

高等学校教材

(工程应用型)

无机非金属材料 综合实验

陈运本 陆洪彬 编

Chemical Industry Press



化学工业出版社

全书共九章，具体内容包括综合实验设计，样品的采集和制备，常用试剂和标准溶液的配制与标定，原材料、半成品及成品化学分析方法，原材料性能测定，无机非金属材料的制备，制品组成及缺陷检测、无机非金属材料性能检验等内容。

本书内容丰富，实用性强，可作为高等院校材料专业的实验课教材，也可供相关专业科研、技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

无机非金属材料综合实验/陈运本，陆洪彬编. —北京：

化学工业出版社，2006.11

高等学校教材

ISBN 978-7-5025-9478-7

I. 无… II. ①陈…②陆… III. 无机材料：非金属材料-实验-高等学校-教材 IV. TB321-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 135558 号

高等学校教材

(工程应用型)

无机非金属材料综合实验

陈运本 陆洪彬 编

责任编辑：彭喜英 杨 菁

文字编辑：徐雪华

责任校对：陈 静

封面设计：潘 峰

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询：(010)64982530

(010)64918013

购书传真：(010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印装

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 17½ 字数 449 千字

2007 年 1 月第 1 版 2007 年 1 月北京第 1 次印刷

ISBN 978-7-5025-9478-7

定 价：29.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者，本社发行部负责退换

前 言

综合实验是教学改革中提出的培养学生动手能力的实践教学环节。设置这一教学环节是为了使学生在解决实际问题过程中建构自己的专业知识体系,培养学生知识应用能力、实验技能和专业实际工作能力。改变了实验按课程设置,使技能培养独立、分割,缺乏系统性的现象。本书作为无机非金属材料工程专业综合实验实践及工学课程实验教材,也可以作为该专业学生完成毕业论文时的参考书,并可供建筑材料生产、科研单位工程技术人员参考。

本书以无机非金属材料制备为主线,把有关材料制备的实验及实验设计知识串联,结合现在使用的有关国家标准而编写。教材编写了水泥及混凝土、陶瓷、玻璃等常用材料相关的原料成分分析、实验室制备及性能检测,力求突出培养学生创新意识、严谨的科学态度和较强的实践能力,突出应用型本科教材实用性强、符合工程实际需要的特色。

本书由盐城工学院陈运本主编,陆洪彬编写陶瓷及正交设计部分并参与玻璃性能测试部分的整理。

编写过程中,焦宝祥、李玉寿、陈景华、徐风广等同志提供了有关资料,王路明、张长森同志提出了许多宝贵意见,在此表示衷心感谢。

由于时间仓促,编者水平有限,书中难免有许多缺点,敬请读者批评指正。以便进一步修改完善。

编 者
2006 年 9 月

目 录

第一章 综合实验设计	1	第二节 水泥混合材料及检验方法 ...	101
第一节 概述	1	第三节 泥料可塑性测定	107
第二节 综合实验设计方法	2	第四节 泥浆性能测定	112
第三节 正交设计	5	第五节 泥料干燥灵敏系数测定	116
第二章 样品的采集和制备	17	第六节 建筑用砂质量测试	118
第一节 样品的代表性	17	第七节 建筑用碎石、卵石质量测试 ...	128
第二节 样品的采集	18	第八节 材料密度的测定	143
第三节 样品的制备	19	第六章 无机非金属材料制备	145
第三章 试剂的配制与标定	22	第一节 水泥的制备	145
第一节 普通试剂的配制	22	第二节 陶瓷材料的制备	154
第二节 标准滴定溶液的配制与标定 ...	23	第三节 玻璃的制备	165
第三节 标准溶液的配制	25	第四节 普通水泥混凝土配合比设计及其性能测定	168
第四章 原材料化学成分分析	26	第七章 制品组成及缺陷检测	175
第一节 实验数据的分析与处理	26	第一节 水泥熟料中游离氧化钙测定 ...	175
第二节 黏土化学分析	30	第二节 熟料及水泥中不溶物测定 ...	177
第三节 硅砂化学分析	36	第三节 熟料岩相分析	177
第四节 铝矾土及铝酸盐水泥 化学分析	42	第四节 玻璃缺陷鉴定	182
第五节 工业铝氧化学分析	46	第八章 无机非金属材料性能检测	192
第六节 石灰石化学分析	48	第一节 水泥及粉状物料细度的测试 ...	192
第七节 白云石化学分析	52	第二节 粉体比表面积的测试	194
第八节 铁矿石化学分析	58	第三节 水泥标准稠度、凝结时间、体积安定性测试	198
第九节 石膏化学分析	62	第四节 水泥胶砂强度测试	199
第十节 萤石化学分析	66	第五节 水泥胶砂流动度的测试	202
第十一节 长石化学分析	71	第六节 水泥膨胀性测试	204
第十二节 硼酸和硼砂化学分析	75	第七节 水泥水化热的测试	207
第十三节 纯碱中总碱量的测定	76	第八节 陶瓷吸水率、气孔率及体积密度的测定	212
第十四节 锆刚玉和锆英石化学分析 ...	77	第九节 线收缩率和体收缩率的测定 ...	214
第十五节 硅酸盐类水泥化学分析	80	第十节 陶瓷显微硬度的测定	217
第十六节 硅酸盐水泥熟料化学分析 ...	87	第十一节 陶瓷坯釉应力的测定	219
第十七节 矿渣化学分析	90	第十二节 陶瓷白度的测定	221
第十八节 钠钙硅铝硼玻璃化学分析 ...	93	第十三节 陶瓷热膨胀系数的测定 ...	222
第五章 原材料性能测定	98		
第一节 原料的易磨性测定	98		

第十四节	陶瓷热稳定性的测定	224	色散测定	246	
第十五节	陶瓷力学性能的测定	226	第二十四节	玻璃化学稳定性的测定	250
第十六节	陶瓷化学稳定性的测定	228	第二十五节	混凝土力学性能测试	252
第十七节	玻璃内应力及退火		第二十六节	混凝土强度的无损检测	257
	温度测定	230	第二十七节	混凝土耐久性测定	262
第十八节	玻璃软化温度测定	232	附录一	国际相对原子质量表	
第十九节	玻璃析晶性能测定	234		(2005 年)	266
第二十节	玻璃密度测定	236	附录二	常用正交表	268
第二十一节	玻璃电阻率测定	240	参考文献		273
第二十二节	玻璃透射光谱曲线测定	244			
第二十三节	玻璃折射率和平均				

第一章 综合实验设计

第一节 概 述

综合实验是无机非金属材料专业教学过程中设立的知识、技能和能力的综合训练环节之一。设立的目的是使学生把所学的知识前后联系、融会贯通，知识应用能力、分析和解决实际问题能力得到进一步提高。综合实验有某门课程的综合实验和课群的综合实验，无机材料综合实验属课群的综合实验，是在学习了主要专业课程之后而开设的，是对前面所学的课程知识和技能的综合运用环节，对后面的毕业论文来说又是前期准备工作，对下一阶段选择毕业设计的学生是科研能力的基本训练。

综合性实验是以材料制备与改性过程的实际问题作课题，让学生利用所学的知识进行实验设计，根据课题内容的要求，将有关化学、物理、物理化学及机械等方面的一个个实验有机地贯穿起来，成为一体，来研究解决课题中的问题。例如，要解决某工厂提出的某水泥品种的原料更换的问题，通过去生产第一线进行调研，在调研过程中取样分析，提出新的配料方案，对所提方案在实验室进行小试，制成的产品需要进行一系列性能测定，针对实验数据提出采用什么原料作替代品，如何配料，如何煅烧，如何配制水泥。这一过程需要精心地组织与安排实验，认真观察实验数据，进行数据分析，深入思考提出结论性意见。

综合性实验不仅具有综合性而且具有设计性。实验的设计是根据课题的意图和要求，经过反复比较和思考并借鉴别人的经验提出自己的实验方案，在实验中可以根据自己实验情况提出对原方案的修改和补充意见，最终通过实验总结完善自己的方案。因此，对综合实验结果的评价，不仅是看有没有得出正确的结论，而且看有没有建立科学、合理的方法。设计是一种创造性劳动，因此综合实验是培养学生创新意识、创造能力的一次锻炼。

综合实验涉及的实验较多，实验之间是有一定联系的，前边的实验做出的数据不可靠，对后边的实验和最后的结果是有很大的影响的。而后边的实验做不好，也会造成前功尽弃。综合实验要求大家认真观察实验现象、及时记录现象和数据、仔细分析、科学地计算与统计每一项实验的结果，并提出实验报告。经确认或与指导教师协商后再进行下一次实验。因此，要顺利地完成任务，必须建立科学的态度并养成良好的实验习惯。

综合实验项目多，历时相对较长，一般可集中安排 3~4 周，与课程设计或毕业实习交错安排；亦可根据实验室设备台套与学生数，安排在第七学期的课余时间，实行实验室开放。综合实验可根据课题大小，合理分组与分工，关键是要让学生人人动手，经过一个较为完整的材料制备过程，有独立思考的机会，并完成一定数量的实验。综合实验课题可以是毕业论文的初期准备，可以是解决前届学生毕业论文遗留的问题，也可以是教师科研和对外服务工作的一部分。应选择难度适中，学生可以在规定的时间内完成的项目。尽可能根据学生的兴趣选择课题，调动学习积极性。

专业实际工作能力是在实践中产生和发展的，理论联系实际的科学实验是发展学生能力有效方法之一。实验动手能力对无机非金属材料专业学生尤为重要。

第二节 综合实验设计方法

一、综合性实验的前期准备

(一) 题目的选择

课题选择主要以材料制备与改性中的实际问题为主，选题应考虑其理论基础、现实意义与价值等。课题主要由老师商定，如系学生提出的课题，要通过有关指导教师答辩，经批准方可立题。一般提前两周以上确定课题。

(二) 查阅文献、阅读、翻译资料

通过查阅资料提出立题报告，内容包括题目名称、具体方案及实施手段、测试方法、工作计划与日程安排。

二、原材料的选择、制备、成分分析与性能测定

(一) 原料的选择

根据所制备的材料及其性能的要求，选用天然矿物原料及工业废渣或化学试剂作原料。采用科学的取样方法，使所取原料样品具有代表性。

(二) 原料的粉碎

考虑同学之间不同课题共用原料，所取样品最好是单独粉磨成符合要求的细度。考虑材料的特殊要求，如陶瓷原料粉碎时要求带入的铁等着色物质含量少，细度高，可作单独处理。

(1) 块状原料 如石灰石、白云石、硅石、石膏、长石、硬质黏土等，要经破碎与粉磨至要求细度。实验室常用破碎设备有小型颚式破碎机、 $\phi 500\text{mm} \times 500\text{mm}$ 小球磨机、 $\phi 300\text{mm} \times 300\text{mm}$ 小球磨机（可用于易磨性试验）、小瓷球磨、圆盘磨和行星磨。根据物料的多少、细度及其他要求选择。如果是研制白水泥、陶瓷时，不能用铁质研磨体及衬板，而选用带花岗石衬板和瓷球的磨机粉磨等。

(2) 土状原料 如水分大，要经烘干后，用破碎机破碎并粉磨至要求细度。

(3) 细粉状原料 如果原来细度符合要求则不用粉碎，仅根据所含水分决定是否烘干。

(4) 校正与辅助原料 要根据主要原料成分是否满足要求来确定取舍。

原料处理时严格防止混杂。破碎和粉磨完一种原料后设备要清洗。

(三) 原料的成分分析及性能测定

上述原料按要求采样，制备分析样品，然后进行化学全分析或进行指定的某一单项分析，由分析者提出分析报告作原始凭据。分析项目一般有 SiO_2 、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 SO_3 、 K_2O 、 Na_2O 和烧失量等，玻璃、陶瓷原料，特别是釉料原料成分复杂，可能还要测定 ZrO_2 、 MnO_2 、 CuO 、 Co_2O_3 、 Cr_2O_3 、 NiO 、 ZnO 、 PbO 、 SnO_2 、 BaO 、 P_2O_5 、 S 、 Li_2O 、 F 、 B_2O_3 等，根据要求可作适当增减。与此同时可安排某些物性检验，如上述原料的矿物组成分析、强度、硬度、易磨性与比表面积等的测定。如果用化学纯与分析纯试剂作原料就不必进行化学分析，只须手工或机械研细即可。

处理过的原料要用桶或塑料袋等容器封存，并编号贴上标签。最好将化验单复制一份贴上。

三、生料、坯料的配料与制备

(一) 水泥生料制备

1. 配料

将各原料的原始化验凭据作为依据，进行配料计算，要考虑以下几个问题。

① 生料率值的选择与确定。根据产品品种，提出课题的生产条件、所用原料情况，确定水泥熟料率值。如果对率值作为重点研究，可以采用正交表安排试验（每个学生可做正交表中的1~2项试验，一个班同学正好完成全部试验）。从中分析出最好的因素、水平搭配。

② 按所取的率值计算出的生料化学组成与原料配合是否协调，如不协调可采用校正材料。

③ 物料量的确定。根据每位学生试验所需的物料量、人数预先计划好用料量，备料要充分，并留有余地。由于学生人数多，如果每人一份试样，以做水泥小试体强度所需要的熟料量计算生料量（每人200g），否则烧制难以安排。

④ 生料配成后选择合适的均化方式，使生料均匀混合，否则会使熟料粉化，难以进行下面试验。

2. 制备的生料要做的实验

① 生料碳酸钙滴定值试验。

② 生料全分析（包括烧失量），如果为黑生料还要做料球水分、料球强度、炸裂温度及含煤量等检验。

③ 生料细度与表面积测定。

3. 生料的成型方式

为便于固相反应与液相扩散，并考虑易烧性试验要求，以获得反应条件较为一致的理想熟料必须将生料制成料段、料球或料饼。可根据易烧性试验中试体成型模具图制作料段模具，采手工锤制成型，制成 $\phi 13\text{mm} \times 13\text{mm}$ 料段，经加压成型后的料段烘干后放在磨口瓶内备用。料球可手搓或用小成球机处理。

（二）陶瓷生坯料、釉料的制备

1. 配料

根据坯式、釉式和可塑性等工艺性能要求进行配料计算。由于陶瓷坯体及泥料的工艺性能不仅与其成分有关，还与原料来源、杂质含量、风化程度有关，选用原料确定配方只能通过实验来决定。可采用三轴图法、孤立变量法、示性分析法和综合变量法进行配料试验，找出一个最佳配料方案。原料配合后经磨细（湿磨或干磨）除铁、筛分、陈化（可塑成型料）备用。坯料要做如下试验：

① 细度测定；

② 水分测定；

③ 泥料塑性指数和塑性指标测定；

④ 干燥敏感性系数测定；

⑤ 如是泥浆加塑化剂，进行流动度、稠化度测定及料浆稳定性试验。

2. 成型

① 可塑成型 手工制成要求的器具。

② 注浆成型 将浆料注入石膏模。

③ 压制成型 粉料加入4%~8%水分，在压力机上成型。

3. 干燥

选择合适的干燥方法与干燥制度。可以进行干燥制度试验来确定。

4. 施釉与装饰。

（三）玻璃原料的配合

根据玻璃品种、性能以及加工工艺要求确定玻璃化学组成，计算原料的配比。按配比配料后进行均化处理。

四、生料、坯料的煅烧

（一）煅烧仪器、设备及器具选择

1. 硅碳棒电炉使用最高温度为 1350℃，硅钼棒电炉最高使用温度为 1600℃，以电阻丝制作的高温炉一般在 1000℃ 以下使用。此外有带密封装置便于控制气氛的电炉，根据最高烧成温度决定使用哪种，要求学会硅碳棒或硅钼棒电炉的安装技术，如炉膛装配、硅碳（钼）棒电阻的测量及连接方式（并联、串联等）、电阻值的计算及万用表使用。

2. 放置烧料段器具的选用：一般可根据生料成分情况，确定最高煅烧温度及范围，选用承烧器。选用铂金坩埚烧成温度可达 1500℃。选用刚玉坩埚可达 1480℃ 左右，选用高铝坩埚可达 1350℃ 左右。防止坩埚在烧成过程中不能与熟料起化学反应。

3. 需有氧气瓶、氢气瓶，供熟料冷却、炉子降温用的吹风装置或电风扇及取料用的长柄钳子、石棉手套及干燥器等。

要求学生熟悉与电炉相配套的仪表（如电流表、电压表、电位差计、变压器）的使用方法及接线方式。熟悉热电偶的标定，能用标准热电偶在一定条件下校正。使用时出现故障能进行判断并参与维修。

（二）水泥熟料煅烧

1. 根据所要烧制的熟料品种、率值、熟料矿物组成、生料的化学组成、矿物组成、料块大小确定熟料煅烧的热工制度，包括温度制度、气氛制度。具体应考虑以下问题：

- ① 熟料的矿物组成与生料化学成分的关系；
- ② 熟料反应机理和动力学有关理论知识；
- ③ 固相反应的活化能及活化方式及固相反应扩散系数等；
- ④ 熟料形成时液相烧结与相平衡的关系；
- ⑤ 熟料易烧性和生料易磨性试验效果与联系；
- ⑥ 少量矿化剂与助熔剂的加入作用与效果；
- ⑦ 熟料煅烧的热工制度对其熟料质量影响；
- ⑧ 熟料的冷却速度及其对熟料质量影响。

2. 防止料块与承烧器黏结，应在其内垫上刚玉粉或硅砂。

3. 防止每位同学的试样混乱，试样刻上编号并摆放整齐，记好各编号的位置。

4. 选用 1600℃，高温炉，如烧白水泥等需选能控制气氛的电炉。

（三）陶瓷的烧成

1. 根据陶瓷的品种、壁厚、烧成类型（一次烧成、二次烧成、烤花）、原料的组成等因素确定烧成的温度与气氛制度。

2. 选可控气氛、带窥视孔电炉。用三角锥控制温度。

3. 被烧器具与承烧器之间垫砂。

（四）玻璃的熔制

1. 选择承烧器，不易被玻璃熔体腐蚀的耐火材料容器。

2. 选用底板可升降的电炉。

（烧制物料务必注意安全，防止人被烫伤，防止火灾，并注意室内通风，防止人员

中毒)。

五、烧后制品的质量检验

(一) 水泥熟料及水泥检验

1. 熟料制备后要做的检验

- ① 熟料成分全分析并提供分析报告;
- ② 根据化验的数据进行熟料矿物组成等计算以检查配料方案是否达到预期效果;
- ③ 取部分熟料做岩相检验;
- ④ 做熟料游离氧化钙的测定;
- ⑤ 做熟料中氧化镁测定;
- ⑥ 熟料易烧性评定;

⑦ 掺适量石膏于熟料中,磨细至要求的细度,如物料量多,要做全套物理检验:即熟料标准稠度、凝结时间和安定性及强度检验以及确定熟料标号细度测定;如物料量少,针对研究内容进行物理试验。

2. 水泥品种及水泥性能检验

以水泥熟料(半成品),加适量石膏作调凝剂,其石膏掺量必须使水泥中 SO_3 、凝结时间在符合国家标准规定的范围内,熟料强度较高。

用硅酸盐水泥熟料,按国家标准规定掺入一定量的石膏及一定比例各类混合材分别磨细后就可得到六大品种水泥(即硅酸盐水泥、普通水泥、矿渣水泥、火山灰质硅酸盐水泥、粉煤灰硅酸盐水泥及复合硅酸盐水泥)。

上述六大品种水泥检验项目按相应的国家标准测定。其他品种水泥与混凝土检验,要根据国家标准规定,选择检验项目。如果用氧化镁高的原料研制水泥要做压蒸安定性试验。

(如果是研究用工业副产石膏作缓凝剂、工业废渣作混合材、少熟料水泥等有关问题,可买水泥熟料进行试验。用电炉烧熟料不经济,也难以安排实验。可以作为一个独立课题。)

(二) 陶瓷及玻璃制品的检验

1. 检查制品的缺陷,判断质量,对缺陷进行分析鉴定,分析产生的原因与预防的措施。
2. 进行制品性能检测,分析提高质量,改变某些性能的措施。

六、综合性试验的结束阶段

1. 将实验得到的数据进行归纳、整理与分类,并进行数据处理与分析,找出规律性或用数理统计方法建立关系式或经验公式,排除非正确数据干涉。如果认为某些数据不可靠可补做实验或采用平行验证实验,对比后决定数据取舍。

2. 要有针对性地查阅资料、文献,以充实的理论对实验数据、现象进行分析和讨论。

3. 根据拟题方案及课题要求写出总结实验报告。报告内容包括立题依据、原理、测试方法及有关数据、原材料的原始分析数据、常规与微观特性检验的数据表、图或图片、试制经过及结论,并提出存在的问题及原因,提出进一步试验研究的内容。

如果是论文或科研课题,要对某一专题研究的深度提出观点、论点。在论文最后应注明查阅的中外资料的名称及作者与页数,按序号写清楚。

第三节 正交设计

正交设计是安排多因素试验和分析数据的一种方法。它能在影响指标的众多因素中找到主要因素及确定较佳的配方或生产条件。

下面介绍试验数据的直观分析和方差分析方法以及正交设计的一般步骤。同时介绍工厂

用于生产的数据分析和寻求最佳工艺条件的实例。

一、试验方案的设计及其原则

(一) 试验方案设计的目的

在生产和科学研究中，要经常改革旧工艺，研究新产品，以达到生产技术的现代化，而这一切都需要做试验。试验的目的就在于了解各有关因素对某些技术指标的影响，以便确定较好的配方或生产条件等。实际问题往往是错综复杂的，影响试验结果的因素很多，有些因素单独起作用，有些因素则是相互制约联合作用的。例如，在生产低温合成粉煤灰水泥时，由于粉煤灰成分、细度的不同，粉煤灰与石灰配合比的不同，蒸养时间、煅烧时间、煅烧温度及其他工艺参数的不同，获得的水泥性能就可能不同。我们总希望设计一批次数尽可能少的试验，并通过对这批试验数据的分析可以知道哪些因素对指标的影响是重要的，哪些是无关紧要的，何为最佳工艺条件等。试验方案如果设计不好，有时次数既多，还不一定得到好的结果，甚至得出错误的结论。

我们看一个简单的例子：为了探索生产低温合成水泥的最佳工艺参数，选择三个主要因素：煅烧温度 A ；蒸养时间 B ；有效氧化钙的掺量 C ；每个因素选定三个试验值如下：

煅烧温度 $A_1=950^{\circ}\text{C}$ $A_2=850^{\circ}\text{C}$ $A_3=750^{\circ}\text{C}$
蒸养时间 $B_1=4\text{h}$ $B_2=6\text{h}$ $B_3=8\text{h}$
CaO 掺量 $C_1=18\%$ $C_2=22\%$ $C_3=24\%$

如果做全面试验，三个因素的试验值都得进行各种不同的搭配，需要做 $3^3=27$ 次试验，27 次试验中水泥标号最高的某种搭配则是所谓最佳工艺条件。如果选 5 个因素，每个因素取 4 个试验值，则要做 $4^5=1024$ 次试验，试验量太大，很不经济，尤其是在某试验的时间周期很长的情况下，则更不允许。在试验中我们也想走捷径，对上面三个因素三个试验只想做 9 次试验，就能找到最佳条件。如果盲目地随便选 9 个不同搭配，如表 1-1，就不会得到好的结果。很明显这 9 个搭配试验的代表性很差。在 9 次试验中。 A_1 出现 6 次， A_2 出现 2 次， A_3 出现 1 次； B_1 出现 5 次， B_2 出现 2 次， B_3 出现 2 次； C_1 出现 4 次， C_2 出现 3 次， C_3 出现 2 次。若对水泥标号指标，假设因素 $A_3=750^{\circ}\text{C}$ 最好， B_1 、 C_1 不是好条件，那么很可能 $A_3B_1C_1$ 这个试验的标号不高，于是只能从其余的 8 个试验中找最好的搭配，但其余的没有 A_3 参加，肯定选不到 A_3 ，因此最好的 A_3 就被漏选了，说明试验方案没有设计好。倘若 1024 次全面试验也不能很好地进行试验方案设计，就是上百次试验也无法得出结论。由此可见，试验设计是很值得研究的一个问题。

表 1-1 盲目搭配

A_1	B_1	C_1	A_1	B_1	C_1
A_1	B_1	C_2	A_1	B_3	C_3
A_1	B_1	C_3	A_2	B_1	C_2
A_1	B_2	C_1	A_2	B_3	C_1
A_1	B_2	C_2	A_3	B_1	C_1

(二) 试验设计的原则

由上述分析可以知道，要设计一种合理的试验方案应遵循如下两个原则：

- ① 各因素的试验值要搭配得非常均衡；
- ② 在满足上述①的条件下，要求试验次数尽可能少。

二、什么叫正交设计

正交设计是一种安排多因素试验和分析试验数据的一种方法。正交设计是由拉丁方发展

来的。所谓拉丁方，是指具有如表 1-2 这样一种方块，即在每一行、每一列中，1、2、3 正好各出现一次，由于这种方块常用拉丁字母表示，所以就叫拉丁方。如果用两个这样的迭加得到具有同样性质的一个拉丁方，则这两个拉丁方就叫正交拉丁方。正交设计的特点就是试验次数少，1024 次试验只要做 16 次就可以了，关键就在于正交设计使各因素的试验值搭配很均匀，满足试验设计原则，而且在分析数据时可以把各因素的作用分析得很清楚，不会混杂，可以在试验的外部找出最优的工艺参数。

表 1-2 拉丁方

1	2	3
2	3	1
3	1	2

一般来说，所谓正交设计，就是利用正交表进行试验安排及数据分析的一种设计。

三、正交设计中几个常用术语

(一) 正交表

正交表是指用以正交设计的一种表格，用它可以均匀搭配各因素的试验值。应当指出，正交表并不是都从拉丁方来的，它是正交拉丁方的自然推广。为了叙述方便，给正交表一个记号，如 $L_8(2^7)$ 、 $L_{16}(2^{15})$ 、 $L_9(3^4)$ 、 $L_{27}(3^{13})$ 、 $L_{16}(4^{16})$ 等。符号“L”代表正交表；“L”下面的数字“8”、“16”、“9”、“27”等表示需做的试验次数；括弧内的指数“7”、“15”、“4”、“13”、“5”等表示最多允许安排因素的个数；括弧内下面的数“2”、“3”、“4”等表示因素的不同试验值（水平）。如 $L_{16}(4^{15})$ 表示做 16 次试验，每个因素可取 4 个不同的试验值，最多安排 15 个因素； $L_8(4 \times 2^4)$ 表示做 8 次试验，其中最多允许安排一个 4 种不同试验值的因素和 4 个两种不同值的因素。

正交表具有下列性质：

1. 每列中不同数字出现的次数相等；
2. 在任意两列中，将同一行的两个数字看成是有序数对时，每种数对出现的次数是相等的。

由于正交表有这两条性质，所以用正交表来安排试验时，各因素的各种水平的搭配是均衡的，这是正交表的优点。

(二) 水平

我们把因素的试验值称水平。广义地指每种因素的试验用量、试验对象、试验状态等叫做水平。如前例中所述，因素 A 的三个水平分别记作 $A_1=950^\circ\text{C}$ ， $A_2=850^\circ\text{C}$ ， $A_3=750^\circ\text{C}$ 。950℃叫做 A 的“1”水平，850℃叫做 A 的“2”水平，750℃叫做 A 的“3”水平，因素 B、C 可类推。

(三) 指标

我们把产品的性能、质量、成品的产量等，统称为指标。水泥标号、凝结时间、储存性及其他性能，都可以是试验指标。

(四) 交互作用

通过试验可以发现，不仅各个因素在起作用，而且因素间有时互相制约联合起作用，这个作用就称为交互作用。

(五) 条件误差

各因素和水平的变化所引起的试验结果的波动称为条件误差。

(六) 试验误差

在试验过程中，一些人为试验条件的变化引起试验结果的波动称为试验误差。

四、如何利用正交表进行正交设计

利用正交表安排试验并分析试验结果的步骤为：

- (1) 明确试验目的，确定要考核的试验指标；
- (2) 根据试验目的，确定各因素与水平；
- (3) 选用合适的正交表，安排试验计划；
- (4) 根据安排的计划进行试验，测定各试验指标；
- (5) 对试验结果进行计算分析，得出合理的结论。

在确定因素时，必须对实际问题进行具体分析，选出主要因素，略去次要因素，以减少因素个数；如果对问题不太了解，可先适当多取一些因素，然后经对试验结果的初步分析选出主要因素。选择正交表时，先根据因素的水平，再根据因素的个数，选择水平一致、因素个数稍大或相等的正交表。对试验结果进行分析时，可以采用极差以减少计算量。

五、正交设计的直观分析

直观分析，顾名思义，就是说这种分析方法直观简单。

例 1 对低温煅烧水泥，在经过一段时间的摸索试验后，认为一些主要因素如煅烧温度有了确切的了解，但觉得蒸养时间、煅烧时间过长，会影响整个生产周期，如果能缩短生产周期，则在实际生产中意义是很大的。为此我们作了进一步的探索，试验采用正交设计，选择如下的变化因素，分析其对该水泥的主要指标——耐压强度的影响，确定最佳工艺参数。

(一) 确定变化因素

1. 蒸养时间，以 A 表示；
2. 粉煤灰细度，以 B 表示；
3. 蒸养试体形状尺寸，以 C 表示；
4. 煅烧时间，以 D 表示；
5. 有效石灰 (CaO) 掺量，以 E 表示。

这五个因素是从生产周期、水化反应速率、固相反应的物理化学条件、水泥矿物相等各方面综合考虑后确定的。

(二) 列出因素水平对照表

每个因素都取 4 个水平，具体见表 1-3。

表 1-3 因素水平对照表

因素 水平	A 蒸养时间/h	B 粉煤灰细度/%	C 蒸养试体 形状尺寸	D 煅烧时间/h	E 有效石灰掺量/%
1	2	4	7.07mm ³ 块	0.5	18
2	4	8	φ10mm 球	1	20
3	6	12	φ15mm 球	1.5	22
4	8	21.6	φ20mm 球	2	24

注：粉煤灰细度是指 4900 孔/cm² 筛筛余百分数 (%)。

(三) 选用正交表，进行表头设计

根据因素和水平的要求，我们选用正交表 $L_{16}(4^5)$ ，试验安排见表 1-4。

表 1-4 选用正交表 $L_{16}(4^5)$ 的试验安排

列号 试验号	A	B	C	D	E	1d 抗压 强度(Y_i) /(kg/cm ²)	3d 抗压 强度(Y_i) /(kg/cm ²)	7d 抗压 强度(Y_i) /(kg/cm ²)
1	1	1	1	1	1	5	3.5	6.5
2	1	2	2	2	2	10	6	10
3	1	3	3	3	3	12	13	27
4	1	4	4	4	4	15	9.5	23
5	2	1	2	3	4	25	48	77.5
6	2	2	1	4	3	17.5	42.5	92
7	2	3	4	1	2	30	50.5	95.5
8	2	4	3	2	1	18.5	43.5	70.5
9	3	1	3	4	2	26.5	49	110
10	3	2	4	3	1	43.5	85	134
11	3	3	1	2	4	38	60	104
12	3	4	2	1	3	33.5	58	111
13	4	1	4	2	3	42.5	98	170
14	4	2	3	1	4	76	146	171.5
15	4	3	2	4	1	33.5	60	132.5
16	4	4	1	3	2	45	121.5	163
1 天	K_1	42	99	105.5	144.5	100.5		
	K_2	91	147	102	109	111.5		
	K_3	141.5	113.5	133	125	105.5		
	K_4	197	112	131	92.5	154		
	R	8.75	12	6.9	13	13.6		
3 天	K_1	32	176	227.5	258	192		
	K_2	184.5	238	172	207.5	227		
	K_3	252	183.5	251.5	267.5	211.5		
	K_4	425.5	243.5	243	161	263.5		
	R	98.25	15.5	19.9	26.6	17.9		

(四) 数据计算与分析

试验的结果也列于表 1-4。在直观分析中，我们都假定试验误差比较小，即人为试验误差对试验结果引起的波动，比因素的水平变化对试验结果引起的波动小。

我们先分析蒸压时间（因素 A）的水平变化对水泥抗压强度的影响有多大，以及四种时间：2h、4h、6h、8h 中取哪个时间使强度更高。以 3 天强度为例：

对应于“1”水平 A_1 （2h）的前 4 次试验强度之和记作 K_1 ，则

$$K_1 = Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4 = 3.5 + 6 + 13 + 9.5 = 32$$

$$\text{其平均值 } \bar{K}_1 = \frac{K_1}{4} = \frac{32}{4};$$

对应于“2”水平 A_2 （4h）的前 4 次试验强度之和记作 K_2 ，则

$$K_2 = Y_5 + Y_6 + Y_7 + Y_8 = 48 + 42.5 + 50.5 + 43.5 = 184.5$$

$$\text{其平均值 } \bar{K}_2 = \frac{K_2}{4} = \frac{184.5}{4};$$

对应于“3”水平 A_3 （6h）的前 4 次试验强度之和记作 K_3 ，则

$$K_3 = Y_9 + Y_{10} + Y_{11} + Y_{12} = 49 + 85 + 60 + 58 = 252$$

$$\text{其平均值 } \bar{K}_3 = \frac{K_3}{4} = \frac{252}{4};$$

对应于“4”水平 A_4 (8h) 的前 4 次试验强度之和记作 K_4 , 则

$$K_4 = Y_{13} + Y_{14} + Y_{15} + Y_{16} = 98 + 146 + 60 + 121.5 = 425.5$$

$$\text{其平均值 } \bar{K}_4 = \frac{K_4}{4} = \frac{425.5}{4}.$$

在 $\bar{K}_1$ 、 $\bar{K}_2$ 、 $\bar{K}_3$ 、 $\bar{K}_4$ 中, 由于因素 B 、 C 、 D 、 E 各自的 4 个水平各出现一次, 所以因素 B 、 C 、 D 、 E 的水平变化对 $\bar{K}_1$ 、 $\bar{K}_2$ 、 $\bar{K}_3$ 、 $\bar{K}_4$ 的影响是相同的。很明显, 因素 A 对 $\bar{K}_1$ 、 $\bar{K}_2$ 、 $\bar{K}_3$ 、 $\bar{K}_4$ 的影响是不同的, $\bar{K}_1$ 只受 A_1 的影响, $\bar{K}_2$ 只受 A_2 的影响, $\bar{K}_3$ 只受 A_3 的影响, $\bar{K}_4$ 只受 A_4 的影响。在本分析中已假定试验误差比较小, 又假设因素 A 的水平变化对强度没有影响, 那么 $\bar{K}_1$ 、 $\bar{K}_2$ 、 $\bar{K}_3$ 、 $\bar{K}_4$ 应当近似相等; 如果因素 A 的水平变化对强度有影响, 那么 $\bar{K}_1$ 、 $\bar{K}_2$ 、 $\bar{K}_3$ 、 $\bar{K}_4$ 不会近似相等。我们把 $\bar{K}_1$ 、 $\bar{K}_2$ 、 $\bar{K}_3$ 、 $\bar{K}_4$ 中的最大数减去最小数记作 R , 那么因素 A 的

$$R = \frac{K_4}{4} - \frac{K_1}{4} = 98.25$$

R 称为极差 (显然 $R > 0$)。极差越大, 表明因素 A 的水平变化对强度的影响越大, 反之越小。

对应 B 、 C 、 D 、 E 也可做相同的计算与分析 (从略)。

为了直观起见, 以因素 A 、 B 、 C 、 D 、 E 各水平为横坐标, 以其各自的 K_1 、 K_2 、 K_3 、 K_4 为纵坐标对应作图, 见图 1-1。

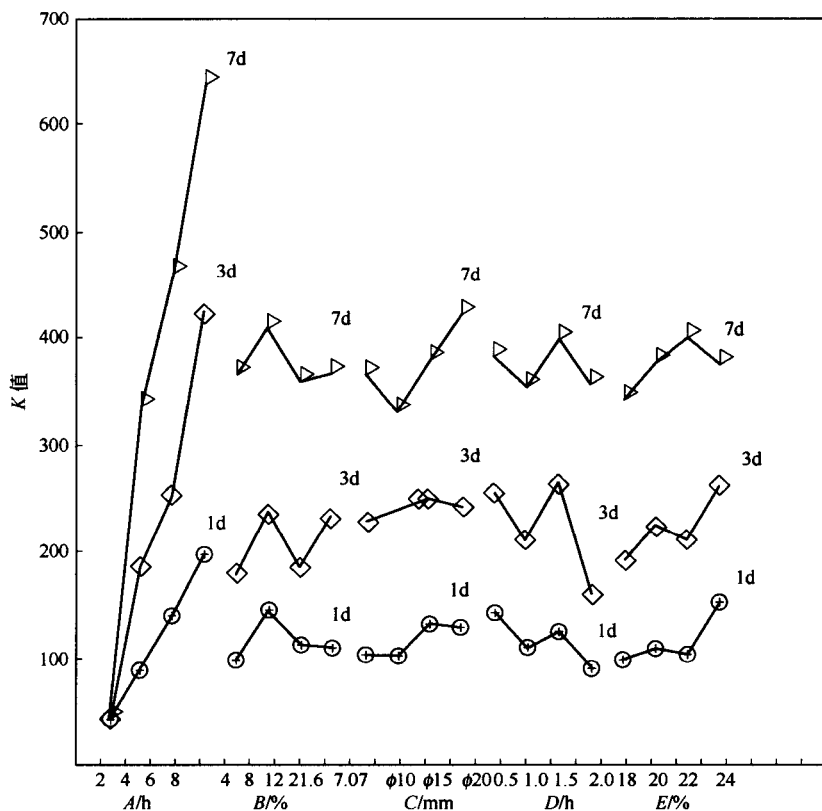
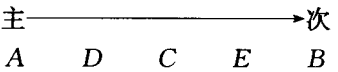


图 1-1 直观分析图

从表 1-4 的极差 R 来看, A 的 R 最大, D 次之, C 又次之, E 更次之, B 最小, 表明对强度的影响最大的因素是 A , 其次按顺序排为 D 、 C 、 E 、 B 。从图 1-1 更清楚地看出, 因素 A 的点子散布最大, 其余点子散布大小次序为 D 、 C 、 E 、 B , 因此, 我们可以找到因素影响的主次关系如下:



现在我们就可以确定最优的工艺条件了。对于主要因素要优先而仔细地挑选它们的水平, 原则使强度指标最高, 从图 1-1 或从表 1-4 的 K_i 值来看, 蒸养时间以 $A_4=8\text{h}$ 强度最高; 煅烧时间以 $D_3=1.5\text{h}$ 为最好, 但与 $D_1=0.5\text{h}$ 差别不大; 蒸养试体形状尺寸 $C_3=\phi 15\text{mm}$ 球为最好。有效石灰掺量 7 天前以 $E_4=24\%$ 为好, 7d 以后以 $E_3=22\%$ 为好; 粉煤灰细度 $B_2=8\%$ 为好; 对于次要因素的水平, 原则上可以任意取, 但我们的强度指标有 3 天、7 天和 28 天, 而且要把生产的时间情况综合考虑, 所以暂定 A_4 、 B_2 、 C_3 、 D_3 、 E_4 、 A_4 、 B_2 、 C_3 、 D_3 、 E_3 、 A_4 、 B_2 、 C_3 、 D_1 、 E_3 为最佳条件, 进行重复试验, 结果见表 1-5。

表 1-5 最优工艺条件

条件 编号	蒸养时间 /h	粉煤灰细度/(4900 孔 /cm ² 筛余)	蒸养试体形 状尺寸/mm	煅烧时 间/h	有效石灰 掺量/%	抗压强度/(kg/cm ²)			
						1d	3d	7d	28d
1	8	8	φ15 球	1.5	24	71.5	99.5	210	360
2	8	8	φ15 球	1.5	24	96	140	250	413
3	8	8	φ15 球	1.5	24		177	240	402

由此可见, 第一批试验所获得的较佳工艺参数已使水泥 28 天抗压强度达 400kg/cm^2 以上。

值得一提的是, 最优工艺条件 A_4 、 B_2 、 C_3 、 D_3 、 E_4 、 A_4 、 B_2 、 C_3 、 D_3 、 E_3 、 A_4 、 B_2 、 C_3 、 D_1 、 E_3 是我们全面试验 1024 次 (4^5) 中的 3 个, 但恰恰不在我们的 16 个试验之中, 也被分析出来了, 这就说明这 16 个试验是具有代表性的, 也是有价值的。一般说来, 正交设计得到的最优水平组合不仅仅是被进行的那一部分水平组合中最好的, 而且是所有可能的水平组合中最好的。

六、正交设计的方差分析

正交设计的直观分析简单直观, 是一种常用的方法。但直观分析在分析前要做试验误差较小的假定, 而实际试验中往往并非如此, 因此就不能给出试验误差大小的估计, 更不能给出分析精度的估计。那么, 当试验误差较大时, 就需要进行正交设计数据的方差分析了。

(一) 方差分析的目的

方差分析的目的就是要搞清楚对指标影响是由于水平变化引起的还是由于试验误差干扰所致。因素、水平改变对指标的影响比误差引起的影响究竟大到什么程度。弄清这些问题, 才能说该因素的影响是显著的, 并给出定量的回答。方差分析可以细致地定量地判断因素的主次。

(二) 方差分析的计算方法

以例 1 中 1d 强度的方差分析为例, 结果列于表 1-6。

1. 缩小指标数字

当我们得到的指标数据较大时, 会给计算带来麻烦。这里介绍两个简化公式:

表 1-6 1 天强度的方差分析结果

列号 试验号	A	B	C	D	E	1d 抗压强度/(kg/cm ²) $y'_i = y_i - 20$
1	1	1	1	1	1	-15
2	1	2	2	2	2	-10
3	1	3	3	3	3	-8
4	1	4	4	4	4	-5
5	2	1	2	3	4	5
6	2	2	1	4	3	-2.5
7	2	3	4	1	2	10
8	2	4	3	2	1	-1.5
9	3	1	3	4	2	6.5
10	3	2	4	3	1	23.5
11	3	3	1	2	4	18
12	3	4	2	1	3	13.5
13	4	1	4	2	3	22.5
14	4	2	3	1	4	56
15	4	3	2	4	1	13.5
16	4	4	1	3	2	25
K_1	-38	19	25.5	64.5	20.5	$\sum_{i=1}^{16} y'_i = 114.5$ $\frac{1}{16} (\sum_{i=1}^{16} y'_i)^2 = \frac{114.5^2}{16} = 819.4$
K_2	11	67	23	29	31.5	
K_3	61.5	33.5	52.5	45.5	25.5	
K_4	117	32	51	12.5	74	

对于 n 个数据 $y_1, y_2, \dots, y_n$ 以及 $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$; 如果令 $y'_1 = y_1 - C, y'_2 = y_2 - C, \dots, y'_n = y_n - C$, C 是任意常数, 则

$$\begin{cases} \bar{y} = \bar{y}' + C, \text{ 其中 } \bar{y}' = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y'_i \\ \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^n (y'_i - \bar{y}')^2 \end{cases}$$

这个公式证明很容易, 此处从略。此公式意味着可以将每一个数据同时减去一个常数, 对平方和的计算没有影响, 即不会影响方差分析结果。缩小后的数据用 y'_i 表示。此例中 $y'_i = y_i - 20$ 。

2. 计算 K_i 值

计算方法与直观分析方法相同。

3. 计算各因素及总的试验数据平方和

$$\begin{aligned} S_A &= \frac{1}{i} \sum_{i=1}^4 K_i^2 - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^{16} y'_i \right)^2 = \frac{1}{4} (K_1^2 + K_2^2 + K_3^2 + K_4^2) - \frac{1}{16} \left(\sum_{i=1}^{16} y'_i \right)^2 \\ &= \frac{1}{4} [(-38)^2 + 11^2 + 61.5^2 + 117^2] - 819 = 3940 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S_B &= \frac{1}{4} (K_1^2 + K_2^2 + K_3^2 + K_4^2) - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^{16} y'_i \right)^2 = \frac{1}{4} (19^2 + 67^2 + 33.5^2 + 32^2) - 819 \\ &= 930 \end{aligned}$$

类推可得: $S_C = 804, S_D = 988, S_E = 1066$