des Mörtels unter Bezugnahme auf den entsprechenden Teil von prEN 998;

e) Prüfdatum;

f) angewandtes Prüfverfahren und Einzelheiten zu den Prüfkörpern, einschließlich Anzahl, Maße usw., falls zutreffend;

g) Herstellungsverfahren;

h) Datum und Zeitpunkt der Vorbereitung der Proben für die Prüfung;

i) Mittelwert des Chloridgehalts auf 0,01 % gerundet, angegeben als Masseanteil in Prozent der Mörtelmasse;

j) gegebenenfalls Bemerkungen.

---

1) Die aus der angelieferten Sammelprobe entnommene Probe, die für sämtliche Prüfungen nach prEN 1015 zu verwenden ist.

2) Diese Angabe ist dem Probenahmezertifikat (siehe EN 1015-2) zu entnehmen.

Сигнальный экземпляр

Приложение Д.А

(справочное)

Перевод европейского стандарта EN 1015-17:2000 +A1:2004 на русский язык

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытания по определению содержания водорастворимого хлорида в растворной смеси.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит датированные и недатированные ссылки на стандарты, положения других документов. Нормативные ссылки, перечисленные ниже, приведены в соответствующих местах в тексте. Для датированных ссылок последующие их изменения или пересмотр применяют в настоящем стандарте только при внесении в него изменений или пересмотре. Для недатированных ссылок применяют их последние издания (включая изменения).

EN 998-1 Требования к раствору для каменной кладки. Часть 1. Раствор штукатурный

EN 998-2 Требования к раствору для каменной кладки. Часть 2. Раствор кладочный

EN 1015-2 Методы испытания раствора для каменной кладки. Часть 2. Отбор проб раствора и изготовление испытываемых растворов

EN 1015-3 Методы испытания раствора для каменной кладки. Часть 3. Определение консистенции свежей растворной смеси (по осадке конуса)

ISO 384 Посуда стеклянная лабораторная. Принципы разработки и конструкция волюметрической посуды.

3 Сущность метода испытания

Из пробы раствора изготавливают водный экстракт, содержащий водорастворимый хлорид. Растворенный хлорид осаждают с применением известного объема стандартного раствора нитрата серебра. Содержащийся в отдельных случаях

Сигнальный экземпляр

сульфид окисляют в сульфат или разлагают, чтобы он не оказывал влияние на проведение определения. После кипячения осадок промывают разбавленной азотной кислотой и отставляют. Фильтрат и промывочные жидкости охлаждают до температуры ниже 25 ^{0}С. Затем проводят титрование излишнего нитрата серебра с применением стандартного раствора тиоционата аммония, используя в качестве индикатора соль Fe(III). Данным методом определяют общее содержание галогенов (кроме фторида) и результат содержания в пробе хлорида указывают в процентах.

4 Символы

V_1 Титр пробы раствора тиоционата аммония 0,1 М (мл);

V_2 Холостой титр раствора тиоционата аммония 0,1 М (мл);

m Масса испытываемой пробы;

f Фактор молярности, относительно раствора тиоционата аммония (обычно 0,10 моль/л).

5 Испытательное оборудование и приборы

5.1 Общие положения

Приборы из стекла для измерения объема должны иметь аналитическую точность, т.е. они должны соответствовать классу А или В согласно ISO 384.

5.2 Весы с диапазоном взвешивания 200 г и погрешностью 0,0001 г.

5.3 Бюретка емкостью 10 мл, с делением шкалы 0,1 мл

5.4 Эксикатор с безводным перхлоратом магния ($Mg((ClO_4)_2)$) или другим осушителем

5.5 Фильтровальная бумага, грубая (диаметр пор 20 мкм)

5.6 Пипетка на 5 млм

5.7 Колба Эрленмейера с пробкой

5.8 Стакан емкостью 250 мл из боросиликатного стекла

5.9 Сита с размером ячеек 10 и 0,125 мм

5.10 Полиэтиленовая бутылка с винтовой пробкой, емкостью 150 мл

Сигнальный экземпляр

5.11 Ротационное встряхивающее устройство с числом оборотов 60 в минуту или **магнитная мешалка** со стержнем полиэтиленовым покрытием

5.12 Мерная колба емкостью 1000 мл

5.13 Бутылка с широким горлом из боросиликатного стекла с герметичной пробкой, емкостью 500 мл.

6 Реактивы

6.1 Общие положения

Степень разбавления концентрированной азотной кислоты (6.2) указывают в виде суммарных объемных долей, например, разбавленная азотная кислота 1+2 (6.3) означает, что одна объемная доля концентрированной азотной кислоты смешивается с 2 объемными долями воды.

Применяемые реактивы должны быть аналитически чистыми.

Определение фактора *f* см. в 6.8.

6.2 Концентрированная азотная кислота (HNO_3), плотность при 20 ^{0}C: 1,40 – 1,42 кг/л

6.3 Разбавленная азотная кислота, 1+2

6.4 Разбавленная азотная кислота, 1+100

6.5 Нитрат серебра ($AgNO_3$), просушенный при температуре 150 ^{0}C и охлажденный в эксикаторе (5.4)

6.6 Раствор нитрата серебра 0,10 моль/л.

16,988 г нитрата серебра (6.5) растворяют в мерной колбе емкостью 1000 мл (5.12) водой (6.10) и колбу доливают водой до метки. Раствор хранят в коричневой бутылке защищенным от света.

6.7 Тиоцианат аммония ((NH_4SCN)

6.8 Раствор тиоцианата аммония, 0,1 моль/л

7,6 г тиоцианата аммония (6.7) растворяют в воде и доливают водой до объема 1000 мл.

Фактор *f* определяют титрованием раствора тиоцианата аммония (6.8) с применением известного объема стандартного раствора нитрата серебра (0,1 моль/л) (6.6), используя в качестве индикатора железо(III)аммониевого сульфата (6.9).

Сигнальный экземпляр

6.9 Раствор индикатора железо(III)аммониевого сульфата $(NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$

В 100 мл холодного насыщенного водного раствора железо(III)аммониевого сульфата добавляют 10 мл разбавленной азотной кислоты 1+2 (6.3).

6.10 Вода, с электропроводностью не более 2 мС/см.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Общие положения

Для этого испытания применяют раствор в объеме не менее 1,5 л или не менее 1,5-кратного количества, необходимого для проведения испытания, при этом определяющим является большее значение. Данное количество получают путем деления сборной пробы сухой растворной смеси при применении заводской растворной смеси или сборной пробы свежезамешенного раствора при применении всех других видов раствора (см. EN 1015-2), например, путем деления или смешивания исходных материалов с водой в лабораторных условиях. Из пробы свежей растворной смеси готовят две испытываемые пробы.

Заводскую растворную смесь и заводской раствор из воздушной извести и песка применяют в течение установленного времени на укладку. Раствор, приготовленный в лаборатории, за исключением замедленных растворов, применяют немедленно.

Для растворов, приготовленных в лаборатории, время перемешивания измеряют с момента добавления последнего исходного компонента.

7.2 Подготовка

7.2.1 Заводская сухая растворная смесь

При необходимости пробу измельчают таким образом, чтобы смесь без остатка проходила через контрольное сито 10 мм (5.9). Затем поступают согласно 7.3.

7.2.2 Свежая растворная смесь

Каждую пробу тщательно перемешивают и делят приблизительно на 250 г. Затем ее помещают в бутылку с широким горлом (5.13), которую герметично закрывают. Непосредственно перед началом испытания деленную пробу снова перемешивают шпателем и просушивают при температуре (105±5) ^{0}С до постоянной массы (при применении органических исходных компонентов, например, заполнителей из пенополистирола, пробу просушивают при температуре (60±5) ^{0}С). Постоянная

Сигнальный экземпляр

масса считается достигнутой, если результаты двух взвешиваний в течение сушки через 2 ч отличаются между собой не более чем на 0,2%. Просушенную пробу измельчают таким образом, чтобы она без остатка проходила через контрольное сито 10 мм (5.9). Затем поступают согласно 7.3.

7.3 Тонкое измельчение

Пробу делят до 50 г и сразу измельчают, чтобы она без остатка проходила через контрольное сито с размером ячеек 0,125 мм. Проход через сито является испытываемой пробой.

При отсутствии прибора для измельчения подготовку испытываемой пробы проводят следующим образом: остаток пробы измельчают таким образом, чтобы она полностью проходила через контрольное сито с размером ячеек 2,4 мм. Представительную частичную пробу массой не менее 30 г измельчают таким образом, чтобы она полностью проходила через контрольное сито с размером ячеек 0,500 мм. Измельченную частичную пробу тщательно перемешивают и из нее отбирают другую частичную пробу массой не менее 12 г, которую измельчают таким образом, чтобы она полностью проходила через контрольное сито с размером ячеек 0,125 мм. Проход через сито является испытываемой пробой.

Примечание – До начала химического анализа магнитом удаляют металлы, занесенные во время процесса измельчения.

8 Проведение испытания

8.1 Экстракция водорастворимого хлорида

(10±0,005) г пробы (измельченной до размера менее 0,125 мм) взвешивают при температуре (20±5) ^{0}C и помещают в полиэтиленовую бутылку (5.10). После добавления 100 мл холодной дистиллированной или деионизованной воды (6.10) бутылку закрывают винтовой пробкой из полиэтилена и с помощью ротационного встряхивающего устройства встряхивают при числе оборотов 60 мин$^{-1}$ в течение 60 мин или перемешивают магнитной мешалкой (5.11). Бутылку с содержимым оставляют на ночь охлаждаться (не менее 15 и не более 24 ч).

Пробу в состоянии суспензии отфильтровывают и фильтрат хранят в стакане из боросиликатного стекла емкостью 250 мл (5.8). Остаток на фильтре промывают с применением (25±5) мл дистиллированной или деионизованной воды (6.10). В фильтрат добавляют 20 мл разбавленной азотной кислоты (1+2) (6.3) и нагревают до кипения. Затем поступают согласно 8.2.

Сигнальный экземпляр

8.2 Проведение

В кипящий раствор (согласно 8.1) пипеткой (5.6) добавляют 5 мл раствора нитрата серебра (6.6). После этого раствор в течение 1,5 – 2 мин поддерживают при точке кипения и охлаждают до температуры ниже 25 ^{0}С. Содержимое стакана переливают в колбу Эрленмейера (5.7), применяя для промывания стакана дистиллированную или деионизованную воду.

После добавления 5 капель индикаторного раствора (6.9) и титрования согласно (5.3) в присутствии раствора тиоцианата аммония (6.8) колбу сильно встряхивают до тех пор, пока капля этого раствора не приобретет слабую красно-коричневую окраску, не исчезающую при дальнейшем встряхивании. Объем V_1 раствора тиоцианата аммония, израсходованного при титровании, регистрируют.

Такую же процедуру повторяют с пробой без раствора и регистрируют объем V_2 раствора тиоцианата аммония, израсходованного при холостом титровании.

9 Расчет и графическое представление результатов

Массы указывают в граммах с округлением до 0,001 г. Объемы, измеряемые бюретками (5.3), указывают в мл с округлением до 0,05 мл.

Результаты указывают в процентном содержании хлорида в пробе:

$$\%Cl = (V_2 - V_1) \cdot f \cdot \frac{3{,}545}{10 \cdot m}$$

Фактор молярности *f* получают следующим образом:

$$f = \frac{мл \cdots AgNO_3 (0{,}10\ моль/л)}{мл\ тиоцианат\ аммония}$$

Примечание – Масса m означает стандартную массу испытываемой пробы (10±0,005) г согласно 8.1.

Результат, получаемый в виде среднего значения из двух определений, указывают в процентах, с округлением, как правило, до двух десятичных знаков.

Если содержание хлорида в растворе превышает 0,17% массы пробы, то это выражается в красной окраске при добавлении первой капли раствора тиоцианата аммония (6.8) согласно 8.2. Это означает, что количество нитрата серебра для такого достаточно высокого содержания хлорида не достаточно, и испытание поэтому повторяют с применением уменьшенной испытываемой пробы.

Сигнальный экземпляр

Примечание – При проведении экстракции согласно 8.1 содержание хлорида допускается определять альтернативным методом (например, с применением ионных электродов или рентгено-флуоресцентного анализа) при условии наличия зависимости между альтернативным и вышеуказанным методами.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

a) номер, заглавие и дату издания настоящего Европейского стандарта;

b) место, дата и время отбора испытываемых проб [1) 2)];

c) метод отбора испытываемых проб (если известно) и наименование испытательной лаборатории, осуществлявшей отбор;

d) вид, происхождение и описание раствора со ссылкой на соответствующую часть EN 998;

e) дата испытания;

f) применяемые методы испытаний и подробные сведения об испытываемых образцах, включая указание количества, размеров и т.д;

g) метод изготовления;

h) дата и время подготовки проб для испытания;

i) среднее значение содержания хлорида с округлением до 0,01 % с указанием в процентах по массе раствора;

j) при необходимости примечания.

[1)] Пробу, отобранную из поставляемой сборной пробы, применяют для всех испытаний согласно prEN 1015.

[2)] Данные сведения содержатся в сертификате по отбору проб (см. EN 1015-2).