

教育部新世纪高等教育教学改革工程课题研究成果

# 无机非金属材料

## 实验教程

王瑞生 主编

冶金工业出版社

教育部新世纪高等教育教学改革工程课题研究成果

# 无机非金属材料实验教程

王瑞生 主编

北京  
冶金工业出版社

2004

## 内 容 简 介

本书结合教学、科研实践,重点介绍了典型和共性的基础实验、现代测试方法实验、综合型实验和综合设计型实验,以使学生了解和掌握现代测试方法和实验技能,培养综合、创新能力。

本书可作为高等学校无机非金属材料专业本科生教材、研究生参考书,也可供相关专业工程技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

无机非金属材料实验教程/王瑞生主编. —北京:冶金工业出版社,2004. 5

高等学校教学用书

ISBN 7-5024-3481-X

I. 无… II. 王… III. 无机材料: 非金属材料—实验—高等学校—教学参考资料 IV. TB321. 02

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 015122 号

出版人 曹胜利(北京沙滩嵩祝院北巷 39 号,邮编 100009)

责任编辑 王秋芬 美术编辑 王耀忠

责任校对 刘倩 李文彦 责任印制 李玉山

北京百善印刷厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2004 年 5 月第 1 版,2004 年 5 月第 1 次印刷

170mm×227mm; 20.5 印张; 393 千字; 311 页; 1-2000 册  
30.00 元

冶金工业出版社发行部 电话: (010)64044283 传真: (010)64027893

冶金书店 地址: 北京东四西大街 46 号(100711) 电话: (010)65289081

(本社图书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

# 高等教育教学改革实验教材 编委会

主任 张玉柱

副主任 李福进 李昌存 谭 靖

委员 崔恩良 王志江 阚连合

梁英华 贾晓鸣 侯国强

艾立群 郭立稳 封孝信

邹继兴 富 立 刘廷权

韩润春

# 序

21世纪是信息时代,是经济大发展的时期,时代要求培养更多的高素质、高能力、有开拓进取精神的创新型人才。高等院校培养这种新型人才,实验教学是不可或缺的重要手段。实验教学是培养学生能力的重要途径,不仅要使学生通过实验来掌握基本实验手段,更重要的是要使学生具备应用这些手段从事科学的研究的独立工作能力。在实验教学中,仅仅传授实验技术是不够的,必须注重学生能力的培养,使学生在知识和能力方面得到全面发展。古人云:“授之以鱼,只供一饭之需;教人以渔,则终生受用无穷。”培养能力无异于给学生一把开启知识之门的钥匙,有了这把钥匙才能使他们在知识的海洋里泛舟冲浪。21世纪的高等教育要求彻底改变实验教学的地位。要想从根本上解决问题,应该根据培养能力的要求,建立实验教学的体系,打破实验教学依附于理论教学、为理论教学服务的传统观念,以全面培养学生综合素质,培养学生科学研究思维方法、开发应用工程技术的综合能力、创新思维和分析问题解决问题的能力为主线,构建与理论教学平行并存、相辅相成的实验教学的新体系。

按教育部新世纪高等教育教学改革工程的要求,我们组织教师编写了这套实验教材,力求立意新颖,框架结构、章节层次安排合理,重点、难点处理得当,符合教学规律。此外,还要求具有以下特点:一是处理好与理论课的关系,建立独立的实验教学体系;二是设计性、综合性和创新型实验占有相当比例,并大多自成章节;三是对实验理论和实验方法均有比较系统的论述,有利于学生整体科研素质的培养和提高;四是对实验中常用的仪器,尤其是新型仪器设备的原理、构造、操作规程有较详尽的介绍,且附有一些常用的国标、图表和数据,使学生既可以学习掌握查找文献、数据的方法,又可在今后的工作中将本书作为参考书使用。

系统地编写实验教材,我们才刚刚起步,书中不成熟、不完善之处在所难免。愿编者在以后的教学实践中,不断积累经验、不断完善,使教材更加丰满成熟;愿更多的教师和实验技术人员关心和参与实验教材的编写工作;愿实验教材的百花园中再添奇葩。

河北理工大学校长

张玉柱

河北省高校实验室工作研究会副理事长

## 前　　言

学习、生产、科研中离不开实验、试验、测试、检验活动。“实验”是为阐明某一现象而创造的条件,以便观察该现象变化的过程和结果,或是为了检验某种科学理论或假设而进行的某种操作,所从事的某种活动;“试验”是为了察看某事的结果或某物的性能而从事的某种活动;“测试”是指对某物性能的数值测量;“检验”是用工具、仪器或其他(物理或化学)分析方法检查事物是否符合规格的过程。由此可见,“实验”一词的含义与“试验”、“测试”、“检验”等词的含义不同。为叙述方便,本书中的“实验”包含“试验”、“测试”、“检验”等词的含义。

无机非金属材料实验教学是为了使学生进一步巩固和运用学到的材料科学与工程方面的基本理论,掌握材料制备与材料性能测试的基本知识和基本技能,培养和提高学生的自学、动手、创新能力,提高学生的综合素质,为正确设计材料、生产材料和合理应用材料打好基础。

本实验教材的特点是以典型和共性的实验为基础,锻炼学生的基本实验能力;以现代测试方法实验为前沿,使学生掌握先进的研究方法;以综合型实验和综合设计型实验为核心,培养学生综合研究能力和创新能力。实验教材包括如下内容:

1. 基础实验:包括化学组成实验;热分析实验;工艺性能实验;材料性能实验四个部分。本章以共性实验涵盖无机非金属材料的陶瓷、耐火材料、玻璃、水泥、混凝土、涂料等各个方面。

2. 现代测试方法实验:安排了与X射线分析仪、X射线能谱仪、扫描式电子显微镜、综合热分析仪、压汞法孔结构测定仪、激光粒度分析仪等现代测试仪器设备有关的现代测试方法实验,使学生了解和掌握现代测试方法和实验技能。

3. 综合型实验和综合设计型实验:以产品制作为主线,按专业方向安排了典型的综合型实验,培养学生运用工艺知识、运用单项实验进行综合实验的能力。综合设计型实验部分给出了每个实验达到的目标要

求和实验的重点提示,让学生自己动脑,完成综合设计型实验,培养学生的创造能力。

与实验相关的基础知识,如实验方案的设计、实验误差及数据处理、撰写实验报告、安全与防护等因篇幅有限,本书未涉及,学生可查阅其他实验教材和相关资料自学或利用网络检索查询。

建议采用如下实验教学方法:

1. 基础实验部分可根据专业方向,按照教材系列选择相关内容,每节选做1~2个实验,其他实验可由学生自学、选做。

2. 安排实验的重点放在现代测试方法实验、综合型和综合设计型实验上。综合、设计型实验按组进行,采用轮换或每人做一部分的形式共同完成,集中讨论分析实验结果。

3. 与现代化教学方法相结合。无机非金属材料实验内容很多,实验教材不可能包罗万象。将实验教学与网络相结合,将实验教材没涉及到且学生需要的知识和其他实验在校园网上公布,供学生查询。

4. 实行实验室的开放式管理,鼓励学生自选实验教材内容或自己设计实验;解决实验教学内容与时间的矛盾。

本书由王瑞生主编,参编人员及分工如下:前言、目录、实验1、2、7、11、15、16、18、19、23、24、26、29、30、31、37、38、39、41、42、43、44、45、46、48及附录由王瑞生编写;实验3、4、10、35、36、40由王榕林编写;实验12、13、20、21、47由卜景龙编写;实验32、33、34由张庆军编写;实验5、6、8、27、28由魏庆敏编写;实验9、14、17、22、25由李如椿编写。全书由王瑞生统稿。

在编写过程中,我们参考了许多兄弟院校的实验教材、有关著作和论文;杨克锐教授对本书提出了修改意见,谨此一并致谢。

本书适用于大专院校本科生、大专生的实验教学和自学,对研究生及从事无机非金属材料生产、科研工作的工程技术人员也具有一定的参考价值。书中不妥之处,欢迎读者批评指正,以便进一步订正和修改。

作 者  
于河北理工大学

# 目 录

第一章 基础实验 .....	1
第一节 化学组成实验 .....	1
实验 1 材料氧化物含量的测定 .....	1
实验 2 三氧化硫含量的测定 .....	6
第二节 热分析实验 .....	11
实验 3 差热分析 .....	11
实验 4 热重分析 .....	14
第三节 工艺性能实验 .....	16
实验 5 水泥熟料游离氧化钙含量的测定 .....	16
实验 6 水泥生料碳酸钙滴定值的测定 .....	19
实验 7 粉体粒度测定 .....	21
实验 8 粉体比表面积的测定 .....	31
实验 9 粘土或坯料可塑性的测定 .....	36
实验 10 粘土泥浆 $\zeta$ 电位的测定 .....	41
实验 11 陶瓷泥浆性能的测定 .....	43
实验 12 烧结温度范围的测定 .....	47
实验 13 高温熔体粘度的测定 .....	53
实验 14 材料应力的测定 .....	57
实验 15 水泥原料易磨性的测定 .....	66
实验 16 水泥生料易烧性的测定 .....	70
第四节 材料性能实验 .....	72
实验 17 密度、气孔率、吸水率的测定 .....	72
实验 18 材料机械强度的测定 .....	79
实验 19 材料热稳定性的测定 .....	102
实验 20 材料高温软化点温度的测定 .....	111
实验 21 材料化学稳定性的测定 .....	118
实验 22 材料热导率的测定 .....	132
实验 23 材料热膨胀系数的测定 .....	142

实验 24 材料透光性能的测定 .....	146
实验 25 材料色度的测定 .....	152
实验 26 材料光泽度的测定 .....	161
实验 27 水泥标准稠度、凝结时间、安定性的测定 .....	164
实验 28 水泥水化热的测定 .....	179
实验 29 水泥胀缩性实验 .....	193
实验 30 水泥、混凝土耐久性试验 .....	200
实验 31 材料电性能的测定 .....	211
<b>第二章 现代测试方法实验 .....</b>	<b>227</b>
实验 32 X 射线衍射技术与定性相分析 .....	227
实验 33 扫描电镜实验 .....	234
实验 34 块状试样的 X 射线能谱分析 .....	240
实验 35 综合热分析实验 .....	247
实验 36 压汞法孔结构分析实验 .....	253
实验 37 激光粒度分析法测定粉料粒度 .....	258
<b>第三章 综合、设计型实验 .....</b>	<b>262</b>
<b>第一节 综合型实验 .....</b>	<b>262</b>
实验 38 氧化镁部分稳定的氧化锆微细粉末的制备 .....	262
实验 39 卫生陶瓷的制备 .....	269
实验 40 高铝砖的制备 .....	273
实验 41 莫来石质高温陶瓷材料的成型和烧结 .....	275
实验 42 水泥熟料的制备 .....	279
实验 43 玻璃的熔制 .....	282
<b>第二节 综合设计型实验 .....</b>	<b>288</b>
实验 44 低吸水率卫生陶瓷的试制 .....	288
实验 45 高性能混凝土的试制 .....	289
实验 46 高温节能耐腐蚀陶瓷涂料的试制 .....	294
实验 47 凝胶注模成型 Sialon-SiC 复相材料烧结性能的研究 .....	296
实验 48 高性能混凝土专用外加剂的研究 .....	298
<b>附 录 .....</b>	<b>302</b>
附录 1 国际相对原子量表(1995 年) .....	302
附录 2 常用分子量 .....	303

---

附录 3 法定计量单位制的单位 .....	303
附录 4 常用计量单位换算表 .....	305
附录 5 基本物理量 .....	306
附录 6 各种筛子的规格 .....	307
附录 7 测温锥 .....	308

# 第一章 基础实验

## 第一节 化学组成实验

### 实验 1 材料氧化物含量的测定

采用化学分析方法测定出材料(包括原料、辅助材料、成品、半成品等)的化学组成。测定的项目通常为:  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  和灼减量(*I.L.*, %); 除上述项目外, 对于一些材料(如色釉料等)还必须分析  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{MnO}$ 、 $\text{CuO}$ 、 $\text{CoO}$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{NiO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{PbO}$ 、 $\text{SnO}_2$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$  和 S(总硫量), 有时还需分析  $\text{Li}_2\text{O}$ 、F 和  $\text{B}_2\text{O}_3$  等。

#### 一、实验目的

本实验主要测定材料中灼减量、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量。使学生了解和掌握化学分析的方法。其他化学成分可参考有关化学分析书籍。

#### 二、实验准备

##### 1. 取样

由于所取材料的性状不同, 取样方法有所区别。但总体上要求具有代表性, 采用四分法取样, 取样量不小于 50g。粉体材料混匀后直接取样; 其余形状的材料, 从一件或几件有代表性的样品上取样, 打碎后备用; 矿石类原料应根据批量、颗粒粗细和均匀性等具体情况取样; 取生坯试样, 因泥料均匀, 只需在一件完整的未施釉生坯上取样即可; 泥浆或釉浆材料取样前要充分搅拌均匀, 在 105~110℃下烘干粉碎后取样。

##### 2. 制样

粉体材料样品在 105~110℃烘箱内烘干 2h, 冷却至室温备用。所取其他材料的样品全部进行粉碎、磨细, 再以四分法逐次缩分到 20~40g, 每次取 7~8g 放入玛瑙研钵中, 充分磨细至 200 目后再装入烘干器皿中, 置于 105~110℃烘箱内烘 2h, 取出冷却至室温备用。将称量后的试样, 按规定取一定量(如 0.5g), 采用碱熔法, 再用水稀释, 制成 250mL 试样溶液, 以备测定  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  等化学组成时使用。同时需要并行地保留一份原样(10~30g),

供以后仲裁或查对分析结果时用。

### 3. 准备实验器材和化学药品

准备实验用化学器皿、化学试剂(除注明以外,均为分析纯(A.R))、蒸馏水等。实验器材和化学药品详见化学组成的测定。

## 三、化学组成的测定

### 1. 灼减量的测定

灼减量是指试样在高温灼烧时,由于吸附水、结晶水、层间水、结构水的排除,有机物和碳酸盐及其他盐分解而失重,也有因氧化而增重。因此,灼减量是失重和增重的代数和,习惯上灼减量用 I.L(%)表示。

测定时精确称取烘干的试样 0.5g,放入瓷坩埚(已恒重)内,在马弗炉内于 950~1000℃下灼烧 1h,取出后放入干燥器内冷却,从干燥器中取出后称量。填写实验记录,并按下列公式计算灼减量。

$$I.L = \frac{(G_1 - G_2)}{G} \times 100\% \quad (1-1)$$

式中  $G$ —试样质量,g;

$G_1$ —灼烧前试样加坩埚质量,g;

$G_2$ —灼烧后试样加坩埚质量,g。

实验数据按表 1-1 记录。

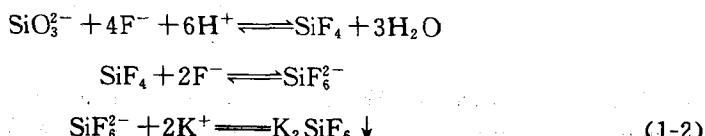
表 1-1 实验记录表

试样质量 $G/g$	灼烧前试样加坩埚质量 $G_1/g$	灼烧后试样加坩埚质量 $G_2/g$	$I.L/\%$

### 2. 二氧化硅含量分析

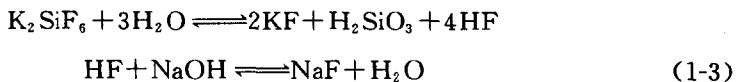
二氧化硅含量的分析常用氟硅酸钾容量法、动物胶凝聚重量法、盐酸一次脱水与硅钼蓝光度联用法;聚环氧乙烷凝聚与硅钼蓝光度联用法。其中以盐酸一次脱水与硅钼蓝光度联用法为有争议时的仲裁分析方法。本实验采用氟硅酸钾容量法。

氟硅酸钾容量法为快速测定方法。它是根据可溶性硅酸在硝酸溶液中,在有适量氯化钾存在的条件下加入氟化钾,使硅定量地生成氟硅酸钾( $K_2SiF_6$ )沉淀:



沉淀过滤后用氯化钾—乙醇溶液洗去大部分游离酸,剩余的游离酸用氢氧化

钠中和(采用甲酚红—麝香草酚蓝混合指示剂)。沉淀与足量沸水作用,水解生成氢氟酸,生成的氢氟酸用氢氧化钠标准溶液滴定:



由所耗的 NaOH 标准溶液的体积即可算出试样中  $\text{SiO}_2$  的百分含量。

### (1) 试剂

硝酸:1:1

氯化钾:固体

20% 氯化钾溶液:取 20g 氯化钾溶于 100mL 水中,溶液盛于塑料瓶中。

氯化钾—乙醇溶液:将 14g 氯化钾溶于 100mL 水中,再加入 100mL 无水乙醇,将二者混合均匀。

甲酚红—麝香草酚蓝指示剂:将 100mg 甲酚红溶于 2.5mL、0.1N 的氢氧化钠溶液中,用水稀释至 10mL,为 A 液;将 10mg 麝香草酚蓝溶于 1.0mL、0.1N 氢氧化钠溶液中,用水稀释至 10mL,为 B 液。将 A 与 B 按 1:1 混合。氢氧化钠标准溶液 0.1N。

### (2) 测定步骤

吸取试液 25mL 置于塑料杯中,加入 1:1 的硝酸 15~20mL,再加 3g 氯化钾,用塑料棒搅拌使其溶解。再用塑料杯加入 20% 氯化钾溶液 5mL 并搅拌 1min,放置 5~10min 后,用定性滤纸置于塑料漏斗中过滤,用氯化钾—乙醇溶液洗涤烧杯及沉淀 3~4 次。在原塑料杯中再加入 10mL 氯化钾—乙醇溶液,将沉淀连同滤纸一并放入原塑料烧杯中,加 5 滴混合指示剂,滴加 0.1w<sub>(SiO<sub>2</sub>)</sub> 氢氧化钠标准溶液以中和沉淀和滤纸上的残余酸量,直到溶液由黄色变为紫色。即刻加沸水 150mL,用氢氧化钠标准溶液滴定至紫红色为终点,记下毫升数。二氧化硅百分含量(%)按下式计算:

$$w_{(\text{SiO}_2)} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V \times A}{G \times 1000} \times 100\% \quad (1-4)$$

式中  $T_{\text{SiO}_2}$  —— 氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度, mg/mL;

V —— 消耗氢氧化钠标准溶液的毫升(mL)数;

A —— 吸取试样溶液体积的倍数;

G —— 试样质量,g。

### (3) 实验记录

实验数据按表 1-2 记录。

表 1-2 实验记录表

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定/ $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$	消耗氢氧化钠标准溶液数/mL	吸取试样溶液体积的倍数	试样质量/g	$\text{SiO}_2 / \%$

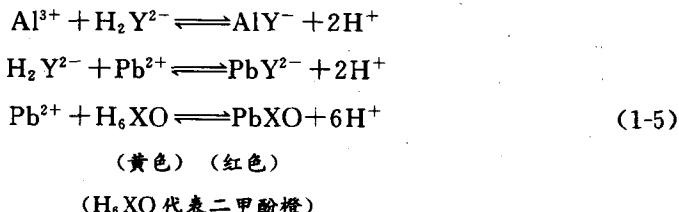
## (4) 注意事项

- ① 氟硅酸钾沉淀必须在塑料烧杯中进行,以防止对容器的腐蚀。溶液体积要控制在 40mL 左右,沉淀时的温度在 25℃ 以下,溶液的酸度不能低于 3N 硝酸。
- ② 对于含铝、钛高而硅含量少的试样,如铝矾土等,要减少氟化钾的加入量,以防止生成铝尖晶石等,造成结果偏高。
- ③ 过滤后的氟硅酸钾沉淀不能放置时间过长,以防止水解。
- ④ 中和残余酸量是关键一步,操作要迅速仔细,以防止沉淀水解,影响测试精度。
- ⑤ 操作要迅速连续进行,中途不得停顿,否则氟硅酸钾易水解造成分析结果偏低。

## 3. 氧化铝含量分析

氧化铝含量分析方法有络合滴定法、氟化物取代 EDTA 络合滴定法、8-羟基喹啉—氯仿萃取法,苯甲酸盐—乙酸乙酯萃取法等。本实验采用络合滴定法。

络合滴定法属快速测定法。试液中的钛、铁、钒等干扰元素可通过在强酸性溶液中,用铜铁试剂—氯仿萃取除去,然后加入过量一倍的 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液,调节 pH 为 5.7,并同时加热,这样可使 EDTA 与铝定量络合。过量的 EDTA 则用二甲酚橙为指示剂,用硝酸铅标准溶液回滴,其反应式如下:



## (1) 试剂

盐酸:比重 1:18

铜铁试剂:取 0.6g 铜铁试剂溶于 10mL 水中,溶解后过滤,用时现配,不可暴露在空气中时间过长。

氯仿:CHCl<sub>3</sub>;氨水:1:1

醋酸—醋酸铵缓冲液的制备:将 77g 醋酸铵溶于水中,加入 12mL、36% 浓度的醋酸,用水稀释至 1000mL。

二甲酚橙:0.2% 水溶液;EDTA 标准溶液:0.04M;硝酸铅标准溶液:0.02M。

## (2) 分析步骤

吸取试样溶液 25mL 置于 50~60mL 分液漏斗中, 加盐酸 5mL、新配制的铜铁试剂 5mL、氯仿 10mL, 振荡 1min 后静止。待分层清晰后将氯仿放掉, 再另加氯仿 5mL 萃取, 如此重复操作三次。将萃取好的试液放入 500mL 锥形瓶中, 用水洗涤分液漏斗数次后, 在试液中放进一小片刚果红试纸, 用 1:1 氨水中和至试纸呈蓝紫色。然后用滴定管准确滴入 EDTA 标准溶液 10~25mL(视铝含量而定), 再加 15mL 醋酸-醋酸铵缓冲溶液使 pH 为 5.7。最后加水至总体积 150mL 左右, 再煮沸 10min, 取下冷却, 加 3~4 滴二甲酚橙指示剂, 用醋酸铅标准溶液回滴过量的 EDTA, 当溶液由黄色变为橙红色时为终点。氧化铝百分含量  $w_{(Al_2O_3)}$  按下式计算:

$$w_{(Al_2O_3)} = \frac{T_{Al_2O_3} \times (V_1 - KV_2) \times A}{G \times 1000} \times 100\% \quad (1-6)$$

式中  $V_1$ ——加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

$V_2$ ——滴定耗用  $Pb(NO_3)_2$  标准溶液的体积, mL;

$K$ —— $Pb(NO_3)_2$  对 EDTA 的换算系数;

$A$ ——吸取试样溶液体积的倍数;

$G$ ——试样质量, g。

## (3) 实验记录

实验数据按表 1-3 记录。

表 1-3 实验记录表

加入 EDTA 标准溶液的体积 $V_1$ /mL	滴定耗用 $Pb(NO_3)_2$ 标准溶液的体积 $V_2$ /mL	$Pb(NO_3)_2$ 对 EDTA 的换算系数 $K$	吸取试样溶液体积的倍数 $A$	试样质量 G/g	$w_{(Al_2O_3)}$ %

## (4) 注意事项

① 本方法中酸度是非常重要的因子。在萃取时加入盐酸量不得低于 5mL, 否则将会导致结果偏低。

② 从用氯仿萃取到煮沸, 必须连续进行, 中途不宜放置过久。否则铜钢铁试剂因氧化而呈黄色, 影响终点。

③ 当用氨水中和酸时, 切勿过量。否则会出现浓黄色影响终点观察, 若发现过量应立即加 HCl 中和。

④ 对铝含量低的试样, 可移取 50mL 试液于分液漏斗中, 再加 10mL HCl 中和。

## 参 考 文 献

- 1 中国硅酸盐学会建筑卫生陶瓷专业委员会编. 现代建筑卫生陶瓷工程师手册. 北京: 中国建材工业出版社, 1998. 8

## 实验 2 三氧化硫含量的测定

熟料中的三氧化硫( $\text{SO}_3$ )以 $\text{CaSO}_4$ 形态存在,它主要由煤带入。而水泥中 $\text{SO}_3$ 除熟料带入外,主要由作为缓凝剂的石膏带入。适量的 $\text{SO}_3$ 可调节水泥的凝结时间,并可增加水泥的强度,制造膨胀水泥时,石膏还是一种膨胀组分,赋予水泥膨胀性能。但石膏量过多,会导致水泥安定性不良。因此,水泥中三氧化硫含量是水泥重要的质量指标。

由于水泥中石膏的存在形态及其性质不同,测定水泥中三氧化硫的方法有很多种,有硫酸钡重量法、离子交换法、磷酸溶样—氯化亚锡还原—碘量滴定法、燃烧法(与全硫的测定相同)、分光光度法、离子交换分离—EDTA配位滴定法等。目前多采用硫酸钡重量法、离子交换法、磷酸溶样—氯化亚锡还原—碘量滴定法(还原,碘量法)进行测定。本实验采用硫酸钡重量法、离子交换法测定三氧化硫含量。

### I. 硫酸钡重量法

硫酸钡重量法不仅在准确性方面,而且在适应性和测量范围方面都优于其他方法。但其最大缺点是手续繁琐、费时。

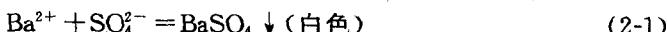
#### 一、实验目的

- (1) 了解硫酸钡重量法测定 $\text{SO}_3$ 的原理及方法;
- (2) 测定水泥中 $\text{SO}_3$ 的含量。

#### 二、基本原理

硫酸钡重量法是通过氯化钡使硫酸根结合成难溶的硫酸钡沉淀,以硫酸钡的重量折算水泥中的三氧化硫含量。

由于在磨制水泥中,需加入一定量石膏,加入量的多少主要反映在水泥中 $\text{SO}_4^{2-}$ 离子的数量上。所以可采用 $\text{BaCl}_2$ 作沉淀剂,用盐酸分解,控制溶液浓度在 $0.2\sim0.4\text{ mol/L}$ 的条件下,用 $\text{BaCl}_2$ 沉淀 $\text{SO}_4^{2-}$ 离子,生成 $\text{BaSO}_4$ 沉淀。 $\text{BaSO}_4$ 的溶解度很小(其 $K_{sp}=1.1\times10^{-10}$ ),其化学性质非常稳定,灼烧后的组分与分子式符合。反应式为:



#### 三、实验器材

##### 1. 仪器与材料

- ①分析天平,不低于四级;②磁力搅拌器 $200\sim300\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ ;③盘式电炉;
- ④高温炉( $800^\circ\text{C}$ );⑤其他:坩埚、烧杯、量筒、干燥器、快速定性滤纸、过滤漏斗等。

##### 2. 试剂

- ①盐酸[1+1];②氯化钡溶液的质量浓度[10%];③硝酸银溶液的质量浓度