

ISIRI

394

1st.revision



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۳۹۴

تجدید نظر اول

**سیمان- تعیین حرارت هیدراتاسیون سیمان
هیدرولیکی- روش آزمون**

**Cement- Determination of the heat of
hydration of hydraulic cement - Test
method**

ICS:91.100.10

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه^{*} صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضا کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. به دین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشود / یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاهها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عمل کرد آنها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1- International organization for Standardization

2 - International Electro technical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون استاندارد " سیمان - تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی - روش آزمون "

سمت و / یا نمایندگی

رئیس:

اسماعیلی طاهری، محسن
مدیر کل دفتر پژوهش و تحقیقات علمی
شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک
(کارشناس ارشد مهندسی عمران)

دبیر:

زمانی فر، الهام
کارشناس دفتر پژوهش و تحقیقات علمی
شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک
(کارشناس ارشد شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امینیان، نیما
(کارشناس ارشد مهندسی عمران) انجمن بن ایران

آشوری، کاظم
شرکت سیمان شمال
(کارشناس مهندسی شیمی)

تاجیک، حمیدرضا
شرکت سیمان آبیک
(کارشناس ارشد شیمی)

ترک قشقائی، سیمین
 مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

عرب، جابر
شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک
(کارشناسی ارشد شیمی)

رفیعی، محمود
مجتمع صنعتی سیمان تهران
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

زنگانه، حامد
دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی
(کارشناس ارشد مهندسی عمران)

سازور، رسول
انجمن صنفی کارفرمایان صنعت سیمان کشور
(کارشناس شیمی)

سیاه پوش، سهیلا
مرکز تحقیقات ساختمان و مسکن
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

شرقی، عبدالعلی

(دکتری مهندسی عمران)

عضو هیات علمی دانشگاه شهید بهشتی

صائب، نرگس

(کارشناس مکانیک خاک)

مرکز تحقیقات ساختمان و مسکن

غضنفری، فرشته

(کارشناس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شیمی و فیزیک

شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک

فتحی‌پور، احمد

(کارشناس ارشد مهندسی شیمی) مجتمع صنعتی سیمان تهران

فیروزیار، فهیمه

(کارشناس شیمی)

مرکز تحقیقات ساختمان و مسکن

مصطفوی، بیتا

(کارشناس ارشد شیمی)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ وسائل
۵	۴ واکنش‌گرها و مواد
۶	۵ تعیین ظرفیت حرارتی دستگاه
۷	۶ نمونه‌گیری و آزمونه
۸	۷ روش آزمون
۱۰	۸ محاسبه
۱۲	۹ تکرار آزمون
۱۲	۱۰ بیان نتایج
۱۲	۱۱ دقت و انحراف
۱۳	۱۲ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «سیمان – تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی -روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۷۵ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت مادر تخصصی آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک (سهامی خاص) و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در دویست و چهل و پنجمین اجلاس کمیته ملی مهندسی ساختمان و مصالح و فرآوردهای ساختمانی مورخ ۱۳۸۸/۴/۲۷ تصویب شد، اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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 موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط موردنظر توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۳۹۴ سال ۱۳۷۵ شده است.

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

ASTM C186-05, 2008: Standard Test Method for Heat of Hydration of Hydraulic Cement.

سیمان- تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی-روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

- ۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی است که با اندازه‌گیری گرمای انحلال (ناشی از حل شدن) سیمان خشک و گرمای انحلال قسمتی از سیمان که ۷ روز و ۲۸ روز از زمان هیدراته شدن آن می‌گذرد، می‌باشد. اختلاف این مقادیر حرارت هیدراسیون در دوره هیدراسیون مربوطه را نشان می‌دهد.
- ۲-۱ اگر بعضی از اجزای سیمان هیدرولیکی در محلول اسید نیتریک یا اسید هیدروفلوریک نامحلول باشند، ممکن است نتایج این روش آزمون نادرست باشد.

۳-۱ این روش آزمون برای تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی کاربرد دارد.

- ۴-۱ استفاده از این استاندارد همچنین برای اهداف تحقیقاتی، وقتی که تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی در هر سنی مدنظر باشد، مجاز است.

یادآوری - وقتی آزمون‌هایی برای اهداف تحقیقاتی انجام می‌شوند، اطلاعات مفید بیشتری را با تعیین نرمی و ترکیبات اجزا شیمیایی می‌توان به دست آورد.

- ۵-۱ تعیین حرارت هیدراسیون سیمان هیدرولیکی اطلاعاتی را که برای افزایش دما در جرم بتن مفید است، تأمین می‌کند.

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 و قبل از استفاده محدودیت‌های اجرایی آنرا 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 تجدیدنظرهای 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آنها مورد نظر است.
- استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۹۲: سال ۱۳۸۱، سیمان‌های هیدرولیکی-روش‌های آزمون شیمیایی اندازه‌گیری عناصر اصلی.

۲-۲ ASTM C109/C109M-08: 2008, Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens).

۲-۳ ASTM C670-03: 2008, Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials.

۲-۴ ASTM C1005-05: 2007, Standard Specification for Reference Masses and Devices for Determination Mass and Volume for use in the physical Testing of Hydraulic Cements.

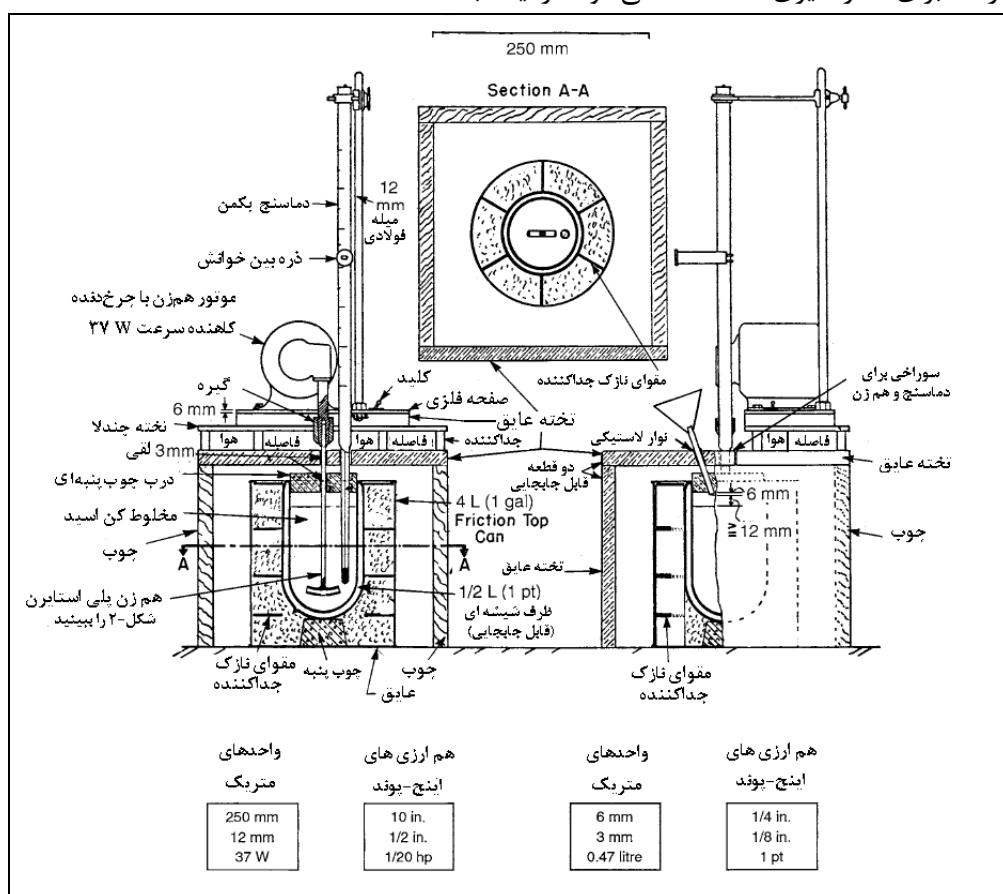
۲-۵ ASTM E11-04: 2008, Standard Specification for Wire-Cloth sieves for Testing Purposes.

۲-۶ ASTM SI 10-02 IEEE/ ASTM SI 10-American National Standard for use of the International System of Units (SI): The Modern Metric System.

۱-۳ دستگاه کالری متری

۱-۳-۱ کالری متر

کالری متری که در شکل ۱ نشان داده شده است، شامل یک ظرف شیشه‌ای دهانه گشاد ۰/۵ لیتری با درب چوب پنبه‌ای یا درپوش واکنش‌ناپذیر مناسب دیگری می‌باشد که در محفظه عایق مناسب (طبق بند ۲-۱-۳) قرار می‌گیرد. محفظه عایق، ظرف شیشه‌ای را محکم نگه می‌دارد و آن را از نوسانات دمایی غیر ضروری محافظت می‌کند. سطح داخلی ظرف شیشه‌ای باید با یک ماده مقاوم در برابر اسید هیدروفلوئوریک مانند رزین فنولیک پخته^۱، رزین استات کلرید وینیل پخته یا موم پوشیده شود. پوشش مقاوم در برابر اسید باید همیشه سالم و بدون ترک باشد و پی‌درپی وارسی و در صورت لزوم دوباره بازسازی و روکش شود. همچنین روش دیگر محافظت ظرف شیشه‌ای، استفاده از لایه پلاستیکی با اندازه مناسب به جای پوشش داخلی ظرف است. وقتی که ظرف شیشه‌ای با ۴۲۵ گرم از اسید (طبق بند ۲-۵) پر شود، درب آن بسته و مدت ۳۰ دقیقه بدون همزدن باقی بماند، نباید دمای محتویات آن اسید (طبق بند ۲-۵) برد. در آن بسته و مدت ۳۰ دقیقه بدون همزدن باقی بماند، نباید دمای محتویات آن بیشتر از $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ به ازای هر یک درجه اختلاف از دمای محیط تغییر کند. دما برای این وارسی باید به دماهای آغاز که برای اندازه‌گیری‌ها استفاده می‌شود، نزدیک باشد.



شکل ۱-کالری متر

۲-۱-۳ محفظه عایق

محفظه باید دارای یک لایه عایق از موادی مانند اسفنج غیر واکنش پذیر، پنبه یا الیاف شیشه‌ای باشد. لایه عایق باید اطراف و کف ظرف شیشه‌ای را پوشانده و ضخامت آن حداقل ۲۵ میلی‌متر باشد. اما باید به شکلی باشد که به راحتی به توان ظرف شیشه‌ای را از آن خارج کرد.

۲-۱-۴ دماسنجهای

دو دماسنجه مورد نیاز است. یک دماسنجه با دقت زیاد برای تعیین افزایش دمای مربوط به حل شدن سیمان در طول آزمون احتیاج است. در این روش آزمون این دماسنجه، دماسنجه محلول نامیده می‌شود. دماسنجه دیگر برای اندازه‌گیری دمای نمونه قبل از ریختن آن درون کالری‌متر و دمای هوا در طول آزمون استفاده می‌شود. در این روش آزمون این دماسنجه، دماسنجه مرجع نامیده می‌شود.

۲-۱-۵ دماسنجه محلول

دماسنجه محلول باید تا ۱۰۰ درجه سلسیوس قابل خواندن باشد. دماسنجه محلول ممکن است از نوع بکمن جیوهای^۱ (یادآوری را ببینید) که فقط نمایشگر تفاصل دمایی و یا نوع دیجیتالی که دمای واقعی را نشان می‌دهد، باشد. اگر از نوع بکمن استفاده می‌شود باید حداقل تا ۱۰۰ درجه سلسیوس مدرج شده باشد. برای قرائت‌های تا ۱۰۰ درجه سلسیوس با درون‌یابی بین این درجه‌بندی‌ها می‌توان تخمین زد. همچنین این دماسنجه باید دارای یک محدوده دمایی حداقل ۶ درجه سلسیوس باشد.

یادآوری - اگر قسمتی از دماسنجه که در تماس با محلول آزمون قرار می‌گیرد به اسید نیتریک و اسید هیدروفلوئوریک موجود در محلول آزمون حساس است، پیشنهاد می‌شود این قسمت از دماسنجه با ماده عایق پوشیده شود تا طول عمر آن افزایش یابد.

۲-۲-۳ دماسنجه مرجع

دقت دماسنجه مرجع باید حداقل ۱۰ درجه سلسیوس باشد.

۴-۱-۳ قیف

قیف مورد استفاده جهت ریختن نمونه به داخل کالری‌متر باید از نوع شیشه‌ای یا پلاستیکی و دارای لوله‌ای با قطر داخلی حداقل ۶ میلی‌متر باشد (یادآوری را ببینید).

یادآوری - حداقل قطر، به منظور جلوگیری از بسته شدن^۲ لوله قیف توسط نمونه سیمان است. تنظیم طول میله قیف باید به گونه‌ای باشد که بتواند نمونه را بدون آغشته شدن نوک میله با محلول اسیدی انتقال دهد. در غیر این صورت باعث مسدود شدن قیف و عدم دستیابی به نتیجه مطلوب خواهد شد. تنظیم زاویه میله قیف باید به گونه‌ای باشد که نمونه روی همزن چرخشی نریزد، زیرا موجب کلخه شدن^۳ نمونه روی سطح مایع می‌شود.

۵-۱-۳ دستگاه همزن

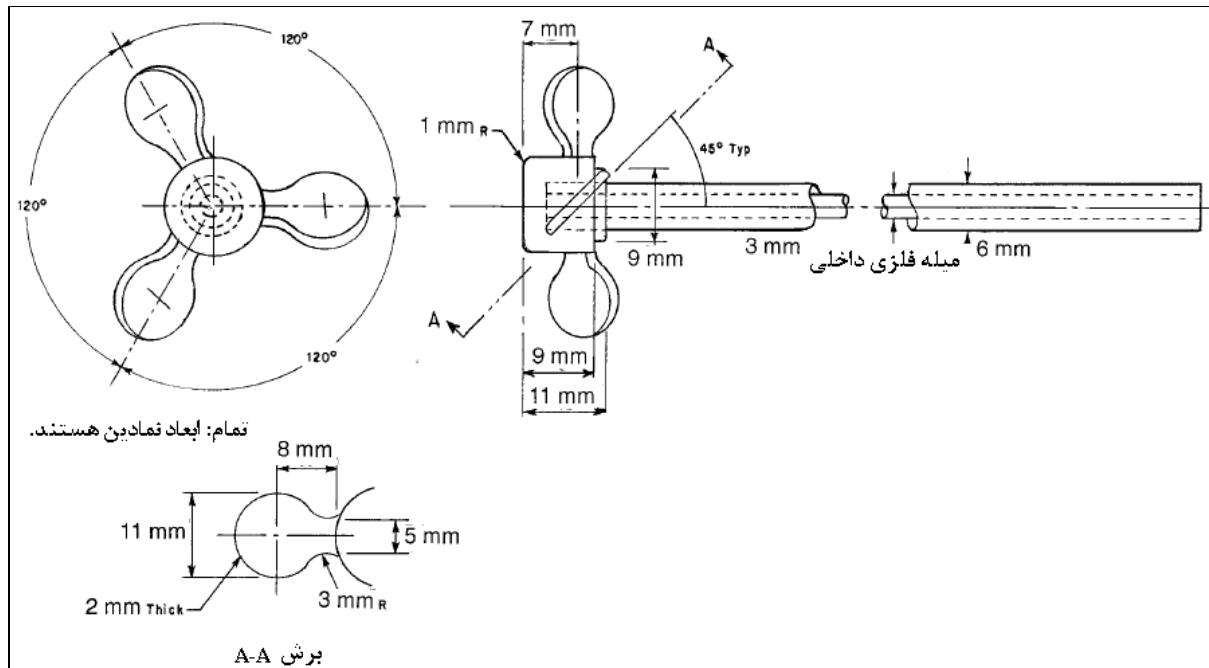
همزن باید دارای یک پره سه تیغه از جنس پلی اتیلن باشد. ابعاد آن در شکل ۲ نشان داده شده است. پره سه تیغه باید تا حد امکان نزدیک به ته کالری‌متر قرار بگیرد. موتور آن باید از نوع سرعت ثابت، حداقل ۳۷۷W و مجهز به چرخ‌دنده کاهنده سرعت باشد، به نحوی که بتواند سرعت را در محدوده ۳۵۰ دور در دقیقه تا ۷۰۰ دور در دقیقه ثابت نگه‌دارد.

1 -Mercury-in-glass

2 -Clogging

3 -Cake

یادآوری- همزن نشان داده شده در شکل ۲ از پره پلی اتیلنی سه تیغه با قطر ۳۴ میلی‌متر، قطر محور ۶ میلی‌متر و طول محور تقریباً ۴۵۵ میلی‌متر ساخته شده است. وظیفه همزن دو بخش است، نخست آن که دمای مایع را یکنواخت نگهداشته و در ثانی با انجام کافی عمل همزندن ذرات جامد را در مخلوط اسید معلق نگه دارد. نظر به این که همزن توانایی معلق نگه داشتن ذرات جامد را دارد در کالری‌متر گرمای قابل توجه‌ای ایجاد می‌شود. مهم است که سرعت همزن و در نتیجه نرخ تولید گرما ثابت نگه داشته شود. به همین دلیل رسیدن به چنین ثباتی با انواع دیگر موتورها مشکل است، بنابراین موتور همزنمان^۱ با یک چرخدنده کاهنده سرعت پیشنهاد می‌شود.



شکل ۲- همزن

۲-۳ مخلوط کن

مخلوط کن مکانیکی با سرعت متوسط که توانایی اختلاط خوب سیمان و آب را تا رسیدن به خمیر یکنواخت دارد.

۳-۳ مخزن

فضای مخزن با دمای کنترل شده در ($23/0 \pm 2/0$) درجه سلسیوس.

۴-۳ هاون

هاون با قطر تقریبی ۲۰۰ میلی‌متر با دسته هاون برای ساییدن نمونه‌های هیدراته.

۵-۳ گرمخانه

گرمخانه‌ای که بتواند دما را بین ۱۰۰ درجه سلسیوس تا ۱۱۰ درجه سلسیوس ثابت نگهدارد.

۶-۳ الکها

الک ۱۵۰ میکرونی (شماره ۱۰۰) و ۸۵۰ میکرونی (شماره ۲۰) باید مطابق استاندارد بند ۵-۳ باشند.

۷-۳ بوته‌ها

بوته‌های پلاتینی با گنجایش ۳۰ میلی‌لیتری دارای درپوش که برای تعیین کسر جرم در اثر سرخ شدن^۱ به کار می‌رود.

۸-۳ کوره

کوره یا شعله مستقیم که بتواند دما را بین ۹۰۰ درجه سلسیوس تا ۹۵۰ درجه سلسیوس ثابت نگه دارد.

۹-۳ ترازو و وزنه‌های تحلیلی^۲

ترازو و وزنه‌های تحلیلی مطابق با استاندارد بند ۱-۲ برای توزین نمونه‌های کالری‌متری و کسر جرم در اثر سرخ شدن.

۱۰-۳ وزنه‌ها و ابزار توزین

وزنه‌ها و ابزار توزین مطابق استاندارد بند ۴-۲ می‌باشد. ابزار توزین را با یک بار کلی ۱۰۰۰ گرمی ارزیابی کنید.

۴ واکنش‌گرها و مواد

۱-۴ خلوص واکنش‌گرها

واکنش‌گر نوع شیمیایی در تمام آزمون‌ها باید استفاده شود، مگر در مواردی که مشخص شده باشد. خلوص تمام واکنش‌گرها باید به اندازه کافی زیاد باشد تا بتوان از آن‌ها بدون این که صحت اندازه‌گیری کاهش یابد استفاده کرد.

۲-۴ اسید هیدروفلوریک (HF)

اسید هیدروفلوریک غلیظ با وزن مخصوص ۱/۱۵.

۳-۴ اسید نیتریک (HNO₃) ۲۰۰ نرمال

اسید نیتریک (HNO₃) نرمال را برای مصرف در کالری‌متر باید به مقدار زیاد تهیه و استاندارد کرد. بر حسب اختیار، می‌توان برای تهیه اسید نیتریک رقیق، ۱۲۷ میلی‌لیتر اسید نیتریک غلیظ (وزن مخصوص ۱/۴۲) را به حجم یک لیتر رساند مشروط بر اینکه برای هر محلول اسید نیتریک رقیق تهیه شده، ظرفیت حرارتی دستگاه تعیین شود.

۴-۴ موم

موم پارافینی یا موم مناسب دیگر که برای آب‌بندی شیشه‌های محتوی خمیر سیمان مصرف می‌شود.

۵-۴ اکسید روی (ZnO)

اکسید روی باید به مدت یک ساعت در دمای ۹۰۰ درجه سلسیوس تا ۹۵۰ درجه سلسیوس حرارت داده شود. پس از خنک شدن در دسیکاتور (خشکانه) آن را ساییده از الک ۱۵۰ میکرونی (شماره ۱۰۰) گذرانده، نگه‌داری کنید. بلافارسله قبل از تعیین ظرفیت حرارتی، هفت گرم از اکسید روی آماده شده را حداکثر پنج دقیقه در دمای ۹۰۰ درجه سلسیوس تا ۹۵۰ درجه سلسیوس باید حرارت دهید، سپس در دسیکاتور تا رسیدن به دمای محیط خنک و برای ریختن درون کالری‌متر با دقت وزن کنید.

1 -Loss of ignition

2 - Analytical

3- Reagents

یادآوری-نرخ حل شدن اکسید روی با انجام عملیات اولیه تغییر می‌کند. روش کار شرح داده شده منتج به محصولی می‌شود که تقریباً با نرخ مشابه سیمان خشک حل می‌شود.

۵ تعیین ظرفیت حرارتی دستگاه

۱-۵ برای تعیین ظرفیت حرارتی دستگاه (مقدار کالری‌ها یا ژول‌های مورد نیاز تا دمای کالری‌متر و محتویاتش را 1°C افزایش دهد)، افزایش دمای تصحیح شده ناشی از حل کردن هفت گرم اکسید روی سرخ شده در مخلوط اسید مشخص را اندازه بگیرید (بندهای ۲-۵ تا ۷-۵ را ببینید).

۲-۵ تقریباً ۴۰۰ گرم اسید نیتریک $2/00$ نرمالی را که تا دمای نشان داده شده توسط حد پایینی دماسنجد بکمن سرد شده است (معمولًاً حدود چهار درجه سلسیوس تا پنج درجه سلسیوس زیر دمای محیط)، داخل ظرف شیشه‌ای پوشش‌دار بربیزید. $8/0$ میلی‌لیتر اسید هیدروفلوئوریک اضافه کرده، ظرف شیشه‌ای پوشش‌دار را وزن کنید، مجددًاً مقداری اسید نیتریک $2/00$ نرمال به آن اضافه کنید تا وزن کل محلول $425/0$ گرم شود. سپس کالری‌متر را سوار کرده، موتور همزن را روشن کنید. دقت کنید که پروانه‌ها و محور همزن با دماسنجد، کناره‌ها و ته ظرف شیشه‌ای پوشش‌دار یا درب چوب پنبه‌ای تماس پیدا نکند. انتهای لوله قیف باید تقریباً شش میلی‌متر زیر پایین‌ترین سطح چوب پنبه و حداقل 12 میلی‌متر بالای سطح مایع قرار گیرد. انتهای بالای حباب دماسنجد بکمن باید حداقل 38 میلی‌متر در زیر سطح مایع باشد. دماسنجد را در تمام اندازه‌گیری‌ها در عمق یکسان قرار دهید. بعد از یک دوره همزن ابتدایی به مدت حداقل 20 دقیقه، اجازه دهید دمای دستگاه یکنواخت شود، دمای محیط را تا نزدیک 1°C ، دمای اسید را تا نزدیک 10°C و زمان را یادداشت کنید. سپس بلافارسله اکسید روی آماده شده را به‌وسیله قیف با نرخ یکنواخت داخل مخلوط اسید بربیزید (یادآوری را ببینید). ریختن کامل اکسید روی را در زمان بین یک دقیقه تا دو دقیقه انجام دهید. ذرات چسبیده به لوله قیف را توسط یک برس مویی کوچک پاک کنید تا به داخل مخلوط اسید ریخته شود.

یادآوری - نمونه باید در موقع ریخته شدن درون کالری‌متر دمایی برابر با دمای محیط داشته باشد.

۳-۵ دمای را تا نزدیک 1°C در $0/0001$ دقیقه و بار دیگر در 40 دقیقه بعد از ریختن نمونه بخوانید. افزایش دما در 20 دقیقه اول، شامل افزایش دما به‌دلیل گرمای اتحال نمونه و هر گرمایی که می‌گیرد و یا به محیط می‌دهد است. این مرحله اتحال نامیده می‌شود. تغییر دما در طول مرحله 20 دقیقه دوم، به‌سبب از دست دادن یا گرفتن گرمای محیط است. از تغییر دمای مرحله دوم که برای تصحیح افزایش دمای اتحال و به‌دست آوردن گرمای واقعی اتحال نمونه، استفاده می‌شود. دومین 20 دقیقه مرحله تصحیح نامیده می‌شود.

۴-۵ افزایش دمای تصحیح شده را طبق معادله (۱) محاسبه کنید:

$$\begin{aligned} R_0 &= \theta_{20} - \theta_0 \\ R &= R_0 - (\theta_{40} - \theta_{20}) \end{aligned} \tag{1}$$

که در آن:

R_0 افزایش دمای مشاهده شده بر حسب درجه سلسیوس؛

θ_{20} دمای کالری‌متر در پایان مرحله اتحال بر حسب درجه سلسیوس؛

θ_0 دمای کالری‌متر هنگامی که نمونه درون آن ریخته می‌شود بر حسب درجه سلسیوس؛

R افزایش دمای تصحیح شده بر حسب درجه سلسیوس؛

θ_{40} دمای کالری متر در پایان مرحله تصحیح بر حسب درجه سلسیوس.

۵-۵ ظرفیت حرارتی کالری متر و محتویات آن را طبق معادله (۲) محاسبه کنید (یادآوری را ببینید):

$$C = \frac{W[1072 + 0.4(30 - t) + 0.5(T - t)]}{R} \quad (2)$$

که در آن:

C ظرفیت حرارتی بر حسب $^{\circ}\text{C}$, $\text{kJ}/^{\circ}\text{C}$

W جرم اکسید روی بر حسب گرم؛

t دمای نهایی کالری متر بر حسب درجه سلسیوس (θ_{20}) به اضافه دمایی بر حسب درجه سلسیوس که در آن خوانش دماسنجد بکمن صفر است؛

T دمای اکسید روی (دمای محیط) بر حسب درجه سلسیوس هنگامی که درون کالری متر ریخته می‌شود؛
R افزایش دمای تصحیح شده بر حسب درجه سلسیوس.

یادآوری- گرمای انحلال اکسید روی 10.72 kJ/kg ($256/1 \text{ cal/g}$) در 30°C درجه سلسیوس است. به این مقدار گرمای انحلال برای هر درجه کاهش دما کمتر از 30°C درجه سلسیوس 0.4 kJ/kg (0.1 cal/g) اضافه می‌شود. ظرفیت حرارتی اکسید روی، 0.5 kJ/(kg.K) ($0.12 \text{ cal/(g.^{\circ}\text{C})}$) است. حرارت مورد نیاز برای رساندن اکسید روی به دمای نهایی کالری متر باید در حرارت موثر انحلال به حساب آید.

۶-۵ وقتی کالری متر باز می‌شود اگر حتی یک ذره کوچک اکسید روی به سر لوله قیف یا درب چوب پنبه‌ای چسبیده باشد آزمون مورد پذیرش نیست.

۷-۵ ظرفیت حرارتی کالری متر را به دلایل زیر دوباره تعیین کنید:

۱-۷-۵ هنگام تنظیم مجدد دماسنجد بکمن اگر استفاده می‌شود.

۲-۷-۵ هنگامی که پوششی جدید روی دماسنجد محلول، همزن یا ظرف شیشه‌ای به کار برده می‌شود.

۳-۷-۵ هنگامی که یک دماسنجد محلول^۱، همزن یا ظرف شیشه‌ای جدید در دستگاه قرار داده می‌شود.

۴-۷-۵ هنگامی که یک محلول جدید اسید استفاده می‌شود.

۵-۷-۵ در سایر موارد طبق داوری آزمایش گر تعیین دوباره ظرفیت حرارتی کالری متر لازم است.

۶ نمونه‌گیری و آزمونه

۱- تهیه خمیر سیمان

قبل از تهیه خمیر، آب اختلاط و سیمان را در محیطی با دمای ثابت ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$) درجه سلسیوس نگه دارید تا مواد به دمای محیط برسند. ۱۵۰ گرم از سیمان را با 60 میلی لیتر آب مقطر با یک قاشق^۲ مخلوط کرده سپس به مدت پنج دقیقه مخلوط را با همزن مکانیکی شدیداً به هم بزنید. چهار قسمت تقریباً مساوی از این خمیر را در چهار ظرف پلاستیکی کوچک یا بیشتر ریخته تا حدود 13 میلی متر مانده به لبه ظرف پر کنید. بلافالصله پس از پر کردن ظرف‌ها درب آنها را با چوب پنبه یا درپوش محکم ببندید. اگر نسبت به هوابندی پوشش تردید دارید برای

¹-Solution thermometer

²-Spatula

مهر و موم درب ظرف، باید آن را در پارافین ذوب شده فروبرید. ظرف‌ها را با وضعیت سربالا در حمام آب (20 ± 2) درجه سلسیوس تا زمان آزمون نگهدارید.

۶-۶ تهیه نمونه جزئی هیدراته شده برای آزمون حرارت محلول

یکی از ظروف نمونه جزئی هیدراته شده را در سن تعیین شده آزمون یا خواسته شده در محدوده رواداری زمان آزمون مطابق استاندارد بند ۲-۲ از محل نگهداری خارج کنید. در مدت ۲۰ دقیقه اول مرحله هم‌زدن کالری‌متر، پلاستیک اطراف ظرف را باز کنید و سریعاً همه نمونه را در یک هاوون چینی آن قدر خرد بساید تا همه مواد از الک ۸۵۰ میکرونی (شماره ۲۰) عبور کند. سپس این نمونه را بلاfacسله در یک ظرف توزین، با درب محکم قرار دهید. مراقب باشید زمان قرار گرفتن نمونه‌ها در معرض هوا بخصوص نمونه جزئی هیدراته شده هفت روزه، تا حد امکان کاهش یابد تا واکنش دی‌اکسید کربن (CO_2) یا از دست دادن رطوبت نمونه به حداقل برسد.

۷ روش آزمون

۱-۷ روش آزمون کالری‌متری، سیمان خشک

گرمای انحلال نمونه سیمان خشک را طبق روش شرح داده شده در بند ۵ تعیین کنید، اما به جای اکسید روی (ZnO)، از سه گرم نمونه سیمان خشک (تا نزدیک 0.001 گرم وزن شده است) استفاده کنید (یادآوری بند ۲-۵ را ببینید). (دقت شود نمونه‌ای همگن که نماینده کل باشد تهیه کنید). براساس جرم سرخ شده^۱ (بند ۳-۷) نتایج را محاسبه و گزارش کنید.

۲-۷ روش آزمون کالری‌متری، نمونه جزئی هیدراته شده

برای تعیین گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته شده مطابق بند ۱-۷ عمل کنید اما از (0.05 ± 0.01) گرم نمونه جزئی هیدراته شده را که تا نزدیک 0.01 گرم وزن شده است، استفاده کنید (یادآوری بند ۲-۵ را ببینید). براساس جرم سرخ شده نتایج را محاسبه کنید.

۳-۷ کسر جرم در اثر سرخ شدن

۱-۳-۷ کسر جرم در اثر سرخ شدن سیمان پرتلند

بلافاصله قبل و بعد از توزین نمونه کالری‌متری، یک نمونه مشابه و هم وزن در یک بوته پلاتینی برای تعیین کسر جرم در اثر سرخ شدن بریزید. مقداری که استفاده می‌شود میانگین دو اندازه‌گیری است. سیمان خشک را به مدت حداقل یک ساعت و ۳۰ دقیقه یا تا رسیدن به جرم ثابت در دمای (950 ± 50) درجه سلسیوس سرخ کنید. بلافاصله بوته پلاتینی حاوی نمونه را در دسیکاتور قرار داده، اجازه دهید تا دمای محیط خنک شود، سپس به سرعت وزن کنید. وقتی که کسر جرم در اثر سرخ شدن سیمان هیدراته را تعیین می‌کنید، ابتدا نمونه وزن شده را در گرمخانه با دمای 100 درجه سلسیوس تا 110 درجه سلسیوس به مدت یک ساعت خشک کنید. سپس نمونه را به مدت یک شب و یا تا رسیدن به جرم ثابت در کوره (950 ± 50) درجه سلسیوس قرار دهید. کاهش جرم نمونه سیمانی که درون کالری‌متر ریخته‌اید بر اساس جرم سرخ شده، برای استفاده در محاسبات نهایی طبق معادله (۳) به دست می‌آید:

1- Ignited mass

$$W_i = (A/B)W \quad (3)$$

که در آن:

W_i جرم نمونه کالری‌متري براساس جرم سرخ شده، بر حسب گرم؛

A جرم نمونه سرخ شده، بر حسب گرم؛

B جرم نمونه قبل از سرخ شدن، بر حسب گرم؛

W جرم نمونه کالری‌متري، بر حسب گرم.

۲-۳-۷ کسر جرم در اثر سرخ شدن سیمان‌های هیدرولیکی آمیخته

علاوه بر روش کار شرح داده شده در بند ۱-۳-۷، کسر جرم در اثر سرخ شدن را طبق استاندارد بند ۲-۲ برای سیمان پرتلند سرباره کوره آهن گذاري و سیمان سرباره‌اي تعیین کنيد.

۱-۲-۳-۷ مقدار ترى اکسید گوگرد (SO_3) را طبق استاندارد بند ۲-۲ تعیین کنيد (یادآوري را ببینيد). همچنین مقدار ترى اکسید گوگرد (SO_3) قسمتى از همان سیمان که سرخ نشده است را با استفاده از روش مشابه تعیین کنيد.

۲-۲-۳-۷ در صد جرم افزایش يافته از ترى اکسید گوگرد را طبق معادله (۴) محاسبه کنيد:

$$G = 0.8(S_1 - S_2) \quad (4)$$

که در آن:

G در صد جرم به‌دست آمده در نمونه سرخ شده؛

S_1 ترى اکسید گوگرد تعیین شده در نمونه سرخ شده؛

S_2 ترى اکسید گوگرد تعیین شده در نمونه سرخ نشده؛

$$0.8 \frac{4 \times MW_0}{SO_3}$$

یادآوري-بعضی از اسیدهایی که برای حل کردن نمونه استفاده می‌شوند ممکن است ابتدا در بوته پلاتینی برای حل کردن مواد چسبنده گرم شوند.

۳-۲-۳-۷ جرم نمونه کالری‌متري خشك را بر اساس جرم سرخ شده طبق معادله (۵) محاسبه کنيد:

$$W_i = \frac{\left(A - \frac{BG}{100} \right) W}{B} \quad (5)$$

که در آن:

W_i جرم نمونه کالری‌متري بر اساس جرم سرخ شده بر حسب گرم؛

A جرم نمونه خشك سرخ شده بر حسب گرم؛

B جرم نمونه خشك قبل از سرخ شدن بر حسب گرم؛

G در صد جرم افزایش يافته از ترى اکسید گوگرد؛

W جرم نمونه کالری‌متري خشك بر حسب گرم.

جرم نمونه کالری‌متري هيدراته خشك را بر اساس نمونه سرخ شده طبق معادله (۶) محاسبه کنيد (يادآوري را ببينيد):

$$W_i = \frac{AW\left(1 - \frac{G}{100}\right)}{B} \quad (6)$$

که در آن:

W_i جرم نمونه کالری‌متري بر اساس جرم سرخ شده بر حسب گرم؛

A جرم نمونه جزئي هيدراته بعد از سرخ شدن بر حسب گرم؛

B جرم نمونه جزئي هيدراته قبل از سرخ شدن بر حسب گرم؛

G در صد جرم افزایش يافته از ترى اكسيد گوگرد؛

W جرم نمونه جزئي هيدراته کالری‌متري خشك بر حسب گرم.

يادآوري-در محاسبه فرض مى شود که درصد يكسانی از ترى اكسيد گوگرد قبل از سرخ شدن در نمونه جزئي هيدراته است، همان طور که در سيمان تعبيين مى شود. آزمون‌ها تاييد مى کند که فرض نسبتاً صحيح است و صحت روش آزمون را تغيير نخواهد داد.

۸ محاسبه

۱-۸ گرمای انحلال سيمان خشك

افزايش دمای تصحیح شده را طبق بندهای ۳-۵ و ۴-۵ محاسبه کنید. هم چنین اگر دمای نهايی آزمون گرمای انحلال با دمای نمونه کالری‌متري هنگام ریختن درون کالری‌متري متفاوت است، مقدار گرمای انحلال را تصحیح کنید. بنابراین، برای سيمان خشك، که گرمای مخصوص تقریباً $(0.8 \text{ kJ/(g.K)} \text{ at } 0^\circ\text{C})$ دارد، اگر دمای نهايی کالری‌متري از دمای نمونه سيمان در زمانی که درون کالری‌متري ریخته مى شود، تجاوز کند، يك تصحیح $(0.2 \text{ cal/(g.C)} \text{ at } 0^\circ\text{C})$ به آن دماها هنگام محاسبه گرمای انحلال اضافه کنيد. گرمای انحلال سيمان خشك را طبق معادله (۷) محاسبه کنيد:

$$H_i = (RC / W_i) - 0.8(T - t_d) \quad (7)$$

که در آن:

H_i گرمای انحلال سيمان خشك بر حسب kJ/kg

R افزايش دمای تصحیح شده بر حسب درجه سلسیوس؛

C ظرفیت حرارتی بر حسب $\text{kJ/}^\circ\text{C}$

W_i جرم نمونه بر پایه نمونه سرخ شده بر حسب گرم؛

T دمای محیط هنگام ریختن نمونه بر حسب درجه سلسیوس؛

t_d دمای نهايی کالری‌متري در انتهای اندازه‌گيري روی سيمان خشك بر حسب درجه سلسیوس.

۲-۸ گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته

گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته را مانند سیمان خشک با انجام تصحیحات لازم زیر محاسبه کنید (بند ۱-۹ را ببینید).

۱-۲-۸ از آن جایی که افزایش یک درجه سلسیوس در دمایی که آزمون گرمای انحلال در آن دما انجام می‌شود باعث کاهش تقریباً $1/3 \text{ kJ/kg}$ در گرمای انحلال می‌شود. اگر دمای آزمون گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته از دمای اندازه‌گیری سیمان خشک تجاوز کند، تصحیح $(^{\circ}\text{C})$ اختلاف در دما باید به مقدار گرمای انحلال به دست آمده برای نمونه جزئی هیدراته اعمال شود (معادله ۸ را ببینید).

۲-۲-۸ همچنین، اگر دمای نهایی کالری‌متر آزمون انحلال با دمای نمونه کالری‌متری هنگام ریختن آن در ظرف شیشه‌ای پوشش دار متفاوت باشد، گرمای انحلال را تصحیح کنید. بنابراین برای نمونه جزئی هیدراته که دارای گرمای ویژه تقریباً $1/7 \text{ kJ/kg}$ در مورد نمونه سرخ شده است، اگر دمای نهایی کالری‌متر از دمای نمونه در هنگام ریختن آن در ظرف شیشه‌ای پوشش دار تجاوز کند یک تصحیح $(^{\circ}\text{C})$ به آن دماها هنگام محاسبه گرمای انحلال اعمال کنید (معادله ۸ را ببینید).

۳-۲-۸ گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته را طبق معادله (۸) محاسبه کنید:

$$H_2 = (RC/W_i) - 1.7(T - t_h) - 1.3(t_d - t_h) \quad (8)$$

که در آن:

H_2 گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته بر حسب kJ/kg ؛
 R ، C ، t_d و t_h همان تعاریفی را دارند که در بند ۱-۸ اشاره شده است به استثناء این که در اینجا مربوط به نمونه جزئی هیدراته هستند؛

t_d همان ارزش عددی اشاره شده در بند ۱-۸ را دارد؛
 t_h دمای نهایی کالری‌متر در انتهای اندازه‌گیری روی سیمان خشک بر حسب درجه سلسیوس.

۳-۸ حرارت هیدراسیون

دمای نهایی کالری‌متر 25 درجه سلسیوس باید به عنوان مبنای جهت ارجاع حرارت هیدراسیون در نظر گرفته شود. وقتی نتایج آزمون بررسی می‌شود اثرات تغییر در آن دما باید در نظر گرفته شود. یک درجه سلسیوس افزایش در دمای نهایی، حرارت هیدراسیون را تقریباً 0.4 cal/g یعنی 0.4 kJ/(kg.K) افزایش می‌دهد که این در مورد سیمان سرخ شده است. برای مثال اگر دمای نهایی 27 درجه سلسیوس است باید از حرارت هیدراسیون مشاهده شده 0.8 cal/g یعنی 0.8 kJ/(kg.K) کم کنید تا این که نتایج به 25 درجه سلسیوس اشاره کند. در مقادیر مزدی، تصحیح مناسب برای اثرات دمای نهایی کالری‌متر باید اعمال شود. حرارت هیدراسیون سیمان را بر حسب کیلو ژول طبق معادله (۹) محاسبه کنید:

$$H = H_1 - H_2 - 0.4(t_h - 25.0) \quad (9)$$

که در آن:

H حرارت هیدراسیون سیمان افت کرده بر حسب kJ/kg ؛
 H_1 گرمای انحلال سیمان خشک (بند ۱-۸ را ببینید)؛

H_2 گرمای انحلال نمونه جزئی هیدراته (بند ۲-۸ را ببینید)؛
 t_h همان مقدار عددی بند ۲-۸-۳ است.

یادآوری-برای تبدیل مقادیر بر حسب cal/g به مقادیر بر حسب kJ/kg مطابق استاندارد بند ۶-۳ در ۴/۱۸۴ ضرب کنید.

۹ تکرار آزمون‌ها

۹-۱ در موردی که حرارت هیدراسیون با مشخصات ۲۸ روزه مطابقت نمی‌کند از یک نمونه خمیر شاهد در سنین بزرگتر می‌توانید استفاده کنید و تصحیح kg (۰/۵ cal/g) $2/1$ kJ/kg برای هر روز افزون بر سن اضافه شود، تا حرارت هیدراسیون بر پایه ۲۸ روزه را ایجاد کند. دوره چنین تصحیحی به چهار روز محدود می‌شود. در موردی که نتیجه آزمون با مشخصات هفت روزه مطابقت نداشت به کاربردن تصحیح، مجاز نبوده، باید آزمون کاملاً از ابتدا تکرار شود.

۱۰ بیان نتایج

۱-۱۰ اطلاعات زیر را گزارش کنید:

- ۱-۱-۱۰ مشخصات نمونه می‌تواند شامل منبع و نوع سیمان هیدرولیکی و تاریخ نمونه‌برداری باشد؛
۲-۱-۱۰ نتایج حرارت هیدراسیون در هر سن آزمون مطابق مشخصات درخواستی است.

۱۱ دقت و انحراف

۱-۱۱ دقت

۱-۱-۱۱ دقت یک آزمایش‌گر

انحراف از استاندارد یک آزمایش‌گر برای اندازه‌گیری‌های گرمای انحلال و حرارت هیدراسیون به ترتیب $12/2$ kJ/kg (۲/۹۱ cal/g) (۱S) و $14/8$ kJ/kg (۳/۵۴ cal/g) (۱S) به دست آمده است. بنابراین نتایج دو آزمون صحیح انجام شده توسط یک آزمایش‌گر بر روی نمونه‌های سیمان یکسان نباید بیشتر از 34 kJ/kg (۸ cal/g) در اندازه‌گیری گرمای انحلال یا 42 kJ/kg (۱۰ cal/g) در اندازه‌گیری حرارت هیدراسیون با یکدیگر اختلاف داشته باشند.

۲-۱-۱۱ دقت چند آزمایشگاهی

انحراف از استاندارد چند آزمایشگاهی برای اندازه‌گیری‌های گرمای انحلال و حرارت هیدراسیون به ترتیب $18/5$ kJ/kg (۱S) و $16/9$ kJ/kg (۴/۴۲ cal/g) (۱S) به دست آمده است. بنابراین نتایج دو آزمون صحیح انجام شده توسط دو آزمایشگاه مختلف بر روی نمونه‌های سیمان یکسان نباید بیشتر از 52 kJ/kg (۱۳ cal/g) در اندازه‌گیری گرمای انحلال یا 48 kJ/kg (۱۱ cal/g) در اندازه‌گیری حرارت هیدراسیون با یکدیگر اختلاف داشته باشند.

۲-۱۱ انحراف

از آنجایی که مواد مرجع پذیرفته شده مناسبی برای تعیین انحراف این روش آزمون وجود ندارد، انحراف تعیین نشده است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل مواد زیر باشد:

- ۱-۱۲ انجام آزمون طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳۹۴؛
- ۲-۱۲ تاریخ تحویل نمونه به آزمایشگاه؛
- ۳-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛
- ۴-۱۲ شناسنامه محصول (شامل: نام تولیدکننده، تاریخ تولید، محل تولید و...);
- ۵-۱۲ محل انجام آزمون؛
- ۶-۱۲ ذکر هرگونه موارد مغایر با این استاندارد؛
- ۷-۱۲ نام، نامخانوادگی و امضای آزمایشگر؛
- ۸-۱۲ نام، نامخانوادگی و امضای تاییدکننده.