

**DỰ THẢO XIN Ý KIẾN**

**TCVN xxxx-3:xxxx**

Xuất bản lần 1

**PHƯƠNG PHÁP THỬ XI MĂNG –**

**PHẦN 3: XÁC ĐỊNH THỜI GIAN ĐÔNG KẾT VÀ ĐỘ ỔN ĐỊNH THỂ TÍCH**

*Methods of testing cement –*

*Part 3: Determination of setting times and soundness*

HÀ NỘI - 2022



**Mục lục**

Trang

<b>Lời nói đầu</b> .....	<b>4</b>
<b>Lời giới thiệu</b> .....	<b>5</b>
<b>1 Phạm vi áp dụng</b> .....	<b>7</b>
<b>2 Tài liệu viện dẫn</b> .....	<b>7</b>
<b>3 Nguyên tắc</b> .....	<b>7</b>
<b>4 Phòng thí nghiệm, thiết bị và vật liệu</b> .....	<b>8</b>
4.1 Phòng thí nghiệm .....	8
4.2 Thiết bị và vật liệu .....	8
<b>5 Xác định độ dẻo tiêu chuẩn</b> .....	<b>9</b>
5.1 Thiết bị, dụng cụ .....	9
5.2 Cách tiến hành .....	11
5.2.1 Trộn hồ xi măng .....	11
5.2.2 Điền đầy hồ vào khuôn.....	11
5.2.3 Xác định độ dẻo tiêu chuẩn .....	12
<b>6 Xác định thời gian đông kết</b> .....	<b>12</b>
6.1 Thiết bị, dụng cụ .....	12
6.2 Xác định thời gian bắt đầu đông kết .....	13
6.2.1 Cách tiến hành .....	13
6.2.2 Báo cáo thử nghiệm .....	14
6.3 Xác định thời gian kết thúc đông kết.....	14
6.3.1 Cách tiến hành .....	14
6.3.2 Báo cáo thử nghiệm .....	14
<b>7 Xác định độ ổn định thể tích</b> .....	<b>15</b>
7.1 Thiết bị, dụng cụ .....	15
7.2 Cách tiến hành .....	17
7.3 Báo cáo thử nghiệm .....	17
7.4 Thử nghiệm lại .....	18
<b>Phụ lục A (Tham khảo) Phương pháp thử thay thế để xác định thời gian đông kết</b> .....	<b>19</b>
A.1 Nguyên tắc thử .....	19
A.2 Cách tiến hành – Xác định thời gian bắt đầu đông kết.....	19
A.3 Báo cáo thử nghiệm – Thời gian bắt đầu đông kết .....	19
A.4 Cách tiến hành – Xác định thời gian kết thúc đông kết .....	19
A.5 Báo cáo thử nghiệm – Thời gian kết thúc đông kết.....	20

## **Lời nói đầu**

**TCVN xxxx-3:xxxx** thay thế TCVN 6017:2015.

**TCVN xxxx-3:xxxx** được xây dựng trên cơ sở EN 196-3:2016.

**TCVN xxxx-3: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-3:xxxx do Viện Vật liệu Xây dựng - Bộ Xây dựng biên soạn trên cơ sở tham khảo EN 196-3:2016 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-3:xxxx đã có những nội dung kỹ thuật thay đổi so với EN 196-3:2016 ở các điều sau:

Điều 4.1 Phòng thí nghiệm:

- Phòng thí nghiệm, nơi các mẫu thử được chuẩn bị và thử, được duy trì ở nhiệt độ  $(27 \pm 2) ^\circ\text{C}$ ;
- Xi măng, nước và các thiết bị, dụng cụ được sử dụng để chế tạo và thử mẫu thử phải có nhiệt độ bằng  $(27 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

Điều 6.1.1: Khay ngâm mẫu thử, dùng để ngâm các khuôn chứa mẫu thử trong nước, được duy trì ở  $(27,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$  trong suốt quá trình bảo dưỡng mẫu thử.

Điều 6.1.2: Khu vực kín được kiểm soát nhiệt độ, bao gồm bể nước hoặc tủ dưỡng hộ, có nhiệt độ được kiểm soát ở  $(27,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$ .

Điều 7.1.2: Nhiệt độ của nước từ  $(27 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

Điều 7.1.3: Phòng hoặc tủ dưỡng hộ, có kích thước phù hợp, được duy trì ở nhiệt độ  $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

Điều A.1 Nguyên tắc thử:

- Phòng hoặc tủ dưỡng hộ có kích thước phù hợp, được duy trì ở nhiệt độ  $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

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-3:xxxx

- 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 3: Xác định thời gian đông kết và độ ổn định thể tích

*Methods of testing cement –*

*Part 3: Determination of setting times and soundness*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ dẻo tiêu chuẩn, thời gian đông kết và độ ổn định thể tích của xi măng.

Phương pháp này áp dụng cho các loại xi măng thông dụng, các loại xi măng và các vật liệu khác, có viện dẫn phương pháp này. Phương pháp này có thể không áp dụng cho các loại xi măng khác mà có, ví dụ, thời gian bắt đầu đông kết rất ngắn. Phương pháp này được dùng để đánh giá sự phù hợp của thời gian đông kết và độ ổn định thể tích của một loại xi măng so với yêu cầu kỹ thuật của nó.

Tiêu chuẩn này mô tả các phương pháp chuẩn còn cho phép sử dụng các thiết bị và quy trình thay thế, như được chỉ ra trong chú thích, với điều kiện chúng đã được hiệu chuẩn so với phương pháp chuẩn. Trong trường hợp có tranh chấp, chỉ các thiết bị và quy trình chuẩn được sử dụng.

#### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây, một phần hoặc toàn bộ, là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN xxxx-1 (EN 196-1), *Phương pháp thử xi măng - Phần 1: Xác định cường độ.*

#### 3 Nguyên tắc

Hồ xi măng đạt độ dẻo tiêu chuẩn có một sức cản được quy định đối với sự lún của kim to. Lượng nước cần thiết để hồ xi măng đạt độ dẻo tiêu chuẩn được xác định bằng cách thử độ lún của kim to vào các hồ xi măng có các hàm lượng nước khác nhau.

Thời gian đông kết được xác định bằng cách quan sát độ lún sâu của kim nhỏ vào hồ xi măng có độ dẻo tiêu chuẩn cho đến khi đạt được giá trị quy định.

Độ ổn định thể tích được xác định bằng cách quan sát sự nở thể tích của hồ xi măng có độ dẻo tiêu chuẩn thông qua sự dịch chuyển tương đối của hai càng khuôn.

## 4 Phòng thí nghiệm, thiết bị và vật liệu

### 4.1 Phòng thí nghiệm

Phòng thí nghiệm, nơi các mẫu thử được chuẩn bị và thử, được duy trì ở nhiệt độ  $(27 \pm 2)$  °C và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 50 %.

Nhiệt độ và độ ẩm tương đối của không khí trong phòng thí nghiệm và nhiệt độ của nước trong khay ngâm mẫu thử được ghi lại ít nhất một lần mỗi ngày trong suốt quá trình thử nghiệm.

Xi măng, nước và các thiết bị, dụng cụ được sử dụng để chế tạo và thử mẫu thử phải có nhiệt độ bằng  $(27 \pm 2)$  °C.

CHÚ THÍCH: Xem phụ lục A về điều kiện bảo dưỡng mẫu thử được áp dụng khi thử thời gian đông kết bằng phương pháp thử thay thế.

Ở nơi có nhiệt độ được quy định trong khoảng thì nhiệt độ kiểm soát tại đó phải được đặt ở nhiệt độ mục tiêu là giá trị giữa của khoảng.

### 4.2 Thiết bị và vật liệu

Các dung sai thể hiện trong các Hình vẽ từ 1 đến 2 quan trọng cho sự vận hành đúng của thiết bị trong quá trình thử nghiệm. Khi các phép đo kiểm soát thường xuyên chỉ ra rằng các dung sai không được thỏa mãn thì thiết bị phải được điều chỉnh, sửa chữa cho phù hợp hoặc loại bỏ. Hồ sơ của các phép đo kiểm soát phải được lưu giữ lại.

Khi nghiệm thu thiết bị mới cần phải kiểm tra: khối lượng, thể tích và các kích thước như quy định của tiêu chuẩn này, đặc biệt chú ý tới các kích thước tới hạn của các dung sai được quy định.

Trong những trường hợp mà hợp vật liệu của thiết bị có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm thì vật liệu đó sẽ được chỉ định và phải sử dụng vật liệu theo chỉ định.

Các kích thước xấp xỉ được mô tả trên các hình vẽ nhằm hướng dẫn cho các nhà sản xuất và người vận hành thiết bị. Các kích thước, bao gồm cả dung sai, là bắt buộc.

**4.2.1 Cân**, có khả năng cân chính xác đến  $\pm 1$  g.

**4.2.2 Ống đong có vạch chia hoặc buret**, có khả năng đo thể tích chính xác đến  $\pm 1$  mL.



#### 4.2.3 Máy trộn, phù hợp với tiêu chuẩn TCVN xxxx-1 (EN 196-1).

CHÚ THÍCH: Hồ đồng đều hơn được tạo ra ở giới hạn dung sai thấp hơn đối với khe hở giữa cánh trộn và cối trộn.

#### 4.2.4 Nước, nước cất hoặc nước khử ion sử dụng để chế tạo mẫu thử.

Nước uống có thể được sử dụng để bảo dưỡng và luộc mẫu thử.

#### 4.2.5 Đồng hồ bấm giây, có khả năng đo chính xác đến $\pm 1$ s.

#### 4.2.6 Dụng cụ đo độ dài, có khả năng đo chính xác đến $\pm 0,5$ mm.

### 5 Xác định độ dẻo tiêu chuẩn

#### 5.1 Thiết bị, dụng cụ

Dùng dụng cụ Vicat thủ công được mô tả trong Hình 1a) và b) với kim to được mô tả trong Hình 1c). Kim to được làm bằng kim loại không bị ăn mòn, có dạng trụ thẳng, chiều dài hữu ích tối thiểu là 45 mm và đường kính là  $(10,00 \pm 0,05)$  mm. Tổng khối lượng của bộ phận chuyển động phải là  $(300 \pm 1)$  g. Chuyển động của bộ phận này phải thật thẳng đứng, ma sát không đáng kể, và trục của bộ phận chuyển động phải trùng với trục kim to.

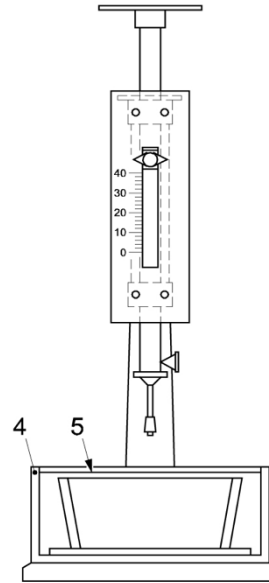
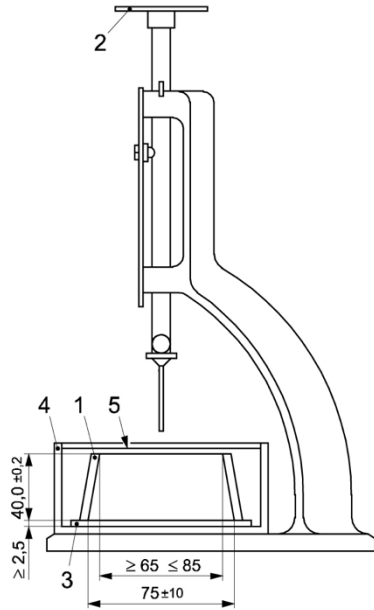
Khuôn Vicat [xem Hình 1a)] để chứa hồ được làm bằng cao su cứng, nhựa cứng hoặc đồng thau. Khuôn có dạng hình trụ tròn hoặc tốt nhất là hình nón cụt, sâu  $(40,0 \pm 0,2)$  mm, đường kính trong là  $(75 \pm 10)$  mm. Khuôn phải đủ cứng và được cấp kèm theo một tấm đế phẳng có kích thước lớn hơn kích thước của khuôn và dày ít nhất 2,5 mm, cấu tạo bằng vật liệu không thấm hút, chịu được sự ăn mòn của hồ xi măng, ví dụ như tấm thủy tinh phẳng.

Các khuôn được làm bằng kim loại khác có thể được sử dụng với điều kiện độ sâu của khuôn phải đảm bảo theo quy định và việc sử dụng các khuôn này phải được hiệu chuẩn so với khuôn đã được quy định.

Phòng thí nghiệm nên sử dụng các tấm đế phẳng có chiều dày bằng nhau để chỉ cần chỉnh thang chia vạch của dụng cụ Vicat một lần cho nhiều phép xác định.

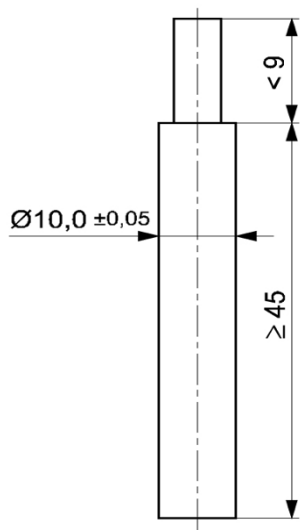
Nếu kim to, kim nhỏ và kim có gắn vòng đều có cùng khối lượng, ví dụ  $(9,0 \pm 0,5)$  g thì chỉ cần một khối lượng điều chỉnh là đủ cho mỗi dụng cụ Vicat.

Kích thước tính bằng milimét

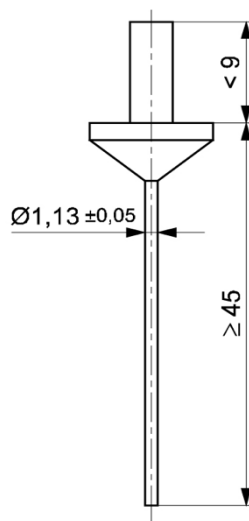


a) Nhìn từ mặt bên dụng cụ Vicat và khuôn khi xác định thời gian bắt đầu đông kết

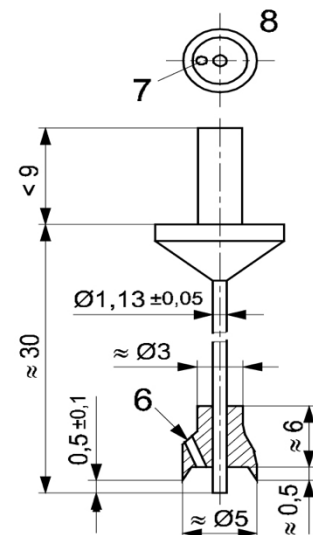
b) Nhìn trực diện dụng cụ Vicat và khuôn khi xác định thời gian kết thúc đông kết



c) Kim to thử độ dẻo tiêu chuẩn



d) Kim thử bắt đầu đông kết



e) Kim thử kết thúc đông kết

CHÚ DẪN:

- 1 Khuôn
- 2 Khối lượng điều chỉnh
- 3 Tấm đế
- 4 Khay ngâm mẫu thử
- 5 Nước
- 6 Lỗ thông khí ( $\varnothing \approx 1,5$ )
- 7 Lỗ thông khí
- 8 Kim thử có lắp vòng nhỏ để xác định thời gian kết thúc đông kết nhìn từ phía dưới

Hình 1 - Dụng cụ Vicat thủ công điển hình để xác định độ dẻo tiêu chuẩn và thời gian đông kết

## 5.2 Cách tiến hành

### 5.2.1 Trộn hồ xi măng

Cân 500 g xi măng và một lượng nước, ví dụ 125 g, chính xác đến  $\pm 1$  g, bằng cân (4.2.1). Nếu dùng ống đong có vạch chia hoặc buret (4.2.2) để định lượng nước thì đong chính xác đến  $\pm 1$  mL. Hồ được trộn bằng máy trộn (4.2.3). Thời gian của các giai đoạn trộn khác nhau là khoảng thời gian được tính từ thời điểm bật cho đến thời điểm tắt công tắc nguồn của máy trộn, để bắt đầu và kết thúc quá trình trộn của các giai đoạn trộn đó, và phải được duy trì trong khoảng sai lệch  $\pm 2$  s.

Với máy trộn trong điều kiện sẵn sàng hoạt động:

a) Đổ nước trước, sau đó đổ xi măng vào cối trộn, cẩn thận tránh để mất nước hoặc xi măng; hoàn thành quá trình đổ cả nước và xi măng trong thời gian 10 s;

b) Ngay khi nước và xi măng được tiếp xúc với nhau, khởi động máy trộn ở tốc độ thấp, cùng lúc đó bắt đầu tính thời gian của các giai đoạn trộn. Đồng thời, ghi lại thời điểm, lấy đến phút gần nhất, làm “thời điểm không”;

CHÚ THÍCH: “Thời điểm không” là mốc để tính thời gian bắt đầu đông kết (xem 6.2) và thời gian kết thúc đông kết (xem 6.3).

c) Sau 90 s trộn, dừng máy trộn 30 s. Trong thời gian này, dùng bay cao su hoặc nhựa phù hợp gạt toàn bộ phần hồ bám ở thành và đáy cối trộn đưa vào giữa cối trộn;

d) Bật lại máy trộn và chạy ở tốc độ thấp thêm 90 s nữa. Tổng thời gian chạy máy trộn là 3 min.

Phương pháp trộn khác bất kỳ có thể được sử dụng với điều kiện phương pháp đó đã được hiệu chuẩn so với phương pháp chuẩn này.

### 5.2.2 Điền đầy hồ vào khuôn

Đổ ngay hồ vào khuôn đã đặt trên tấm đế phẳng. Khuôn và tấm đế đều được bôi một lớp dầu mỏng trước. Đổ hồ đầy hơn khuôn mà không nén hay rung quá mạnh. Loại bỏ khoảng trống trong hồ bằng cách dùng nắm tay vỗ nhẹ vào thành khuôn đã được điền đầy hồ. Dùng dụng cụ có cạnh thẳng gạt phần hồ thừa theo kiểu chuyển động cưa nhẹ nhàng, sao cho hồ đầy ngang mặt khuôn và bề mặt trên phải phẳng trơn.

CHÚ THÍCH: Một số loại dầu đã được phát hiện là có ảnh hưởng tới thử nghiệm thời gian đông kết; các loại dầu gốc khoáng đã được xác nhận là phù hợp.

**CẢNH BÁO:** Hồ xi măng ướt, có hàm lượng kiềm cao có thể gây phỏng rộp da tay. Vì vậy, để tránh tiếp xúc trực tiếp với hồ xi măng, trong quá trình thử nghiệm phải đeo găng tay bảo vệ.

### 5.2.3 Xác định độ dẻo tiêu chuẩn

Điều chỉnh dụng cụ Vicat thủ công với kim to [Hình 1c)], đã được gắn trước khi thử nghiệm, bằng cách hạ thấp kim to cho chạm tấm đế và chỉnh kim chỉ hoặc thang chia vạch về số "0". Nâng kim to lên tới vị trí chuẩn bị vận hành. Ngay sau khi gạt phẳng mặt hồ, chuyển khuôn và tấm đế sang dụng cụ Vicat và đặt cho tâm của khuôn đúng dưới kim to. Hạ kim to từ từ cho đến khi nó tiếp xúc với mặt hồ. Giữ ở vị trí này từ 1 s đến 2 s để tránh vận tốc ban đầu hoặc gia tốc cưỡng bức của bộ phận chuyển động. Sau đó, thả nhanh bộ phận chuyển động để kim to lún thẳng đứng vào trung tâm hồ. Thời điểm thả kim to phải xảy ra cách "thời điểm không"  $4 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$ . Đọc số trên thang chia vạch sau khi kim to ngừng lún ít nhất 5 s, hoặc đọc tại thời điểm 30 s sau khi thả kim, tùy theo việc nào xảy ra sớm hơn.

Ghi lại trị số vừa đọc được trên thang chia vạch, trị số đó biểu thị khoảng cách giữa mặt dưới đầu kim to với tấm đế. Đồng thời ghi lại lượng nước của hồ, biểu thị theo phần trăm khối lượng xi măng. Lau sạch kim to ngay sau mỗi lần thử lún.

Lập lại phép thử với các hồ có lượng nước khác nhau cho tới khi thu được khoảng cách giữa đầu kim to với tấm đế là  $(6 \pm 2) \text{ mm}$ . Ghi lại hàm lượng nước của hồ đó, làm tròn đến 0,5 % và coi đó là lượng nước cho độ dẻo tiêu chuẩn.

## 6 Xác định thời gian đông kết

### 6.1 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ được mô tả trong điều này được sử dụng trong thực hiện phương pháp chuẩn. Các dụng cụ thử thời gian đông kết tự động phù hợp với các yêu cầu quy định trong phương pháp chuẩn có thể được sử dụng.

Các dụng cụ xác định thời gian đông kết tự động hoặc thủ công khác, được dựa trên cùng nguyên tắc thử, có thể được sử dụng với điều kiện chúng đã được hiệu chuẩn so với phương pháp chuẩn.

CHÚ THÍCH: Kinh nghiệm cho thấy, trong phương pháp chuẩn này, tại đó các mẫu thử được ngâm ngập trong nước, không phù hợp đối với một số loại xi măng đông kết chậm. Phương pháp thử thay thế được đưa ra trong phụ lục A. Yêu cầu kỹ thuật cho các loại xi măng và các sản phẩm khác sẽ công bố khi phương pháp thử thay thế được sử dụng.

**6.1.1 Khay ngâm mẫu thử**, dùng để ngâm các khuôn chứa mẫu thử trong nước được duy trì ở  $(27,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$  trong suốt quá trình bảo dưỡng.

**6.1.2 Khu vực kín được kiểm soát nhiệt độ**, bao gồm bể nước hoặc tủ dưỡng hộ, có nhiệt độ được kiểm soát ở  $(27,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$ , thích hợp để bảo dưỡng các khay ngâm mẫu thử (6.1.1).

### 6.1.3 Dụng cụ Vicat (thủ công hoặc tự động) để xác định thời gian bắt đầu đông kết

Tháo kim to và lắp vào đó kim nhỏ [Hình 1d)]. Kim này được làm bằng thép không gỉ và có dạng hình trụ thẳng, với chiều dài hữu ích tối thiểu là 45 mm và đường kính  $(1,13 \pm 0,05) \text{ mm}$ . Tổng khối lượng của

bộ phận chuyển động phải là  $(300 \pm 1)$  g. Chuyển động của bộ phận này phải thật thẳng đứng, ma sát không đáng kể, và trục của bộ phận chuyển động phải trùng với trục của kim.

Điều chỉnh dụng cụ Vicat với kim nhỏ [Hình 1d]), đã được gắn trước khi thử nghiệm, bằng cách hạ thấp kim cho chạm tấm để được sử dụng, đặt trong khay ngâm mẫu thử, và chỉnh kim chỉ hoặc thang chia vạch về số "0". Nâng kim lên tới vị trí chuẩn bị vận hành.

#### **6.1.4 Dụng cụ Vicat (thủ công hoặc tự động) để xác định thời gian kết thúc đông kết**

Lắp kim có gắn vòng nhỏ đường kính khoảng 5 mm [Hình 1e]) để dễ dàng quan sát chính xác độ lún nhỏ khi kim cắm xuống hồ. Tổng khối lượng của bộ phận chuyển động phải là  $(300 \pm 1)$  g. Chuyển động của bộ phận này phải thật thẳng đứng, ma sát không đáng kể, và trục của bộ phận chuyển động phải trùng với trục của kim.

Dụng cụ xác định thời gian đông kết tự động với kim [Hình 1d]) để xác định thời gian kết thúc đông kết có thể được sử dụng với điều kiện chúng đã được hiệu chuẩn so với phương pháp chuẩn.

## **6.2 Xác định thời gian bắt đầu đông kết**

### **6.2.1 Cách tiến hành**

Đổ đầy hồ có độ dẻo tiêu chuẩn đã được trộn theo 5.2.1 vào khuôn Vicat (xem 5.1) phù hợp với 5.2.2.

Đặt khuôn đã có hồ và tấm đế vào khay ngâm mẫu thử (6.1.1), thêm nước vào khay sao cho bề mặt của hồ bị ngập sâu trong nước ít nhất 5 mm và bảo dưỡng trong khu vực kín được kiểm soát nhiệt độ (6.1.2) có nhiệt độ được kiểm soát ở  $(27,0 \pm 1,0)$  °C.

Tại thời điểm thử lún, chuyển khuôn và tấm đế sang dụng cụ Vicat, ở vị trí dưới kim. Hạ kim từ từ cho tới khi chạm vào bề mặt hồ. Giữ ở vị trí này từ 1 s đến 2 s để tránh vận tốc ban đầu hoặc gia tốc cưỡng bức của bộ phận chuyển động. Sau đó thả nhanh bộ phận chuyển động và để kim lún thẳng vào trong hồ. Đọc số trên thang chia vạch sau khi kim to ngừng lún, hoặc đọc tại thời điểm 30 s sau khi thả kim, tùy theo việc nào xảy ra sớm hơn.

Ghi lại trị số vừa đọc trên thang chia vạch, trị số này biểu thị khoảng cách giữa đầu kim và mặt trên tấm đế. Đồng thời ghi lại thời gian tính từ "thời điểm không" (xem 5.2.1). Lặp lại phép thử lún tại các vị trí khác thuận tiện trên cùng bề mặt mẫu thử đó, sao cho các vị trí thử cách thành khuôn ít nhất 8 mm hoặc các vị trí thử cách nhau 5 mm và cách vị trí thử ngay trước đó ít nhất 10 mm. Thử nghiệm được lặp lại sau những khoảng thời gian thích hợp, ví dụ cách nhau 10 min. Trong khoảng thời gian giữa các lần thử lún, mẫu thử được giữ trong khay ngâm mẫu thử đặt trong khu vực kín được kiểm soát nhiệt độ (6.1.2). Lau sạch kim Vicat ngay sau mỗi lần thử lún. Giữ lại mẫu thử nếu còn tiếp tục xác định thời gian kết thúc đông kết.

Thời gian bắt đầu đông kết của mẫu thử xi măng chính là khoảng thời gian tính từ "thời điểm không" (xem 5.2.1) đến thời điểm khoảng cách giữa đầu kim và mặt trên tấm đế đạt  $(6 \pm 3)$  mm, được đo đến phút gần nhất.

## 6.2.2 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo khoảng thời gian trôi qua, tính bằng phút, kể từ thời điểm “không” đến thời điểm khoảng cách giữa đầu kim và mặt trên tấm để đạt  $(6 \pm 3)$  mm là thời gian bắt đầu đông kết của xi măng, làm tròn đến 5 min.

CHÚ THÍCH 1: Để tăng độ chính xác cho kết quả thử nghiệm thì nên giảm bớt khoảng cách thời gian giữa các lần thử lún khi gần đến thời điểm đông kết.

CHÚ THÍCH 2: Kinh nghiệm chỉ ra rằng, độ lặp lại là 10 % khi biểu thị bằng hệ số biến thiên.

CHÚ THÍCH 3: Kinh nghiệm chỉ ra rằng, độ tái lập là 12 % khi biểu thị bằng hệ số biến thiên.

## 6.3 Xác định thời gian kết thúc đông kết

### 6.3.1 Cách tiến hành

Lật ngược khuôn đã sử dụng ở 6.2 lên trên tấm đế của nó, sao cho việc thử kết thúc đông kết được tiến hành ngay trên mặt mẫu thử lúc đầu đã tiếp xúc tấm đế. Đặt khuôn và tấm đế trở lại khay ngâm mẫu thử (6.1.1) và bảo dưỡng trong khu vực kín được kiểm soát nhiệt độ (6.1.2) ở  $(27,0 \pm 1,0)$  °C .

Tại thời điểm thử lún, chuyển khuôn và tấm đế sang dụng cụ Vicat, đặt ở vị trí dưới kim.

Hạ kim từ từ cho tới khi đầu kim chạm vào bề mặt hồ. Giữ nguyên vị trí này trong vòng 1 s đến 2 s để tránh vận tốc ban đầu hoặc gia tốc cưỡng bức của bộ phận chuyển động. Sau đó thả nhanh bộ phận chuyển động và để kim lún thẳng sâu vào trong hồ. Đọc thang chia vạch khi kim ngừng lún, hoặc đọc vào thời điểm 30 s sau khi thả kim, tùy theo việc nào xảy ra sớm hơn.

Lặp lại phép thử lún tại các vị trí khác thuận tiện trên cùng bề mặt mẫu thử đó, sao cho các vị trí thử cách thành khuôn ít nhất 8 mm hoặc các vị trí thử cách nhau 5 mm và cách vị trí thử ngay trước đó ít nhất 10 mm. Thử nghiệm được lặp lại sau những khoảng thời gian thích hợp, ví dụ cách nhau 30 min. Trong khoảng thời gian giữa các lần thử lún, mẫu thử được giữ trong khay ngâm mẫu thử đặt trong khu vực kín được kiểm soát nhiệt độ (6.1.2). Lau sạch kim Vicat ngay sau mỗi lần thử lún.

Ghi lại thời điểm kim chỉ lún vào bề mặt mẫu thử 0,5 mm lần đầu tiên. Thời điểm đó cũng chính là thời điểm mà vòng gấn trên kim lần đầu tiên không còn ghi dấu trên bề mặt mẫu thử. Thời điểm này có thể xác định một cách chính xác bằng cách giảm thời gian giữa các lần thử nghiệm lún khi gần đến thời điểm kết thúc đông kết. Thời điểm kết thúc đông kết sẽ được xác nhận bằng cách lặp lại quy trình thử lún như trên tại hai vị trí khác nữa trên bề mặt mẫu thử.

### 6.3.2 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo khoảng thời gian trôi qua, tính bằng phút, kể từ “thời điểm không” đến thời điểm kim chỉ lún vào bề mặt mẫu thử 0,5 mm lần đầu tiên là thời gian kết thúc đông kết của xi măng, làm tròn đến 5 min.

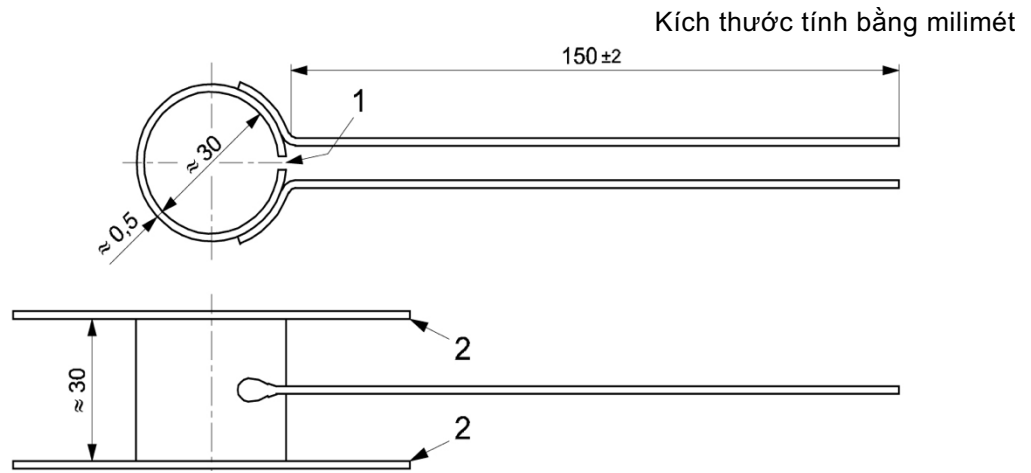
## 7 Xác định độ ổn định thể tích

### 7.1 Thiết bị, dụng cụ

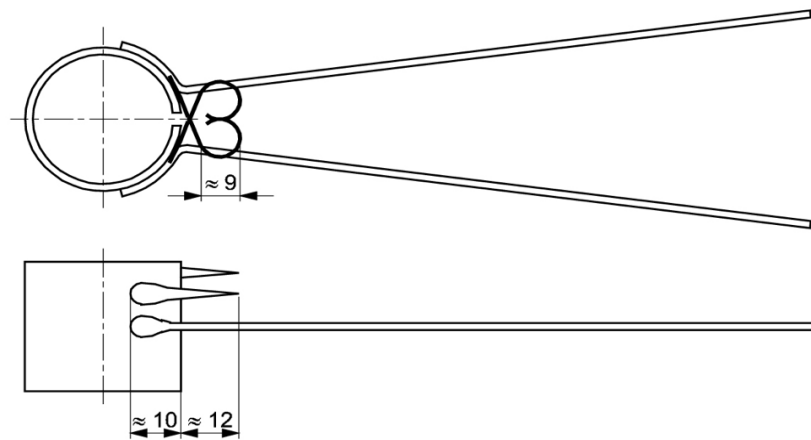
#### 7.1.1 Dụng cụ Le Chatelier

Khuôn được làm bằng vật liệu có tính đàn hồi, không bị ăn mòn, ví dụ như đồng thau, có cào đo và có kích thước được mô tả trong Hình 2a). Khuôn phải có độ đàn hồi sao cho dưới tác động của một khối lượng nặng ( $300 \pm 1$ ) g như mô tả trong Hình 2c) thì khoảng cách giữa hai đầu càng khuôn tăng lên ít nhất 15,0 mm mà không bị biến dạng vĩnh viễn.

Mỗi khuôn được trang bị một cặp đế và đĩa đậy phẳng, làm bằng vật liệu không thấm hút, không bị ăn mòn bởi hồ xi măng, ví dụ như tấm thủy tinh phẳng. Đế và đĩa đậy phải có kích thước lớn hơn khuôn. Đĩa đậy phải nặng ít nhất là 75 g; với đĩa đậy có khối lượng không đủ có thể đặt thêm vật nhỏ lên trên để đáp ứng yêu cầu này.

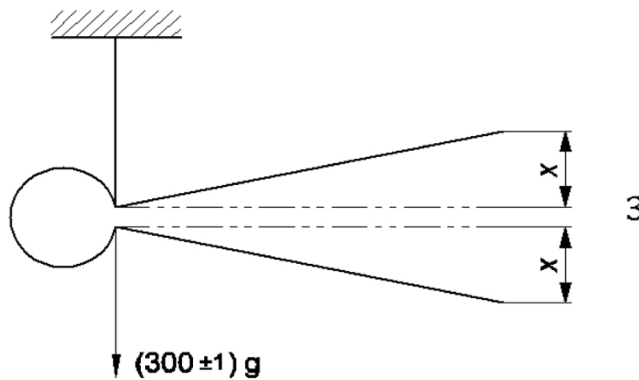


**a) Dụng cụ Le Chatelier điển hình để xác định độ ổn định thể tích của xi măng**



CHÚ THÍCH: Bố trí hai móc hàn trên mỗi mặt bên của khe hở ở nửa trên của khuôn để tháo bỏ mẫu thử sau khi thử được dễ dàng.

**b) Dụng cụ Le Chatelier điển hình để xác định độ ổn định thể tích của xi măng - Bố trí móc để tháo khuôn (không bắt buộc)**



**c) Dụng cụ Le Chatelier điển hình để xác định độ ổn định thể tích của xi măng - Bố trí thử nghiệm độ đàn hồi**

CHÚ DẪN:

- 1 Khe hở
- 2 Đĩa đáy (để phẳng)
- 3 Tăng độ mở rộng của hai đầu càng ( $2X \geq 15,0$ )

**Hình 2 – Dụng cụ Le Chatelier điển hình**



**7.1.2 Thùng lọc mẫu thử**, có dụng cụ đun nóng, có khả năng chứa ngập được các mẫu thử Le Chatelier và có thể nâng nhiệt độ của nước từ  $(27 \pm 2) ^\circ\text{C}$  đến sôi trong khoảng thời gian  $(30 \pm 5)$  min.

**7.1.3 Phòng hoặc tủ dưỡng hộ**, có kích thước phù hợp, được duy trì ở nhiệt độ  $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$  và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 90 %.

## 7.2 Cách tiến hành

Chế tạo hồ xi măng có độ dẻo tiêu chuẩn. Đặt khuôn Le Chatelier lên tấm đế. Khuôn và tấm đế đều đã được bôi một lớp dầu mỏng trước. Đổ đầy hồ xi măng ngay vào khuôn mà không lắc hoặc rung quá mạnh, chỉ dùng tay và một dụng cụ có cạnh thẳng để gạt bằng mặt mẫu thử, nếu cần. Trong suốt quá trình điền đầy hồ vào khuôn, để khuôn không bị mở ra tình cờ thì có thể dùng các ngón tay bóp giữ nhẹ khuôn hoặc dùng dây cao su thích hợp buộc vào khuôn.

**CẢNH BÁO 1:** Hồ xi măng ướt có hàm lượng kiềm cao có thể gây phỏng da tay. Vì vậy, để tránh tiếp xúc trực tiếp với hồ xi măng, trong quá trình thử nghiệm phải đeo găng tay bảo vệ.

Đậy khuôn lại bằng đĩa đã được bôi một lớp dầu mỏng, thêm khối lượng điều chỉnh, nếu cần. Sau đó, đặt toàn bộ dụng cụ vào phòng hoặc tủ dưỡng hộ trong khoảng thời gian  $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$  ở nhiệt độ  $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$  và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 90 %.

Khuôn chứa mẫu thử, nằm giữa các tấm đậy, với khối lượng bổ sung nếu cần, có thể đặt trong bể nước và được duy trì ngập trong nước khoảng  $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$  ở  $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$ , với điều kiện quy trình này đã được hiệu chuẩn so với phương pháp chuẩn.

Vào cuối thời điểm  $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$ , đo khoảng cách (A) giữa hai điểm chóp của càng khuôn, làm tròn đến 0,5 mm. Sau đó, đặt khuôn vào thùng lọc mẫu thử (7.1.2), khuôn được ngập trong nước. Đun nước dần dần đến sôi trong  $(30 \pm 5)$  min và duy trì thùng nước ở nhiệt độ sôi trong  $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ .

Trong trường hợp chỉ ra được rằng độ nở sau thời gian sôi ngắn hơn vẫn giống như sau 3 h sôi thì có thể sử dụng quy trình đun sôi ngắn hơn đó.

Vào thời điểm kết thúc việc đun sôi, đo khoảng cách (B) giữa hai điểm chóp của càng khuôn, làm tròn đến 0,5 mm.

**CẢNH BÁO 2:** Cần thận khi cầm các mẫu thử nóng.

Lấy khuôn nóng ra khỏi thùng lọc mẫu thử và để nguội đến nhiệt độ phòng thí nghiệm. Sau đó, đo khoảng cách C giữa hai điểm chóp của càng khuôn, làm tròn đến 0,5 mm.

## 7.3 Báo cáo thử nghiệm

Ghi lại các giá trị đo A và C và tính toán hiệu  $(C - A)$ , làm tròn đến milimet gần nhất. Nếu độ nở của mẫu thử vượt quá giới hạn cho phép trong yêu cầu kỹ thuật đối với xi măng thì phải tiến hành thử nghiệm lại.

Báo cáo giá trị ( $C - A$ ), hoặc giá trị trung bình của hai giá trị khi việc thử nghiệm lại đã được thực hiện, làm tròn đến milimet gần nhất.

Trong trường hợp chỉ ra được rằng các điều kiện thử nghiệm dẫn đến sai lệch không đáng kể giữa các giá trị đo  $B$  và  $C$  thì có thể báo cáo hiệu số ( $B - A$ ), do có thể rút ngắn được thời gian cần thiết khi thử nghiệm.

#### **7.4 Thử nghiệm lại**

Nếu xi măng mới sản xuất không đáp ứng yêu cầu về độ ổn định thể tích thì có thể thử nghiệm lại sau khi đã lưu giữ. Trước khi tiến hành thử nghiệm lại, rải xi măng thành một lớp dày khoảng 70 mm và bảo quản trong 7 ngày ở môi trường có nhiệt độ  $(27 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 50 %. Sau đó tiến hành thử nghiệm lại xi măng theo quy trình thử nghiệm 7.2.

## Phụ lục A

### (Tham khảo)

#### Phương pháp thử thay thế để xác định thời gian đông kết

##### A.1 Nguyên tắc thử

Dụng cụ sử dụng và các quy trình chuẩn bị mẫu thử được mô tả trong Điều 6, nhưng bổ sung thêm vào phần thiết bị một phòng hoặc tủ dưỡng hộ có kích thước phù hợp, được duy trì ở nhiệt độ  $(27 \pm 1) ^\circ\text{C}$  và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 90%.

CHÚ THÍCH: Việc sử dụng phương pháp thay thế sẽ được nêu trong yêu cầu kỹ thuật của loại xi măng hoặc sản phẩm đó.

##### A.2 Cách tiến hành – Xác định thời gian bắt đầu đông kết

Điều chỉnh dụng cụ Vicat với kim nhỏ [Hình 1d], đã được gắn trước khi thử nghiệm bằng cách hạ thấp kim cho chạm tấm để được sử dụng và chỉnh kim chỉ về số "0" trên thang chia vạch. Nâng kim lên tới vị trí chuẩn bị vận hành. Đổ đầy hồ có độ dẻo tiêu chuẩn đã trộn theo 5.2.1 vào khuôn Vicat theo 5.2.2.

Đặt khuôn đã có hồ và tấm đế vào phòng hoặc tủ dưỡng hộ. Tại thời điểm thử lún, chuyển khuôn và tấm đế sang dụng cụ Vicat, đặt ở vị trí dưới kim.

Hạ kim từ từ cho tới khi chạm vào bề mặt hồ. Giữ nguyên vị trí này trong vòng 1 s đến 2 s để tránh vận tốc ban đầu hoặc gia tốc cưỡng bức của bộ phận chuyển động. Sau đó thả nhanh bộ phận chuyển động và để kim lún sâu vào trong hồ. Đọc thang chia vạch khi kim ngừng lún, hoặc đọc vào thời điểm 30 s sau khi thả kim, tùy theo việc nào xảy ra sớm hơn.

Ghi lại trị số vừa đọc trên thang chia vạch, trị số này biểu thị khoảng cách giữa đầu kim và mặt trên tấm đế. Đồng thời ghi lại thời gian tính từ "thời điểm không". Lặp lại phép thử lún tại các vị trí khác trên bề mặt cùng mẫu thử đó, sao cho các vị trí thử cách thành khuôn ít nhất 8 mm hoặc các vị trí thử cách nhau 5 mm và cách vị trí thử ngay trước đó ít nhất 10 mm. Thử nghiệm được lặp lại sau những khoảng thời gian thích hợp, ví dụ cách nhau 10 min. Trong khoảng thời gian giữa các lần thả kim, mẫu thử được giữ nguyên trong phòng hoặc tủ dưỡng hộ. Lau sạch kim Vicat ngay sau mỗi lần thả kim. Giữ lại mẫu thử nếu còn tiếp tục xác định thời gian kết thúc đông kết.

##### A.3 Báo cáo thử nghiệm – Thời gian bắt đầu đông kết

Báo cáo khoảng thời gian trôi qua kể từ "thời điểm không" đến thời điểm khoảng cách giữa đầu kim và mặt trên tấm đế đạt  $(6 \pm 3)$  mm là thời gian bắt đầu đông kết của xi măng, làm tròn đến 5 min.

##### A.4 Cách tiến hành – Xác định thời gian kết thúc đông kết

Lật ngược khuôn đã chứa hồ lên trên tấm đế của nó và thực hiện theo quy trình được mô tả trong 6.3 với mẫu thử được giữ trong phòng hoặc tủ dưỡng hồ có độ ẩm được kiểm soát.

**A.5 Báo cáo thử nghiệm – Thời gian kết thúc đông kết**

Báo cáo khoảng thời gian trôi qua kể từ “thời điểm không” đến thời điểm kim chỉ lún vào bề mặt mẫu thử 0,5 mm lần đầu tiên là thời gian kết thúc đông kết của xi măng, làm tròn đến 5 min.

---