

韓國시멘트工業標準規格

포틀랜드시멘트의水和熱試驗方法

1964.4.9 制定

商工部告示 才1213号

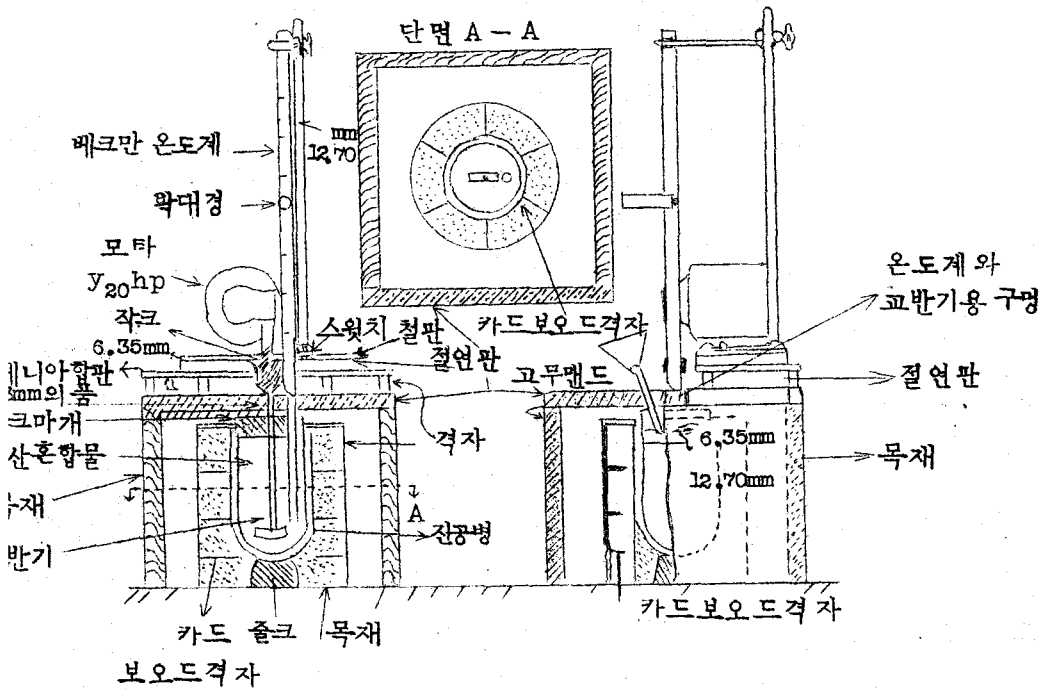
1. 適用範圍:

이 規格은 시멘트의 溶解熱과 7日 또는 28日間 水和한 後의 시멘트의 溶解熱을 測定함으로써 水和熱을 決定하는 試驗方法에 對하여 規定한다. 이들 測定時間의 差異가 各各 水和한 時間에 있어서의 水和熱인 것이다.

2. 裝 置:

2.1 熱散測定 裝置 熱量測定裝置는 그림 1과 같다.

그림 1 칼로리 미터
25.4mm



(1) 칼로리미터

칼로리미터 안에는 約 500ml의 광구진공병이 있고 콜크 마개를 막는다. 이 병을 充分히 절연한 용기〔(2)項 參照〕 안의 제 자리에 保存하여 溫度의 變動이 없도록 한다. 진공병은 온수를 채워 마개를 막고 30分동안 放置할 때 室內溫度差 1°C에 對하여 0.001°C/min 以上으로 冷却되어서는 안된다. 진공병의 內部는 내플로루화수소산물질 즉 소성 페놀레진 (Baked Phenolic resin), 소성 염화비닐 초산레진 (Baked Vinyl Chloride Acetate resin) 및 蜂 蠟等으로 塗裝한다. 내산 塗裝은 恒常 完全하여야 하며 때때로 檢査하여 不完全할 때에는 再 塗裝을 다시하여야 한다.

(2) 絶緣 容器

容器的 內部는 같은 種類의 材料를 使用하여 25.4mm 두께로 絶緣層을 깔며 진공병의 周圍와 밑에 놓는다. 그러나 병은 쉽게 들어낼 수 있도록 裝置한다.

(3) 베크만 溫度計

베크만 溫度計는 0.01°C까지 눈금이 있어야 하고 溫度範圍는 約 6°C까지 읽을 수 있어야 한다. 溫度計의 칼로리미터안에 들어갈 部分은 플로루화수소산 물질〔(1)項 參照〕의 塗裝을 하여야 한다. 溫度計를 읽을 때에는 適當한 擴大鏡을 使用한다.

(4) 갈매기

칼로리미터안에 試料를 넣을 때 使用하는 갈매기는 유리나 플라스틱製로 하고 대의 길이는 約 76.2mm, 안지름은

6.35mm 以上이라야 한다.

(5) 교반기

교반기는 내플로루화수소산 塗裝을 한 유리나 不活性 플라스틱으로 만들어야 한다. 그리고 모타는 적어도 1/20HP 으로 定速型이어야 하고 350~700rpm 의 範圍內에서 速度를 조정하여 一定하게 維持할 수 있는 裝置를 하여야 한다.

2.2 혼합기

시멘트 페이스트 및 몰탈의 機械的 混合方法은 (KS L 5109) 에 따른다.

2.3 유리병

시멘트 페이스트 양생용 마개가 달린 지름 20mm, 높이 100mm 의 유리병이어야 한다.

2.4 標準体

標準体 149 μ 및 595 μ

2.5 其他

化学分析用 器具 各種

3. 試 藥 (Regents)

(1) 산화아연 (Zinc Oxide)

ZnO 는 化学分析用 으로 미리 900~950° C 에서 1時間 加熱 하여 데시케이터 안에서 冷却한 後 標準体 149 μ 을 全部 通過하도록 잘 감아서 貯藏한다. 熱容量 測定 直前에 準備 해둔 ZnO 7g 을 900~950° C 에서 室溫으로 冷却한 後 正 確히 測定하여 칼로리미터 안에 넣는다.

(2) 플로루화수소산 (48%)

(3) 질산 (200N)

HNO₃ 를 2.00N 로 희석하는 데는 HNO₃ (SP gr:1.42) 127ml 를 1 l 가 되도록 한다.

(4) 왁스

파라핀 왁스

4. 칼로리미터의 熱容量 測定方法

아래 規定하는 산혼합액 안에서 準備한 7g의 ZnO를 溶解할 때 나타나는 溫度를 正確히 測定하여 熱容量(칼로리미터가 그 内容物의 溫度를 1° C 올리는데 要하는 칼로리양)을 決定하는 것이다. 실온보다 約 4~5° C 낮은 2.00^N HNO₃ 約 400g은 眞空瓶안에 넣고 HF(48%) 8.0ml를 加하고 다시 2.N HNO₃를 加하여 내용액의 全体무게를 425.0g로 한다.

칼로리미터를 裝置하고 攪拌用모터를 起動한다. 교반기의 날이 溫度計 및 병의 옆이나, 밀 또는 콜크마개(Cork Stopper) 등에 닿지 않도록 주의한다. 갈매기 대의 끝은 콜크마개의 밀에서 6.35mm나오고 역면 위로 12.70mm되는 곳에 있도록 한다. 베크만 溫度計의 벨브의 윗 끝은 역면에서 적어도 31.75mm 밑에 있도록 하며 모든 試驗에서 같은 길이에 있어야 한다. 교반기를 起動한 20分後에 0.001° C까지의 溫度와 時間을 記錄하고 即時 準備한 ZnO를 갈매기를 通하여 조금씩 一定하게 넣어 1~2分동안에 끝마친다.

갈매기 대에 들어 있는 ZnO는 溶解하여 산혼합물 안에 넣는다. ZnO를 넣기 始作할 때부터 正確히 20分 및 40分 뒤의 溫度를 0.001° C까지 읽어 記錄한다. 보정온도 상승은 다음 式에 따라 計算한다.

$$R_0 = \theta_{20} - \theta_0$$

$$R = R_0 - (\theta_{40} - \theta_{20})$$

R₀: 檢보기 온도상승(°C)

θ_{20} : ZnO 를 넣기 始作할 때부터 20分 뒤의 칼로리미터의 온도($^{\circ}\text{C}$)

θ_0 : ZnO 를 넣기 始作할 때의 칼로리미터의 온도($^{\circ}\text{C}$)

R : 보정온도 상승($^{\circ}\text{C}$)

θ_{40} : ZnO 를 넣기 始作할 때부터 40分 뒤의 칼로리미터의 온도($^{\circ}\text{C}$)

칼로리미터와 내용물의 熱容量은 다음 式에 따라 計算한다⁽¹⁾

$$C = \frac{W[256.1 + 0.1(30 - t) + 0.12(T - t)]}{R}$$

C : 열용량 (Cal/ $^{\circ}\text{C}$)

W : ZnO 의 무게(g)

t : ZnO 를 넣기 始作할 때부터 20分 뒤의 칼로리미터의 온도(보통온도계의 온도로 換算한 것 $^{\circ}\text{C}$)

T : 칼로리미터에 넣을 때의 ZnO (실온)의 온도(보통온도계로 表示한 것 $^{\circ}\text{C}$)

R : 보정온도 상승($^{\circ}\text{C}$)

만약 칼로리미터를 열었을 때 ZnO 가 흔적以上으로 갈매기 끝에 나 마개등에 묻어 있으면 試驗結果는 無効로 한다. 다음과 같은 境遇에는 再試驗을 하여야 한다.

- (1) 다른 베크만 온도계를 使用한 때
- (2) 온도계 교반기 또는 용기의 塗裝을 다시 하였을 때
- (3) 새로운 온도계 교반기 및 용기를 使用할 때
- (4) 새로운 산을 使用할 때
- (5) 조작자가 바뀌었을 때

주⁽¹⁾ ZnO 의 용해열은 30°C 에서 256.1Cal/g 이다.

30°C 以下에서는 1°C 감소될 때마다 용해열은 0.1Cal 씩 增加한다. ZnO의 열용량은 0.12Cal/g 이다.

ZnO를 칼로리미터의 最終溫度에 到達시키는데 必要한 熱은 유효용해열 (Effective heat of Solution) 에 包含한다.

5. 水和熱의 測定方法

5. 1 시멘트 페이스트의 準備

시멘트 페이스트를 혼합하기 直前に 시멘트와 물의 溫度는 $23 \pm 1.7^\circ\text{C}$ 로 되어 있어야 한다. 150g의 시멘트와 60ml의 중류수를 스패츨라 (Spatula)로 혼합한 다음 혼합기를 써서 5분동안 잘 혼합한다. 이 시멘트 페이스트를 4個以上の 養生用 유리병에 거의 같은 量씩 넣어 유리병 위에서 約 25.4mm 되는 罫까지 채운다. 유리병에 채운 직후 罫 맞는 마개를 병안으로 6.35mm 들어가도록 막는다. 그리고 그 空間은 와스를 녹여서 채워 넣고 試驗品을 完全密封한다. 유리병은 똑바로 세워서 $23 \pm 1.7^\circ\text{C}$ 되는 罫에 試驗할 때까지 貯藏한다.

5. 2 용해열 측정용 수화한 시멘트 試料의 準備

規定된 試驗期間이 되면 水和한 시멘트 試料瓶을 貯藏庫에서 꺼내어 칼로리미터의 초기 攪拌 20分동안에 병을 부수고 試料를 꺼내어 속히 바리 (乳鉢) 안에서 試料를 全部 깨뜨려 標準體 595H를 全部 通過하도록 한다. 다음에 試料 罫경이 잘 맞는 試料병에 넣는다. 7日間 水和한 시멘트 試料는 特別히 주의하여야 하며 可能한 限 試料를 空氣에 露出시키지 않도록 하여 CO₂와의 作用이나 試料로부터 水分의

減少를 적게 한다.

5.3 乾燥시멘트의 熱量 測定方法

4項의 熱容量 測定方法에 따라 乾燥시멘트의 溶解熱을 測定한다. ZnO 代身에 乾燥시멘트의 試料 3g(0.001g까지 平量)을 使用한다. (化學分析用 試料과 같이 完全 均一한 試料라야 한다) 結果는 強熱한 시멘트試料(5.5項)의 重量基準으로 計算한다. 乾燥시멘트에 對한 용해열試驗은 7日間 수화산 시멘트에 對한 試驗을 하기 바로 전에 한다.

5.4 水和한 시멘트의 熱量測定方法

수화한 시멘트의 용해열 測定은 5.3項의 乾燥시멘트의 熱量測定方法에 따른다. 그러나 水和한 시멘트의 熱量測定用 試料는 $4.18 \pm 0.05g$ 을 使用하며 0.001g까지 平량한다. 結果는 強熱한 시멘트의 重量基準으로 計算한다.

5.5 強熱減量

熱量測定用 試料를 平량할 때 같은 量의 試料를 白金도가니에 平량한다. 乾燥 시멘트는 1時間30分동안 $900 \sim 950^{\circ}C$ 에서 強熱한다. 다음에 도가니를 即時 데시케이터 안에 넣어 실온까지 冷却하고 試料를 빨리 平량한다. 水和한 시멘트는 平량한 試料를 처음에 1時間동안 $100 \sim 110^{\circ}C$ 에서 乾燥한 다음 試料를 $900 \sim 950^{\circ}C$ 의 머플로 안에 하루밤 동안 넣어 두거나 5時間以上 適當한 바너위에서 加熱한다. 熱量計에 넣는 시멘트 試料의 무게는 다음 식에 따라 強熱한 試料의 重量基準으로 換算한다.

$$W_1 = \frac{A}{B} \times W$$

W_1 : 強熱 後의 重量을 基準으로 한 熱量 測定用 試料의 무게 (g)

A : 強熱 後 試料의 무게 (g)

B : 強熱 前 試料의 무게 (g)

W : 熱量測定用 試料의 무게 (g)

6. 計 算

6. 1 乾燥시멘트의 溶解熱

4 項의 方法에 따라 보정온도 상승을 正確히 計算한다. 萬約 溶解熱 試驗의 最終 칼로리미터 溫度가 熱量 測定用 試料를 넣을 때의 溫度와 다를 때는 溶解熱值을 보정한다. 즉 乾燥시멘트는 비열이 約 0.2Cal 이므로 萬若 最終 칼로리미터 溫度가 칼로리미터 안에 넣을 때의 試料의 溫度보다 높다면 溶解熱을 計算할 때 그 溫度差의 每 溫度當 0.2Cal/g 을 加하여 보정한다. 乾燥 시멘트의 溶解熱은 다음 式에 따라 計算한다.

$$H_1 = \frac{RC}{W_1} - 0.2(T - t_d)$$

H_1 : 乾燥 시멘트의 용해열 (Cal/g)

R : 보정온도 상승 ($^{\circ}C$)

C : 열용량 (Cal/ $^{\circ}C$)

W_1 : 強熱 後의 重量을 基準으로 한 試料의 무게 (g)

T : 試料를 넣을 때의 실온 ($^{\circ}C$)

t_d : 乾燥 시멘트에 對한 測定後記의 最終 칼로리미터 온도 ($^{\circ}C$)

6.2 水和한 시멘트의 溶解熱

乾燥 시멘트와 같은 方法으로 水和한 시멘트의 溶解熱을 測定한다. 그러나 보정계산은 다음과 같이 한다.

- (1) 溶解熱 試驗을 할 때 1° C의 온도 增加는 每 g 當 約 0.30cal의 溶解熱을 減少시키게 됨으로 萬若 水和한 시멘트의 水和熱을 試驗할 때의 溫度가 乾燥시멘트의 試驗을 할 때의 溫度보다 높다면 그 溫度差의 每 溫度當 0.30cal/g을 보정치로 水和한 시멘트의 溶解熱值에 加하여 야 한다.
- (2) 또한 萬若 溶解熱試驗을 할 때 最終 칼로리미터온도가 칼로리미터에 넣을 때의 시멘트施料의 溫度와 다르다면 溶解熱值를 보정하여야 한다. 即 水和한 시멘트의 비열은 強熱한 시멘트의 g 當 約 0.40cal이므로 萬若 最終 칼로리미터 溫度가 施料의 溫度보다 높다면 溶解熱을 計算할 때 그 溫度差의 每 溫度當 0.40cal/g을 加하여 보정한다. 水和한 시멘트의 溶解熱은 다음 식에 따라 計算한다.

$$H_2 = \frac{RC}{W_i} - 0.4(T - t_h) - 0.3(t_d - t_h)$$

H_2 : 水和한 시멘트의 溶解熱 (Cal/g)

R, C, W_i , T 및 t_d : 6.1項과 같다.

t_h : 水和한 시멘트에 對한 측정후기의 最終칼로리미터 온도 (°C)

6.3 水和熱

시멘트의 水和熱은 다음식에 따라 計算한다.

$$H_h = H_1 - H_2$$

H_h : 水和熱 (強熱한 시멘트 Cal/g)

H_1 : 乾燥 시멘트의 溶解熱 (6.1項)

H_2 : 水和한 시멘트의 溶解熱 (6.2項)

6.4 최종온도보정

水和熱 測定에 있어서의 最終 칼로리미터 온도로서는 25°C 를 基準으로 하며 試驗結果를 計算할 때 그 온도 變異의 影響을 無視하여서는 안된다. 最終溫度的 增加는 強熱한 시멘트의 每 g 當 約 $0.1\text{Cal}/^{\circ}\text{C}$ 의 水和熱을 높인다. 萬若最終溫度가 27°C 라면 結果를 25°C 에 基準하여 0.2Cal 를 水和熱 測定值에 감한다.

7. 再試驗

28日間 水和熱을 測定할 날자를 超過하였을 때는 準備한 試料 페이스트를 그 지난 날자에 試驗하고 28日 基準으로 再試驗될 溶解熱에 超過한 날자의 每日當 0.5Cal/g 을 加해진 것으로 하여 보정한다. 이 보정을 받을 수 있는 超過日字는 4日로 制限한다. 7日間 水和熱을 測定한 날자를 超過하였을 때는 페이스트의 混合으로부터 全部 再試驗한다.

再試驗을 할 때는 乾燥 시멘트의 溶解熱을 測定할 必要가 없다.