



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۸۰۷-۸

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

18807-8

1st.Edition

2015

روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۸:
گرمای هیدراته شدن - روش انحلال

**Methods of testing cement -Part 8: Heat
of hydration - Solution method**

ICS: 91.100.10

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز واسنجی (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی نامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، واسنجی (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گران بها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۸: گرمای هیدراته شدن - روش انحلال»

رئیس:

تدین، محسن
(دکترای مهندسی عمران)

سمت و / یا نمایندگی

انجمن بتن ایران

دبیر:

رحمتی، علیرضا
(کارشناس ارشد مهندسی عمران)

مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و
آزمایشگاهی پاکدشت بتن

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد، سلیم
(کارشناس ارشد مهندس شیمی)

شرکت سیمان هرمزگان

اسگرو، آرزو
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت سیمان سامان غرب

ایزد پناه، عبدالرحیم
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

شرکت سیمان تهران

بیژنی، کورش
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت سیمان هرمزگان

پیرهادی ده‌علیخانی، بهمن
(کارشناس ارشد شیمی)

مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و
آزمایشگاهی پاکدشت بتن

جلالی، محمد
(کارشناس شیمی)

شرکت مهندسی و تحقیقات غدیر

جهانگیریان، مهدی
(کارشناس مدیریت)

شرکت سیمان هگمتان

شرکت بتن البرز	حسینی مقدم، علیرضا (کارشناس ارشد مهندسی معدن)
شرکت سیمان سپاهان	خانی، هوشنگ (کارشناس ارشد مهندسی شیمی)
شرکت سیمان شرق	رحمانی، مزدک (کارشناس مهندسی مواد - سرامیک)
شرکت سیمان هرمزگان	زارعی، حسن (کارشناس شیمی)
انجمن صنفی کارفرمایان سیمان	سازور، رسول (کارشناس شیمی)
پژوهشگاه استاندارد	سامانیان، حمید (کارشناس ارشد مهندسی مواد - سرامیک)
شرکت پاک بتن ری	سخنور، فرهاد (کارشناس مهندسی معدن)
مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و آزمایشگاهی پاکدشت بتن	سلامی، الهام (کارشناس ارشد مهندسی صنایع)
شرکت مهندسی و تحقیقات غدیر	شایسته نام، محمد (کارشناس ارشد شیمی)
عضو هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی	شرقی، عبدالعلی (دکترای مهندسی عمران)
سازمان ملی استاندارد ایران	عباسی رزگله، محمد حسین (کارشناس مهندسی مواد - سرامیک)
شرکت سیمان داراب	عفیف، شیرین (کارشناس شیمی)

شرکت سیمان بجنورد	عقیقی، ناصر (کارشناس مهندسی شیمی)
شرکت سیمان دشتستان	قاسمی، جواد (کارشناس صنایع شیمیایی)
شرکت سیمان هرمزگان	گل بهاری، محمود (کارشناس مهندسی شیمی)
شرکت سیمان بجنورد	لطفی، مجید (کارشناس ارشد مهندسی شیمی)
سازمان ملی استاندارد ایران	مجتبوی، سید علیرضا (کارشناس مهندسی مواد-سرامیک)
شرکت سیمان کردستان	محمدی مقدم، ابراهیم (کارشناس ارشد مهندسی مواد)
شرکت سیمان آبیک	محمودی، سعید (کارشناس مهندسی معدن)
مجتمع تولیدی، تحقیقاتی و آزمایشگاهی پاکدشت بتن	ملک‌شاهی، ایمان (کارشناس مهندسی عمران)
شرکت سیمان اردستان	موسوی، سید حسن (کارشناس ارشد سیستم بهره‌وری)
شرکت سیمان غرب	نجفی، مسعود (کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول
۲	۴ مواد
۳	۵ وسایل
۶	۶ واسنجی گرماسنج
۸	۷ تعیین گرمای انحلال
۱۲	۸ گرمای هیدراته شدن

پیش‌گفتار

استاندارد «روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۸: گرمای هیدراته شدن - روش انحلال» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در پانصد و شصت و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان و مصالح و فرآورده‌های ساختمانی مورخ ۱۳۹۳/۱۱/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

EN 196-8: 2010, Methods of testing cement - Part 7: Heat of hydration - Solution method

مقدمه

این استاندارد یکی از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۸۸۰۷ است.

روش‌های آزمون سیمان - قسمت ۸: گرمای هیدراته شدن - روش انحلال

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین گرمای هیدراته شدن سیمان ناشی از حل شدن آن که با استفاده از گرماسنجی (کالری‌متری)^۱ محلول اندازه‌گیری می‌شود، است. گرمای هیدراته شدن برحسب ژول بر گرم سیمان بیان می‌شود.

۱-۲ این استاندارد برای سیمان‌ها و چسباننده‌های هیدرولیکی با هر ترکیب شیمیایی، کاربرد دارد.

یادآوری ۱- روش دیگر که روش نیمه دررو^۲ نامیده می‌شود، در استاندارد ملی ایران به شماره ۹-۱۸۸۰۷ توضیح داده شده است. هر روش را می‌توان به طور مستقل به کار برد.

یادآوری ۲- ثابت شده است که بهترین ارتباط و هم‌بستگی بین دو روش انحلال و نیمه دررو زمانی حاصل می‌شود که روش انحلال در ۷ روز با روش نیمه دررو در ۴۱ ساعت مقایسه شود.

هشدار- این استاندارد تمام موارد ایمنی مربوط به کاربرد این روش را بیان نمی‌کند. بنابراین وظیفه کاربر این استاندارد است که موارد ایمنی و اصول بهداشتی را رعایت کرده، قبل از استفاده محدودیت‌های اجرایی آن را مشخص کند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱-۱۷۵۱۸: سال ۱۳۹۳، سیمان-قسمت ۱: ویژگی‌ها

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۹-۱۸۸۰۷، سیمان - روش‌های آزمون - قسمت ۸: گرمای هیدراته شدن - روش نیمه دررو

۳ اصول

روش شامل اندازه‌گیری گرمای هیدراته شدن محلول در یک مخلوط اسیدی از سیمان بدون آب^۳ و سیمان هیدراته در شرایط استاندارد، برای یک دوره زمانی از پیش تعیین شده (مثلاً ۷ روز) می‌باشد.

1- Calorimetry
2- Semi-adiabatic
3- Anhydrous cement

شرایط استاندارد هیدراته شدن به شرح زیر می باشد:

- نسبت آب به سیمان برابر ۰/۴۰؛

- استفاده از خمیر دوغاب سیمان؛

- نگهداری در دمای ثابت (20 ± 0.2) درجه سلسیوس در تمام فرآیند هیدراته شدن.

گرمای هیدراته شدن برای هر دوره، H_i ، از اختلاف گرمای محلول سیمان بدون آب، Q_a ، و گرمای محلول سیمان هیدراته، Q_i ، به دست می آید.

۴ مواد

۴-۱ مخلوط اسیدی

مخلوط اسیدی با کیفیت تجزیه‌ای^۱، که با اضافه کردن ۲۷۶۰ گرم از هیدرو فلئوریک اسید ۴۰ درصد (HF) به ازای هر ۱۰۰/۰ گرم از محلول (1 ± 0.1) مول بر لیتر نیتریک اسید (HNO_3) یا ۲/۶ میلی لیتر هیدروفلئوریک اسید به ازای هر ۱۰۰/۰ میلی لیتر نیتریک اسید به دست می آید.

هشدار- هیدرو فلئوریک اسید می تواند باعث سوختگی‌های دردناک پوست شده که به سختی بهبود می یابد. هنگام کار با این اسید خورنده خیلی احتیاط کنید.

مقدار اسیدی که استفاده می شود (جرم یا حجم) و برای همه آزمون‌ها، باید با دقت ± 0.2 درصد اندازه گیری شود.

۴-۲ روی اکسید (ZnO)

از اکسید روی با کیفیت تجزیه‌ای برای تعیین ظرفیت گرمایی گرماسنج استفاده کنید. مقدار ۴۰ گرم تا ۵۰ گرم از اکسید روی را وزن کنید و به مدت یک ساعت در دمای (25 ± 95) درجه سلسیوس قرار دهید. سپس آن را در یک خشکانه^۲ سرد نموده و پودر کنید تا از الک با مش ۱۲۵ میکرومتر عبور کند. و آن را در یک خشکانه نگه-دارید.

۴-۳ سیمان بدون آب

سیمان بدون آب که آهن فلزی آن با استفاده از یک آهن ربا جدا شده است را به منظور جلوگیری از جذب آب یا کربن دی اکسید در یک ظرف هوابندی شده، نگهداری کنید. آزمون را در دمای محیط قبل از استفاده به دقت همگن سازی کنید.

1- Analytical quality
2-Desiccator

۴-۴ سیمان هیدراته (آب‌دار)^۱

آزمونه سیمان هیدراته با مخلوط کردن (100 ± 0.1) گرم سیمان بدون آب با (40 ± 0.1) گرم آب مقطر یا یون زدایی شده به مدت ۳ دقیقه در دمای محیط (توسط دست یا ماشین) به دست می‌آید. خمیر حاصله را در لوله‌های استوانه‌ای^۲ پلاستیکی یا شیشه‌ای به‌نحوی که هر استوانه شامل ۱۵ گرم تا ۲۰ گرم از مواد باشد بریزید (برای هر زمان هیدراته شدن سه عدد). لوله‌ها را با یک درپوش ببندید و در صورت لزوم از واکس پارافین یا مواد مشابه استفاده کنید و لوله‌ها را به صورت افقی در یک حمام با قابلیت کنترل دما (ترموستاتیکی)^۳ با دمای (20 ± 0.2) درجه سلسیوس قرار دهید.

۵ وسایل

۱-۵ گرماسنج (کالری‌متر)

یادآوری- این روش در مورد استاندارد بودن دستگاه‌های گرماسنجی یا وسایل اندازه‌گیری بحث نمی‌کند. ظروف شیشه‌ای عایق با حجم ۶۵۰ میلی‌لیتری، براساس تجربه مناسب هستند.

یک گرماسنج مناسب (شکل ۱ را ببینید) باید شامل موارد زیر باشد:

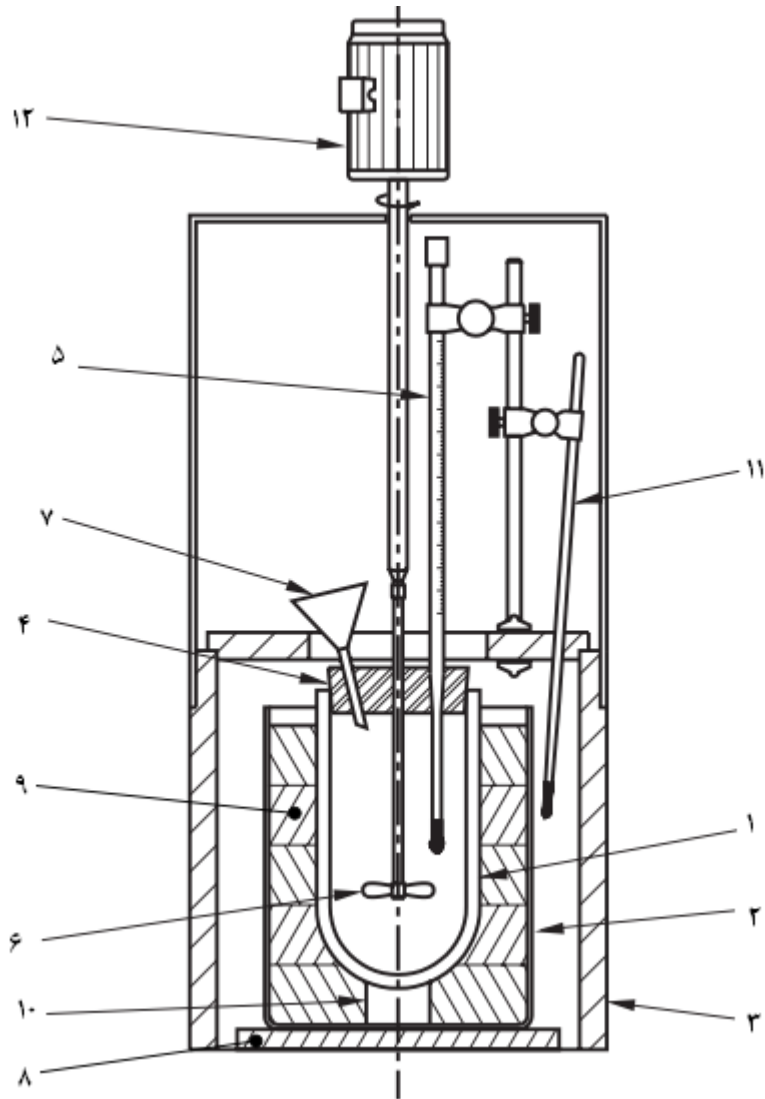
الف- مخزن انحلال، که شامل یک ظرف شیشه‌ای^۴ عایق (نظیر ظرف شیشه‌ای دوار^۵) که در یک ظرف عایق گرما که داخل جعبه از مواد عایق (مثل چوب و پلاستیک) ساخته شده، نصب می‌شود یا در یک حمام که تا ± 0.2 درجه سلسیوس قابلیت تنظیم دارد، شناور است و یک درپوش عایق (ساخته شده از پلاستیک یا چوب پنبه) که در میان آن سوراخ‌هایی برای تعبیه دما سنج، همزن و یک کیف که برای وارد کردن نمونه استفاده می‌شود، تعبیه شده است. عایق‌بندی گرماسنج باید به شیوه‌ای باشد که برای هر درجه کلون بالاتر از دمای محیط ضریب اتلاف گرما (که مطابق بند ۶-۳ تعیین می‌شود)، کم‌تر از 0.06 کلون در ۱۵ دقیقه باشد. سطح داخلی فلاسک که قسمتی از دماسنج در آن شناور است و پایین‌تر از سطح درپوش است باید در برابر مخلوط اسیدی مقاوم باشد.

ب- دماسنج، که می‌تواند یک دماسنج بکمن^۶ با درجه بندی (۵ تا ۶) درجه سلسیوس با تقسیم‌بندی 0.1 درجه یا دستگاه‌های سنجش دیگر با دقت برابر یا بیش‌تر مثل، دماسنج مقاومتی پلاتینی باشد. دماسنج به نحوی که انتهای آن حداقل ۴ سانتی‌متر پایین‌تر از سطح مایع باشد، قرار می‌گیرد. خواندن دما را با دقت 0.02 درجه سلسیوس بیان کنید. صفر دماسنج بکمن را به شیوه‌ای تنظیم کنید که بالاترین حد تقریبی دمای محیط یا دمای حمام آب باشد. دماسنج را در یک حمام با قابلیت تنظیم دما، برابر یک دماسنج که به صورت 0.1 درجه سلسیوس تقسیم بندی شده، واسنجی کنید.

2- Hydrated
1- vials
2- Thermostatic bath
3- Flask
4- Dewar
5- Beckmann

پ- قیف، جنس آن باید از پلاستیک مقاوم در برابر ترکیبات اسیدی باشد. نمونه از داخل قیف وارد ظرف شیشه‌ای می‌شود که (۵ تا ۶) میلی‌متر پایین‌تر از درپوش بوده و در طول آزمون هوابندی می‌شود.

ت- همزن، از مواد پلاستیکی مقاوم در برابر ترکیبات اسیدی به صورتی تعیین می‌شود که تیغه‌ها تا حد ممکن به ته ظرف شیشه‌ای نزدیک باشد و با یک موتور با سرعت (450 ± 50) دور در دقیقه می‌چرخد. موتور باید دارای پایین‌ترین توان ممکن باشد تا از هرگونه گرمای اضافی موثر بر اندازه‌گیری جلوگیری شود.



راهنما:

- ۱ ظرف شیشه‌ای
- ۲ ظرف
- ۳ جعبه
- ۴ درپوش
- ۵ دماسنج
- ۶ همزن

- ۷ قیف
- ۸ نگه‌دارنده
- ۹ مواد عایق
- ۱۰ نگه‌دارنده ظرف شیشه‌ای
- ۱۱ دماسنج محیطی
- ۱۲ موتور همزن

شکل ۱- نمونه‌ای از تجهیزات گرماسنجی حرارتی انحلال

۲-۵ حمام با قابلیت تنظیم دما (ترمواستاتیک)، مانند حمام آب به منظور نگهداری نمونه‌های هیدراته در دمای (20 ± 0.2) درجه سلسیوس.

۳-۵ هاون یا آسیاب برقی، برای خرد کردن سیمان هیدراته شده.

۴-۵ لوله‌های استوانه‌ای پلاستیکی یا شیشه‌ای، با ظرفیت تقریباً ۲۰ میلی‌لیتر برای نگهداری خمیر هیدراته شده.

۵-۵ الک، با اندازه مش ۱۲۵ میکرومتر.

۶-۵ الک، با اندازه مش ۶۰۰ میکرومتر.

۷-۵ زمان سنج، برحسب ثانیه برای اندازه‌گیری زمان خواندن دما.

۸-۵ دو عدد بوته پلاتینی، با گنجایش تقریباً ۲۰ میلی‌لیتر به منظور گرم کردن نمونه‌ها

۹-۵ کوره الکتریکی، دارای تهویه با قابلیت تامین دمای (950 ± 25) درجه سلسیوس.

۱۰-۵ ترازو آنالیتیکی، با قابلیت توزین با دقت $0.0001 \pm$ گرم.

۱۱-۵ ترازو با ظرفیت ۲ کیلوگرم و قابلیت توزین و دقت $0.2 \pm$ گرم.

۶ واسنجی گرماسنج

۶-۱ اصول

واسنجی گرماسنج به منظور تعیین ظرفیت گرمایی و ضریب اتلاف گرمایی، انجام می‌شود. این دو مشخصه با انحلال اکسید روی گرم شده $(2-4)$ در ترکیب اسیدی $(1-4)$ و اندازه‌گیری دمای گرماسنج در بازه‌های زمانی ثابت تعیین می‌شوند. دمای مخلوط اسیدی باید به‌صورتی تنظیم شود که پس از انجام واکنش، دمای گرماسنج 0.5 درجه سلسیوس پایین‌تر از دمای محیط باشد. هر جا حمام آب استفاده می‌شود، دمای حمام برای گرماسنج باید برابر دمای محیط لحاظ شود.

۶-۲ روش واسنجی

مقداری از مخلوط اسیدی $(1-4)$ بر حسب جرم یا حجم با دقت $0.2 \pm$ درصد اندازه بگیرید. به طریقی که سطح مایع دو سانتی‌متر پایین‌تر از درپوش باشد. مخلوط اسیدی را در فلاسک بریزید. درست قبل از اندازه‌گیری ظرفیت گرمایی، اکسید روی را حداکثر به مدت ۵ دقیقه در کوره تا دمای (950 ± 50) درجه سلسیوس حرارت داده و آن را در یک خشکانه تا دمای اتاق سرد کنید. مقدار اکسید روی استفاده شده با دقت $0.0001 \pm$ گرم و بر اساس رابطه (۱) محاسبه می‌شود:

$$(1) \quad \frac{\text{جرم مخلوط اسیدی}}{\text{جرم اکسید روی}} = 60 \pm 1$$

آزمون را به ترتیب زیر ادامه دهید:

الف- دوره مقدماتی

مخلوط اسیدی را به مدت ۴۰ تا ۵۰ دقیقه بهم بزیند.

ب- قبل از دوره

زمانی که سرعت افزایش دما ثابت ماند، زمانی را با استفاده از زمان سنج (۷-۵) ثبت کرده و مقدار دمای اولیه (\bar{T}_{-15}) را یادداشت کنید.

پ- بعد از ۱۵ دقیقه دما را ثبت کنید (T_0) ، سپس سریعاً نمونه اکسید روی را به مخلوط اسیدی اضافه کنید. بیش از ۱ دقیقه این کار طول نکشد.

ت- دوره انحلال

ترکیب را به مدت ۳۰ دقیقه بهم زیند. پس از این که انحلال کامل شد دما را ثبت کنید (\bar{T}_{30}) . دمای محیط T_a را ثبت کنید. اگر اختلاف بین دمای T_a و \bar{T}_{30} کمتر از ۰٫۵ درجه سلسیوس باشد، آزمون را مجدداً تکرار کنید.

ث- دوره نهایی

دمای نهایی را بعد از ۱۵ دقیقه ثبت کنید \bar{T}_{45} .

به منظور کاهش خطای خواندن دما، دماهای \bar{T}_{-15} ، \bar{T}_{30} ، \bar{T}_{45} را به عنوان میانگین پنج دمای خوانده شده و در بازه‌های یک دقیقه‌ای به نحوی که خواندن پنجم دو دقیقه بیش‌تر از خواندن مورد نظر (T_i) نباشد، ثبت می‌شود. (به عنوان نمونه $T_{i-2}, T_{i-1}, T_i, T_{i+1}, T_{i+2}$). دمای T_0 را با برون یابی بین نقاط T_{-4} تا T_{-1} به همراه دمای مربوط به آن‌ها تعیین می‌گردد. اگر مقدار برون یابی شده T_0 با مقدار خوانده شده آن بیش از ۰٫۰۰۲ درجه سلسیوس اختلاف داشته باشد، مقدار برون یابی شده T_0 را به جای مقدار خوانده شده آن قرار دهید. در صورتی که پس از باز کردن گرما سنج، بیش از مقدار ناچیز اکسید روی به قسمت فوقانی کیف و یا درپوش چسبیده باشد، باید واسنجی مجدداً تکرار گردد.

یادآوری- خواندن دما به طور موثر ۱۷ دقیقه قبل از ورود نمونه اکسید روی شروع می‌شود و آخرین خواندن دما ۴۷ دقیقه بعد از ورود اتفاق می‌افتد. کل زمان واسنجی ۶۴ دقیقه می‌باشد.

۳-۶ محاسبه شاخص‌های واسنجی

۱-۳-۶ افزایش تصحیح شده دما ΔT_C

افزایش تصحیح شده دما برحسب کلونین از رابطه (۲) محاسبه کنید.

$$\Delta T_C = (\bar{T}_{30} - \bar{T}_0) - 2(\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30}) \quad (2)$$

که در این جا \bar{T}_{45} و \bar{T}_{30} میانگین پنج مقدار اندازه‌گیری شده در فواصل زمانی یک دقیقه‌ای می‌باشد.

۶-۳-۲ ضریب اتلاف گرما، K

ضریب اتلاف گرما را برحسب کلوین در ۱۵ دقیقه بر اختلاف دما برحسب کلوین، از رابطه (۳) محاسبه کنید.

$$K = \frac{(\bar{T}_0 - \bar{T}_{-15}) - (\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30})}{(T_{30} - \bar{T}_0)} \quad (3)$$

۶-۳-۳ ظرفیت گرمایی، C

ظرفیت گرمایی را برحسب ژول بر کلوین از رابطه (۴) محاسبه کنید.

$$C = \frac{P}{\Delta T_C} [1077.43 + 0.364(30 - T_f)] + 0.5(T_a - T_f) \quad (4)$$

که در آن:

P جرم اکسید روی برحسب گرم؛

T_f دما در انتهای فرآیند انحلال برحسب درجه سلسیوس است ($\bar{T}_{30} +$ مقدار دما برحسب درجه سلسیوس مطابق با صفر دماسنج بکمن)؛

T_a دما اکسید روی هنگامی که وارد گرماسنج می شود برحسب درجه سلسیوس (یعنی دمای محیط)؛

۱۰۷۷٫۴۳ گرمای انحلال اکسید روی در دمای ۳۰ درجه سلسیوس برحسب ژول بر گرم؛

۰٫۳۶۴ - ضریب دمایی گرمای انحلال اکسید روی بر حسب ژول بر گرم بر کلوین؛

۰٫۵ گرمای ویژه اکسید روی برحسب ژول بر گرم کلوین.

ظرفیت گرمایی C تا دو رقم اعشار و ضریب اتلاف گرما تا ۴ رقم اعشار از میانگین ۵ مقدار واسنجی گرماسنج محاسبه و بیان کنید. اگر K کم تر از ۰٫۰۶ کلوین بر اختلاف دما برحسب کلوین در ۱۵ دقیقه نباشد، در این صورت گرماسنج مطابق با الزامات نمی باشد (زیر بند الف بند ۵-۱ را ببینید).

یادآوری - در موارد زیر، واسنجی باید مجدداً انجام گیرد:

- اگر دماسنج مجدداً واسنجی شده باشد؛
- اگر دماسنج یا همزن یا فلاسک نو شده باشند؛
- اگر کاربر تشخیص بر واسنجی مجدد داشته باشد.

۷ تعیین گرمای انحلال

۷-۱ گرمای انحلال سیمان بدون آب

۷-۱-۱ روش انجام آزمون

۷-۱-۱-۱ کلیات

از مخلوط اسیدی مشابه همان ترکیب، مقدار و دمای اولیه که برای واسنجی گرماسنج به کار رفته، استفاده کنید (بند ۶-۲ را ببینید). مقدار نمونه که با دقت ± 0.001 گرم وزن می‌شود مقداری است که در شرایط رابطه (۵) صدق می‌کند.

$$\frac{\text{جرم مخلوط اسیدی}}{\text{جرم سیمان بدون آب}} = 140 \pm 2 \quad (5)$$

پس از هم‌زدن ابتدایی مخلوط اسیدی (زیر بند الف، بند ۶-۲ را ببینید)، مراحل ارائه شده در بند ۷-۱-۱-۲ که برای تمام سیمان‌ها و چسباننده‌های هیدرولیکی می‌باشد و یا بند ۷-۱-۱-۳ که برای سیمان‌های پرتلند می‌باشد را انجام دهید.

۷-۱-۱-۲ شیوه کاربردی برای تمام سیمان‌ها و چسباننده‌های هیدرولیکی

دما راثبت کنید T_{15} و زمان سنج را فعال کنید. پس از ۱۵ دقیقه دما راثبت کنید T_0 و بلافاصله نمونه را حداکثر تا دقیقه وارد کنید. ۳۰ دقیقه پس از زمان انحلال دما T_{30} را ثبت کنید. به‌منظور اجتناب از خواندن نادرست، شیوه خواندن دما که در بند ۶-۲ برای نمونه‌های بدون آب ارائه شده، دنبال کنید.

۷-۱-۱-۳ سیمان پرتلند

دما راثبت کنید T_0 و زمان سنج را فعال کنید و بلافاصله نمونه را در زمانی که بیش از یک دقیقه نیست وارد کنید. پس از گذشت ۳۰ دقیقه دما T_{30} را ثبت کنید، پس از گذشت زمانی بیش از ۱۵ دقیقه دما T_{45} را ثبت کنید. به‌منظور اجتناب از خواندن نادرست، شیوه خواندن دما که در بند ۶-۲ برای نمونه‌های بدون آب ارائه شده، دنبال کنید.

۷-۱-۲ محاسبات

۷-۱-۲-۱ افزایش تصحیح شده دما

بر اساس دماهای خوانده شده مطابق بندهای ۷-۱-۱-۲ یا ۷-۱-۱-۳، ΔT_C را از روابط (۶) یا (۷) محاسبه کنید.

الف- همه سیمان‌ها و چسباننده‌های هیدرولیکی

$$\Delta T_C = (\bar{T}_{30} - T_0) - 2[(T_0 - \bar{T}_{15}) - K(\bar{T}_{30} - T_0)] \quad (6)$$

که در آن:

K ضریب ثابت اتلاف گرما برحسب کلوین در ۱۵ دقیقه بر اختلاف دما برحسب کلوین.

ب- سیمان‌های پرتلند

$$\Delta T_C = (\bar{T}_{30} - T_0) - 2[(\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30})] \quad (7)$$

۷-۱-۲-۲ گرمای انحلال

گرمای انحلال سیمان بدون آب \bar{Q}_a را برحسب ژول بر گرم را از رابطه ۸ محاسبه کنید.

$$\bar{Q}_a = \frac{C\Delta T_C}{P} + 0.8(T_f - T_a) + 0.8(T_f - 20) \quad (8)$$

که در آن:

ΔT_C افزایش تصحیح شده دما برحسب کلوین؛

C ظرفیت گرمایی گرماسنج برحسب ژول بر کلوین؛

P جرم سیمان بدون آب برحسب گرم؛

T_f دما در انتهای فرآیند انحلال سیمان بدون آب برحسب درجه سلسیوس؛

T_a دمای سیمان بدون آب (یعنی دمای محیط) هنگام ورود به گرماسنج بر حسب درجه سلسیوس؛

۰/۸ گرمای ویژه سیمان بدون آب بر حسب ژول بر گرم کلوین؛

۰/۸ - ضریب دمایی گرمای انحلال سیمان بدون آب برحسب ژول بر گرم بر کلوین.

یادآوری - آخرین قسمت رابطه (۸) به منظور تصحیح هرگونه انحراف گرمای انحلال از دمای مرجع یعنی ۲۰ درجه سلسیوس وارد شده است.

۷-۱-۳ بیان نتایج

گرمای انحلال سیمان بدون آب \bar{Q}_a را به عنوان میانگین دو مقدار اندازه‌گیری شده تا یک رقم اعشار بیان کنید. اگر اختلاف بین دو مقدار بزرگ‌تر از ۱۴ ژول بر گرم باشد، آزمون سوم را انجام دهید. هر نتیجه‌ای که اختلاف آن با میانگین این سه مقدار بیش از ± 7 ژول بر گرم باشد را رد کنید. اگر یکی از نتایج مردود شد، میانگین را با دو مقدار باقی مانده محاسبه کنید.

یادآوری - انحراف استاندارد تکرار پذیری برای اندازه‌گیری گرمای انحلال سیمان‌های بدون آب، ۵ ژول بر گرم می‌باشد. بنابراین نتایج دو آزمون که توسط یک کاربر روی نمونه‌های مشابه سیمان انجام گرفته نباید بیش از ۱۴ ژول بر گرم با هم اختلاف داشته باشند.

۷-۲ گرمای انحلال سیمان هیدراته

۷-۲-۱ روش انجام آزمون

نمونه سیمان هیدراته (۴-۴) را از لوله شیشه‌ای خارج نموده و بلافاصله آن را به‌گونه‌ای که از الک با مش ۶۰۰ میکرومتر عبور کند، خرد کنید (۵-۶). هنگامی که خرد کردن را با یک خرد کن سریع انجام می‌دهید این

عملیات باید (45 ± 15) ثانیه طول بکشد. به منظور کاهش تماس با هوا و اجتناب از جذب کربن دی اکسید، مراحل فوق در طول کم‌تر از ۱۵ دقیقه، انجام شود. این فرآیند می‌تواند به‌طور متناوب در اتمسفر نیتروژن در جعبه‌های هوا بند دستکش‌دار^۱ انجام گیرد.

نمونه را در یک ظرف در بسته قرار داده و با تکان دادن مکانیکی یا دستی همگن سازی کنید. سه نمونه از لوله-های مشابه مورد نیاز برای تعیین گرماسنجی و اصلاح آب پیوندی، سریعاً برای جلوگیری از دست دادن آب یا جذب کربن دی اکسید توزین کنید. مقدار نمونه هیدراته مورد استفاده برای تعیین حرارت محلول، ۴۰ درصد بیش از مقدار مورد استفاده برای آزمون نمونه بدون آب می‌باشد. نمونه هیدراته را با دقت ± 0.001 گرم توزین کنید. گرماسنجی را نظیر سیمان بدون آب انجام دهید (بند ۷-۱-۱ را ببینید).

تعیین گرمای انحلال را در بازه های زمانی زیر، که مطابق با سن هیدراته شدن می‌باشد، شروع کنید.
الف - ± 30 دقیقه برای سن هیدراته شدن کم‌تر از ۳۰ روز.

یادآوری - ضروری است در مورد زمان ناهماهنگ، هنگام استفاده از یک گرماسنج، نمونه هیدراته سیمان از دو مخلوط جداگانه در زمان‌های مختلف ساخته شده باشد.

ب - ± 1 ساعت برای سن هیدراته شدن بزرگ‌تر یا مساوی سه روز و کم‌تر از ۷ روز.

ج - ± 2 ساعت برای سن هیدراته شدن بزرگ‌تر یا مساوی ۷ روز.

۷-۲-۲ اصلاح آب پیوندی

جرم نمونه هیدراته را با تعیین آب پیوندی آن از طریق گرمای نمونه مشابه بدون آب و مقایسه با نمونه هیدراته شده به همان روشی که در گرماسنجی استفاده شده، تصحیح کنید. دو نمونه ۲ گرمی با دقت ± 0.001 گرم وزن کرده و به مدت یک ساعت در دمای (95.0 ± 2.5) درجه سلسیوس داخل بوتله پلاتینی قرار دهید سپس آن را در دسیکاتور تا دمای محیط سرد نموده و فوراً آن را وزن نمایید.

ماکزیمم انحراف بین دو مقدار تعیین شده درصد جرمی برای سیمان‌های بدون آب m_a یا سیمان‌های هیدراته m_b که هنگام اشتعال تغییر می‌کند نباید بیش از ۰٫۱ درصد باشد.

یادآوری ۱- ممکن است برای تعیین آن، از روش‌های جایگزین ابزاری مانند ترموگراویمتری یا تجزیه‌گر اتوماتیک آب و دی اکسید کربن استفاده شود.

یادآوری ۲- تصحیح آب پیوندی می‌تواند از طریق تعیین میزان اکسید کلسیم (Cao) با تجزیه شیمیایی و یا تجزیه اشعه ایکس به جای استفاده از روش حرارتی انجام شود. تعیین میزان اکسید کلسیم موجود باید با دقت زیاد انجام گیرد چرا که خطا در تعیین میزان اکسید کلسیم با فاکتور دو برابر نسبت به تغییرات جرم در روش حرارتی اثر گذار است.

یادآوری ۳- اگر سیمان شامل ترکیب‌های اکسید شدنی باشد، اندازه‌گیری تصحیح آب پیوندی توسط مقدار اکسید کلسیم باید استفاده شود.

۷-۲-۳ محاسبات

۷-۲-۳-۱ افزایش دما تصحیح، ΔT_c ، را از رابطه‌های (۶) و (۷) برای سیمان‌های هیدراته محاسبه کنید.
 ۷-۲-۳-۲ گرمای انحلال \bar{Q}_i را برحسب ژول بر گرم برای سیمان‌های هیدراته از رابطه (۹) محاسبه کنید.

$$\bar{Q}_i = \frac{C\Delta T_c}{P.F} + 1.7(T_f - T_a) + 1.3(T_f - 20) \quad (9)$$

که در آن:

P جرم سیمان هیدراته برحسب گرم؛

T_f دما در پایان انحلال نمونه هیدراته بر حسب درجه سلسیوس؛

T_a دمای سیمان هیدراته هنگام ورود به گرماسنج بر حسب درجه سلسیوس (یعنی دمای محیط)؛

F ضریب اصلاح برای آب پیوندی؛

۱/۷ گرمای ویژه سیمان هیدراته بر حسب ژول بر گرم کلوین؛

۱/۳- ضریب دمایی گرمای انحلال سیمان هیدراته بر حسب ژول بر گرم کلوین.

فاکتور اصلاحی برای آب پیوندی را از رابطه (۱۰) یا (۱۱) محاسبه کنید.

الف- بر اساس اشتعال

$$F = \frac{100 - m_h}{100 - m_a} \quad (10)$$

که در آن:

m_h تغییر جرم سیمان هیدراته بر اثر حرارت دادن بر حسب درصد جرمی؛

m_a تغییر جرم سیمان بدون آب بر اثر حرارت دادن بر حسب درصد جرمی.

ب- بر اساس مقدار آهک

$$F = \frac{C_h}{C_a} \quad (11)$$

که در آن:

C_h مقدار کلسیم اکسید نمونه هیدراته بر حسب درصد جرمی؛

C_a مقدار کلسیم اکسید نمونه بدون آب بر حسب درصد جرمی.

۴-۲-۷ بیان نتایج

گرمای انحلال نمونه هیدراته، \bar{Q}_i ، را تا یک رقم اعشار به عنوان میانگین دو مقدار اندازه‌گیری شده بیان کنید برای هر اندازه‌گیری از یک نمونه جدید استفاده کنید که این نمونه از یک لوله شیشه‌ای متفاوت از مجموعه یکسان برداشته می‌شود (بند ۴-۴ را ببینید).

یادآوری- دقت و پذیرش حدود برای نتایج تعیین گرمای انحلال سیمان هیدراته مشابه موارد ارائه شده برای سیمان بدون آب می‌باشد (بند ۳-۱-۷ را ببینید).

۸ گرمای هیدراته شدن

۱-۸ محاسبه گرمای هیدراته شدن

گرمای هیدراته شدن سیمان که برحسب ژول بر گرم بیان می‌شود، H_i ، از اختلاف بین گرمای انحلال سیمان بدون آب و هیدراته که مطابق ۲-۱-۷ و ۳-۲-۷ از رابطه (۱۲) به دست می‌آید، محاسبه کنید.

$$H_i = \bar{Q}_a - \bar{Q}_i \quad (12)$$

۲-۸ گزارش نتایج

مقادیر گرمای هیدراته شدن، H_i ، بر حسب ژول بر گرم سیمان، گزارش کنید.

۳-۸ دقت

۱-۳-۸ تکرار پذیری

انحراف استاندارد تکرار پذیری گرمای هیدراتاسیون، σ_r ، ۸ ژول بر گرم می‌باشد. بنابراین اگر نتایج دو آزمون که توسط یک اپراتور روی نمونه‌های مشابه انجام شده مقایسه شوند اختلاف آن‌ها نباید بیش از ۲۲ ژول بر گرم باشد.

۲-۳-۸ تجدید پذیری

انحراف استاندارد تجدید پذیری، σ_R ، ۱۸ ژول بر گرم است. بنابراین اگر نتایج دو آزمون انجام شده در دو آزمایشگاه متفاوت روی نمونه‌های مشابه مقایسه شوند نباید بیش از ۵۰ ژول بر گرم، با یکدیگر اختلاف داشته باشند.