

Xi măng – Phương pháp thử - Xác định thời gian đông kết và độ ổn định

Cements - Test methods - Determination of setting time and soundness

1. Phạm vi áp dụng

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

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6016: 1995, Xi măng - Phương pháp thử - Xác định độ bền.

3. Nguyên tắc

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

Độ ổn định thể tích, theo phương pháp Le Chatelier, được xác định bởi sự nở thể tích của hồ xi măng có độ dẻo chuẩn, thông qua dịch chuyển tương đối của hai càng khuôn.

Hồ xi măng có độ dẻo tiêu chuẩn là khi đó đạt khả năng cần thiết cản lại sự lún của một kim chuẩn. Lượng nước cần thiết cho một loại hồ như vậy được xác định bằng ba lần sụt kim với hồ có hàm lượng nước khác nhau.

4. Phòng thử nghiệm và thiết bị

4.1. Phòng thử nghiệm

Phòng thử nghiệm nơi chế tạo và thử mẫu giữ ở nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ và độ ẩm tương đối không thấp hơn 50%.

4.2. Thiết bị

4.2.1. Cân, có độ chính xác đến 1g;

4.2.2. Ống đong có vạch chia hoặc buret, có khả năng đo thể tích chính xác đến 1%

4.2.3. Máy trộn, phù hợp với các yêu cầu của ISO 679.

4.3. Vật liệu

4.3.1. Nước cất hoặc nước đã khử ion được sử dụng để chế tạo, bảo quản hoặc luộc mẫu *Chú thích:* - Có thể dùng loại nước khác nhưng phải đảm bảo để kết quả như nhau.

4.3.2. Xi măng, nước và thiết bị dùng để chế tạo và thử mẫu được giữ ở nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ và phải ghi lại nhiệt độ đó trong báo cáo thử nghiệm.

5. Thử độ dẻo chuẩn

5.1. Dụng cụ

Dùng dụng cụ Vicat như hình 1a) và 1b) với kim to như hình 1c). Kim to được làm bằng kim loại không rỉ và có dạng một trụ thẳng, có chiều dài hữu ích là $50\text{mm} \pm 1\text{mm}$ và đường kính là $10\text{mm} \pm 0,05\text{mm}$. Khối lượng toàn phần của phần chuyển động là $300\text{g} \pm 1\text{g}$. Chuyển động của nó phải thật thẳng đứng và không chịu ma sát đáng kể, và trục của chúng phải trùng với trục kim to.

Vành khâu Vicat (xem hình 1a) để chứa hồ phải được làm bằng cao su rắn. Vành khâu có dạng hình nón cụt, sâu $40\text{mm} \pm 0,2\text{mm}$, đường kính trong phía trên là $70\text{mm} \pm 5\text{mm}$ và ở đáy là $80\text{mm} \pm 5\text{mm}$. Vành khâu phải đủ cứng và phải có một tấm đế phẳng bằng thủy tinh có kích thước lớn hơn vành khâu và dày ít nhất 2,5mm.

Chú thích: Vành khâu bằng kim loại hoặc chất dẻo hay vành khâu dạng hình trụ đều có thể sử dụng miễn là phải đảm bảo chiều sâu yêu cầu và kết quả thu được phải giống như khi thử bằng vành khâu cao su cứng hình nón cụt.

5.2. Tiến hành thử

5.2.1. Trộn hồ xi măng

Cân 500g xi măng, chính xác đến 1g. Cân một lượng nước là 125g rồi đổ vào trong cối trộn (4.2.3) hoặc dùng ống đong có vạch chia hay buret (4.2.2) để đo lượng nước đổ vào cối trộn.

Đổ xi măng vào nước một cách cẩn thận để tránh thất thoát nước hoặc xi măng. Thời gian đổ không ít hơn 5 giây và không nhiều hơn 10 giây. Lấy thời điểm kết thúc đổ xi măng là thời điểm "không", từ đó tính thời gian làm tiếp theo. Khởi động, nguy máy trộn và cho chạy với tốc độ thấp trong 90 giây.

Sau 90 giây, dùng máy trộn khoảng 15 giây để vét gọn hồ ở xung quanh cối vào vùng trộn của máy bằng một dụng cụ vét thích hợp. Khởi động lại máy và cho chạy ở tốc độ thấp thêm 90 giây nữa. Tổng thời gian chạy máy trộn là 3 phút.

Chú thích: Mọi phương pháp trộn khác, dù bằng tay hay máy đều có thể được sử dụng miễn là cho cùng kết quả thử như với phương pháp quy định theo tiêu chuẩn này.

5.2.2. Đổ vào vành khâu

Đổ ngay hồ vào khâu đã được đặt trên tấm đế phẳng bằng thủy tinh có bôi một lớp dầu. Đổ đầy hơn khâu mà không nén hay rung quá mạnh. Dùng dụng cụ có cạnh thẳng gạt hồ thừa theo kiểu chuyển động ca nhẹ nhàng, sao cho hồ đầy ngang khâu và bề mặt phải phẳng trơn.

5.2.3. Thử độ lún

Trước khi thử gắn kim to (hình 1) vào dụng cụ Vicat, hạ kim to cho chạm tấm đế và chỉnh kim chỉ về số "không" trên thang chia vạch. Nhấc kim to lên vị trí chuẩn bị vận hành.

Ngay sau khi gạt phẳng mặt hồ, chuyển khâu và tấm đế sang dụng cụ Vicat tại vị trí đúng tâm dư kim to. Hạ kim to từ từ cho đến khi nó tiếp xúc với mặt hồ. Giữ ở vị trí này từ 1 giây đến 2 giây để tránh tốc độ ban đầu hoặc gia tốc 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 từ thời điểm số "không" là 4 phút.

Đọc số trên thang vạch khi kim to ngừng lún, hoặc đọc tại thời điểm 30 giây sau khi thả kim to, tùy theo việc nào xảy ra sớm hơn. Ghi lại số đọc, trị số đó biểu thị khoảng cách giữa đầu kim to với tấm đế. Đồng thời ghi lại lượng nước của hồ tính theo phần trăm khối lượng xi măng. Lau sạch kim to ngay sau mỗi lần thử lún.

Lặp lại phép thử với hồ có khối lượng nước khác nhau cho tới khi đạt được một khoảng cách giữa kim to với tấm đế là $6\text{mm} \pm 1\text{mm}$. Ghi lại hàm lượng nước của hồ này, lấy chính xác đến 0,5% và coi đó là lượng nước cho độ dẻo chuẩn.

6. Thử thời gian đông kết

6.1. Dụng cụ

- 6.1.1. Dùng phòng hoặc một buồng đủ kích thước và giữ ở nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} + 1^{\circ}\text{C}$ và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 90%.
- 6.1.2. Dùng dụng cụ Vicat để xác định thời gian bắt đầu và kết thúc đông kết. Tháo kim to và lắp vào đó kim nhỏ (hình 1d), kim này làm bằng thép và có hình trụ thẳng so với chiều dài hữu ích $50\text{mm} \pm 1\text{mm}$ và đường kính $1,13\text{mm} \pm 0,05\text{mm}$. Tổng khối lượng của bộ phận chuyển động là $300\text{g} \pm 1\text{g}$.

6.2. Xác định thời gian bắt đầu đông kết

Trước khi thử cần hiệu chỉnh dụng cụ Vicat đã được gắn kim nhỏ, bằng cách hạ thấp kim nhỏ cho chạm tấm đế và chỉnh kim chỉ về số "không" trên thang vạch. Nâng kim lên tới vị trí sẵn sàng vận hành.

Đổ hồ có độ dẻo chuẩn vào đầy khâu Vicat và gạt bằng mặt khâu theo điều 5.2.1. và 5.2.2.

Đặt khâu đã có hồ và tấm đế vào phòng dưỡng hồ ẩm (xem 6.1), sau thời gian thích hợp chuyển khâu sang dụng cụ Vicat, ở vị trí dưới kim. Hạ kim từ từ cho tới khi chạm vào hồ. Giữ nguyên vị trí này trong vòng 1 giây đến 2 giây 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 nó lún sâu vào trong hồ. Đọc thang số khi kim không còn xuyên nữa, hoặc đọc vào lúc sau 30 giây thả kim, tùy theo cách nào xảy ra sớm hơn.

Ghi lại các trị số trên thang số, trị số này biểu thị khoảng cách giữa đầu kim và tấm đế. Đồng thời ghi lại thời gian tính từ điểm "không". Lặp lại phép thử trên cùng một mẫu tại những vị trí cách nhau thích hợp, nghĩa là không nhỏ hơn 10mm kể từ rìa khâu hoặc từ lần trước đến lần sau. Thí nghiệm được lặp lại sau những khoảng thời gian thích hợp, thí dụ cách nhau 10 phút. Giữa các lần thả kim giữ mẫu trong phòng ẩm. Lau sạch kim Vicat ngay sau mỗi lần thả kim. Ghi lại thời gian đo từ điểm "không" khi khoảng cách giữa kim và đế đạt $4\text{mm} \pm 1\text{mm}$, và lấy đó làm thời gian bắt đầu đông kết, lấy chính xác đến 5 phút. Độ chính xác có thể được đảm bảo bằng cách giảm khoảng thời gian giữa các lần thả kim gần tới điểm cuối và quan sát các kết quả liên tiếp thấy không biến động quá nhiều.

6.3. Xác định thời gian kết thúc đông kết

Lật úp khâu đã sử dụng ở điều 6.2 lên trên tấm đế của nó sao cho việc thử kết thúc đông kết được tiến hành ngay trên mặt của mẫu mà lúc đầu đã tiếp xúc tấm đế.

Lắp kim có gắn sẵn vòng nhỏ (xem hình 1e) để dễ quan sát độ sâu nhỏ khi kim cắm xuống. Áp dụng quá trình mô tả như trong điều 6.2. Khoảng thời gian giữa các lần thả kim có thể được tăng lên, thí dụ là 30 phút.

Ghi lại thời gian đo, chính xác đến 15 phút, từ điểm "không" vào lúc kim chỉ lún 0,5 mm vào mẫu và coi đó là thời gian kết thúc đông kết của xi măng. Đó chính là thời gian mà vòng gắn trên kim, lần đầu tiên không còn ghi dấu trên mẫu. Thời gian này có thể xác định một cách chính xác bằng cách giảm thời gian giữa các lần thử gần đến điểm cuối và quan sát thấy các kết quả thử kế tiếp không biến động quá nhiều.

Chú thích: Các máy đo thời gian đông kết tự động có bán sẵn đều có thể được sử dụng miễn là máy đó cho cùng kết quả như khi dùng dụng cụ và quy trình quy định trong tiêu chuẩn này. Nếu dùng máy tự động, không cần thiết phải lật úp mẫu.

7. Thử ổn định thể tích

7.1. Dụng cụ

- 7.1.1. Dùn dụng cụ Le Chatelier (xem hình 2) có khuôn bằng đồng đàn hồi có càng đo. Khuôn phải có độ đàn hồi sao cho dưới tác động của một khối lượng nặng 300g (như hình 2c) thì khoảng cách giữa hai đầu càng khuôn tăng lên $17,5\text{mm} \pm 2,5\text{mm}$ mà không biến dạng cố định.

Mỗi khuôn đều có một cặp đế phẳng bằng kính và đĩa đáy. Mỗi tấm đĩa đó phải lớn hơn khuôn. Đĩa đáy phải nặng ít nhất là 75g; với đĩa mỏng có thể đặt thêm vật nhỏ lên trên để đáp ứng yêu cầu này.

- 7.1.2. Dùng thùng nước có dụng cụ đun nóng, và có khả năng chứa ngập được các mẫu Le Chatelier và nâng được nhiệt độ của nước từ $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ đến sôi trong thời gian $30 \text{ phút} \pm 5 \text{ phút}$.

- 7.1.3. Dùng một buồng ẩm đủ kích thước, ở nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} + 1^{\circ}\text{C}$ và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 98%.

7.2. Tiến hành thử

Tiến hành thử trên hai mẫu của cùng một mẻ hồ xi măng.

Chế tạo hồ xi măng có độ dẻo chuẩn. Đặt một khuôn Le Chatelier (7.1.1) đã bôi một lớp dầu mỏng lên tấm đế cũng đã quét lớp dầu và đổ đầy ngay mà không lắc hoặc rung, chỉ dùng tay và một dụng cụ cạnh thẳng để gạt bằng mặt vừa nếu cần.

Trong lúc đổ đầy khuôn tránh làm khuôn bị mở tinh cờ, chẳng hạn do bị ấn nhẹ của ngón tay, do buộc hoặc khi cần dùng một dây cao su thích hợp.

Đậy khuôn lại bằng đĩa đã quét dầu, nếu cần thì thêm khối lượng điều chỉnh, ngay sau đó đặt toàn bộ dụng cụ vào buồng ẩm. Giữ trong 24 giờ $\pm 0,5$ giờ ở nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ với độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 98%.

Chú thích: Khuôn mẫu đã nằm giữa các tấm kính, cũng có thể được đặt ngập trong nước trong 24 giờ ± 5 giờ ở nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ nếu như cho kết quả thử như nhau.

Vào cuối thời gian 24 giờ $\pm 0,5$ giờ, đo khoảng cách A giữa các điểm chóp của càng khuôn, chính xác đến 0,5mm. Giữ khuôn ngập trong nước, đun nước dần dần đến sôi, suốt trong 30 phút ± 5 phút và duy trì bề nước ở nhiệt độ sôi trong 3 giờ ± 5 phút.

Chú thích: Nếu độ nở sau một thời gian sôi ngắn hơn vẫn giống như sau 3 giờ sôi thì thời gian ngắn hơn đó cũng sử dụng được.

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

Để khuôn nguội đến $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Đo khoảng cách C giữa các đầu chóp của càng khuôn, chính xác đến 0,5mm.

Ở mỗi mẫu, ghi lại các giá trị đo A và C và tính toán hiệu C - A. Tính giá trị trung bình của hai hiệu C - A, chính xác đến 0,5mm.

7.3. Thuyết minh

Mục đích chính của thí nghiệm độ ổn định thể tích là để đánh giá khả năng nở thể tích muôn có thể xảy ra do hiện tượng hydrat hoá của canxi oxit và/hoặc magie oxit tự do. Vì mục đích này phải báo cáo hiệu trung bình C - A.

Chú thích: Nếu các điều kiện thí nghiệm dẫn đến sai lệch không đáng kể giữa các số đo B và C thì hiệu số B - C nên báo cáo vì điều đó giảm bớt được thời gian cần thiết khi thử.

7.4. Thí nghiệm lại

Nếu xi măng mới không đáp ứng yêu cầu thử độ ổn định thì có thể thử lại sau khi đã cất giữ. Để làm được điều đó, rải xi măng thành một lớp dày 7cm và bảo quản 7 ngày trong môi trường nhiệt độ $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ và độ ẩm tương đối không nhỏ hơn 50%. Sau đó thử lại xi măng theo đúng qui trình thử ở điều 7.2.

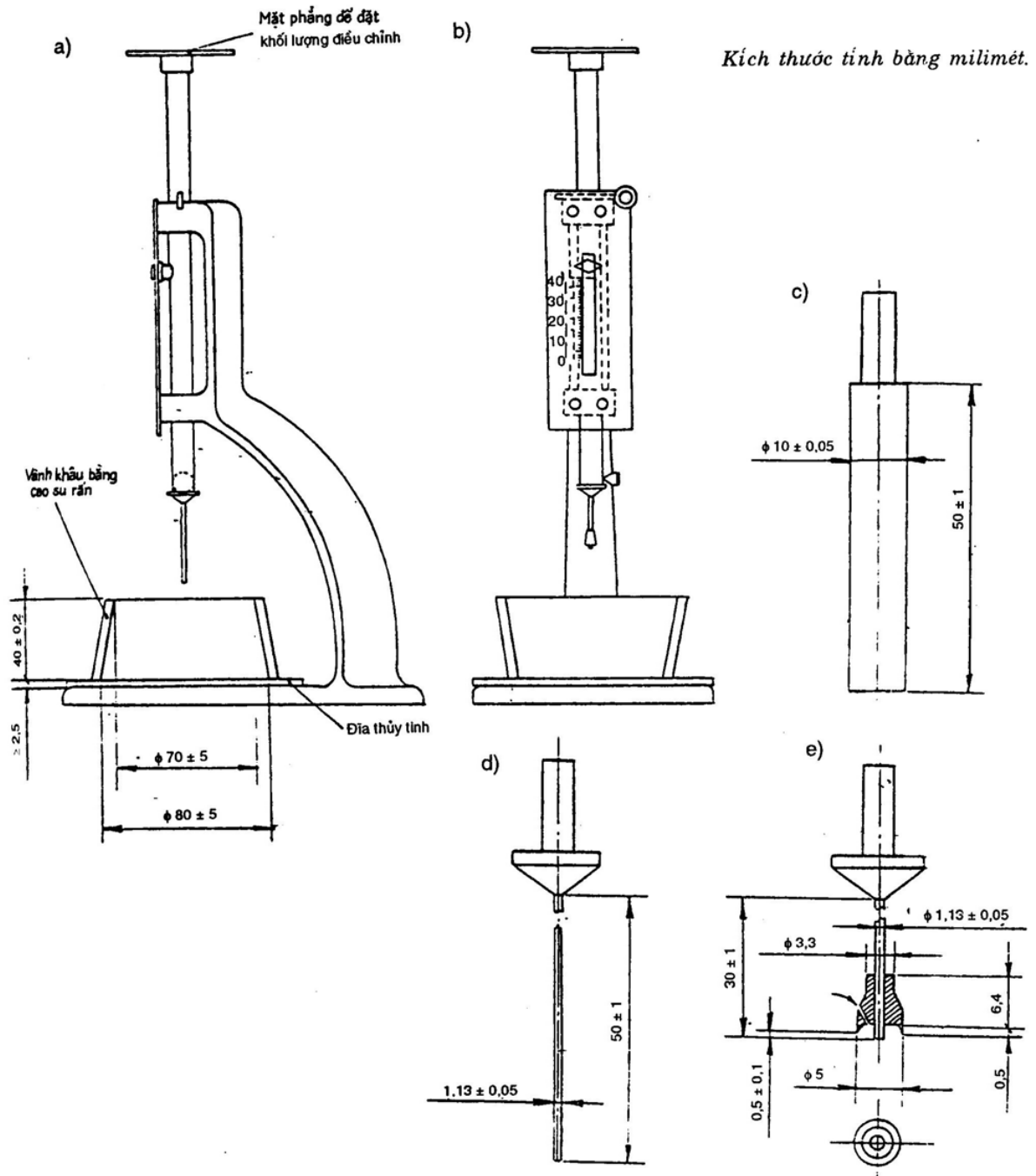
7.5. Độ ổn định thể tích lạnh.

Nếu muốn cũng có thể thử độ ổn định thể tích lạnh.

Trong trường hợp này, chuẩn bị mẫu và đặt vào trong nước ở $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ theo điều 7.2. Sau đó đo ngay khoảng cách A giữa đầu chóp của càng khuôn, chính xác đến 0,5mm. Sau 7 ngày ± 2 giờ đo khoảng cách D với độ chính xác trên.

Nếu cần xác định thời điểm khi hiện tượng nở thể tích lạnh xảy ra thì có thể chọn khoảng thời gian thí nghiệm ngắn hơn.

Độ ổn định thể tích lạnh được tính bằng hiệu D - A.

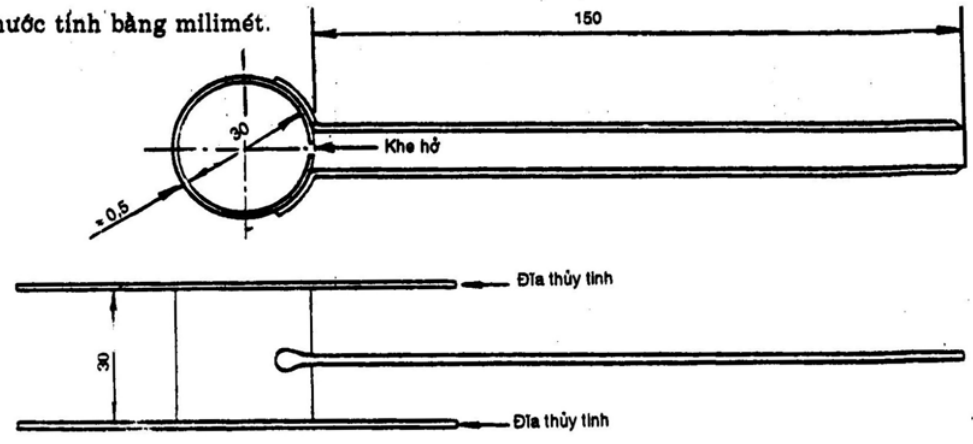


Hình 1 – Dụng cụ Vicat để xác định độ dẻo tiêu chuẩn và thời gian đông kết của xi măng.

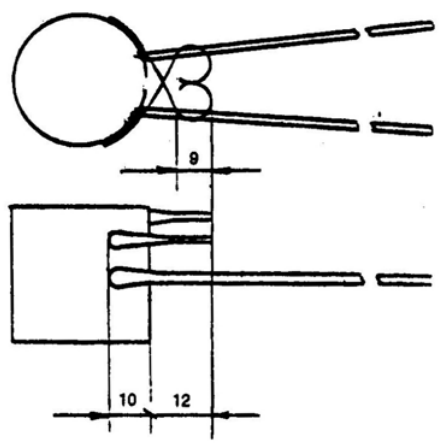
- a) Mặt chiếu khi vành khâu ở vị trí đứng thẳng, khi xác định thời gian bắt đầu đông kết.
- b) Vành khâu đặt lộn ngược như hình vẽ khi thử thời gian kết thúc đông kết.
- c) Kim to thử độ dẻo chuẩn
- d) Kim nhỏ thử thời gian bắt đầu đông kết.
- e) Kim thử thời gian kết thúc đông kết.

Chú thích : Các kích thước quy định phải giữ đúng. Nếu kim to, kim nhỏ có gắn vòng, tất cả đều được điều chỉnh để có cùng khối lượng, thí dụ $9g \pm 0,5g$, thì chỉ cần một khối lượng điều chỉnh là đủ cho tất cả dụng cụ.

Kích thước tính bằng milimét.

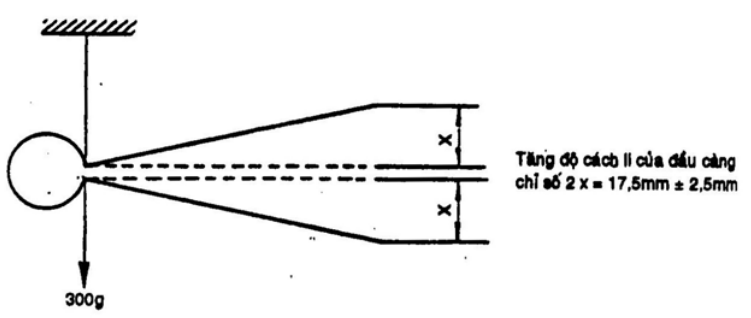


a) Dụng cụ Le Chatelier



b) Bố trí móc để đỡ khuôn

Chú thích : Dùng vòng tròn hàn vào nửa trên của vành khâu trên mỗi cạnh bên của khe hở để đỡ vành khâu được dễ dàng sau khi thử các mẫu hồ đã rắn.



c) Bố trí thử độ đàn hồi

Hình 2 - Dụng cụ Le Chatelier để xác định độ ổn định thể tích của xi măng.