

DỰ THẢO XIN Ý KIẾN

TCVN xxxx-11:xxxx

Xuất bản lần 1

**PHƯƠNG PHÁP THỬ XI MĂNG –
PHẦN 11: NHIỆT THỦY HÓA – PHƯƠNG PHÁP ĐO NHIỆT
LƯỢNG DẪN TRUYỀN ĐẲNG NHIỆT**

Methods of testing cement –

Part 11: Heat of Hydration – Isothermal Conduction Calorimetry method

Mục lục

Trang

Lời nói đầu	4
Lời giới thiệu	5
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn	7
3 Thuật ngữ và định nghĩa	7
4 Thiết bị, dụng cụ	10
4.1 Khái quát	10
4.2 Nguyên tắc	10
4.3 Bộ điều nhiệt	11
4.4 Các thông số kỹ thuật của nhiệt lượng kế	11
5 Hiệu chuẩn	12
5.1 Khái quát	12
5.2 Hiệu chuẩn ở trạng thái ổn định	13
5.2.1 Khái quát	13
5.2.2 Hệ số hiệu chuẩn ε	14
5.2.3 Hằng số thời gian τ	15
5.3 Hiệu chuẩn xung	15
5.3.1 Khái quát	15
5.3.2 Hằng số thời gian τ	16
5.4 Xác định các thông số nhiệt lượng kế	17
5.5 Cải tiến quy trình hiệu chuẩn nói chung	17
6 Mẫu	18
6.1 Khái quát	18
6.2 Mẫu thử nghiệm	18
6.3 Mẫu chuẩn	18
7 Cách tiến hành	19
7.1 Khái quát	19
7.2 Phương pháp A – “Trộn ngoài”	19
7.3 Phương pháp B: – “Trộn trong”	20
7.4 Phép đo	20
7.5 Biểu thị kết quả	20
7.6 Kết quả thử nghiệm	22
7.7 Báo cáo thử nghiệm	22
8 Độ chụm	22
8.1 Độ lặp lại	22
8.2 Độ tái lập	22

Lời nói đầu

TCVN xxxx-11:xxxx được xây dựng trên cơ sở EN 196-11:2018.

TCVN xxxx-11:xxxx do Viện Vật liệu Xây dựng – Bộ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường công bố.

Lời giới thiệu

TCVN xxxx-11:xxxx do Viện Vật liệu Xây dựng - Bộ Xây dựng biên soạn trên cơ sở tham khảo EN 196 -11:2018 và để điều kiện thử nghiệm phù hợp với điều kiện thực tế ở Việt Nam: khí hậu, điều kiện phòng thí nghiệm, TCVN xxxx-11:xxxx đã có những nội dung kỹ thuật thay đổi so với EN 196 -11: 2018 ở các điều sau:

- 4.3 quy định nhiệt độ làm việc của thiết bị phải ở $(27,0 \pm 0,2)$ °C trong suốt quá trình thử nghiệm;
- 7.1 quy định nên đặt nhiệt lượng kế trong phòng không có sự thay đổi nhiệt độ nhanh và lớn ở $(27,0 \pm 0,5)$ °C;
- 7.2 quy định tất cả các vật liệu phải ở $(27,0 \pm 0,5)$ °C trước khi trộn.

Các TCVN về phương pháp thử xi măng được xây dựng trên cơ sở tham khảo các phần tương ứng của bộ tiêu chuẩn châu Âu EN 196 bao gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN xxxx -1, *Phương pháp thử xi măng – Phần 1: Xác định cường độ* (tham khảo EN 196 -1);
- TCVN 141, *Xi măng poóc lăng – Phương pháp phân tích hóa học* (tham khảo EN 196-2);
- TCVN xxxx-3, *Phương pháp thử xi măng – Phần 3: Xác định thời gian đông kết và độ ổn định thể tích* (tham khảo EN 196-3);
- TCVN xxxx-4, *Phương pháp thử xi măng – Phần 4: Định lượng các cấu tử* (tham khảo CEN/TR EN 196-4);
- TCVN xxxx-5, *Phương pháp thử xi măng – Phần 5: Thử nghiệm đặc tính puzolan cho xi măng puzolan* (tham khảo EN 196-5);
- TCVN 13605, *Xi măng – Phương pháp xác định độ mịn* (tham khảo EN 196-6);
- TCVN xxxx-7, *Phương pháp thử xi măng – Phần 7: Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu xi măng* (tham khảo EN 196 -7);
- TCVN 6070, *Xi măng – Xác định nhiệt thủy hóa theo phương pháp hoàn tan* (tham khảo EN 196 -8);
- TCVN 11970, *Xi măng – Xác định nhiệt thủy hóa của xi măng theo phương pháp bán đoạn nhiệt* (tham khảo EN 196-9);
- TCVN xxxx-10 (EN196-10), *Phương pháp thử xi măng – Phần 10: Xác định hàm lượng chromium (VI) hòa tan trong nước của xi măng* (tham khảo EN 196-10);
- TCVN xxxx-11 (EN 196-11), *Phương pháp thử xi măng – Phần 11: Nhiệt thủy hóa – Phương pháp đo nhiệt lượng dẫn truyền đẳng nhiệt* (tham khảo EN 196-11).

CHÚ THÍCH: TCVN 141 đã được soát xét lại trên cơ sở tham khảo EN 196 -2 tuy nhiên một số nội dung kỹ thuật của nó chưa hoàn toàn tương đồng với EN 196-2.

Phương pháp thử xi măng -

Phần 11: Nhiệt thủy hóa - Phương pháp đo nhiệt lượng dẫn truyền đẳng nhiệt

Methods of testing cement –

Part 11: Heat of Hydration – Isothermal Conduction Calorimetry method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định thiết bị và quy trình xác định nhiệt thủy hóa của xi măng và các chất kết dính thủy khác ở các độ tuổi thử nghiệm khác nhau bằng nhiệt lượng kế dẫn truyền đẳng nhiệt.

Quy trình thử nghiệm này nhằm mục đích đo nhiệt thủy hóa của xi măng lên đến 7 ngày tuổi để thu được sự tương ứng giữa nhiệt lượng dẫn truyền đẳng nhiệt (ICC) với TCVN 6070 và TCVN 11970. Tuy nhiên, thời gian thử nghiệm này có thể là tối hạn đối với một số thiết bị, ngay cả khi chúng có thể hoạt động bình thường ở các tuổi thử nghiệm ngắn hơn.

Trái ngược với TCVN 6070, phương pháp này cho kết quả nhiệt thủy hóa liên tục theo thời gian. Ngoài ra, đồ thị đường cong dòng nhiệt theo thời gian cũng được đưa ra.

2 Tài liệu viện dẫn

Không có tài liệu viện dẫn trong tiêu chuẩn này.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Do mục đích của tiêu chuẩn này, các thuật ngữ và định nghĩa sau sẽ được áp dụng.

ISO và IEC duy trì cơ sở dữ liệu về thuật ngữ để sử dụng trong việc tiêu chuẩn hóa tại các địa chỉ sau:

- Bách khoa điện tử của IEC: có tại <http://www.electropedia.org/>
- Nền tảng duyệt trực tuyến của ISO: có tại <http://www.iso.org/obg>

3.1

Nhiệt lượng kế dẫn truyền đẳng nhiệt (Isothermal conduction calorimeter)

Thiết bị có thể đo dòng nhiệt sinh ra bởi mẫu được giữ ở nhiệt độ không đổi.

TCVN xxxx-11:xxxx

CHÚ THÍCH: Điều kiện nhiệt độ không đổi đạt được bằng cách duy trì mẫu tiếp xúc nhiệt với bộ tản nhiệt.

3.2

Đầu ra của nhiệt lượng kế (Output of calorimeter)

Tín hiệu điện từ nhiệt lượng kế, được biểu thị bằng V .

3.3

Công suất nhiệt (Thermal power)

Tốc độ sinh nhiệt do mẫu tạo ra trong quá trình thử nghiệm

CHÚ THÍCH: Được biểu thị bằng W/g hoặc $J/(s \cdot g)$, liên quan đến đơn vị khối lượng của xi măng.

3.4

Nhiệt lượng (Heat)

Tích phân theo thời gian của công suất nhiệt, được biểu thị bằng J/g .

3.5

Hệ số hiệu chuẩn (Calibration coefficient)

ε

Tỷ số giữa công suất nhiệt tạo ra trong nhiệt lượng kế và công suất đầu ra của nhiệt lượng kế.

CHÚ THÍCH: Được biểu thị bằng W/V .

3.6

Đầu ra đường cơ sở (Baseline output)

BO

Đầu ra của nhiệt lượng kế khi có một mẫu thử trong khoang thử nghiệm và khoang chuẩn, cả hai có cùng nhiệt dung.

CHÚ THÍCH: Được biểu thị bằng V .

3.7

Độ trôi đường cơ sở (Baseline drift)

BD

Biểu diễn độ dốc hồi quy tuyến tính của đầu ra đường cơ sở theo thời gian được đo trong một khoảng thời gian xác định.

CHÚ THÍCH: Độ trôi đường cơ sở được biểu thị bằng W/g trong mỗi khoảng thời gian, liên quan đến khối lượng của xi măng¹. Độ trôi đường cơ sở đo bằng V trong mỗi khoảng thời gian và khối lượng của xi măng, được quy đổi ra đơn vị W trong mỗi khoảng thời gian và đơn vị khối lượng của xi măng bằng hệ số hiệu chuẩn.

3.8

Độ nhiễu đường cơ sở (Baseline noise)

BN

Biểu diễn độ lệch chuẩn hồi quy của đầu ra đường cơ sở theo thời gian được đo trong một khoảng thời gian xác định

CHÚ THÍCH: Độ nhiễu đường cơ sở được biểu thị bằng W/g , có liên quan đến đơn vị khối lượng của xi măng.

3.9

Khoang thử nghiệm (Testing cell)

Am - pun thử nghiệm (Testing ampoule)

Ống đo đặc biệt dành riêng cho mẫu được thử nghiệm.

CHÚ THÍCH: Mẫu được thử nghiệm là mẫu phát sinh ra nhiệt.

3.10

Khoang chuẩn (Reference cell)

Am - pun chuẩn (Reference ampoule)

Ống đo đặc biệt dành riêng cho mẫu trơ.

CHÚ THÍCH: Mẫu trơ là mẫu không sinh nhiệt và được sử dụng để giảm BD và BN.

3.11

Am – pun (Ampoule)

Ống chứa mẫu để đo.

3.12

Giá đỡ Am - pun (Ampoule holder)

Giá đỡ mà am – pun được đặt vào để đo.

CHÚ THÍCH: Giá đỡ am-pun dẫn nhiệt từ mẫu trong am-pun đến bộ phận cảm biến lưu lượng nhiệt.

3.13

Hằng số thời gian (Time constant)

Thứ bậc độ lớn của thời gian cần thiết để đạt đến trạng thái cân bằng nhiệt mới.

¹ Khối lượng của xi măng được sử dụng để thực hiện phép đo.

CHÚ THÍCH: Đây là phép đo quán tính nhiệt của khoang thử nghiệm và được biểu thị bằng s.

3.14

Giới hạn phát hiện (Detection limit)

DL

Giá trị tối thiểu của công suất nhiệt mà một thiết bị có thể phát hiện được.

CHÚ THÍCH: Giá trị này là một sự đánh giá chất lượng của phép đo phụ thuộc vào toàn bộ dây chuyền đo lường chứ không chỉ phụ thuộc vào thiết kế của thiết bị.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Khái quát

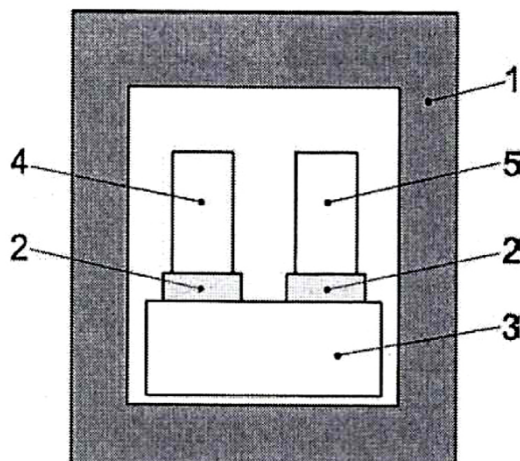
Phần này đưa ra yêu cầu chung đối với thiết kế của nhiệt lượng kế và các đặc tính liên quan. Mặc dù thiết kế của các nhiệt lượng kế riêng lẻ từ các nhà sản xuất khác nhau có thể khác nhau, nhưng nó phải đáp ứng được các thông số kỹ thuật như được mô tả ở bên dưới.

4.2 Nguyên tắc

Nhiệt lượng kế dẫn nhiệt đẳng nhiệt được gọi là “đẳng nhiệt” khi sự thay đổi nhiệt độ trong nhiệt lượng kế (nếu thiết bị và phương pháp được thiết kế tốt) quá thấp đến mức các kết quả - theo quan điểm thực tế - giống như thể phép đo được thực hiện ở điều kiện đẳng nhiệt hoàn toàn. Thuật ngữ này là thuận tiện để sử dụng ở đây vì hầu hết các nhiệt lượng kế xi măng khác là (bán) đoạn nhiệt, nhưng nó không ngụ ý rằng các phép đo được thực hiện trong các điều kiện đẳng nhiệt hoàn toàn.

Nhiệt lượng kế dẫn truyền đẳng nhiệt phải bao gồm một bộ tản nhiệt có nhiệt độ không đổi nối với ít nhất hai bộ cảm biến dòng nhiệt và bộ giá đỡ mẫu (các khoang nhiệt lượng kế) được gắn vào sao cho thu được sự dẫn nhiệt tốt. Một khoang chứa mẫu thử và khoang còn lại, khoang chuẩn, chứa mẫu trợ không biến nhiệt. Nếu nhiệt lượng kế chứa nhiều hơn hai khoang, thì ít nhất một khoang phải hoạt động như khoang chuẩn. Thường thì các nhiệt lượng kế dẫn truyền có nhiều hơn hai khoang sẽ có khoang chuẩn riêng cho mỗi khoang mẫu. Các khoang, bao gồm giá đỡ, phải có cùng nhiệt dung đối với cả phía chuẩn và phía mẫu. Điều này có thể được thực hiện bằng cách chấp nhận cùng một thiết kế và vật liệu cho cả hai phía. Nếu một mẫu trợ có nhiệt dung tương tự như mẫu được nạp vào am – pun chuẩn, độ nhiễu và độ trôi sẽ giảm đáng kể (cân bằng).

Nhiệt thoát ra từ mẫu xi măng thủy hóa, truyền qua cảm biến vào bộ tản nhiệt. Điện áp đầu ra từ phép đo là sự chênh lệch giữa điện áp từ khoang thử nghiệm và khoang chuẩn. Cảm biến lưu lượng nhiệt cảm nhận được gra-đi-ăng nhiệt độ nhỏ phát triển trên toàn bộ thiết bị. Tuy nhiên, nhiệt được loại bỏ khỏi mẫu thủy hóa đủ nhanh để cho các mục đích thực tế, mẫu vẫn ở nhiệt độ không đổi (đẳng nhiệt).



CHÚ DẪN:

- | | |
|---|---------------------|
| 1 | Bộ điều nhiệt |
| 2 | Cảm biến dòng nhiệt |
| 3 | Tản nhiệt |
| 4 | Mẫu |
| 5 | Chuẩn |

Hình 1- Sơ đồ thử nghiệm của nhiệt lượng kế dẫn truyền đẳng nhi

4.3 Bộ điều nhiệt

Mặc dù động lực của dòng nhiệt là một gra-đi-ăng nhiệt độ, nhưng nhiệt độ tổng thể trong nhiệt lượng kế (bộ tản nhiệt) trong quá trình thử nghiệm về cơ bản phải không đổi (đẳng nhiệt). Vì mục đích này, nhiệt lượng kế phải được trang bị bộ điều nhiệt. Sự không ổn định về nhiệt độ của bộ điều nhiệt không được vượt quá 0,2 °C. Nhiệt độ làm việc của thiết bị phải ở $(27,0 \pm 0,2)$ °C trong suốt quá trình thử nghiệm.

4.4 Các thông số kỹ thuật của nhiệt lượng kế

Thông số kỹ thuật của nhiệt lượng kế phải được quy định để thực hiện các phép xác định nhiệt thủy hóa và để đảm bảo độ chắc chắn có thể chấp nhận được của các kết quả như sau:

- Giới hạn phát hiện (DL)
- Độ nhiễu đường cơ sở (BN)
- Độ trôi đường cơ sở (BD).

Nhiệt lượng kế phải đáp ứng các thông số kỹ thuật sau:

- DL: $<2,8 \mu\text{W} / \text{g}$;
- BN: $<10,5 \mu\text{W} / \text{g}$;
- BD: $<5,5 \mu\text{W} / \text{g}$ mỗi tuần.

CHÚ THÍCH: Các thông số kỹ thuật trên đã được xác định trên cơ sở các thông số kỹ thuật của thiết bị hiện đang được sử dụng để đo nhiệt lượng trên các chất kết dính thủy. Hiện tại, không có dữ liệu thực nghiệm nào liên quan đến các thông số kỹ thuật này với độ đúng và độ chụm (độ lặp lại và độ tái lập) của các kết quả nhiệt thủy hoá.

5 Hiệu chuẩn

5.1 Khái quát

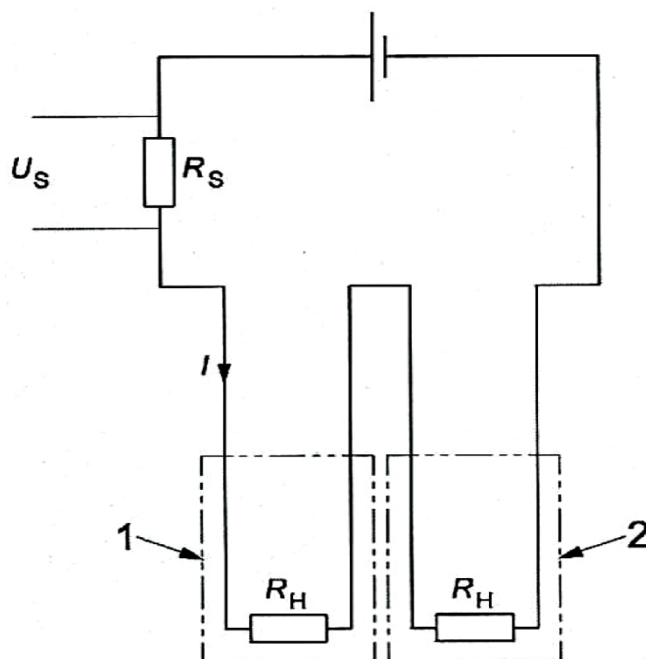
Trong điều này hai quy trình hiệu chuẩn được mô tả. Các quy trình được mô tả là đơn giản về mặt lý thuyết và cũng dễ để áp dụng cho thực hành, tuy nhiên một số khía cạnh liên quan đến độ tuyến tính đầu ra của nhiệt lượng kế trong dải công suất nhiệt được phát triển trong quá trình thủy hóa xi măng vẫn cần được hiểu và làm rõ.

Nói chung, việc hiệu chuẩn được thực hiện bằng cách tạo ra một công suất nhiệt đã biết gần với nơi mẫu sẽ được đặt vào nhiệt lượng kế và đo phản ứng từ thiết bị thu thập dữ liệu. Bộ gia nhiệt có thể được đặt trong các am-pun mẫu có thành phần trơ hoặc được cố định trong các giá đỡ am-pun. Nên thực hiện hiệu chuẩn với vật liệu trơ ở cả khoang chuẩn và khoang mẫu, một lượng vật liệu trơ dẫn đến nhiệt dung như nhau ở cả hai khoang (chuẩn và mẫu), nếu có thể thì một lượng vật liệu trơ sẽ khớp với nhiệt dung của mẫu được thử nghiệm (xem 5.2) - nhưng luôn tuân theo khuyến nghị của nhà sản xuất.

Các bộ phận gia nhiệt hiệu chuẩn có điện trở R_H . Điện trở R_s được sử dụng để có được dòng điện thích hợp ở cả hai điện trở R_H và xác định dòng điện từ điện áp được đo trên nó.

Có hai cách hiệu chuẩn thay thế: hiệu chuẩn trạng thái ổn định thuận tiện cho việc hiệu chuẩn thủ công và hiệu chuẩn xung được thực hiện trên các hệ thống tự động. Hai cách hiệu chuẩn này cho cùng một hệ số hiệu chuẩn ϵ . Đối với cả hai cách hiệu chuẩn này đều có một dòng điện chạy qua các điện trở gia nhiệt mắc nối tiếp. Hình 2 là ví dụ chỉ ra cách sắp xếp sơ đồ thiết lập hai nhiệt lượng kế đồng thời. Điều quan trọng là phải tính công suất nhiệt trong bộ phận gia nhiệt từ dòng điện và các điện trở gia nhiệt, vì cường độ dòng điện trong toàn mạch là như nhau.

Cả hai cách hiệu chuẩn có thể được sử dụng để tính hằng số thời gian của các nhiệt lượng kế mà cần để thực hiện sự hiệu chỉnh cho các phép đo khi dòng nhiệt được xác định phù hợp với quy trình thử nghiệm theo quy trình trộn ngoài (xem 6.1).

**CHÚ DẪN:**

1 nhiệt lượng kế 1

2 nhiệt lượng kế 2

R_H điện trở của bộ phận gia nhiệt

R_s điện trở được sử dụng để cả hai điện trở gia nhiệt nhận một dòng điện thích hợp và để xác định dòng điện từ điện áp được đo trên toàn bộ nó

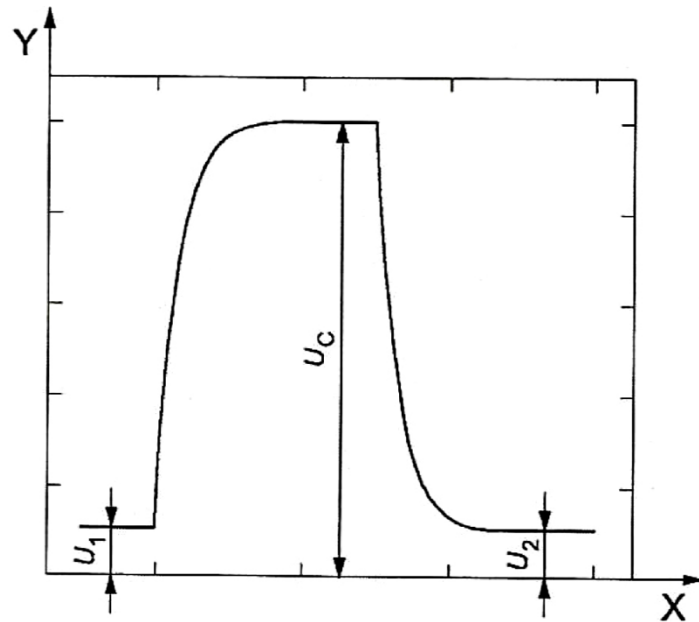
U_s điện áp trên toàn bộ điện trở R_s

Hình 2 – Sơ đồ thiết lập hiệu chuẩn hai nhiệt lượng kế đồng thời

5.2 Hiệu chuẩn ở trạng thái ổn định

5.2.1 Khái quát

Hiệu chuẩn ở trạng thái ổn định được thực hiện bằng cách đo điện áp đầu ra đường cơ sở U_1 trước khi hiệu chuẩn. Sau đó cấp điện cho bộ gia nhiệt cho đến khi đạt được giá trị đầu ra ổn định mới. Khi đầu ra không đổi, giá trị của nó được ghi nhận là U_c . Dòng điện sau đó được ngắt và tín hiệu trở lại đường cơ sở. Đường cơ sở U_2 sau khi hiệu chuẩn được đo sau đó. Hình 3 chỉ ra sơ đồ cho thấy một cách hiệu chuẩn như vậy.

**CHÚ DẪN:**

- X thời gian
- Y điện áp đầu ra
- U_c là giá trị của đầu ra đường cơ sở khi nó không đổi
- U_1 là giá trị của đầu ra đường cơ sở trước khi hiệu chuẩn
- U_2 là giá trị của đầu ra đường cơ sở được đo sau khi hiệu chuẩn

Hình 3 – Sơ đồ hiệu chuẩn ở trạng thái ổn định**5.2.2 Hệ số hiệu chuẩn ε**

Hệ số hiệu chuẩn ε , được tính toán như công suất nhiệt được tạo ra chia cho kết quả đầu ra thu được:

$$\varepsilon = \frac{P}{U_c - (U_1 + U_2)/2} \quad (1)$$

trong đó:

ε là hệ số hiệu chuẩn, được biểu thị bằng W/V;

P là công suất nhiệt được tạo ra, được biểu thị bằng W;

U_c là giá trị điện áp của đầu ra đường cơ sở và là hằng số, được biểu thị bằng V;

U_1 là giá trị điện áp của đầu ra đường cơ sở trước khi hiệu chuẩn, được biểu thị bằng W;

U_2 là giá trị điện áp của đầu ra đường cơ sở được đo sau khi hiệu chuẩn, được biểu thị bằng W;

U_i ($i=c, 1,2$) được biểu thị bằng V và P được biểu thị bằng W, như vậy hệ số hiệu chuẩn thu được ε được biểu thị bằng W/V.

5.2.3 Hằng số thời gian τ

Như được mô tả trong 5.2 đoạn cuối của giai đoạn trạng thái ổn định, dòng điện được ngắt và tín hiệu trở lại đường cơ sở. Dữ liệu thu được trong giai đoạn này (bắt đầu ngay từ thời điểm dòng điện tắt và kết thúc khi đường cơ sở đạt được) được biểu thị bằng V. Dữ liệu này phải được chuyển đổi thành dữ liệu công suất nhiệt bằng cách sử dụng hệ số hiệu chuẩn ε và sau đó hằng số thời gian (τ) được tính toán bằng cách tìm sự phù hợp nhất với đường cong sau:

$$\ln P = A - \frac{t}{\tau} \quad (2)$$

trong đó:

P là công suất được tạo ra, được biểu thị bằng W;

A là hệ số không tương quan với việc hiệu chuẩn nhiệt lượng kế;

t là thời gian, được biểu thị bằng s;

τ là hằng số thời gian, được biểu thị bằng s.

5.3 Hiệu chuẩn xung

5.3.1 Khái quát

Hiệu chuẩn xung được thực hiện bằng cách tạo ra một xung nhiệt trong nhiệt lượng kế, mà không đạt được trạng thái ổn định, và chia nhiệt lượng đầu vào cho tích phân của đỉnh đầu ra. Sơ đồ phác thảo trong Hình 4 chỉ ra một sơ đồ hiệu chuẩn ở trạng thái không ổn định như vậy. Vì dòng hiệu chuẩn là không đổi, nhiệt lượng là sản phẩm của công suất nhiệt đầu vào và khoảng thời gian hiệu chuẩn (Δt):

$$Q = I^2 R_H \Delta t \quad (3)$$

trong đó:

Q là nhiệt lượng được tạo ra;

I là dòng điện hiệu chuẩn;

R_H là điện trở của các bộ gia nhiệt hiệu chuẩn;

Δt là khoảng thời gian hiệu chuẩn.

Ở đây I được biểu thị bằng A, R_H được biểu thị bằng Ω và Δt được biểu thị bằng s. Nhiệt lượng Q thu được sẽ được biểu thị bằng J.

TCVN xxxx-11:xxxx

Đối với hiệu chuẩn không ở trạng thái ổn định, hệ số hiệu chuẩn ε được tính bằng nhiệt lượng tạo ra, Q , chia cho tích phân của đầu ra trên đường cơ sở:

$$\varepsilon = \frac{Q}{\int U dt} \quad (4)$$

trong đó:

t là thời gian, được biểu thị bằng giây (s):

Q là nhiệt lượng được tạo ra, được biểu thị bằng Jun (J);

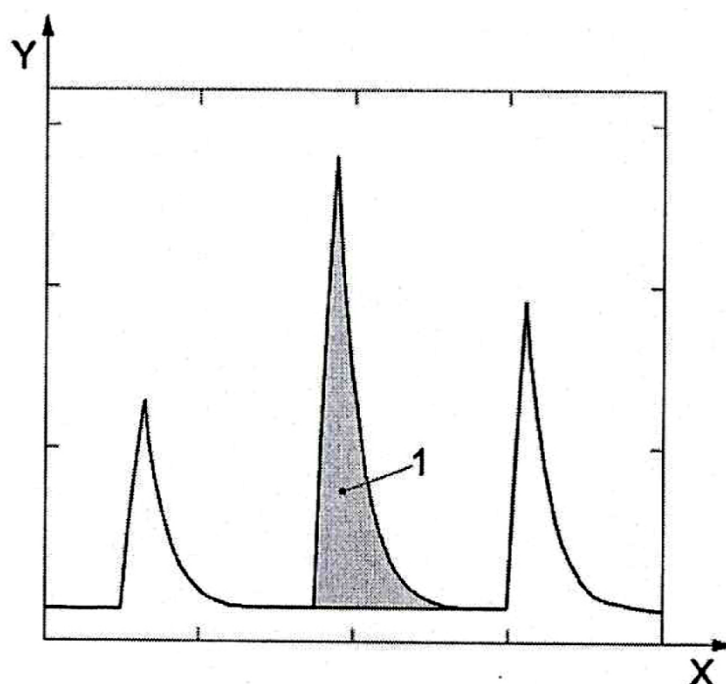
U là điện áp đầu ra trên đường, được biểu thị bằng Vôn (V);

ε là hằng số hiệu chuẩn, được biểu thị bằng Oát trên Vôn (W/V).

Các đỉnh hiệu chuẩn có thể có công suất nhiệt đầu vào khác nhau và khoảng thời gian khác nhau. Lưu ý rằng việc tích phân đã được thực hiện trên các điện áp đã được hiệu chỉnh cho đầu ra đường cơ sở.

5.3.2 Hằng số thời gian τ

Theo quy trình được mô tả trong 5.3, sau khi đỉnh của xung tín hiệu trở lại đường cơ sở. Dữ liệu thu được trong giai đoạn này (bắt đầu ngay từ thời điểm điện áp đầu ra bắt đầu giảm và kết thúc khi đường cơ sở đạt được) được biểu thị bằng V . Dữ liệu này phải được chuyển đổi thành dữ liệu công suất nhiệt bằng cách sử dụng hệ số hiệu chuẩn ε và sau đó hằng số thời gian (τ) được tính toán bằng cách tìm sự phù hợp nhất với đường cong thu được từ Công thức (2).



CHÚ DẪN:

- 1 tích phân của điện áp theo thời gian
 X thời gian
 Y điện áp đầu ra

Hình 4 – Sơ đồ hiệu chuẩn xung

5.4 Xác định các thông số nhiệt lượng kế

Độ nhiễu đường cơ sở (BN) và độ trôi đường cơ sở (BD) được xác định với vật liệu trơ trong cả các vị trí mẫu và vị trí chuẩn, và đầu ra²⁾ được đề xuất ghi lại kéo dài ít nhất 7 ngày.

5.5 Cải tiến quy trình hiệu chuẩn nói chung

Một giả định cơ bản của quy trình hiệu chuẩn là sự làm việc của cảm biến nhiệt tuyến tính, nghĩa là tỷ số giữa công suất nhiệt và điện áp đầu ra là không đổi.

Có bằng chứng thực tế rằng sự phản hồi của các cảm biến không thể tuyến tính dưới ngưỡng giới hạn của công suất nhiệt³⁾.

Để cải thiện độ chính xác hiệu chuẩn của thiết bị, nên quan tâm đến khía cạnh này bằng cách xem xét phạm vi nguồn cấp dòng điện cho bộ gia nhiệt bao gồm công suất nhiệt từ 1×10^{-3} đến 10×10^{-3} W / g. Các hệ số hiệu chuẩn được tương quan với công suất nhiệt được áp dụng bằng phép tính hồi quy tuyến

²⁾ Các giá trị BN và BD cũng có thể được xác định bằng cách giữ am – pun thử nghiệm trống. Trong trường hợp này sự phân tán cao hơn của đầu ra được dự kiến.

³⁾ 12th Hội thảo quốc tế lần thứ 12 về Điều tra nhiệt của IC và HỆ THỐNG Ngày 27 - 29 tháng 9 năm 2006, Nice, Côte d'Azur, Pháp - Các vấn đề thiết kế của một điện trở nhiệt thay đổi (Székely V., Mezo^{si} G.)

tính hoặc không tuyến tính phù hợp nhất để thu được hàm tương quan $\varepsilon = f(W)$ được sử dụng trong tính toán nhiệt thủy hóa (xem 7.5).

6 Mẫu

6.1 Khái quát

Phương pháp thử yêu cầu lựa chọn hai mẫu khác nhau; mẫu thử và mẫu chuẩn. Khối lượng của mẫu bị chi phối chính bởi thiết bị sử dụng, nhưng, trong bất kỳ trường hợp nào, vài quy tắc có thể được chấp nhận.

6.2 Mẫu thử nghiệm

Để giảm các sai số có thể xảy ra như điều kiện đẳng nhiệt không hoàn toàn hoặc tổn thất nhiệt, nên sử dụng các mẫu nhỏ có các công suất nhiệt thấp.

Lượng mẫu trong khoảng từ 3 g đến 10 g xi măng được khuyến nghị, luôn lưu ý đến các chỉ dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

6.3 Mẫu chuẩn

Mẫu chuẩn phải được chọn để có nhiệt dung khớp với nhiệt dung của mẫu thử. "Mẫu chuẩn" và "mẫu thử" là bao gồm tất cả mọi thứ, chẳng hạn như trên các phía chuẩn và mẫu của nhiệt lượng kế, tương ứng; đó là giá đỡ am-pun, am-pun và khối lượng các mẫu chứa bên trong am-pun. Nếu các giá đỡ am-pun giống nhau trên cả hai phía của nhiệt lượng kế thì nhiệt dung của chúng đã khớp nhau. Điều tương tự cũng áp dụng cho các am-pun nếu các am-pun có cùng chất liệu và khối lượng được sử dụng trên cả hai phía.

Do đó, thứ duy nhất cần khớp là khối lượng của các mẫu chứa trong các am-pun.

Công thức (5) đưa ra khối lượng của mẫu chuẩn, m_r , làm bằng vật liệu chuẩn có nhiệt dung, c_r , khi mẫu thử là hồ xi măng.

$$m_r = \frac{m_c c_c + m_w c_w}{c_r} \quad (5)$$

trong đó

m_r là khối lượng của mẫu chuẩn;

m_c là khối lượng xi măng;

c_c là nhiệt dung riêng của xi măng;

m_w là khối lượng của nước;

c_w là nhiệt dung riêng của nước;

c_r là nhiệt dung của mẫu chuẩn.

Tử số là nhiệt dung của hồ xi măng bao gồm xi măng và nước.

Các ký hiệu m và c lần lượt chỉ ra các khối lượng và nhiệt dung riêng tương ứng của xi măng (c) và nước (w) được thử nghiệm.

7 Cách tiến hành

7.1 Khái quát

Trước khi bắt đầu thử nghiệm, thiết bị nhiệt lượng kế phải ở trạng thái cân bằng nhiệt độ. Điều này có nghĩa là độ ổn định nhiệt độ của bộ tản nhiệt và độ nhiễu đường cơ sở phải tuân theo các giới hạn ngưỡng được quy định trong 4.4. Độ ổn định nhiệt độ phải được kiểm tra bằng cách sử dụng nhiệt kế chuẩn bên ngoài.

Nên đặt nhiệt lượng kế trong phòng không có sự thay đổi nhiệt độ nhanh và lớn (ví dụ: không có bức xạ mặt trời chiếu trực tiếp) ở $(27,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$. Phòng điều hòa được ưu tiên.

Để thử nghiệm, có thể có hai quy trình:

- Phương pháp A: “Trộn ngoài”;
- Phương pháp B: “Trộn trong”.

7.2 Phương pháp A – “Trộn ngoài”

Phương pháp này được sử dụng khi hồ xi măng được trộn bên ngoài nhiệt lượng kế và sau đó được đưa vào nhiệt lượng kế. Trong quy trình này, một lượng nhỏ dữ liệu nhiệt thủy hóa ban đầu sẽ bị mất.

Tất cả các vật liệu phải có nhiệt độ ở $(27,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ trước khi trộn.

Hồ xi măng phải được trộn sao cho thời gian từ khi thêm nước đến khi am-pun mẫu được đặt vào nhiệt lượng kế là nhỏ hơn 4 min.

Vì chỉ cần một lượng nhỏ hồ xi măng (thường từ 3 g đến 15 g) cho mỗi mẫu, nên việc trộn có thể được thực hiện thủ công hoặc bằng máy với máy trộn cầm tay, ví dụ: với một thiết bị bằng thép không gỉ trong cốc bằng thép không gỉ hoặc thủy tinh hoặc bằng máy lắc ống nghiệm. Trộn mạnh trong khoảng 2 min. Thông thường, mỗi lần trộn được thực hiện với khoảng 50 g xi măng và 20 g nước. Lượng xi măng ít nhất phải là 20 g. Tỷ lệ nước / xi măng phải là $0,40^4$.

Sử dụng nước đã khử ion hoặc nước cất.

Xác định khối lượng của mẫu hồ chính xác đến 0,01 g và đặt nó vào giá đỡ mẫu của nhiệt lượng kế, và đậy kín mẫu để ngăn chặn sự bay hơi của nước trộn.

Điều cần thiết là mẫu và am-pun không bị nóng lên do xử lý, ví dụ: do nhiệt của bàn tay.

⁴ Phụ thuộc vào thể tích của am – pun, lượng xi măng có thể ít hơn 3 g. Trong các trường hợp như vậy, khối lượng của xi măng phải được xác định chính xác đến 0,001 g và nước có thể được xác định bằng cách đong thể tích.

TCVN xxxx-11:xxxx

CHÚ THÍCH: Nên đeo găng tay bông cách điện.

Thông thường nên lấy hai mẫu từ hai mẻ trộn riêng biệt. Cần thực hiện phép đo thứ ba nếu độ tái lập không đủ cao.

7.3 Phương pháp B: –“Trộn trong”

Phương pháp này được sử dụng khi một thiết bị được định hình thể để xi măng và nước có thể được cân bằng nhiệt độ và trộn trong nhiệt lượng kế.

Cân một lượng xi măng vừa đủ, chính xác đến 0,01 g và đặt nó vào khoang nhiệt lượng kế. Chuẩn bị hồ xi măng với tỷ lệ nước/xi măng là 0,40 bằng cách cân nước trộn hoặc xác định thể tích của nó cho phù hợp. Sử dụng nước đã khử ion hoặc nước cất.

CHÚ THÍCH: Lượng mẫu được yêu cầu khác nhau giữa các thiết kế nhiệt lượng kế. Bởi vì phản ứng tỏa nhiệt có xu hướng chậm lại sau 24 h đầu tiên, một mẫu quá nhỏ sẽ tạo ra tín hiệu vào cuối giai đoạn thử nghiệm mà là quá yếu để phát hiện được một cách đáng tin cậy. Thông thường, các cỡ mẫu từ 3 g đến 10 g đã được báo cáo là hữu ích để duy trì tín hiệu đáng kể vào cuối thử nghiệm đối với xi măng (Poóc lăng). Thông thường, tín hiệu ở cuối thử nghiệm ít nhất gấp đôi Độ nhiễu đường cơ sở (BN) của thiết bị là đủ để cho kết quả tốt.

Bắt đầu thu thập dữ liệu, sau đó trộn ngay nước với xi măng để tạo thành một hỗn hợp hồ đồng nhất (thường trong 60 s).

Thông thường nên lấy hai mẫu từ hai mẻ trộn riêng biệt. Cần thực hiện phép đo thứ ba nếu độ tái lập không đủ cao.

7.4 Phép đo

Nếu phép đo được thực hiện để xác định nhiệt thủy hoá của xi măng, thời gian thủy hoá phải là trong vòng 7 ngày với một dung sai thời gian là 2h⁵⁾

Một số nhiệt lượng kế thương mại và thiết bị thu thập dữ liệu có thể lập trình để thu thập dữ liệu ở khoảng thời gian quy định hoặc theo các khoảng thời gian mà biến đổi với tốc độ thay đổi của các mức công suất nhiệt. Dữ liệu được thu thập nhanh hơn khi công suất nhiệt đầu ra cao hơn khi nó ở mức thấp. Nếu tính linh hoạt này không phải là đặc trưng của thành phần thu thập dữ liệu của nhiệt lượng kế, thì thu thập các số đọc cứ sau 30 s trong suốt thời gian thử nghiệm.

7.5 Biểu thị kết quả

Đầu ra của nhiệt lượng kế được biến đổi thành công suất nhiệt riêng P_s bằng cách áp dụng sự hiệu chỉnh cho đầu ra đường cơ sở, nhân giá trị thu được với hệ số ε (W/V) và chia cho khối lượng xi măng.

$$P_s(t) = \frac{\varepsilon[U(t) - BO]}{m_c} \quad (6)$$

⁵ Quy trình thử nghiệm được mô tả cũng có thể được chấp nhận cho phép đo nhiệt thủy hóa ở các tuổi khác nhau.

trong đó

$P_s(t)$ là công suất nhiệt riêng;

ε là hệ số hiệu chuẩn;

$U(t)$ là điện áp đầu ra đường cơ sở ở thời gian t ;

BO là đầu ra đường cơ sở;

m_c là khối lượng của xi măng.

Tích phân đường cong từ t_i s đến t_e s:

$$Q = \int_{t_i}^{t_e} P_s(t). dt \quad (7)$$

trong đó

Q là nhiệt lượng được sinh ra, biểu thị bằng J/g;

t_i là thời gian bắt đầu đo;

t_e là thời gian kết thúc đo;

$P_s(t)$ là công suất nhiệt riêng ở thời gian t .

Ở đây, t_i là thời gian bắt đầu đo và t_e là thời gian kết thúc đo được tính toán từ mốc thời gian trộn xi măng với nước.

Trong trường hợp của Phương pháp A, việc tính tổng nhiệt của quá trình thủy hóa yêu cầu hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm Q bằng tổng đại số của hai đại lượng khác.⁶⁾

Q_{mix} : nhiệt sinh ra ngay sau khi trộn và trước khi mẫu được đưa vào nhiệt lượng kế. Để tính toán đại lượng này, phải biết độ tăng nhiệt độ của mẫu trong quá trình trộn.

Q_τ : dòng nhiệt được sinh ra do sự chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu và nhiệt lượng kế khi đưa mẫu vào nhiệt lượng kế. Phần đóng góp nhiệt này có thể được xác định trên cơ sở hằng số thời gian sử dụng phương trình sau đây trong đó các ký hiệu đã được xác định.

$$Q_\tau = \tau \cdot [P_s(t_e) - P_s(t_i)] \quad (8)$$

trong đó

⁶⁾ Một thử nghiệm quốc tế vòng tròn rô-bin nhiệt lượng kế (dẫn) đăng nhiệt đối với nhiệt thủy hóa của xi măng ở 3 ngày tuổi – L.Waso, M.Arndt – CEN Cement and Concrete Research 79 (2016) 316-322, đưa ra tính toán chi tiết.

TCVN xxxx-11:xxxx

Q_τ là dòng nhiệt được sinh ra do sự chênh lệch giữa mẫu và nhiệt lượng khi mẫu được cho vào nhiệt lượng;

τ là hằng số thời gian;

$P_s(t_i)$ là công suất nhiệt riêng tại thời gian t_i (thời gian bắt đầu phép đo)

$P_s(t_e)$ là công suất nhiệt riêng tại thời gian t_e (thời gian kết thúc phép đo)

7.6 Kết quả thử nghiệm

Biểu thị nhiệt thủy hóa là giá trị trung bình của hai phép đo, lấy sau dấu phẩy một chữ số.

7.7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải đưa ra các thông tin sau:

- 1) viện dẫn tài liệu này;
- 2) ngày bắt đầu và hoàn thành thử nghiệm;
- 3) viện dẫn loại thiết bị được sử dụng để ghi rõ:
 - số lượng khoang thử nghiệm và khoang chuẩn;
 - trộn trong hoặc ngoài;
- 4) thành phần mẫu;
- 5) khối lượng mẫu được nạp trong mỗi khoang;
- 6) vẽ đồ thị đường cong công suất nhiệt thu được;
- 7) kết quả thử nghiệm nhiệt thủy hóa;
- 8) bất kỳ yếu tố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả, chẳng hạn như bất kỳ sự cố nào hoặc bất kỳ chi tiết vận hành nào không được quy định trong tài liệu này.

Giá trị của hệ số hiệu chuẩn, loại quy trình hiệu chuẩn, giá trị của hằng số thời gian và tệp dữ liệu phải có sẵn theo yêu cầu.

8 Độ chụm

8.1 Độ lặp lại

Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, σ_r của nhiệt thủy hoá là $4 \text{ J} \times \text{g}^{-1}$.

Bởi vậy, nếu hai kết quả của các thử nghiệm được thực hiện đúng từ cùng phòng thí nghiệm trên các mẫu của cùng loại xi măng được so sánh với nhau, không được chênh lệch nhau quá $10 \text{ J} \times \text{g}^{-1}$.

8.2 Độ tái lập

Độ lệch chuẩn của độ tái lập, σ_R , là $13 \text{ J} \times \text{g}^{-1}$.

Bởi vậy, nếu các kết quả của các thử nghiệm được thực hiện đúng từ hai phòng thí nghiệm khác nhau trên các mẫu của cùng loại xi măng được so sánh với nhau, không được chênh lệch quá 37 J x g^{-1} .
