

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12959—2024  
代替GB/T 12959—2008

## 水泥水化热测定方法

Test methods for heat of hydration of cement

2024-04-25发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布



目次

前言 ..... III

引言 ..... V

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 试验条件 ..... 2

    4.1 试验室 ..... 2

    4.2 介质温度 ..... 2

    4.3 材料及用具温度 ..... 2

5 材料 ..... 2

    5.1 水泥 ..... 2

    5.2 水 ..... 2

    5.3 标准砂 ..... 2

6 等温传导量热法(基准法)..... 2

    6.1 方法原理 ..... 2

    6.2 仪器设备 ..... 2

    6.3 等温量热仪校准和标定 ..... 4

    6.4 试验步骤 ..... 4

7 溶解热法(代用法) ..... 5

    7.1 方法原理 ..... 5

    7.2 试剂及配制 ..... 5

    7.3 仪器设备 ..... 6

    7.4 试验步骤 ..... 8

8 直接法(代用法) ..... 12

    8.1 方法原理..... 12

    8.2 仪器设备..... 12

    8.3 试验步骤..... 13

9 结果处理 ..... 17

10 精确性 ..... 17

    10.1 重复性 ..... 17

    10.2 再现性 ..... 17

附录 A(规范性) 等温量热仪的校准 ..... 18

附录B(规范性) 等温量热仪的标定 ..... 20



# 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 12959—2008《水泥水化热测定方法》。与GB/T 12959—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了等温传导量热法，并将其列为基准法(见第6章)；
- 更改了溶解热法为代用法(见第7章，2008年版的第3章)；
- 增加了用溶解热法测定水化热时混合酸加入保温瓶的时间要求(见7.4.1.3)；
- 增加了用溶解热法测定矿渣硅酸盐水泥和低热矿渣硅酸盐水泥时，未水化试验用水泥和部分水化试验用水泥的灼烧质量计算方法(见7.4.2.4)；
- 更改了直接法重新测定结果要求(见9.1, 2008年版的4.5.15)；
- 增加了“等温量热仪的校准”(见附录A)；
- 增加了“等温量热仪的标定”(见附录B)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本文件主要起草单位：中国建筑材料科学研究总院有限公司、中铁二十五局集团第二工程有限公司、广州市建筑材料工业研究所有限公司、北京鸿锐嘉科技发展有限公司、厦门捷航工程检测技术有限公司、中铁二十三局集团有限公司、上海建工建材科技集团股份有限公司、广东至道先进土木工程材料技术研究有限公司、中铁七局集团有限公司，中交二公局第四工程有限公司、四川峨胜水泥集团股份有限公司、中国葛洲坝集团水泥有限公司、深圳信息职业技术学院、深圳大学、湖南中机国际检测技术有限公司、新疆西建科研检测有限责任公司、中国水利水电第十一工程局有限公司、江苏省建筑工程质量检测中心有限公司、冀东海天水泥闻喜有限责任公司、中国水利水电第七工程局有限公司、北京金隅节能科技有限公司、嘉华特种水泥股份有限公司、广东恒辉建设集团股份有限公司、信阳建科工程检测有限公司、北京筑之杰建筑工程检测有限责任公司、河南省楷澄新型材料有限公司、江苏奥莱特新材料股份有限公司、中国石油集团工程研究院有限公司、河北交投资源开发利用有限公司、贵州科筑创品建筑技术有限公司、广东广林建设集团有限公司、中核华纬工程设计研究有限公司、中核混凝土股份有限公司、深圳市天健坪山建设工程有限公司、武汉博泰斯特仪器设备有限公司、新疆北方建设集团有限公司、中国二十二冶集团有限公司、山西四建集团有限公司、中建新疆建工(集团)有限公司、珠海市振业混凝土有限公司、阜阳市科信交通工程试验检测有限公司、天津市港源试验仪器厂、中国水利水电第三工程局有限公司、东莞市建设工程检测中心有限公司、江苏双龙集团有限公司、中冶建筑研究总院(深圳)有限公司、河南五建建设集团有限公司、中建新疆建工集团第五建筑工程有限公司、中铁二十五局集团

第四工程有限公司、山东轨道交通勘察设计院有限公司、中路高科交通检测检验认证有限公司、江苏省交通工程集团百润工程检测有限公司、浙江省二建建设集团有限公司、泰州市天衡建设工程质量检测有限公司、陕西建工集团混凝土有限公司、中交第二航务工程局有限公司、中铁十九局集团广州工程有限公司、中铁十四局集团大盾构工程有限公司、武汉一冶建筑安装工程有限责任公司、中铁城建集团有限公司、北京金港场道工程建设有限公司、建筑材料工业技术监督研究中心、中铁十七局集团有限公司、河北建设集团股份有限公司、中铁建科检测有限公司、安徽金煌建设集团有限公司、江苏山河水泥有限公司。

本文件主要起草人：郭俊萍、李湘泉、刘继伟、王发明、申婧、吴启坚、王欣宇、张玉露、黄建山、崔永、宋世兴、高升辉、邓磊、余海龙、朱敏涛、刘潭、肖忠明、殷爱国、丁清杰、李天艳、王政松、王军勇、张彦平、胡厚兰、陈杉、董志君、龙武剑、任浩、李广科、张潮、张平、龚英、孙雪梅、秦洪珠、罗伟、陈雪梅、王义春、种娜、杨朋、吕军刚、王学川、蔡雪玲、王宏霞、杜增强、卢德华、盛宴、靳建洲、于永金、李旭东、王志中、丁晓平、郑媚春、邵鹏、李书瑶、冯国华、卜云兵、杜巍、薛孟斌、解海旺、文小顺、李斌权、胡殷、李虎、张守祺、陈冰、赵学峰、孔海峡、杨春喜、陆伟杰、游海狮、官同强、狄立榆、陈飞翔、杨新民、陈鹏、陈建福、王浩、胡明文、王路波、柯上林、庞艺、李亚萌、黄晓涛、余圆圆、陈宏伟、甄志禄、李党刚、童琳、冯伟鹏、闫智、梁洪滔、田静、雷英强、刘秋海、张家庆、任丽娟、李顾媛、李彩丝、曹建明。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1991年首次发布为GB/T 12959—1991《水泥水化热测定方法(溶解热法)》；
- 2008年第一次修订时，并入了GB/T 2022—1980《水泥水化热试验方法(直接法)》；
- 本次为第二次修订。

# 引 言

GB/T 12959—2008《水泥水化热测定方法》包括两种水泥水化热测定方法：溶解热法和直接法，以溶解热法为基准法。与上版标准相比较，本文件的水泥水化热测定方法包括3种：等温传导量热法、溶解热法和直接法，且以等温传导量热法为基准法。这是基于3种测定方法相比较，等温传导量热法测定水泥水化热结果的精确性最高而确定；当有争议时，以基准法测定结果为准；日常生产和应用的质量控制时，3种测定方法均可使用。

本文件的颁布实施为市场主体提供具有先进性的水泥水化热测定方法，同时提升水泥物理性能检验的自动化与智能化水平，且测定结果更好的指导混凝土配制工作，更重要的是测定过程操作便利，人身安全环境安全，大大降低了人员带来的测定误差。

方法标准服务于产品标准。为了保证本文件与相关产品标准与规范配套实施，引用本文件的相关标准与规范，在本文件实施之日前的版本以溶解热法为基准法，本文件实施之日后的相关标准与规范以等温传导量热法为基准。引用本文件的相关标准与规范完成修订工作之前，具体技术指标以双方验收协商的数值为判断依据；完成修订工作之后，以相关标准与规范的技术指标为判断依据。





# 水泥水化热测定方法

## 1 范围

本文件描述了水泥水化热测定方法的试验条件、材料、等温传导量热法、溶解热法、直接法、结果处理及精确性等。

本文件适用于水泥水化热的测定。其中，等温传导量热法作为基准法，溶解热法和直接法作为代用法。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 176 水泥化学分析方法
- GB/T 1346 水泥标准稠度用水量、凝结时间、安定性检验方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 17671 水泥胶砂强度检验方法(ISO 法)
- JC/T 681 行星式水泥胶砂搅拌机

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**基线输出** baseline output

当试验样品池和参比样品池中盛装热容量相同的试验用水和参比用水，等温传导量热仪随时间变化的输出信号。

### 3.2

**基线漂移** baseline drift

测定期间，基线输出随测定时间线性回归的斜率。

### 3.3

**基线噪声** baseline noise

测定期间，基线输出随时间变化的标准偏差。

### 3.4

**热功率** thermal power

测定期间，试验用水泥的放热速率。

### 3.5

**校准** calibration

采用已知热功率的热源，建立数据采集器自动采集电压与等温量热仪输出热功率之间线性关系。

3.6

校准系数    calibration coefficient

等温量热仪输出热功率与数据采集器自动采集电压之间的比率。

3.7

灵敏度    sensitivity

等温量热仪的最小热功率输出。

4    试验条件

4.1    试验室

试验室温度应保持在 $(20\pm1)^\circ\text{C}$ ，相对湿度不低于50%。等温传导量热法测定水化热时，电源电压波动应不大于 $\pm 10\text{ V}$ ，且试验室应备有不间断稳压电源，以保证停电8 h 后等温量热仪继续运行。溶解热法测定水化热时，试验室内应备有通风设备。

4.2    介质温度

测定期间等温量热仪恒温控制箱内部的空气温度应保持在 $(20.0\pm0.1)^\circ\text{C}$ ，溶解热测定仪恒温水槽和直接法恒温水槽内的水温应保持在 $(20.0\pm0.1)^\circ\text{C}$ 。

4.3    材料及用具温度

材料及用具温度应与试验室温度相同。

5    材料

5.1    水泥

试验用水泥应通过0.9 mm 的方孔筛，并充分混合均匀，密封保存，储存所用容器应不与水泥反应。

5.2    水

参比用水和试验用水应采用饮用水。有争议时，应采用符合GB/T 6682规定的三级水。

5.3    标准砂

试验用砂采用符合GB/T 17671规定的标准砂粒度范围在0.5 mm~1.0 mm的中砂。

6    等温传导量热法(基准法)

6.1    方法原理

本方法依据赛贝克效应，在恒定环境温度下，水泥水化放出的热量由试验样品池经热流传感器快速迁移到恒温散热器以使水泥水化体保持恒温状态；数据采集器自动采集试验样品池与参比样品池形成的电压之差，输出热功率，热功率随时间的积分即为水化总热量。

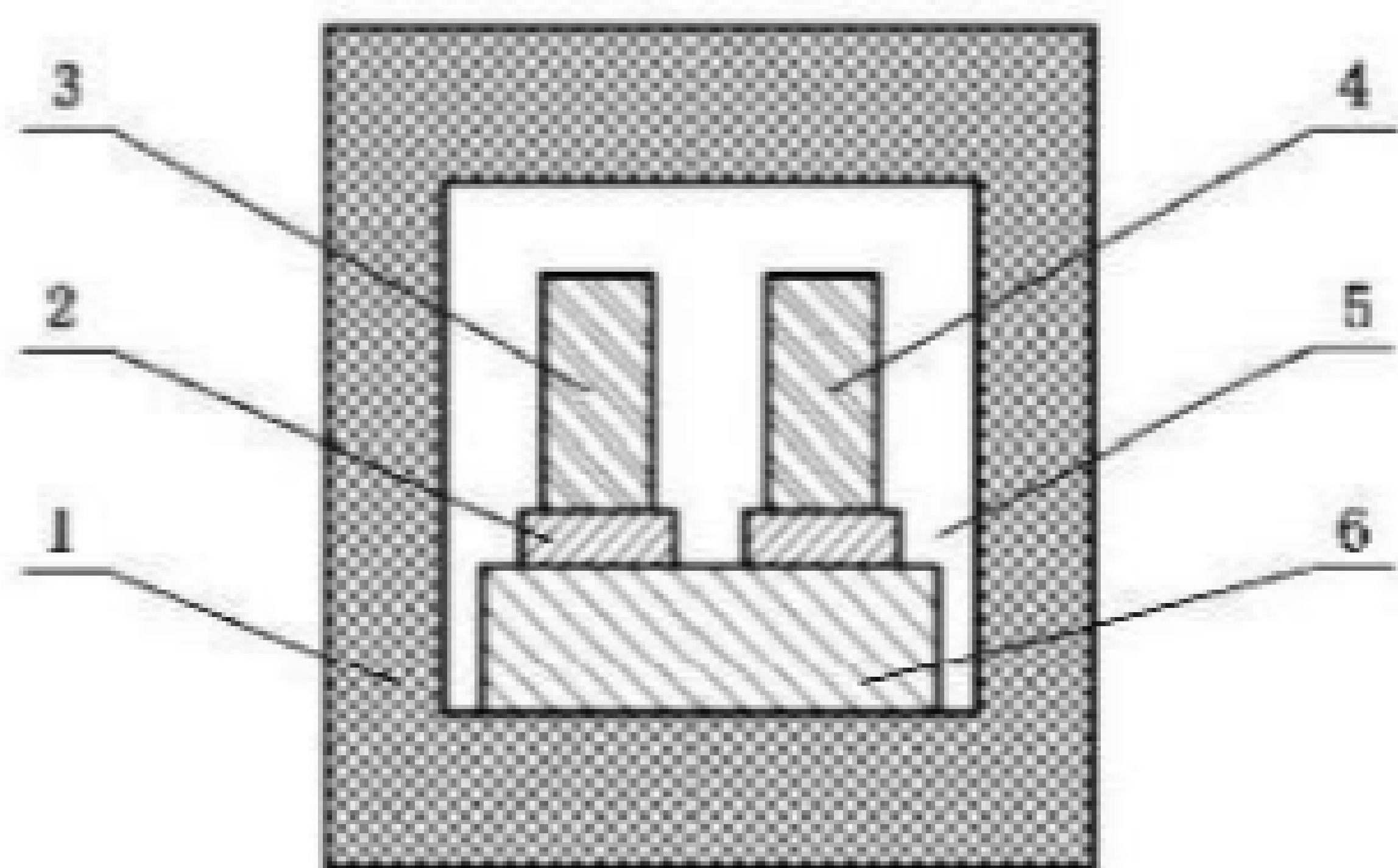
6.2    仪器设备

6.2.1    等温量热仪

6.2.1.1    总体要求

等温量热仪由恒温控制箱与量热通道组成。每个量热通道采用试验样品池、参比样品池、热流传感

器和恒温散热器组成的双配置结构。样品池包括3个部分：西林瓶固定架、西林瓶以及西林瓶内盛装的试验用样品。热流传感器的工作端和自由端分别与样品池和恒温散热器以热传导方式连接。等温量热仪结构示意图见图1。等温量热仪的基线噪声水平低且基线漂移稳定，基线噪声和基线漂移以3 d 测定结果为准，测定期间，基线噪声不大于10  $\mu\text{W/g}$ ，任取1 h 的基线漂移绝对值不大于20  $\mu\text{W/g}$ ，等温量热仪灵敏度高，其最小热功率输出应不大于100  $\mu\text{W}$ 。西林瓶带有密封盖，材质为玻璃，容积约20 mL。



标引序号说明:

- 1——恒温控制箱;
- 2——热流传感器;
- 3——试验样品池;
- 4——参比样品池;
- 5——恒温空气域;
- 6——恒温散热器。

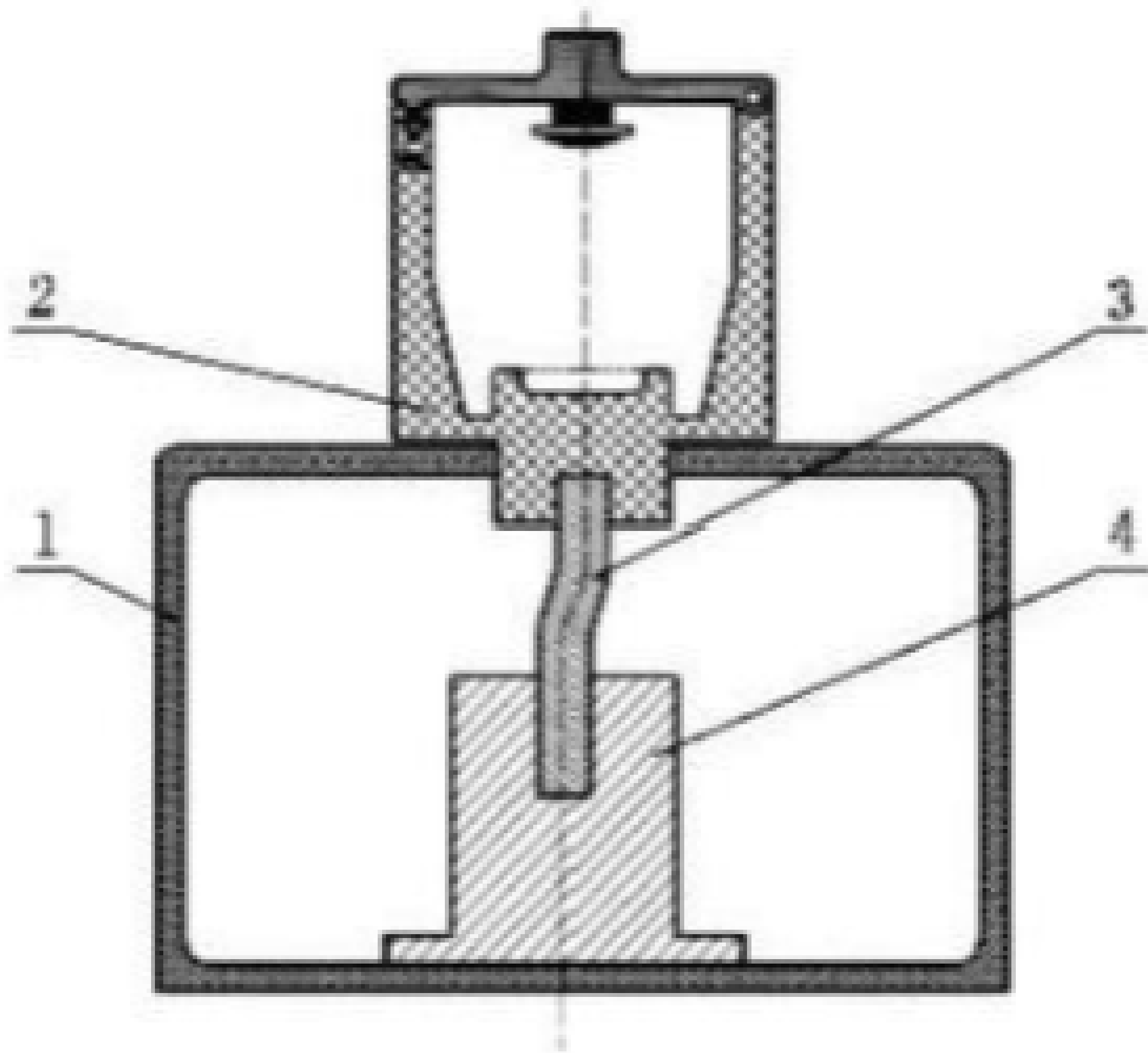
图 1 等温量热仪结构示意图

6.2.1.2 数据采集器

能自动连续采集等温量热仪的输出信号，信号采集最小间隔不大于10 s。

6.2.2 混匀仪

由壳体、西林瓶固定装置、偏心轴和电机组成，混匀仪结构示意图见图2。工作时将盛装样品的西林瓶固定在混匀仪上，电机驱动西林瓶固定装置偏心旋转并振动，完成样品的混匀。混匀仪的电机转速为(1500±100) rpm，振幅为(4±1) mm。



标引序号说明:

- 1——壳体;
- 2——西林瓶固定装置;
- 3——偏心轴;
- 4——电机。

图 2 混匀仪结构示意图

6.2.3 恒温用水装置

容积不小于30 mL, 装置内温度为 $(20.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

6.2.4 天平

最大量程不小于200 g, 分度值不大于0.01 g。

6.3 等温量热仪校准和标定

6.3.1 等温量热仪校准

6.3.1.1 等温量热仪应具有自动校准功能, 并按附录A 的规定对等温量热仪进行校准。

6.3.1.2 有下列情况之一, 应对等温量热仪进行校准:

- a) 新购置设备;
- b) 长期不使用或设备维修后再次启用时;
- c) 测定结果出现异常时;
- d) 在用设备每月进行一次校准。

6.3.2 等温量热仪标定

6.3.2.1 按附录B的规定对等温量热仪进行标定。

6.3.2.2 有下列情况之一, 等温量热仪应进行标定:

- a) 符合6.3.1.2的a)、b)和c)的规定时;
- b) 在用设备每年进行一次标定;
- c) 对测定结果有争议时。

6.4 试验步骤

6.4.1 材料恒温

水泥浆体制备前24 h, 将 $(3.00 \pm 0.01)\text{g}$  试验用水泥、 $(1.74 \pm 0.01)\text{g}$  参比用水和约20 g 试验用水分别装入3个西林瓶中, 加盖密封后, 盛放参比用水和试验用水泥的西林瓶分别移入等温量热仪的参比样品池与试验样品池; 盛放试验用水的西林瓶移入恒温用水装置(6.2.4), 对3种材料进行恒温。

6.4.2 温度平衡验证

浆体制备前, 开启等温量热仪, 自动采集30 min~60 min的基线输出, 基线输出稳定后, 确认等温量热仪内温度达到试验要求, 可以开始试验。

6.4.3 水泥浆体制备

从试验样品池中取出盛装试验用水泥的西林瓶(6.4.1), 加入 $(1.20 \pm 0.01)\text{g}$  试验用水(6.4.1)后进行密封, 将密封后的西林瓶固定在混匀仪(6.2.3)上, 恒速混匀 $(60 \pm 1)\text{s}$ , 完成水泥浆体制备。之后, 立即将盛装水泥浆体的西林瓶移入等温量热仪试验样品池。取出西林瓶、加水、混匀以及西林瓶再次移入等温量热仪的操作过程应在2 min内完成。

6.4.4 水化总热量测定

按6.4.3完成水泥浆体制备。从盛放水泥浆体的西林瓶移入等温量热仪试验样品池开始计算龄期, 到规定龄期采集最后一个数据, 完成水化总热量( $Q_1$ )测定。

6.4.5 水化热测定结果计算

采用等温量热仪测定的试验用水泥水化热( $q_1$ ) 按公式(1) 计算, 计算结果保留至小数点后1位。

$$q_1 = \frac{Q_1}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  
 $q_1$ ——测定龄期内试验用水泥测定的水化热, 单位为焦耳每克(J/g);  
 $Q_1$ ——测定龄期内试验用水泥测定的总热量, 单位为焦耳(J);  
 $m_1$ ——试验用水泥质量, 单位为克(g)。

6.4.6 水泥水化热的测定结果修正

试验用水泥在某一水化龄期前放出的水化热最终结果( $q_2$ ) 按公式(2) 进行修正, 计算结果保留至小数点后1位。

$$q_2 = q_1 + \Delta q \dots\dots\dots (2)$$

式中:  
 $q_2$ ——试验用水泥在某一水化龄期的水化热修正值, 单位为焦耳每克(J/g);  
 $\Delta q$ ——按附录B 标定的等温量热仪修正系数, 单位为焦耳每克(J/g)。

7 溶解热法(代用法)

7.1 方法原理

本方法是依据热化学盖斯定律——化学反应的热效应只与试验用水泥的初态和终态有关而与反应的途径无关提出的。它是在热量计周围温度一定的条件下, 用未水化的水泥与水化一定龄期的水泥分别在一定浓度的标准酸溶液中溶解, 测得溶解热之差, 作为该水泥在该龄期内所放出的水化热。

7.2 试剂及配制

7.2.1 总体要求

本方法中所用试剂应为分析纯, 用于标定的试剂应为基准试剂。

7.2.2 氧化锌(ZnO)

用于标定热量计热容量, 使用前应预先进行如下处理, 将氧化锌放入坩埚内, 在900℃~950℃下灼烧1 h 取出, 置于干燥器中冷却后, 用玛瑙研钵研磨至全部通过0.15 mm 方孔筛, 贮存备用。在进行热容量标定前, 应将上述制取的氧化锌约50 g 在900℃~950℃下灼烧5 min, 然后在干燥器中冷却至室温。

7.2.3 氢氧化钠标准溶液(约0.2 mol/L)

将 8g 分析纯氢氧化钠(NaOH) 溶于水中, 加水稀释至1 L, 储存在塑料瓶中, 并标定其准确浓度。

7.2.4 氢氟酸(HF)

质量分数为40%或密度为1.15 g/cm<sup>3</sup>~1.18 g/cm<sup>3</sup>。

7.2.5 硝酸(HNO<sub>3</sub>, 约2.00 mol/L)

一次应配制大量的硝酸溶液。配制时量取质量分数为65%~68% 或密度为1.39 g/cm<sup>3</sup>~

1.41 g/cm<sup>3</sup>(20 ℃)的浓硝酸138 mL, 加蒸馏水稀释至1 L, 混匀静置24 h 以上。

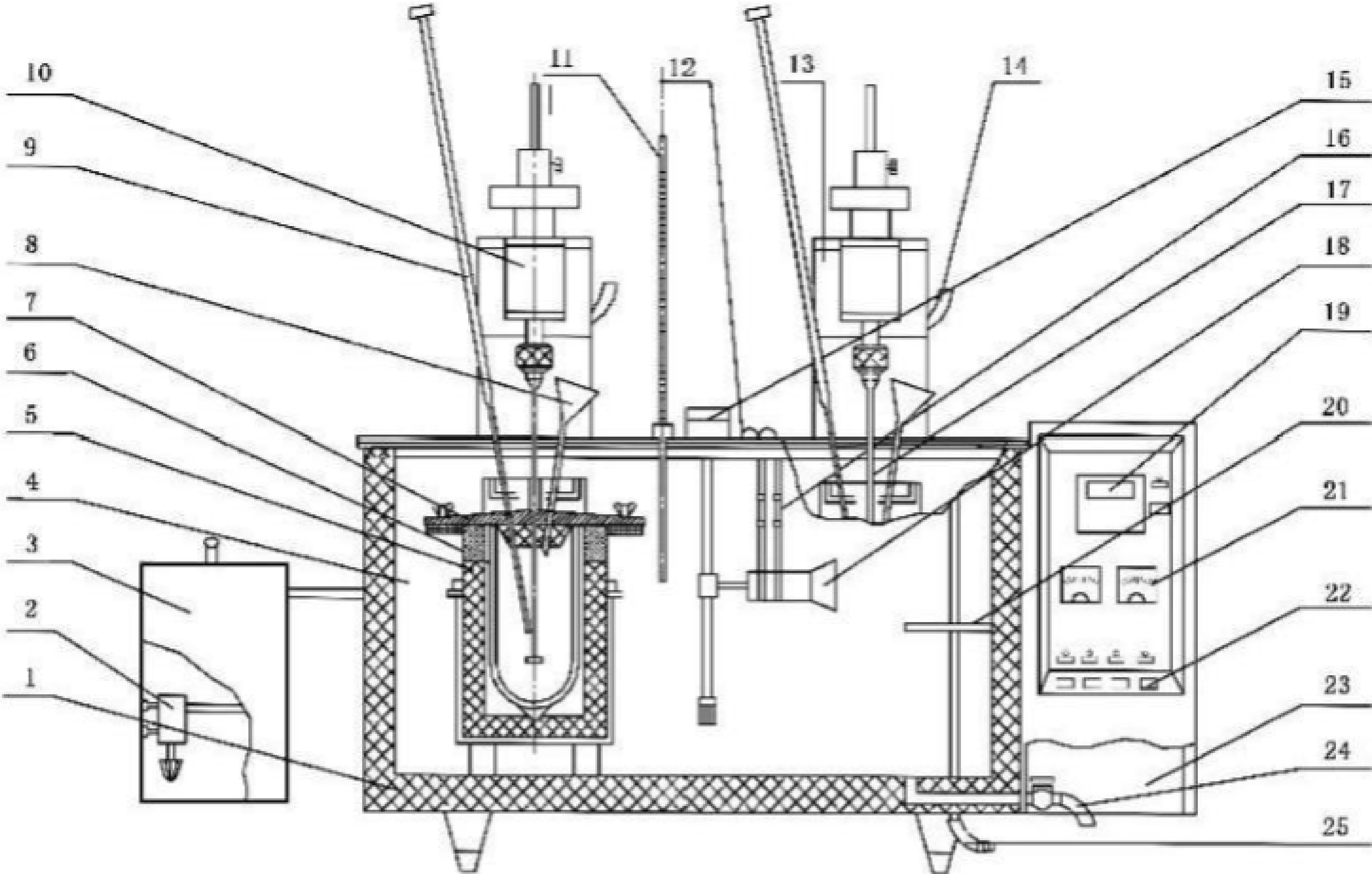
硝酸溶液的标定：用移液管吸取25 mL 上述已配制好的硝酸溶液，移入250 mL 的容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，摇匀。接着用已知浓度(7.2.3)的氢氧化钠标准溶液标定容量瓶中硝酸溶液的浓度，该浓度乘以10即为上述已配制好的硝酸溶液的浓度。

7.3 仪器设备

7.3.1 溶解热测定仪

7.3.1.1 结构

由恒温水槽、内筒、广口保温瓶、贝克曼差示温度计或量热温度计、搅拌装置等主要部件组成。另配1个曲颈玻璃加料漏斗和1个直颈加酸漏斗。有单筒和双筒两种型号，双筒如图3所示。



标引序号说明：

- |                     |             |
|---------------------|-------------|
| 1 ——水槽壳体；           | 14——锁紧手柄；   |
| 2 ——电机冷却水泵；         | 15——循环水泵；   |
| 3 ——电机冷却水箱；         | 16——支架；     |
| 4 ——恒温水槽；           | 17——酸液搅拌棒；  |
| 5 ——试验内筒；           | 18——加热管；    |
| 6 ——广口保温瓶；          | 19——控温仪；    |
| 7 ——筒盖；             | 20——温度传感器；  |
| 8 ——加料漏斗；           | 21——控制箱面板；  |
| 9 ——贝克曼差示温度计或量热温度计； | 22——自锁按钮开关； |
| 10——轴承；             | 23——电气控制箱；  |
| 11——标准温度计；          | 24——水槽进排水管； |
| 12——电机冷却水管；         | 25——水槽溢流管。  |
| 13——电机横梁；           |             |

图 3 溶解热测定仪示意图

7.3.1.2 恒温水槽

水槽内外壳之间装有隔热层，内壳横断面为椭圆形的金属筒，横断面长轴750 mm,短轴450 mm,深310 mm,容积约75 L。并装有控制水位的溢流管。溢流管高度距底部约270 mm,水槽上装有2个用于搅拌保温瓶中酸液的搅拌器，水槽内装有2个放置试验内筒的筒座，进排水管、加热管与循环水泵等部件。

7.3.1.3 内筒

筒口为带法兰的不锈钢圆筒，内径约150 mm,深约210 mm,筒内衬有软木层或泡沫塑料，筒口上镶嵌有橡胶圈以防漏水，盖上有3个孔，中孔安装酸液搅拌棒，两侧的孔分别安装加料漏斗和贝克曼差示温度计或量热温度计。

7.3.1.4 广口保温瓶

配有耐酸塑料筒，容积约为600 mL,当盛满高于室温约5℃的水、盖盖密封，静置30 min 时，其冷却速率应不大于0.001℃/min。

7.3.1.5 贝克曼差示温度计(以下简称贝氏温度计)

分度值不大于0.01℃,最大差示温度为5.2℃,插入酸液部分应涂以石蜡或其他耐氢氟酸的材料。试验前应用量热温度计将贝氏温度计零点调整到约14.500℃。

7.3.1.6 量热温度计

量程14℃~20℃,分度值不大于0.01℃,插入酸液部分应涂以石蜡或其他耐氢氟酸的材料。

7.3.1.7 搅拌装置

酸液搅拌棒直径 $\phi 6.0\text{ mm}\sim\phi 6.5\text{ mm}$ ,总长约280 mm,下端装有两片略带轴向推进作用的叶片，插入酸液部分必应用耐氢氟酸的材料制成。水槽搅拌装置使用循环水泵。

7.3.1.8 曲颈玻璃加料漏斗

漏斗口与漏斗管的中轴线夹角约为30° ,口径约70 mm, 深约100 mm, 漏斗管外径7.5 mm, 长约95 mm,供装试验用水泥用。加料漏斗配有胶塞。

7.3.1.9 直颈加酸漏斗

由耐酸塑料制成，上口直径约70 mm,管长约120 mm,外径7.5 mm。

7.3.2 天平

7.3.2.1 最大量程不小于200 g,分度值不大于0.001 g;

7.3.2.2 最大量程不小于600 g,分度值不大于0.1 g。

7.3.3 高温炉

使用温度900℃~950℃,并带有恒温控制装置。

7.3.4 试验筛

0.15 mm 和0.60 mm方孔筛各1个。



7.3.5 铂金坩埚或瓷坩埚

容量约30 mL, 瓷坩埚使用前应编号灼烧至恒重。

7.3.6 研钵

钢或铜材料研钵、玛瑙研钵各1个。

7.3.7 低温箱

用于降低硝酸溶液温度, 温度范围0℃~15℃, 精度不大于1℃。

7.3.8 水泥水化样品瓶

由不与水泥作用的材料制成, 具有水密性, 容积约20 mL。

7.3.9 其他

磨口称量瓶、分度值不大于0.1℃的温度计、放大镜、时钟、秒表、干燥器、容量瓶、吸液管、石蜡、量杯、量筒等。

7.4 试验步骤

7.4.1 热量计热容量的标定

7.4.1.1 贝氏温度计或量热温度计、保温瓶及塑料内衬、搅拌棒等应编号配套使用。使用贝氏温度计试验前应用量热温度计检查贝氏温度计零点。如果使用量热温度计, 不需调整零点, 可直接测定。

7.4.1.2 在标定热量计热容量的前24h 应将保温瓶放入内筒中, 酸液搅拌棒放入保温瓶内, 盖紧内筒盖, 再将内筒放入恒温水槽内。调整酸液搅拌棒悬臂梁使夹头对准内筒中心孔, 并将酸液搅拌棒夹紧。在恒温水槽内加水使水面高出试验内筒盖(由溢流管控制高度), 打开循环水泵等, 使恒温水槽内的水温调整并保持到(20.0±0.1)℃, 然后关闭循环水泵备用。

7.4.1.3 试验前打开循环水泵, 观察恒温水槽温度使其保持在(20.0±0.1)℃, 从安放贝氏温度计孔插入直颈加酸漏斗, 用500 mL 耐酸的塑料杯称取(13.5±0.5)℃的(2.00±0.02) mol/L 硝酸溶液约410 g,量取8 mL 40%氢氟酸加入耐酸塑料量杯内, 再加入少量剩余的硝酸溶液, 使两种混合溶液总质量达到(425±0.1)g,用直颈加酸漏斗加入到保温瓶内, 然后取出加酸漏斗, 插入贝氏温度计或量热温度计, 中途不应拔出避免温度散失。安放加酸漏斗, 称取混合酸并将其加入保温瓶, 取出加酸漏斗插入温度计的操作过程应在5 min 内完成。

7.4.1.4 开启保温瓶中的酸液搅拌棒, 连续搅拌20 min 后, 在贝氏温度计或量热温度计上读出酸液温度, 此后每隔5min 读一次酸液温度, 直至连续15 min、每5 min 上升的温度差值相等时(或3次温度差值在0.002℃内)为止。记录最后一次酸液温度, 此温度值即为初测读数  $\theta_0$ ,初测期结束。

7.4.1.5 初测期结束后, 立即将事先称量好的(7.000±0.001)g 氧化锌通过加料漏斗徐徐地加入保温瓶酸液中(酸液搅拌棒继续搅拌), 加料过程应在2 min 内完成, 漏斗和毛刷上均不应残留试验用水泥, 加料完毕盖上胶塞, 避免试验中温度散失。

7.4.1.6 从读出初测读数  $\theta_0$  起分别测读20 min、40 min、60 min、80 min、90 min、120 min时贝氏温度计或量热温度计的读数, 这一过程为溶解期。

7.4.1.7 在各时间内的热量计热容量( $C_1$ ) 按公式(3)计算, 计算结果保留至小数点后1位。

$$C_1 = \frac{m_2[1\,072.0 + 0.4(30 - t_2) + 0.5(T_1 - t_2)]}{R_1} \dots\dots\dots (3)$$



式中：  
C<sub>1</sub> ——溶解热法测定用热量计热容量，单位为焦耳每摄氏度(J/℃)；  
m<sub>2</sub> —— 氧化锌质量，单位为克(g)；  
T<sub>1</sub> —— 氧化锌加入热量计的室温，单位为摄氏度(℃)；  
ta ——溶解期第一次测读数 θ<sub>0</sub>。加贝氏温度计0℃时相应的摄氏温度(如使用量热温度计时，t<sub>0</sub>的数值等于0<sub>0</sub>的读数),单位为摄氏度(℃)；  
R<sub>0</sub> —— 经校正的温度上升值，单位为摄氏度(℃)；  
1072.0 ——氧化锌在30℃时溶解热，单位为焦耳每克(J/g)；  
0.4 ——氧化锌溶解热的负温比热容，单位为焦耳每克摄氏度[J/(g·℃)]；  
0.5 ——氧化锌比热容，单位为焦耳每克摄氏度[J/(g·℃)]。  
经校正的温度上升值(R<sub>0</sub>)按公式(4)计算，计算结果保留至小数点后3位。

5210

$$R_0 = (\theta_1 - \theta_0) - \frac{a}{b - a}(\theta_k - \theta_1) \dots\dots\dots (4)$$

式中：  
R<sub>0</sub> —— 经校正的温度上升值，单位为摄氏度(℃)；  
0<sub>0</sub> ——初测期结束时(即开始加氧化锌时)的贝氏温度计或量热温度计读数，单位为摄氏度(℃)；  
0<sub>1</sub> ——溶解期第一次测读的贝氏温度计或量热温度计的读数，单位为摄氏度(℃)；  
θ<sub>1</sub> ——溶解期结束时测读的贝氏温度计或量热温度计的读数，单位为摄氏度(℃)；  
a、b ——分别为测读0<sub>0</sub>或 θ<sub>1</sub>时距离测初读数 θ<sub>0</sub>时所经过的时间，单位为分(min)。

7.4.1.8 为了保证试验结果的精度，热量计热容量(C<sub>1</sub>)对应0<sub>0</sub>、0<sub>1</sub>的测读时间a、b应分别与不同品种 水泥所需要的溶解期测读时间对应，不同品种水泥的具体溶解期测读温度的时间按表1规定。

表 1 不同品种水泥溶解期测读温度的时间

单位为分

水泥品种	距初测期温度 θ <sub>0</sub> 的相隔时间	
	a	b
硅酸盐水泥 中热硅酸盐水泥 低热硅酸盐水泥 抗硫酸盐水泥 核电工程用硅酸盐水泥 普通硅酸盐水泥	20	40
低热微膨胀水泥 矿渣硅酸盐水泥 低热矿渣硅酸盐水泥 低热钢渣硅酸盐水泥	40	60
火山灰硅酸盐水泥	60	90
粉煤灰硅酸盐水泥	80	120
注：在普通硅酸盐水泥、矿渣硅酸盐水泥、低热矿渣硅酸盐水泥、低热钢渣硅酸盐水泥中掺有大于10%火山灰质或粉煤灰时，可按火山灰质水泥或粉煤灰水泥规定的测读时间。		

7.4.1.9 热量计热容量应平行标定2次，以2次标定值的平均值作为标定结果。如果2次标定差值大于5.0 J/℃ 时，应重新标定。

7.4.1.10 在下列情况下，热容量应重新标定：

- a) 重新调整贝氏温度计时；
- b) 当温度计、保温瓶、搅拌棒更换或重新涂覆耐酸涂料时；
- c) 当新配制的酸液与标定热量计热容量的酸液浓度变化大于 $\pm 0.02 \text{ mol/L}$ 时；
- d) 对试验结果有疑问时。

7.4.2 未水化水泥溶解热的测定

7.4.2.1 按7.4.1.1~7.4.1.4进行准备工作和初测期试验，并记录初测温度 $\theta_0'$ 。

7.4.2.2 读出初测温度 $\theta_0'$ 后，立即将预先称好的4份 $(3.000 \pm 0.001) \text{ g}$ 未水化试验用水泥中的1份在2 min内通过加料漏斗徐徐加入酸液中，漏斗、称量瓶及毛刷上均不应残留试验用水泥，加料完毕盖上胶塞。然后按表1规定的各品种水泥测读温度的时间，准时读记贝氏温度计读数 $\theta_1'$ 和 $\theta_6'$ 。第2份试验用水泥重复第1份的操作。

7.4.2.3 余下2份试验用水泥置于 $(900 \sim 950)^\circ\text{C}$ 下灼烧90 min，灼烧后立即将盛有试验用水泥的坩埚置于干燥器内冷却至室温，并快速称量。灼烧质量( $m_3$ )应以2份试验用水泥灼烧后的质量平均值确定，如2份试验用水泥的灼烧质量相差大于 $0.003 \text{ g}$ 时，应重新补做。

7.4.2.4 矿渣硅酸盐水泥和低热矿渣硅酸盐水泥除7.4.2.3描述的程序外，按公式(6)计算未水化试验水泥的灼烧质量( $m_3$ )。

7.4.2.4.1 按GB/T 176测试灼烧前后水泥中 $\text{SO}_3$ 含量。

7.4.2.4.2 灼烧过程中由于硫化物的氧化引起矿渣粉吸收空气中氧的质量分数( $w_1$ )按公式(5)计算，计算结果保留至小数点后2位。

$$w_1 = 0.8(w_2 - w_3) \quad \dots\dots (5)$$

式中：

$w_1$ ——灼烧过程中矿渣粉吸收空气中氧的质量分数，%；

$w_2$ ——灼烧后试验用水泥测得的 $\text{SO}_3$ 质量分数，%；

$w_3$ ——灼烧前试验用水泥测定的 $\text{SO}_3$ 质量分数，%；

0.8—— $4(\text{O})/\text{SO}$ 的分子量比。

7.4.2.4.3 溶解热测定用未水化试验用水泥灼烧质量( $m_3$ )按公式(6)计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$m_3 = \frac{m_1 m_5}{m_6} \left( 1 - \frac{w_1}{100} \right) \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$m_3$ ——溶解热测定用未水化试验用水泥的灼烧质量，单位为克(g)；

$m_1$ ——溶解热测定用未水化试验用水泥质量，单位为克(g)；

$m_5$ ——未水化试验用水泥的灼烧质量，单位为克(g)；

$m_6$ ——未水化试验用水泥质量，单位为克(g)。

7.4.2.5 未水化试验用水泥的溶解热( $q_3$ )按公式(7)计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$q_3 = \frac{R_1 C_1}{m_3} - 0.8(T_2 - t_a') \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$q_3$ ——未水化试验用水泥的溶解热，单位为焦耳每克(J/g)；

$R_1$ ——经校正的温度上升值，单位为摄氏度( $^\circ\text{C}$ )；

$T_2$ ——未水化试验用水泥装入热量计时的室温，单位为摄氏度( $^\circ\text{C}$ )；

$t_a'$ ——未水化试验用水泥溶解期第1次测读数 $\theta_a'$ 加贝氏温度计 $0^\circ\text{C}$ 时相应的摄氏温度(如使用

量热温度计时,  $t_{\circ}'$  的数值等于  $\theta_{\circ}'$  的读数), 单位为摄氏度( $^{\circ}\text{C}$ );

0.8——未水化试验用水泥的比热容, 单位为焦耳每克摄氏度[J/(g· $^{\circ}\text{C}$ )];

经校正的温度上升值( $R_1$ ) 按公式(8)计算, 计算结果保留至小数点后3位。

$$R_1 = (\theta_{\circ}' - \theta_{\circ}) - \frac{a'}{b' - a'} (\theta_{\circ}' - \theta_{\circ}') \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

0 $\circ'$ 、0'、06'——分别为未水化试验用水泥初测期结束时的贝氏温度计读数、溶解期第一次和第二次测读时的贝氏温度计读数, 单位为摄氏度( $^{\circ}\text{C}$ );

$a'$ 、 $b'$  ——分别为未水化试验用水泥溶解期第一次测读时  $\theta_{\circ}'$  与第二次测读时  $\theta_{\circ}'$  距初读数  $\theta_{\circ}'$  的时间, 单位为分(min)。

### 7.4.3 部分水化水泥溶解热的测定

7.4.3.1 在测定未水化试验用水泥溶解热的同时, 制备部分水化试验用水泥。测定2个龄期水化热时, 称100 g 水泥加40 g 蒸馏水, 充分搅拌3 min 后, 取近似相等的浆体2份或多份, 分别装入符合7.3.8要求的水泥水化样品瓶中, 置于( $20 \pm 1$ )  $^{\circ}\text{C}$  的水中养护至规定龄期。

7.4.3.2 按7.4.1.1~7.4.1.4进行准备工作和初测期试验, 并记录初测温度  $\theta_{\circ}''$ 。

7.4.3.3 从养护水中取出1份达到试验龄期的水泥水化样品瓶, 取出部分水化试验用水泥, 迅速用金属研钵将部分水化试验用水泥捣碎并用玛瑙研钵研磨至全部通过0.60 mm方孔筛, 混合均匀放入磨口称量瓶中, 并称出( $4.200 \pm 0.050$ ) g 试验用水泥4份, 然后存放在湿度大于50%的密闭容器中, 称好的样品应在20 min 内进行试验。2份供作溶解热测定, 另2份进行灼烧。从开始捣碎至放入称量瓶中的全部时间应不大于10 min。

7.4.3.4 读出初测期结束时的温度  $\theta_{\circ}''$  后, 立即将称量好的1份部分水化试验用水泥在2 min 内通过加料漏斗徐徐加入酸液中, 漏斗、称量瓶及毛刷上均不应残留部分水化试验用水泥, 加料完毕盖上胶塞, 然后按表1规定不同水泥品种的测读时间, 准时读记贝氏温度计或量热温度计读数  $\theta_{\circ}''$  和0 $\circ''$ 。第2份部分水化试验用水泥重复第1份的操作。

7.4.3.5 余下2份部分水化试验用水泥进行灼烧, 灼烧质量( $m_3$ ) 按7.4.2.3进行, 灼烧质量( $m_7$ ) 应以2份部分水化试验用水泥灼烧后的质量平均值确定, 如2份部分水化试验用水泥的灼烧质量相差大于0.003 g时, 应重新补做。而矿渣硅酸盐水泥和低热矿渣硅酸盐水泥的溶解热测定用部分水化试验用水泥灼烧质量( $m_7$ ), 按公式(9)计算, 计算结果保留至小数点后1位。

$$m_7 = \frac{m_3 m_2}{m_{10}} \left( 1 - \frac{w_1}{100} \right) \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$m_3$ ——溶解热测定用部分水化试验用水泥的灼烧质量, 单位为克(g);

$m_2$ ——溶解热测定用部分水化试验用水泥质量, 单位为克(g);

$m_7$ ——部分水化试验用水泥的灼烧质量, 单位为克(g);

$m_{10}$ ——部分水化试验用水泥质量, 单位为克(g)。

7.4.3.6 经水化某一龄期后部分水化试验用水泥的溶解热( $q_4$ ) 按公式(10)计算, 计算结果保留至小数点后1位。

$$q_4 = \frac{R_1 C_1}{m_1} - 1.7(T_3 - t_{\circ}'') + 1.3(t_{\circ}'' - t_{\circ}') \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$q_4$ ——经水化某一龄期后部分水化试验用水泥的溶解热, 单位为焦耳每克(J/g);

$T_3$ ——部分水化试验用水泥装入热量计时的室温, 单位为摄氏度( $^{\circ}\text{C}$ );

- t.“—部分水化试验用水泥溶解期第一次测读数0.”加贝氏温度计0℃时相应的摄氏温度，单位为摄氏度(℃)；
- ta’——未水化试验用水泥溶解期第一次测读数0。’加贝氏温度计0℃时相应的摄氏温度，单位为摄氏度(℃)；
- R<sub>2</sub> ——经校正的温度上升值，单位为摄氏度(℃)；
- 1.7——部分水化试验用水泥的比热容，单位为焦耳每克摄氏度[J/(g·℃)]；
- 1.3——温度校正比热容，单位为焦耳每克摄氏度[J/(g·℃)]。
- 经校正的温度上升值(R<sub>2</sub>) 按公式(11)计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$R_2 = (\theta_2'' - \theta_2') - \frac{a''}{b'' - a''}(\theta_2'' - \theta_2') \dots\dots\dots (11)$$

- 式中：
- R<sub>2</sub> ——经校正的温度上升值，单位为摄氏度(℃)；
- 0。'、0<sub>4</sub> '、0<sub>2</sub>''、a''、b''与前述相同，但在这里是代表部分水化试验用水泥。

7.4.3.7 每次试验结束后，将保温瓶中的耐酸塑料筒取出，倒出筒内废液，用清水将保温瓶内筒、贝氏温度计或量热温度计、搅拌棒冲洗干净，并用干净纱布擦干，供下次试验用。涂蜡部分如有损伤，松裂或脱落应重新处理。

7.4.3.8 部分水化试验用水泥溶解热测定应在规定龄期的±2h 内进行，以试验用水泥加入酸液时间为准。

7.4.4 水泥水化热结果计算

水泥在某一水化龄期前放出的水化热(q<sub>5</sub>) 按公式(12)计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$q_s = q_3 - q_4 + 0.4(20 - t') \dots\dots\dots (12)$$

- 式中：
- q<sub>s</sub> ——试验用水泥在某一水化龄期放出的水化热，单位为焦耳每克(J/g)；
- q<sub>3</sub>—— 未水化试验用水泥的溶解热，单位为焦耳每克(J/g)；
- q<sub>4</sub> —— 部分水化试验用水泥在某一水化龄期的溶解热，单位为焦耳每克(J/g)；
- ta’——未水化试验用水泥溶解期第一次测读数0。’加贝氏温度计0℃时相应的摄氏温度，单位为摄氏度(℃)；
- 0.4——氧化锌溶解热的负温比热容，单位为焦耳每克摄氏度[J/(g·℃)]。

8 直接法(代用法)

8.1 方法原理

本方法是依据热量计在恒定的温度环境中，直接测定热量计内水泥胶砂(因水泥水化产生)的温度变化，通过计算热量计内积蓄的和散失的热量总和，求得水泥水化7 d 内的水化热。

8.2 仪器设备

8.2.1 直接法热量计



8.2.1.1 广口保温瓶

容积约为1.5 L, 散热常数测定值不大于167.00 J/(h·℃)。

8.2.1.2 带盖截锥形圆筒

由聚乙烯塑料制成，容积约530 mL。

8.2.1.3 长尾温度计

温度范围0℃~50℃，分度值不大于0.1℃。示值误差范围不大于±0.2℃。

8.2.1.4 软木塞

由天然软木制成。使用前中心打一个与温度计直径紧密配合的小孔，然后插入长尾温度计，深度距软木塞底面约120 mm，然后用热蜡密封底面。

8.2.1.5 铜套管

由铜质材料制成。

8.2.1.6 衬筒

由聚酯塑料制成，密封不漏水。

8.2.2 恒温水槽

水槽容积根据安放热量计的数量及易于控制温度的原则而定，水槽内水温应控制在(20.0±0.1)℃，水槽装有下列附件：

- a) 水循环系统；
- b) 温度自动控制装置；
- c) 指示温度计，分度值不大于0.1℃；
- d) 固定热量计的支架和夹具。

8.2.3 胶砂搅拌机

符合JC/T 681的要求。

8.2.4 天平

量程不小于1500 g，分度值不大于0.1 g。

8.2.5 捣棒

长约400 mm，直径约11 mm，由不锈钢材料制成。

8.2.6 其他

漏斗、量筒、秒表、料勺等。

8.3 试验步骤

8.3.1 称量质量并记录

试验前应将广口保温瓶质量(m1)、软木塞质量(m12)、铜套管质量(m13)、截锥形圆筒质量(m14)和筒盖质量(m15)、衬筒质量(m1s)、软木塞底面的封蜡质量(mi) 分别称量记录。热量计各部件除衬筒 外，应编号成套使用。

8.3.2 热量计热容量的计算

直接法测定用的热量计热容量( $C_2$ )按公式(13)计算,计算结果保留至小数点后2位。

$$C_2 = \frac{0.84m_{11}}{2} + \frac{1.88m_{12}}{2} + 0.40m_{13} + 1.78m_{14} + 2.04m_{15} + 1.02m_{16} + 3.03m_{17} + 1.92V \dots\dots\dots (13)$$

式中:  
 $C_2$  ——不装水泥胶砂时直接法测定用的热量计热容量,单位为焦耳每摄氏度(J/℃);  
 $m$ ——保温瓶质量,单位为克(g);  
 $m_{12}$ ——软木塞质量,单位为克(g);  
 $m_{13}$ ——铜套管质量,单位为克(g);  
 $m_{14}$ ——塑料截锥筒质量,单位为克(g);  
 $m_{15}$ ——塑料截锥筒盖质量,单位为克(g);  
 $m_{16}$ ——衬筒质量,单位为克(g);  
 $m_{17}$ ——软木塞底面的封蜡质量,单位为克(g);  
 $V$  ——温度计伸入热量计的体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );  
注: 1.92是玻璃的容积比热,单位为焦耳每立方厘米摄氏度[J/( $\text{cm}^3\text{℃}$ )].  
式中各系数分别为所用材料的比热容,单位为焦耳每克摄氏度[J/(g·℃)].

8.3.3 热量计散热常数的测定

- 8.3.3.1 测定前24 h 开启恒温水槽,使水温恒定在(20.0±0.1)℃范围内。
- 8.3.3.2 试验前热量计各部件和试验用品在试验室中(20±1)℃温度下恒温24 h,首先在截锥形圆筒内放入塑料衬筒和铜套管,然后盖上中心有孔的盖子,移入保温瓶中。
- 8.3.3.3 用漏斗向圆筒内注入温度为(45.1±0.1)℃的(500±10)g 温水,准确记录加水质量( $m_{18}$ )和加水时间(精确到min),然后用配套的插有温度计的软木塞盖紧。
- 8.3.3.4 在保温瓶与软木塞之间用胶泥或蜡密封防止渗水,然后将热量计垂直固定于恒温水槽内进行试验。
- 8.3.3.5 恒温水槽内的水温应始终保持(20.0±0.1)℃,从加水开始到6h 读取第一次温度 $t_0$  (一般为34℃左右),到44 h 读取第二次温度 $t_a$  (一般为21.5℃以上)。
- 8.3.3.6 试验结束后立即拆开热量计,再称量热量计内所有水的质量,应略少于加入水质量,如等于或多于加入水质量,说明试验漏水,应重新测定。

8.3.4 热量计散热常数的计算

热量计散热常数( $K$ )按公式(14)计算,计算结果保留至小数点后2位。

$$K = (C_2 + 4.1816m_{18}) \frac{\lg(t_0 - 20) - \lg(t_a - 20)}{0.434\Delta t} \dots\dots\dots (14)$$

式中:  
 $K$  ——散热常数,单位为焦耳每小时摄氏度[J/(h·℃)];  
 $m_{18}$ ——加水质量,单位为克(g);  
 $t_0$ 。 ——试验开始后6 h 读取热量计的温度,单位为摄氏度(℃);  
 $t_a$  ——试验开始后44 h 读取热量计的温度,单位为摄氏度(℃);  
 $\Delta t$ ——读 数 $t_0$  至  $t_a$  所经过的时间,38 h。



8.3.5 热量计散热常数的测定

热量计散热系数按下述规定进行测定：

- a) 热量计散热常数应测定两次，两次差值小于 $4.18\text{ J}/(\text{h}\cdot^{\circ}\text{C})$  时，取其平均值；
- b) 热量计散热常数 $K$  小于 $167.00\text{ J}/(\text{h}\cdot^{\circ}\text{C})$  时允许使用；
- c) 热量计散热常数每年应重新测定；
- d) 已经标定好的热量计如更换任意部件应重新测定。

8.3.6 水泥水化热测定操作

8.3.6.1 按8.3.3.1进行准备。

8.3.6.2 试验前热量计各部件和试验用材料预先在 $(20\pm1)^{\circ}\text{C}$ 恒温24 h, 截锥形圆筒内放入塑料衬筒。

8.3.6.3 按照GB/T 1346方法测出每个样品的标准稠度用水量，并记录。

8.3.6.4 每个样品称标准砂1350 g, 试验用水泥450 g, 试验用水量( $m_{19}$  g) 按公式(15)计算，计算结果保留至整数位。

$$m_{19} = 450 \times (P + 5\%) \dots\dots\dots (15)$$

式中：

$m_{19}$ ——试验用水量，单位为克(g)；

$P$  ——标准稠度用水量；

5%——加水系数。

8.3.6.5 首先用潮湿布擦拭搅拌锅和搅拌叶，然后依次把称好的标准砂和水泥加入到搅拌锅中，把锅固定在机座上，开动搅拌机慢速搅拌30 s 后徐徐加入已量好的水量，并开始计时，慢速搅拌60 s, 整个慢速搅拌时间为90 s, 然后再快速搅拌60 s, 改变搅拌速度时不停机。加水时间在20 s 内完成。

8.3.6.6 搅拌完毕后迅速取下搅拌锅并用勺子搅拌几次，然后用天平称取2份质量为 $(800\pm1)\text{ g}$  的胶砂，分别装入已准备好的2个截锥形圆筒内，盖上盖子，在圆筒内胶砂中心部位用捣棒捣一个洞，分别移入到对应保温瓶中，放入套管，盖好带有温度计的软木塞，用胶泥或蜡密封，以防漏水。

8.3.6.7 从加水时间算起第7 min 读第一次温度，即初始温度( $t_0$ )。

8.3.6.8 读完温度后移入到恒温水槽中固定，根据温度变化情况确定读取温度时间，一般在温度上升阶段每隔1 h 读一次，下降阶段每隔2 h、4 h、8 h、12 h 读一次。

8.3.6.9 从开始记录第一次温度时算起到168 h 时记录最后一次温度，末温 $t_1$  g8, 试验测定结束。

8.3.6.10 全部试验过程热量计应整体浸在水中，养护水面至少高于热量计上表面10 mm, 每次记录温度时都要监测恒温水槽水温是否在 $(20.0\pm0.1)^{\circ}\text{C}$  内。

8.3.6.11 拆开密封胶泥或蜡，取下软木塞，取出截锥形圆筒，打开盖子，取出套管，观察套管中、保温瓶中是否有水，如有水此瓶试验作废。

8.3.7 水泥水化热结果的计算

8.3.7.1 曲线面积的计算

根据所记录时间与水泥胶砂的对应温度，以时间为横坐标1 cm 表示5 h, 温度为纵坐标1 cm 表示 $1^{\circ}\text{C}$  在坐标纸上作图，并画出 $20^{\circ}\text{C}$  水槽温度恒温线。恒温线与胶砂温度曲线间的总面积(恒温线以上的面积为正面积，恒温线以下的面积为负面积) $\Sigma F_0 \sim (\text{h}\cdot^{\circ}\text{C})$  可按下列计算方法求得。

- a) 用求积仪求得。
- b) 把恒温线与胶砂温度曲线间的面积按几何形状划分为若干个小三角形、抛物线、梯形面积 $F_1, F_2, F_3, \dots, (\text{h}\cdot^{\circ}\text{C})$  等，分别计算，然后将其相加，因为 $1\text{ cm}^2$  相当于 $5\text{ h}\cdot^{\circ}\text{C}$ ，所以总面积

乘以5即得  $ZF_0 \sim (h \cdot ^\circ C)$ 。

- c) 近似矩形法。如图4所示，以每5 h(1 cm)作为一个计算单位，并作为矩形的宽度，矩形的长度(温度值)是通过面积补偿确定。在图4补偿的面积中间选一点，该点如能使一个计算单位内阴影面积与曲线外的空白面积相等，那么该点的高度便可作为矩形的长度，然后与宽度相乘即得矩形的面积。将每一个矩形的面积相加，再乘以5即得  $ZF_0 \sim (h \cdot ^\circ C)$ 。

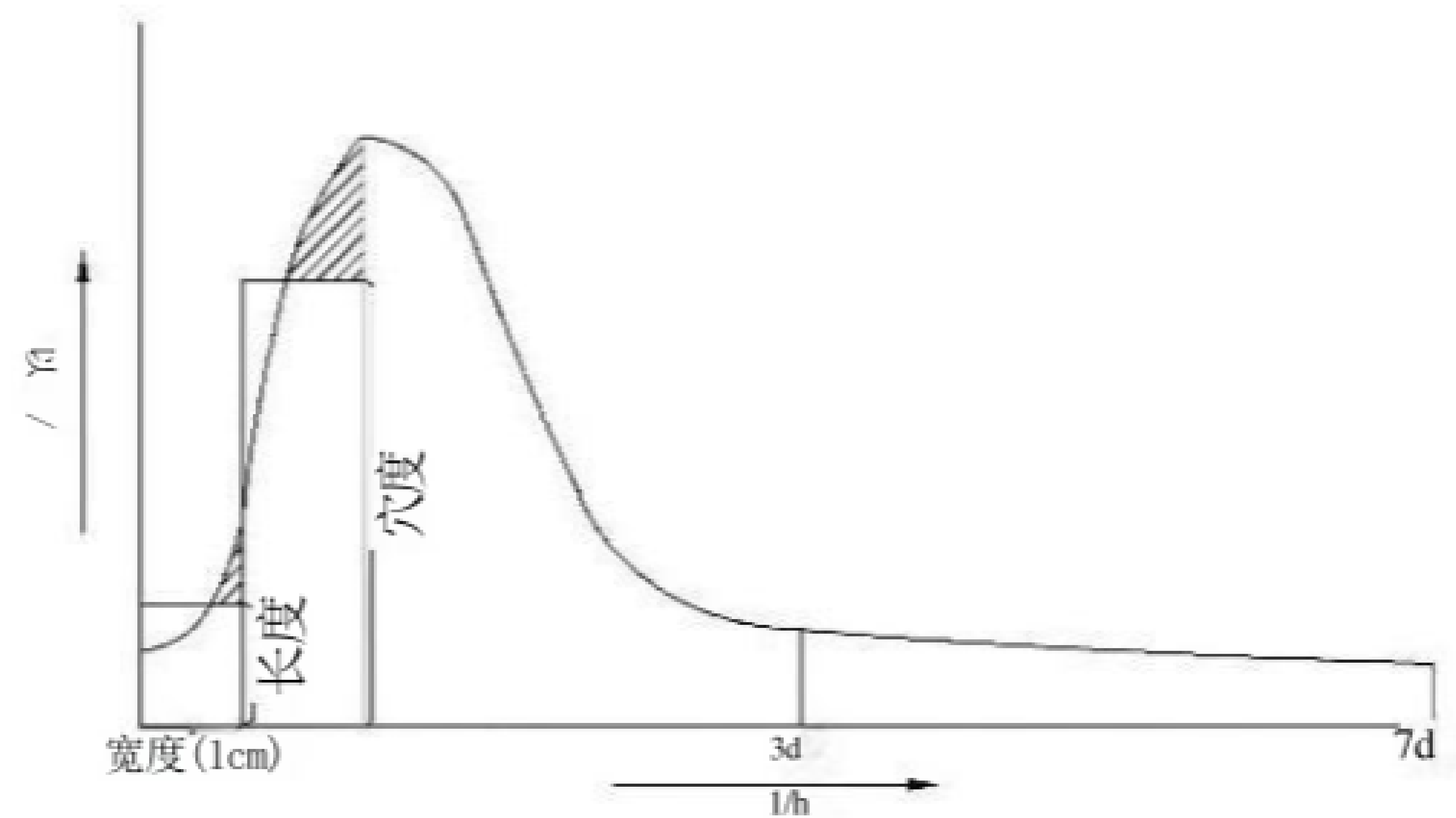


图 4 近似矩形法

- d) 用电子仪器自动记录和计算。  
e) 其他方法

8.3.7.2 试验用水泥质量的计算

试验用水泥质量( $m_{20}$ )按公式(16)计算，计算结果保留至整数。

$$m_{20} = \frac{800}{4 + (P + 5\%)} \dots\dots\dots (16)$$

式中：  
 $m_{20}$ ——试验用水泥质量，单位为克(g)；  
800——试验用水泥胶砂总质量，单位为克(g)；  
5%——加水系数。

8.3.7.3 试验用水量的计算

试验用水量( $m_{21}$ )按公式(17)计算，计算结果保留至整数。

$$m_{21} = m_{20} \times (P + 5\%) \dots\dots\dots (17)$$

式中：  
 $m_{21}$ ——试验中用水量，单位为克(g)。

8.3.7.4 总热容量的计算

根据试验中用水量及直接法测定用的热量计热容量，总热容量( $C_p$ ) 按公式(18)计算，计算结果保留至小数点后2位。

$$C_p = [0.84 \times (800 - m_{21})] + 4.1816 m_{21} + C_2 \dots\dots\dots (18)$$

式中：  
 $C_p$ —— 装入水泥胶砂后的热量计的总热容量，单位为焦耳每摄氏度(J/°C)。

8.3.7.5 总热量的计算

在某个水化龄期，水泥水化放出的总热量( $Q_2$ ) 为热量计中蓄积和散失到环境中热量的总和，按公



式(19)计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$Q_2 = C_p(t_x - t_0) + K \cdot \Sigma F_0 \sim x \dots\dots\dots (19)$$

- 式中：
- $Q_2$  —— 某个龄期时水泥水化放出的总热量，单位为焦耳(J)；
  - $C_p$  —— 装水泥胶砂后热量计的总热容量，单位为焦耳每摄氏度(J/℃)；
  - $t$  —— 龄期为 $x$  小时的水泥胶砂温度，单位为摄氏度(℃)；
  - $t_0$  —— 水泥胶砂的初始温度，单位为摄氏度(℃)；
  - $\Sigma F_0 \sim x$  —— 在0~ $x$  小时水槽温度恒温线与胶砂温度曲线间的面积，单位为小时摄氏度(h·℃)。

8.3.7.6 水泥水化热的计算

在水化龄期 $x$  小时水泥的水化热( $q_6$ ) 按公式(20)计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$q_6 = \frac{Q_2}{m_{20}} \dots\dots\dots (20)$$

- 式中：
- $q_6$  —— 某一龄期水泥的水化热，单位为焦耳每克(J/g)；
  - $Q_2$  —— 某一龄期水泥放出的总热量，单位为焦耳(J)；
  - $m_{20}$  —— 试验用水泥质量，单位为克(g)。

9 结果处理

- 9.1 等温传导量热法与直接法每个试验用水泥的水化热试验应进行2次平行试验，2次试验结果相差不大于10.0 J/g 时，取平均值作为此试验用水泥的水化热结果；2次试验结果相差大于10.0 J/g 时，应重做试验。
- 9.2 溶解热法测定水泥水化热过程中，未水化试验用水泥和部分水化试验用水泥的溶解热以2次测定值的平均值作为测定结果。如未水化试验用水泥2次测定值相差大于10.0 J/g 时，应进行第3次试验，其结果与前试验中1次结果相差不大于10.0 J/g 时，取其平均值作为测定结果，否则应重做试验。部分水化试验用水泥结果处理与未水化试验用水泥结果处理一致。

10 精确性

10.1 重复性

重复性是由同一试验室、同一操作人员、同一设备操作条件下对同一样品在较短时间内所测定的7 d水化热结果的允许误差，以变异系数表示，3种方法均应不大于2.5%。

10.2 再现性

再现性是由不同试验室，不同操作人员、不同设备操作条件下对同一样品所测定的7 d 水化热结果的允许误差，以变异系数表示，等温传导量热法应不大于5.0%、溶解热法应不大于8.0%、直接法应不大于13.0%。

附录 A  
(规范性)  
等温量热仪的校准

A.1 概述

本附录规定了等温量热仪校准方法。每次校准完成后得到的校准系数用于在测定水泥水化热过程中将数据采集器自动采集电压转化为输出热功率的计算。

A.2 校准原理

该方法采用已知热功率的热源，建立数据采集器自动采集电压与等温量热仪输出热功率之间线性关系。

A.3 校准用热源

A.3.1 热源由加热电阻与直流电源组成，热源稳定输出热功率约0.010 W;

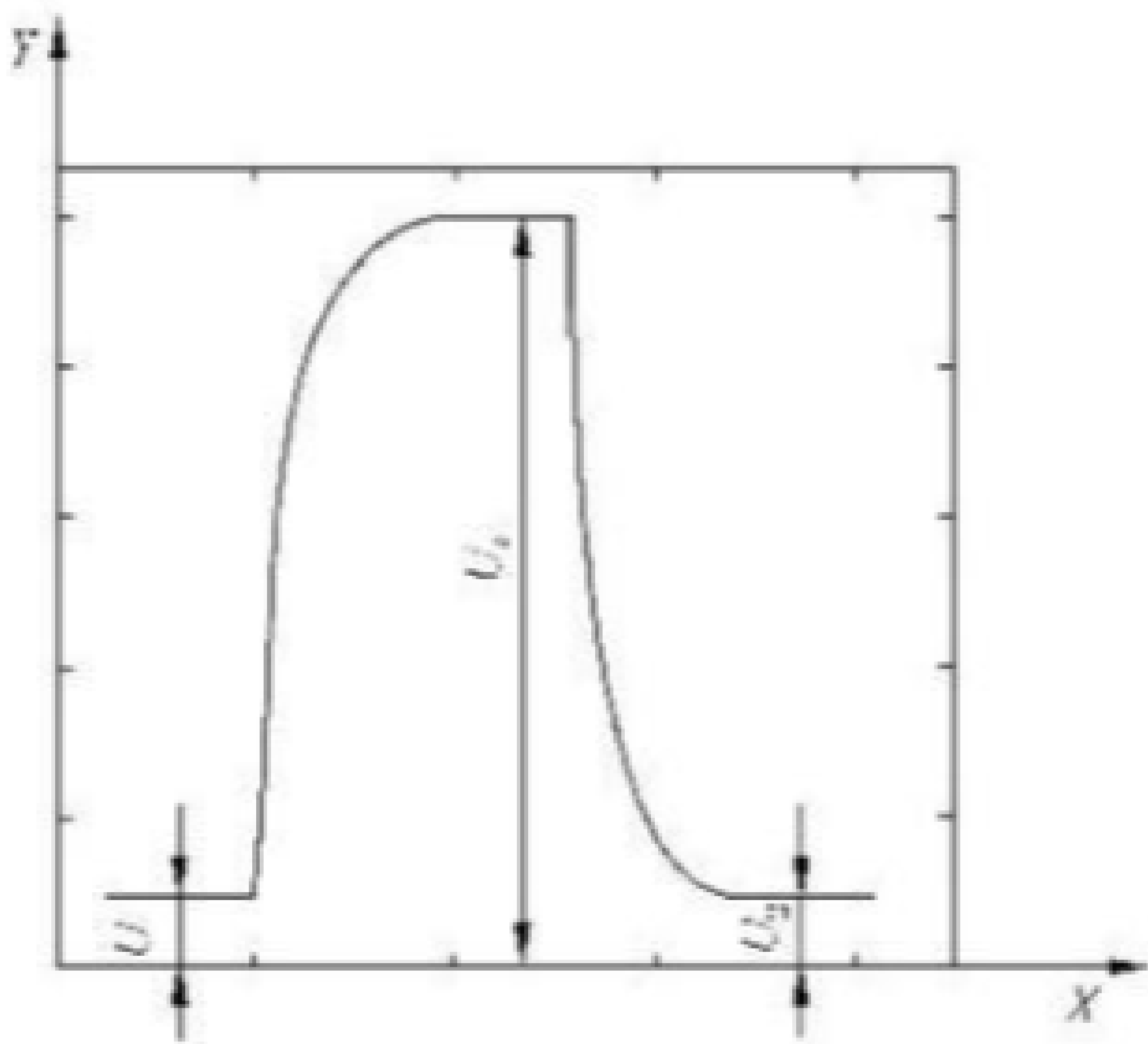
A.3.2 电阻量程100 Ω~300 Ω,分度值不大于1Ω;

A.3.3 直流电源量程0.1 V~10 V,分度值不大于0.1 V。

A.4 校准步骤

A.4.1 校准期间，试验样品池和参比样品池的西林瓶内分别装入质量为(1.74±0.01)g 的试验用水和参比用水，恒温24 h 后，启动自动校准程序;

A.4.2 采集基线输出4 h,记录前基线平稳段的输出值( $U_1$ );开启直流电源，试验样品池的已知热功率的热源开始工作，12 h 后记录基线平稳段的输出值( $U$ );关闭直流电源继续采集基线输出4 h,记录后基线平稳段的输出值( $U_2$ )。图 A.1 为校准过程示意图。



图A.1 校准过程示意图

A.5 校准系数

A.5.1 等温量热仪实际输出电压( $\Delta U$ )按公式(A.1) 计算，计算结果保留到小数点后4位。

$$\Delta U = U - \frac{U_1 + U_2}{2} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：  
 $\Delta U$ ——校准期间实际基线输出电压，单位为伏(V);

- U.---- 已知热源开始工作，基线输出电压，单位为伏(V);
- U<sub>1</sub> ——校准前基线输出电压，单位为伏(V);
- U<sub>2</sub> ——校准后基线输出电压，单位为伏(V)。

A.5.2 校准系数(e) 按公式(A.2) 计算，计算结果保留到小数点后3位。

$$\epsilon = \frac{P_c}{\Delta U}$$

.....(A.2)

- 式中：
- E ——校准系数，单位为瓦每伏(W/V);
  - P<sub>c</sub>——热源电阻的实际放热功率，单位为瓦(W);
  - △U——校准期间实际基线输出电压，单位为伏(V)。

A. 6 结果处理

- A. 6. 1 每次校准完成后，校准系数自动计算并存入等温量热仪。
- A.6.2 若本次校准系数与前次校准系数的相对误差大于2%,立即对本设备进行再次校准，若连续2次校准系数的相对误差仍大于2%, 应停止试验。

附 录 B  
(规范性)  
等温量热仪的标定

B.1 概述

本附录规定了等温量热仪的标定方法。

B.2 标定原理

对已知水化热的标定用材料进行测定，通过差值对等温量热仪进行标定。

B.3 标定用材料

B.3.1 总体要求

标定用材料应采用GSB 标准样品或相同等级的其他标准物质，有争议时以前者为准。

B.3.2 标定用材料

B.3.2.1 二水硫酸钙

分析纯，含量不小于98.0%。

B.3.2.2 制备过程

将粉状二水硫酸钙经 $(400\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 焙烧4 h 后制得粉状硫酸钙，将其取出置于干燥器内冷却后，装入密封瓶内，储存备用。

B.3.2.3 标定用材料的定值要求

标定用材料的已知水化热( $q_7$ ) 由8家及以上单位定值， $q_7$  不确定度小于5 J/g。

B.3.3 参比用水和试验用水

应符合GB/T 6682规定的三级水。

B.4 标定

B.4.1 标定操作

B.4.1.1 样品恒温

标定用材料浆体制备前24 h, 将 $(3.79\pm 0.01)\text{g}$  参比用水、 $(5.00\pm 0.01)\text{g}$  标定用材料和约20 g 试验用水分别装入3个西林瓶中，加盖密封后，盛放参比用水和标定用材料的西林瓶分别移入等温量热仪的参比样品池与试验样品池；试验用水西林瓶移入恒温用水装置，对3种材料进行恒温。

B.4.1.2 水化总热量测定

按照6.4.2、6.4.3和6.4.4完成温度平衡验证、标定用材料浆体制备、测定龄期内标定用材料水化总热量( $Q_3$ ) 的测定。

B.4.2 标定结果

当2次平行试验的标定结果相差不大于10 J/g时，取平均值作为此设备标定的结果；2次平行试验结果相差大于10 J/g 时，应重新标定。

B.5 修正系数计算

修正系数(Δq) 按公式(B.1) 计算，计算结果保留至小数点后1位。

$$\Delta q = q_7 - \frac{Q_3}{m_{22}}$$

.....(B.1)

式中：

- Δq——修正系数，单位为焦耳每克(J/g)；
- q7——测定龄期内标定用材料的已知水化热，单位为焦耳每克(J/g)；
- Q<sub>3</sub> ——测定龄期内等温量热仪测定标定用材料的水化总热量，单位为焦耳(J)；
- m<sub>22</sub>——等温量热仪测定标定用材料的质量，单位为克(g)。



