

TCVN XXXX:XXXX

**XI MĂNG – XÁC ĐỊNH NHIỆT THỦY HÓA THEO PHƯƠNG
PHÁP HÒA TAN**

Cement – Determination of the heat of hydration using solution method

DỰ THẢO LẤY Ý KIẾN

HÀ NỘI - XXXX

Lời nói đầu

TCVN XXXX: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 và Công nghệ công bố.

Xi măng – Xác định nhiệt thủy hóa theo phương pháp hòa tan

Cement – Determination of the heat of hydration using solution method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định nhiệt thủy hóa của các loại xi măng và chất kết dính thủy lực bằng phương pháp hòa tan.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 141:2008, *Xi măng - Phương pháp phân tích hoá học*;

TCVN 4787:2009 (EN 196-7:2007), *Xi măng - Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu*;

3 Nguyên tắc

Phương pháp này bao gồm phép đo nhiệt hòa tan, trong một hỗn hợp axit, của xi măng chưa thủy hóa và xi măng đã thủy hóa dưới các điều kiện tiêu chuẩn trong một khoảng thời gian xác định, ví dụ: 7 ngày. Các điều kiện thủy hóa được tiêu chuẩn hóa như sau:

- tỷ lệ nước / xi măng là 0,40;
- sử dụng hồ xi măng nước;
- bảo quản mẫu hồ xi măng ở nhiệt độ không đổi ($20,0 \pm 0,2$) °C trong toàn bộ quá trình thủy hóa.

Nhiệt thủy hóa cho mỗi giai đoạn, H_i , là hiệu số giữa nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa (Q_a) và nhiệt hòa tan của xi măng đã thủy hóa (Q_i).

Chú thích 1: Kết quả của phương pháp này sẽ kém chính xác nếu một số thành phần của xi măng và chất kết dính thủy lực không hòa tan trong hỗn hợp axit HNO_3/HF

4 Hóa chất và vật liệu

4.1 Hỗn hợp axit, tinh khiết phân tích

Hỗn hợp axit thu được bằng cách pha 2,760 g axit hydro fluoride (HF) 40 % vào mỗi 100,0 g ($2,00 \pm 0,01$) mol/l axit hydro trioxonitrat (HNO_3), hoặc 2,600 ml axit hydro fluoride vào mỗi 100,0 ml axit hydro trioxonitrat.

CẢNH BÁO - Axit hydro fluoride có thể gây bỏng da nặng, khó lành do đó các biện pháp phòng ngừa khi xử lý chất rất ăn mòn này phải được tuân thủ nghiêm ngặt.

Khối lượng hoặc thể tích axit được sử dụng trong tất cả các phép thử, phải được đo chính xác đến $\pm 0,2$ %.

4.2 Kẽm oxit (ZnO), tinh khiết phân tích

Để xác định nhiệt dung của nhiệt lượng kế. Cân từ 40 g đến 50 g. Nung tại (950 ± 25) °C trong 1 giờ. Làm nguội trong bình hút ẩm. Nghiền để lọt qua sàng 125 μm . Bảo quản trong bình hút ẩm.

4.3 Xi măng chưa thủy hóa

Bảo quản xi măng chưa thủy hóa, đã loại bỏ sắt kim loại bằng nam châm, trong hộp kín để tránh hấp thụ nước hoặc khí cacbonic. Đưa mẫu thử về nhiệt độ môi trường và đồng nhất cẩn thận trước khi sử dụng.

4.4 Xi măng đã thủy hóa

Chuẩn bị mẫu xi măng đã thủy hóa bằng cách trộn mạnh, bằng tay hoặc bằng máy, ($100,0 \pm 0,1$) g xi măng chưa thủy hóa với ($40,0 \pm 0,1$) g nước cất hoặc nước khử ion trong 3 phút tại nhiệt độ môi trường. Cho hỗn hợp hồ xi măng vào các lọ hình trụ bằng nhựa hoặc thủy tinh (ba lọ cho mỗi độ tuổi thủy hóa sẽ thử nghiệm) sao cho mỗi lọ chứa từ 15 g đến 20 g hồ xi măng. Đậy kín các lọ bằng nút (và nếu cần thiết, gắn bằng sáp parafin hoặc vật liệu tương tự). Sau đó đặt các lọ nằm ngang vào bể ổn nhiệt và bảo quản ở nhiệt độ ($20,0 \pm 0,2$) °C đến các tuổi cần thử.

5 Thiết bị

5.1 Nhiệt lượng kế

Chú thích 2: Phương pháp này không liên quan đến việc tiêu chuẩn hóa thiết bị đo nhiệt lượng hoặc dụng cụ đo. Bình cách nhiệt có thể tích khoảng 650 ml là phù hợp.

Một nhiệt lượng kế phù hợp (giống như mô tả trong hình 1) bao gồm:

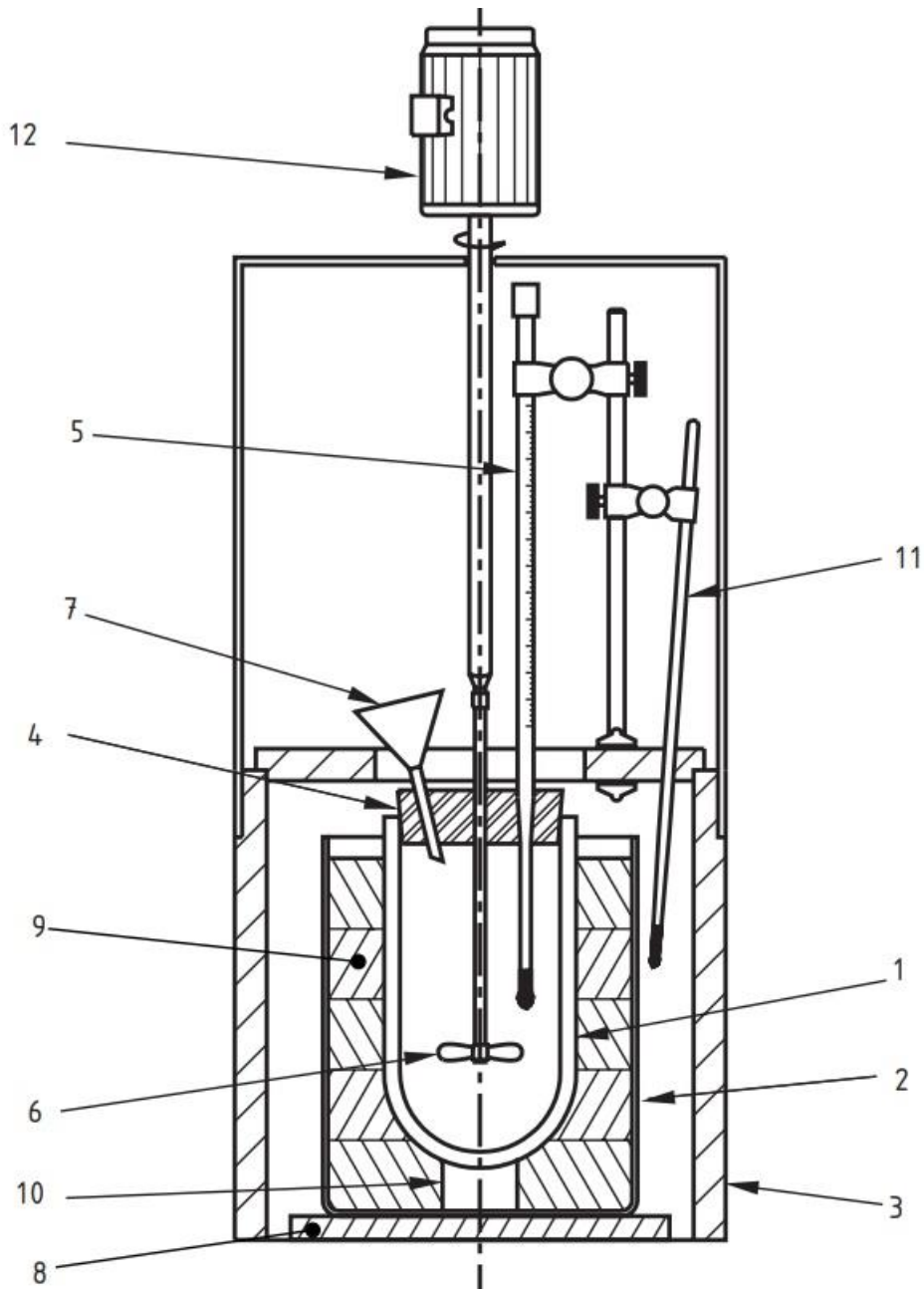
a) Bình hòa tan, bao gồm: một bình cách nhiệt (ví dụ như bình Dewar), hoặc là được đặt trong một thùng chứa cách nhiệt đặt bên trong một hộp được làm bằng vật liệu cách nhiệt (ví dụ như gỗ, nhựa dẻo) hoặc là được ngâm trong bể nước ổn nhiệt được điều chỉnh nhiệt độ đến $\pm 0,2$ °C; và một nút chặn nhiệt lượng kế (bằng nút bấc hoặc nhựa dẻo), có các lỗ cho nhiệt kế, máy khuấy và phễu dùng để đưa mẫu vào. Khả năng cách nhiệt của nhiệt lượng kế đánh giá qua hệ số rò rỉ nhiệt, K (xác định theo 6.3), phải nhỏ hơn 0,06 K/15 phút cho mỗi độ Kelvin trên nhiệt độ môi trường. Bề mặt bên trong của bình cách nhiệt, phần nhiệt kế được nhúng trong hỗn hợp axit và phần bên dưới của nút, phải được tráng một lớp vật liệu bền axit hydro fluoride (HF) và axit hydro trioxonitrat (HNO₃).

b) Nhiệt kế, nhiệt kế Beckmann có thang chia độ từ 5 °C đến 6 °C và độ chia nhỏ nhất là 0,01 °C hoặc thiết bị đo lường khác có độ chính xác tương đương hoặc cao hơn như nhiệt kế điện trở hoặc nhiệt kế điện trở bạch kim, điểm cuối của nhiệt kế được đặt ở vị trí thấp hơn bề mặt chất lỏng ít nhất 4 cm.

Đọc nhiệt độ hiển thị với độ chính xác $\pm 0,002$ °C. Điều chỉnh nhiệt kế Beckmann về 0 sao cho giới hạn trên của thang đo xấp xỉ nhiệt độ của môi trường xung quanh hoặc bể ổn nhiệt. Hiệu chỉnh nhiệt kế trong bể ổn nhiệt với mức chia độ là 0,01 °C so với nhiệt kế đã được hiệu chuẩn.

c) Phễu, bằng nhựa dẻo chịu được hỗn hợp axit, để đưa mẫu vào trong bình cách nhiệt và cắm sâu hơn mặt dưới của nút từ 5 mm đến 6 mm và được bịt kín trong quá trình thử nghiệm.

d) Cánh khuấy, bằng nhựa dẻo chịu được hỗn hợp axit, được đặt ở vị trí sao cho cánh khuấy càng gần đáy bình cách nhiệt càng tốt và được quay bằng động cơ tại một tốc độ (450 ± 50) vòng/min. Động cơ phải có công suất định mức thấp (ví dụ động cơ vài watt) để ngăn chặn bất kỳ sự tỏa nhiệt quá mức nào ảnh hưởng đến các phép đo.



- | | |
|----------------------------|----------------------------|
| 1. Bình cách nhiệt | 7. Phễu |
| 2. Thùng chứa | 8. Giá đỡ thùng chứa |
| 3. Hộp cách nhiệt | 9. Vật liệu cách nhiệt |
| 4. Nút chặn nhiệt lượng kế | 10. Giá đỡ bình cách nhiệt |
| 5. Nhiệt kế | 11. Nhiệt kế môi trường |
| 6. Cánh khuấy | 12. Động cơ cánh khuấy |

Hình 1 – Mô tả thiết bị đo nhiệt lượng điển hình

5.2 Bể ổn nhiệt, để bảo dưỡng mẫu thủy hóa tại nhiệt độ $(20,0 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$.

5.3 Cối, chày (bằng sứ hoặc bằng đồng) hoặc **máy nghiền**: để nghiền mẫu đã thủy hóa một phần.

5.4 Lọ nhựa hoặc lọ thủy tinh, dung tích 20 mL

5.5 Sàng có kích thước lỗ 125 μm và 600 μm

5.6 Đồng hồ bấm giây, để xác định thời gian đọc nhiệt độ.

5.7 Chén bạch kim 02 chiếc, dung tích 20 mL, có nắp, để xác định mất khi nung

5.8 Lò nung, được thông gió tự nhiên, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $(950 \pm 25) \text{ }^\circ\text{C}$, để xác định mất khi nung

5.9 Cân phân tích có khả năng cân với độ chính xác tới 0,0001 g

5.10 Cân kỹ thuật, phạm vi cân 2 kg, có khả năng cân với độ chính xác tới 0,2 g

5.11 Tủ sấy có khả năng duy trì nhiệt độ ở 100 – 110 $^\circ\text{C}$

5.12 Máy trộn, có khả năng trộn nhuyễn xi măng và nước thành hồ đồng nhất

5.13 Dụng cụ khác

- **Thùng cách âm**;
- **Bình hút ẩm** \varnothing 140 mm hoặc \varnothing 200 mm;
- **Bình thủy tinh** dung tích 10 L;
- **Bình định mức** dung tích 1000 mL;
- **Ống đong** dung tích 10 mL và 500 mL;
- **Pipet** dung tích 50 mL;
- **Đũa thủy tinh**;
- **Chổi lông nhỏ**;
- **Thìa nhỏ** bằng thép không gỉ.

6 Hiệu chuẩn nhiệt lượng kế

6.1 Nguyên tắc

Hiệu chuẩn nhiệt lượng kế được thực hiện để xác định nhiệt dung và hệ số rò rỉ nhiệt. Các thông số này được xác định bằng cách hòa tan kẽm oxit đã nung (4.2) trong hỗn hợp axit (4.1) và đo nhiệt độ của nhiệt lượng kế tại những khoảng thời gian cố định. Nhiệt độ của hỗn hợp axit phải được điều chỉnh sao cho sau khi phản ứng hòa tan kết thúc, nhiệt độ của nhiệt lượng kế thấp hơn nhiệt độ môi trường ít nhất 0,5 $^\circ\text{C}$. Khi sử dụng bể ổn nhiệt, nhiệt độ của bể được coi là nhiệt độ môi trường của nhiệt lượng kế.

6.2 Cách tiến hành

Cân (hoặc đong) một lượng hỗn hợp axit (4.1) theo khối lượng hoặc theo thể tích chính xác đến $\pm 0,2$ % sao cho mực chất lỏng thấp hơn nút chặn nhiệt lượng kế khoảng 2 cm. Đổ hỗn hợp axit vào bình cách nhiệt. Ngay trước khi xác định nhiệt dung, nung lại kẽm oxit (mục 4.2) ở (950 ± 25) °C trong thời gian tối đa là 5 phút và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Cân kẽm oxit đã được chuẩn bị, chính xác đến $\pm 0,0001$ g, thỏa mãn theo Công thức (1):

$$\frac{\text{Khối lượng hỗn hợp axit}}{\text{Khối lượng kẽm oxit}} = 60 \pm 1 \quad (1)$$

Tiến hành theo các bước dưới đây:

- a) Khuấy hỗn hợp axit trong 40 phút đến 50 phút
- b) Khi tốc độ tăng nhiệt độ không đổi, bắt đầu tính thời gian và ghi lại nhiệt độ ban đầu, \bar{T}_{-15}
- c) Sau 15 phút ghi lại nhiệt độ, T_o , và ngay lập tức đổ kẽm oxit vào hỗn hợp axit, thao tác không quá 1 phút.
- d) Khuấy hỗn hợp trong 30 phút, sau khi quá trình hòa tan xảy ra hoàn toàn, ghi lại nhiệt độ, \bar{T}_{30} . Ghi lại nhiệt độ môi trường, T_a . Nếu chênh lệch giữa T_a và \bar{T}_{30} nhỏ hơn 0,5 °C thì làm lại phép thử. (giai đoạn này gọi là giai đoạn hòa tan)
- e) Ghi lại nhiệt độ cuối cùng \bar{T}_{45} sau 15 phút nữa.

Để giảm sai số đọc, nhiệt độ \bar{T}_{-15} , \bar{T}_{30} và \bar{T}_{45} là giá trị trung bình của năm giá trị đọc khác nhau tại các thời điểm cách nhau 1 phút (giai đoạn từ 2 phút trước đến 2 phút sau của thời điểm quy định, T_i) (ví dụ: T_{i-2} , T_{i-1} , T_i , T_{i+1} , T_{i+2}). Xác định giá trị của T_o bằng cách ngoại suy hàm của nhiệt độ theo thời gian trong giai đoạn từ T_{-4} đến T_{-1} . Nếu giá trị ngoại suy khác với số đọc T_o quá $\pm 0,002$ °C thì lấy giá trị ngoại suy cho nhiệt độ T_o .

Nếu phát hiện thấy nhiều vết oxit kẽm bám trên đầu phễu hoặc trên nút chặn khi mở nhiệt lượng kế, làm lại quá trình hiệu chuẩn.

Chú thích 3: Thời điểm đọc nhiệt độ đầu tiên là 17 phút trước khi đổ mẫu oxit kẽm vào và thời điểm đọc cuối cùng là sau 47 phút kể từ khi đổ mẫu vào. Tổng thời gian hiệu chuẩn là 64 phút.

6.3 Tính toán các đặc tính hiệu chuẩn

6.3.1 Mức tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh, ΔT_c

Mức tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh, ΔT_c , tính bằng độ K, theo công thức (2)

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

Trong đó:

\bar{T}_{30} và \bar{T}_{45} là giá trị trung bình của 5 lần đọc cách nhau mỗi khoảng 1 phút

6.3.2 Hệ số rò rỉ nhiệt, K

Hệ số rò rỉ nhiệt K, tính bằng K/15 min.K⁻¹, theo công thức (3)

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

6.3.3 Nhiệt dung, C

Nhiệt dung C, tính bằng J/K, theo công thức (4)

$$C = \frac{P}{\Delta T_c} [1077,43 + 0,364 (30 - T_f) + 0,50 (T_a - T_f)] \quad (4)$$

Trong đó:

P là khối lượng kẽm oxit, g

T_f là nhiệt độ tại thời điểm cuối của giai đoạn hòa tan, °C (tức là \bar{T}_{30} + nhiệt độ (°C) mà tại đó nhiệt kế Beckmann đọc là số 0)

T_a là nhiệt độ của kẽm oxit khi đưa vào nhiệt lượng kế (tức là nhiệt độ môi trường), °C

1077,43 nhiệt hòa tan của kẽm oxit tại 30 °C, J/g

- 0,364 là hệ số nhiệt độ của nhiệt hòa tan của kẽm oxit, J/g.K

0,50 là nhiệt dung riêng của kẽm oxit, J/g.K

Tính toán nhiệt dung C, được biểu thị đến hai chữ số thập phân và hệ số rò rỉ nhiệt K, được biểu thị đến bốn chữ số thập phân, là giá trị trung bình của năm lần hiệu chuẩn nhiệt lượng kế. Nếu hệ số rò rỉ nhiệt K không nhỏ hơn 0,06 K/15 phút.K⁻¹ thì nhiệt lượng kế không đáp ứng các yêu cầu (xem 5.1, a)).

Chú thích 4: Nhiệt dung và hệ số rò rỉ nhiệt phải được xác định lại khi:

- nhiệt kế đã được hiệu chuẩn lại;
- nhiệt kế, máy khuấy hoặc bình cách nhiệt đã được thay mới hoặc sửa chữa;
- người vận hành thấy điều này là cần thiết.

7 Xác định nhiệt hòa tan

7.1 Nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa

7.1.1 Quy trình

7.1.1.1 Yêu cầu chung

Sử dụng hỗn hợp axit có cùng thành phần, khối lượng và nhiệt độ ban đầu như hỗn hợp axit được sử dụng để hiệu chuẩn nhiệt lượng kế (mục 6.2). Khối lượng mẫu, được cân chính xác đến $\pm 0,000$ 1 g, thỏa mãn theo công thức (5):

$$\frac{\text{Khối lượng hỗn hợp axit}}{\text{Khối lượng xi măng khô}} = 140 \pm 2 \quad (5)$$

Sau bước khuấy sơ bộ hỗn hợp axit (mục 6.2, a)), thực hiện theo các bước nêu trong 7.1.1.2 áp dụng cho tất cả các loại xi măng và chất kết dính thủy lực hoặc 7.1.1.3 chỉ áp dụng cho xi măng pooc lăng.

7.1.1.2 Quy trình áp dụng cho tất cả các loại xi măng và chất kết dính thủy lực

Ghi lại nhiệt độ \bar{T}_{-15} , và bắt đầu bấm giờ. Ghi lại nhiệt độ T_o , sau 15 phút và ngay lập tức đổ mẫu xi măng vào hỗn hợp axit, thao tác không quá 1 phút. Sau giai đoạn hoà tan 30 phút, ghi lại nhiệt độ \bar{T}_{30} .

Để giảm sai số đọc, thực hiện theo quy trình đọc nhiệt độ như mục 6.2.

7.1.1.3 Quy trình áp dụng cho xi măng pooc lăng

Ghi lại nhiệt độ T_o , bắt đầu bấm giờ và ngay lập tức đổ mẫu xi măng vào hỗn hợp axit, thao tác không quá 1 phút. Sau giai đoạn hoà tan 30 phút, ghi lại nhiệt độ \bar{T}_{30} . Sau khoảng thời gian 15 phút nữa, ghi lại nhiệt độ \bar{T}_{45} .

Để giảm sai số đọc, thực hiện theo quy trình đọc nhiệt độ như mục 6.2.

7.1.2 Tính toán

7.1.2.1 Mức tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh

Mức tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh, ΔT_c , tính bằng độ K, theo công thức (6) và (7):

a) Áp dụng cho tất cả các loại xi măng và chất kết dính thủy lực

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

Trong đó:

K là hệ số rò rỉ nhiệt, K/15 min.K⁻¹

b) Áp dụng cho xi măng pooc lăng

$$\Delta T_c = (\bar{T}_{30} - T_o) - 2(\bar{T}_{45} - \bar{T}_{30}) \quad (7)$$

7.1.2.2 Nhiệt hòa tan

Nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa (\overline{Q}_a), tính bằng J/g, theo công thức (8)

$$\overline{Q}_a = \frac{C \times \Delta T_c}{P} + 0,8 (T_f - T_a) + 0,8 (T_f - 20) \quad (8)$$

Trong đó:

ΔT_c là mức tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh, độ K;

C là nhiệt dung của nhiệt lượng kế, J/K;

P là khối lượng xi măng chưa thủy hóa, g;

T_f là nhiệt độ tại thời điểm cuối của giai đoạn hòa tan xi măng chưa thủy hóa, °C;

T_a là nhiệt độ của xi măng chưa thủy hóa khi đưa vào nhiệt lượng kế (tức là nhiệt độ môi trường), °C;

0,8 là nhiệt dung riêng của xi măng chưa thủy hóa, J/g.K;

- 0,8 là hệ số nhiệt độ của nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa, J/g.K.

Chú thích 5: Số hạng cuối cùng trong phương trình được đưa ra để hiệu chỉnh giá trị nhiệt hòa tan đối với bất kỳ sự phân tán nhiệt nào so với nhiệt độ chuẩn, 20 °C.

7.1.3 Biểu thị kết quả

Kết quả nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa, \overline{Q}_a , là giá trị trung bình của hai phép đo, lấy chính xác đến một chữ số thập phân. Nếu chênh lệch giữa hai phép đo lớn hơn 14 J/g thì thực hiện phép thử thứ ba. Loại bỏ bất kỳ kết quả nào khác với giá trị trung bình của ba giá trị này quá ± 7 J/g. Nếu một kết quả bị loại bỏ, tính giá trị trung bình từ hai giá trị còn lại.

Chú thích 6: Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, σ_r , đối với phép đo nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa là 5 J/g. Do đó, kết quả của hai phép thử được tiến hành đúng cách bởi cùng một người thực hiện trên các mẫu của cùng một loại xi măng không được chênh lệch nhau quá 14 J/g.

7.2 Nhiệt hòa tan của xi măng đã thủy hóa

7.2.1 Quy trình

Lấy mẫu xi măng đã thủy hóa (4.4) ra khỏi lọ và nghiền nhanh để toàn bộ mẫu lọt qua sàng 600 μ m (5.5). Khi nghiền bằng máy nghiền nhanh, thao tác này trong (45 ± 15) s. Tiến hành quá trình nghiền không quá 15 phút để giảm thiểu tiếp xúc với không khí và tránh hấp thụ CO₂.

Cho mẫu vào hộp kín và đồng nhất bằng cách lắc, bằng tay hoặc bằng máy. Cân ba mẫu từ cùng một lọ, để xác định nhiệt lượng và hiệu chỉnh nước liên kết, thao tác nhanh để tránh mất nước hoặc hấp thụ CO₂.

TCVN XXXX:XXXX

Khối lượng mẫu xi măng đã thủy hóa dùng để xác định nhiệt hòa tan bằng 140% so với khối lượng mẫu xi măng chưa thủy hóa. Cân mẫu xi măng đã thủy hóa chính xác đến $\pm 0,000$ 1 g. Tiến hành xác định nhiệt hòa tan như đối với xi măng chưa thủy hóa (mục 7.1.1).

Thời điểm bắt đầu xác định nhiệt hòa tan đối với các độ tuổi thủy hóa nhất định như sau:

a) ± 30 phút đối với độ tuổi thủy hóa nhỏ hơn ba ngày;

Chú thích 7: Trong trường hợp không nhất quán về thời gian khi sử dụng một nhiệt lượng kế, nên sử dụng mẫu xi măng đã thủy hóa được lấy từ hai hỗn hợp riêng biệt được chế tạo tại 2 thời điểm khác nhau.

b) ± 1 h đối với độ tuổi thủy hóa lớn hơn hoặc bằng ba ngày và nhỏ hơn bảy ngày;

c) ± 2 h đối với độ tuổi thủy hóa lớn hơn hoặc bằng bảy ngày.

7.2.2 Hiệu chỉnh nước liên kết

Hiệu chỉnh khối lượng của mẫu xi măng đã thủy hóa về khối lượng khô của nó bằng cách xác định hàm lượng nước liên kết thông qua phương pháp nung.

Tiến hành nung một mẫu xi măng chưa thủy hóa và một mẫu xi măng đã thủy hóa (được lấy từ một lọ) đã được sử dụng để xác định nhiệt hòa tan.

Cân 2 mẫu 2 g chính xác đến $\pm 0,000$ 1 g. Nung bằng chén bạch kim, ở (950 ± 25) °C trong 1 h, sau đó làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ môi trường và cân ngay lập tức.

Chênh lệch lớn nhất giữa hai lần xác định mất khi nung đối với xi măng chưa thủy hóa, m_a , hoặc xi măng đã thủy hóa, m_h không được lớn hơn 0,1%.

Chú thích 8: Có thể sử dụng các phương pháp thay thế khác như: máy đo nhiệt lượng (TG) hoặc máy phân tích nước và CO₂ tự động.

Chú thích 9: Hiệu chỉnh nước liên kết có thể được xác định từ hàm lượng canxi oxit (CaO) bằng phân tích hóa học hoặc huỳnh quang tia X, thay cho phương pháp nung. Việc xác định canxi oxit đòi hỏi độ chính xác cao hơn vì sai số của hàm lượng canxi oxit ảnh hưởng đến nhiệt thủy hóa bằng hệ số hai khi so với sự thay đổi phần trăm khối lượng của phương pháp nung.

Chú thích 10: Nếu xi măng có chứa các thành phần dễ oxy hóa thì nên sử dụng phương pháp xác định hàm lượng canxi oxit.

7.2.3 Tính toán

7.2.3.1 Tính toán mức tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh, ΔT_c , tính bằng độ K, theo công thức (6) và (7) đối với xi măng đã thủy hóa.

7.2.3.2 Tính toán nhiệt hòa tan của xi măng đã thủy hóa (\bar{Q}_i), tính bằng J/g, theo công thức (9)

$$\overline{Q}_i = \frac{C \times \Delta T_c}{P \times F} + 1,7 (T_f - T_a) + 1,3 (T_f - 20) \quad (9)$$

Trong đó:

P là khối lượng xi măng đã thủy hóa, g;

T_f là nhiệt độ tại thời điểm cuối của giai đoạn hòa tan xi măng đã thủy hóa, °C;

T_a là nhiệt độ của xi măng đã thủy hóa khi đưa vào nhiệt lượng kế (tức là nhiệt độ môi trường), °C;

F là hệ số hiệu chỉnh nước liên kết;

1,7 là nhiệt dung riêng của xi măng đã thủy hóa, J/g.K;

- 1,3 là hệ số nhiệt độ của nhiệt hòa tan của xi măng đã thủy hóa, J/g.K.

Tính toán hệ số hiệu chỉnh nước liên kết theo công thức (10) hoặc (11):

a) dựa trên cơ sở mất khi nung:

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

Trong đó:

m_h là sự thay đổi khối lượng sau khi nung của mẫu xi măng đã thủy hóa, % theo khối lượng;

m_a là sự thay đổi khối lượng sau khi nung của mẫu xi măng chưa thủy hóa, % theo khối lượng

b) dựa trên cơ sở hàm lượng CaO:

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

Trong đó:

C_h là hàm lượng CaO của mẫu xi măng đã thủy hóa, % theo khối lượng;

C_a là hàm lượng CaO của mẫu xi măng chưa thủy hóa, % theo khối lượng.

7.2.4 Biểu thị kết quả

Kết quả nhiệt hòa tan của mẫu xi măng đã thủy hóa, \overline{Q}_i , là giá trị trung bình của hai phép đo, lấy chính xác đến một chữ số thập phân. Mỗi phép đo sử dụng một mẫu mới, được lấy từ các lọ khác nhau của cùng một bộ (xem 4.4).

Chú thích 11: Độ chụm và giới hạn chấp nhận đối với các kết quả xác định nhiệt hòa tan của mẫu xi măng đã thủy hóa giống như đối với xi măng chưa thủy hóa (xem 7.1.3).

8 Xác định nhiệt thủy hóa

8.1 Tính toán kết quả

Nhiệt thủy hóa của xi măng, H_i , tính bằng J/g và quy về 20 °C, là hiệu số giữa nhiệt hòa tan của xi măng chưa thủy hóa (theo 7.1.2) và nhiệt hòa tan của xi măng đã thủy hóa (theo 7.2.3) theo công thức (12):

$$H_i = \overline{Q_a} - \overline{Q_i} \quad (12)$$

8.2 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả nhiệt thủy hóa, H_i , tính bằng J/g, lấy chính xác đến số nguyên

8.3 Độ chính xác

8.3.1 Độ lặp lại

Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, σ_r , của nhiệt thủy hóa là 8 J/g.

Vì vậy, kết quả của hai lần thử được tiến hành đúng cách từ cùng một phòng thí nghiệm trên các mẫu của cùng một loại xi măng không được chênh lệch nhau quá 22 J/g.

8.3.2 Độ tái lập

Độ lệch chuẩn của độ tái lập, σ_R , là 18 J/g.

Vì vậy, kết quả của hai lần thử được tiến hành đúng cách từ hai phòng thí nghiệm khác nhau trên các mẫu của cùng một loại xi măng không được chênh lệch nhau quá 50 J/g.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải đầy đủ các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) mô tả mẫu thử;
- c) các giá trị nhiệt hòa tan Q_a , Q_i ;
- d) các giá trị nhiệt thủy hóa H_3 , H_7 và H_{28} ;
- e) các nhận xét khác trong quá trình thử, nếu cần.