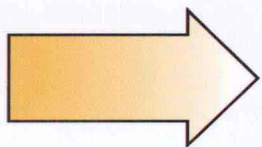


“十二五”上海重点图书
材料科学与工程专业
应用型本科系列教材



面向卓越工程师计划·材料类高技术人才培养丛书

无机非金属材料制备及性能测试技术

主 编 徐风广 杨凤玲 副主编 于方丽



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

MATERIAL

“十二五”上海重点图书

材料科学与工程专业应用型本科系列教材

面向卓越工程师计划·材料类高技术人才培养丛书

无机非金属材料制备 及性能测试技术

主 编 徐风广 杨凤玲

副主编 于方丽



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

· 上海 ·

图书在版编目(CIP)数据

无机非金属材料制备及性能测试技术/徐风广,杨凤玲主编.
—上海:华东理工大学出版社,2013.7
ISBN 978-7-5628-3432-8

I. ①无… II. ①徐… ②杨… III. ①无机非金属材料-
制备-高等学校-教材 ②无机非金属材料-性能试验-高等学
校-教材 IV. ①TB321

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 316822 号

“十二五”上海重点图书

材料科学与工程应用专业应用型本科系列教材
面向卓越工程师计划·材料类高技术人才培养丛书

无机非金属材料制备及性能测试技术

主 编 / 徐风广 杨凤玲

副 主 编 / 于方丽

责任编辑 / 马夫娇

责任校对 / 金慧娟

出版发行 / 华东理工大学出版社有限公司

地 址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电 话: (021)64250306(营销部)

(021)64251137(编辑室)

传 真: (021)64252707

网 址: press.ecust.edu.cn

印 刷 / 常熟华顺印刷有限公司

开 本 / 787 mm×1092 mm 1/16

印 张 / 24.25

字 数 / 601 千字

版 次 / 2013 年 7 月第 1 版

印 次 / 2013 年 7 月第 1 次

书 号 / ISBN 978-7-5628-3432-8

定 价 / 59.80 元



联系我们: 电子邮箱 press@ecust.edu.cn

官方微博 e.weibo.com/ecustpress

淘宝官网 <http://shop61951206.taobao.com>



前 言

为满足高等院校无机非金属材料专业实验教学改革的需求,适应市场经济和时代发展的要求,培养具有扎实专业知识、较强动手能力和创新能力的无机非金属材料专业人才,特编写本教材。

在编写教材过程中,编者查阅了大量的文献资料,吸收了近几年来国内外无机非金属材料领域最新的研究成果及我国相关的新标准、新规范的内容,考虑了本专业多年来的发展现状,充分听取了有关专业教师的建设性意见,使之更适合应用型本科人才培养目标的要求。本书选编了与无机非金属材料制备及性能测试有关的实验,其内容涉及水泥、普通混凝土、玻璃、陶瓷、耐火材料、石灰及石膏等各个方面,在同类教材中属于内容全、涉及面广、实用性强的无机非金属材料类专业教材。

本书由盐城工学院徐风广、杨凤玲、于方丽、李玉寿编写。具体分工如下:徐风广负责编写第2章、第4章和前言;杨凤玲负责编写第1章和第3章;于方丽负责编写第6章;李玉寿负责编写第5章。全教材由徐风广负责统稿并整理。在部分章节的编写过程中得到了吴其胜、焦宝祥、张长森、顾大国、杨子润、蔡树元、陆洪彬等老师的帮助和支持,在此表示衷心感谢。

在编写过程中,本书参考了大量的资料文献,在此向这些文献的作者们表示衷心的感谢。

本教材涉及面纷繁浩大,内容多而复杂,鉴于编者学识水平有限,书中的疏漏在所难免,敬请读者及同行在使用过程中批评指正并提出宝贵意见。

在本书出版过程中,得到了盐城工学院有关部门及领导的支持,在此表示感谢。

编 者

2012年10月



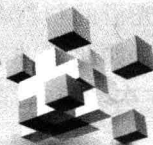
目 录

第 1 章 水泥制备及性能测试	1
实验 1-1 水泥原料制备	1
实验 1-2 水泥原料易磨性测定	3
实验 1-3 黏土化学分析	7
实验 1-4 石灰石化学分析	14
实验 1-5 铁矿石化学分析	18
实验 1-6 水泥生料易烧性测定	23
实验 1-7 水泥生料中碳酸钙滴定值测定	25
实验 1-8 水泥熟料制备	27
实验 1-9 水泥熟料中游离氧化钙含量测定	29
实验 1-10 水泥熟料岩相分析	32
实验 1-11 水泥密度测定	36
实验 1-12 水泥细度测定	38
实验 1-13 水泥比表面积测定	41
实验 1-14 水泥标准稠度、凝结时间及安定性测定	45
实验 1-15 水泥压蒸安定性测定	48
实验 1-16 水泥胶砂强度测定	52
实验 1-17 水泥胶砂流动度测定	55
实验 1-18 水泥膨胀性测定	57
实验 1-19 水泥中三氧化硫含量测定	60
实验 1-20 水泥中混合材(粉煤灰)掺加量测定	65
实验 1-21 硅酸盐水泥熟料化学分析	68
实验 1-22 硅酸盐类水泥化学分析	72
实验 1-23 水泥水化热测定	81
实验 1-24 水泥工艺综合性实验	93
第 2 章 普通混凝土制备及性能测试	97
实验 2-1 细集料性能测定	97

实验 2-2	粗集料性能的测定	104
实验 2-3	用于水泥和混凝土中粉煤灰性能测定	116
实验 2-4	用于水泥和混凝土中粒化高炉矿渣粉性能测定	120
实验 2-5	混凝土外加剂性能测定	122
实验 2-6	普通混凝土配合比设计及拌和试验	133
实验 2-7	混凝土混合料稠度测定	140
实验 2-8	混凝土混合料表观密度测定	143
实验 2-9	混凝土混合料含气量测定	144
实验 2-10	混凝土混合料凝结时间测定	146
实验 2-11	混凝土混合料泌水与压力泌水测定	148
实验 2-12	混凝土混合料配合比分析试验	151
实验 2-13	混凝土抗压强度测定	154
实验 2-14	混凝土轴心抗压强度测定	156
实验 2-15	混凝土劈裂抗拉强度测定	157
实验 2-16	混凝土抗折强度测定	158
实验 2-17	混凝土静力受压弹性模量测定	160
实验 2-18	混凝土收缩测定	161
实验 2-19	混凝土受压徐变测定	166
实验 2-20	混凝土抗压疲劳变形测定	169
实验 2-21	混凝土抗水渗透性能测定	171
实验 2-22	混凝土抗冻性能测定	173
实验 2-23	混凝土抗氯离子渗透性能测定	179
实验 2-24	混凝土碳化性能测定	186
实验 2-25	混凝土中钢筋锈蚀测定	188
实验 2-26	混凝土抗硫酸盐侵蚀性能测定	190
实验 2-27	建筑砂浆稠度测定	192
实验 2-28	建筑砂浆分层度测定	193
实验 2-29	建筑砂浆立方体抗压强度测定	194
实验 2-30	混凝土强度无损检测	195
第 3 章 玻璃制备及性能测试		202
实验 3-1	长石成分分析	202
实验 3-2	硼酸成分分析	207
实验 3-3	碳酸钠成分分析	208
实验 3-4	石英砂成分分析	209
实验 3-5	玻璃配合料均匀度测定	217
实验 3-6	玻璃熔制实验	219
实验 3-7	玻璃密度测定	224
实验 3-8	玻璃内应力及退火温度测定	227

实验 3-9	玻璃析晶性能测定	230
实验 3-10	玻璃热稳定性测定	232
实验 3-11	玻璃线膨胀系数测定	234
实验 3-12	玻璃软化温度测定	236
实验 3-13	玻璃化学稳定性测定	238
实验 3-14	玻璃电阻率测定	241
实验 3-15	玻璃透射光谱曲线测定	246
实验 3-16	玻璃折射率和平均色散测定	249
实验 3-17	玻璃熔体高温黏度测定	253
实验 3-18	玻璃机械强度测定	256
实验 3-19	钠钙硅铝硼玻璃化学分析	260
实验 3-20	玻璃材料的综合设计实验	269
实验 3-21	玻璃缺陷鉴定	271
第 4 章	陶瓷制备及性能测试	282
实验 4-1	黏土或坯料可塑性测定	282
实验 4-2	泥浆性能测定	286
实验 4-3	陶土化学成分分析	291
实验 4-4	陶瓷烧成实验	291
实验 4-5	陶瓷白度测定	292
实验 4-6	陶瓷体积密度、吸水率及气孔率测定	295
实验 4-7	陶瓷砖断裂模数和破坏强度测定	297
实验 4-8	无釉陶瓷砖耐磨深度测定	300
实验 4-9	有釉陶瓷砖表面耐磨性测定	302
实验 4-10	陶瓷烧结温度和烧结温度范围测定	304
实验 4-11	线收缩率和体收缩率测定	306
实验 4-12	陶瓷显微硬度测定	310
实验 4-13	陶瓷坯釉应力测定	313
实验 4-14	陶瓷热膨胀系数测定	315
实验 4-15	陶瓷热稳定性测定	317
实验 4-16	陶瓷机械性能测定	319
实验 4-17	陶瓷化学稳定性测定	322
实验 4-18	陶瓷介质损耗测定	325
实验 4-19	陶瓷介电常数测定	328
实验 4-20	陶瓷压电性能测定	330
第 5 章	石膏、石灰制备及性能测试	332
实验 5-1	石膏化学成分分析	332
实验 5-2	建筑石膏粉料物理性能测定	337

实验 5-3	建筑石膏浆体物理性能测定	340
实验 5-4	建筑石膏结晶水含量测定	342
实验 5-5	建筑石膏力学性能测定	343
实验 5-6	建筑石膏硬度测定	345
实验 5-7	石灰细度测定	346
实验 5-8	生石灰消化速度测定	347
实验 5-9	生石灰产浆量及未消化残渣含量测定	347
实验 5-10	消石灰粉体积安定性测定	348
实验 5-11	石灰二氧化碳含量测定	349
实验 5-12	石灰有效氧化钙和氧化镁含量测定	349
第 6 章	耐火材料制备及性能测试	353
实验 6-1	耐火浇注料的制备方法	353
实验 6-2	耐火材料体积密度、显气孔率及真气孔率测定	356
实验 6-3	致密及隔热定形耐火制品常温抗折强度测定	356
实验 6-4	耐火材料耐火度测定	358
实验 6-5	耐火材料荷重软化温度测定	362
实验 6-6	耐火材料孔径分布测定	365
实验 6-7	耐火材料抗渣侵蚀性能测定	367
实验 6-8	耐火材料抗氧化性能测定	369
实验 6-9	耐火材料抗水化性能测定	370
实验 6-10	耐火材料(致密定形)透气度测定	372
参考文献		376



第 1 章 水泥制备及性能测试

实验 1-1 水泥原料制备

采集的样品一般不能直接用于质量检测,而需要进行一系列的加工,使之符合检测的要求,这就是我们常说的样品的制备。

一般来讲,样品的制备包括烘干、破碎与磨细、混匀、缩分四道工序。当然,具体制备时样品的加工方法还需根据样品的种类和用途而定。如果试样是进行筛分分析,测定粒度,则必须保持原来的粒度组成,而不能进行破碎,这时只需将试样混匀与缩分即可。

下面将对制备样品一般要经过的四个阶段进行分述。

一、样品的烘干

样品烘干仅是除去物理学水分。干后样品又会吸收空气水分,直到与室内空气达到平衡为止。

如果样品过于潮湿,致使粉碎、研细与过筛发生困难(如发生黏结、堵塞现象),就必须先将样品干燥,然后再进行处理。如系大量的样品,可在空气中干燥;如系小量样品,可放入烘箱中干燥。一般应在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 温度下进行。对易分解的样品,如含结晶水的石膏、煤等,应在较低的温度下烘干;而铝土矿、锰矿等吸水能力较强的样品,可在较高的温度($120\sim 130^{\circ}\text{C}$)下烘干。

二、样品的破碎与磨细

样品的破碎一般用机械进行。通常先把原始样品经 25 mm 的筛子过筛,对较大的颗粒一般采用颚式粗碎机破碎或人工在钢板上用铁锤击碎(如石灰石样品),如果样品的颗粒直径在 10 mm 以下,可用轧辊式中碎机破碎或人工在钢板上用铁锤击碎。样品经破碎后,再进行细磨。

细磨则在圆盘磨、球磨、陶瓷磨或行星磨中进行,最后在玛瑙研钵中研细,使样品全部通过 0.08 mm 的方孔筛。

三、样品的混匀

为了使分析样品具有代表性,必须把样品充分混匀。由于在同一个样品中往往含有几种密度、硬度等物理性质相差较大的矿物质组分存在;且有的脆性较大易于破碎,有的硬度较大则不易破碎;就密度而言,密度大的矿物相对集中在下层,密度小的相对集中在上层。所以在

缩分之前,如不加以充分地混匀,缩分后的样品就不会有充分的代表性。样品的混匀通常有以下几种方法。

对于大批样品(如几百千克)的混匀,多采用铁铲混匀法与环锥混匀法。

对于少量样品(如几千克)的混匀,多采用掀角法进行混匀。即将样品放在光滑的塑料布上,提起塑料布的一角使样品滚到对角,然后再提起相对的一角,使样品滚回来,如此再进行3~4次之后,将样品留在塑料布的中央。再用另外两个对角如此反复进行3~4次,使样品进行充分混匀。

对试验室少量样品,可用分样器混匀。

四、样品的缩分

对试验室来讲,任何一种样品的分析只需很少的样品,因而在分析之前必须对经上述混匀的样品进行缩分。样品的缩分一般有以下几种方法。

1. 锥形四分法

将混匀的样品堆成圆锥体,然后用铲子或木板将锥顶压平,使成为截锥体。通过圆心分成四等份,去掉任一相对等份,再将剩下的两等份堆成圆锥体。如此重复进行,直至缩分至所需的数量为止。

2. 挖取法

将混匀的样品铺成正方形或长方形的均匀薄层,然后以直尺划分成若干个小正方形。再用小铲将每隔一定间隔的小正方形中的样品全部取出,最后放在一起进行混匀。见图1-1。

3. 分样器缩分法

将样品倒入分样器(图1-2)中后,样品即从两侧流入两边的样槽内,于是把样品均匀分成两等份。用分样器缩分样品,可不必预先将样品混匀而直接进行缩分。样品的最大粒径不应大于格槽宽度的 $1/3 \sim 1/2$ 。

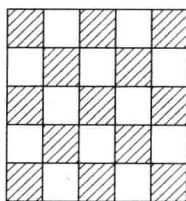


图 1-1 挖取法

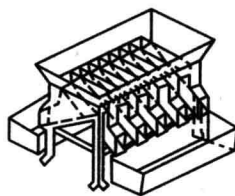


图 1-2 槽形分样器

五、试验室样品的制备过程(举例)

硅酸盐水泥熟料及水泥制备,涉及的样品主要有石灰石、黏土、铁粉、石膏、粉煤灰、矾土等,其各种样品的制备过程大致如下。

1. 石灰石样品的制备过程

从石灰石堆场上取其具有代表性的试样 50 kg 左右→经颚式破碎机进行破碎致粒度为 5~10 mm,然后采用四分法缩至 5 kg→将其倒入球磨机中进行研磨,50 min 后→当其细度达到 4%(0.08 mm 方孔筛筛余)左右时,将试样从磨机中取出→再用四分法将样品缩至 200 g (其余的试样可作为配制生料的石灰石原料)→用磁铁吸除其中的铁粉。将样品于玛瑙研钵中

进行细磨→再缩分至 5 g→用玛瑙研钵研磨至全部通过 0.08 mm 的方孔筛→将其放入称量瓶中置于烘箱烘干→置于干燥器中作分析用。(其余石灰石可根据实验需要量全部用球磨机磨到要求细度,放入桶内,为使桶内物料均匀,可将 20 kg 细粉放入 $\phi 500$ mm \times 500 mm 球磨机中混 15 min,用磁铁吸去铁粉后再放入桶内贴上标签备用。)

2. 黏土样品的制备过程

取有代表性的黏土试样 15 kg→置于烘箱中烘干(或于空气中晾干)→经颚式破碎机进行破碎致粒度为 5~10 mm→将其倒入球磨机中进行研磨,30 min 后→当其细度达到 4%左右时,将试样从磨机中取出→用四分法将样品缩分至 200 g(其余的试样可作为配制生料的石灰石原料),余下的操作过程同石灰石。

3. 铁粉、粉煤灰、石膏等样品的制备过程

该过程基本上同黏土或石灰石。

六、注意事项

1. 在破碎、磨细样品前,应将所有的加工设备,如机器中颚板、磨盘、铁锤及研钵等用刷子刷净,不应有其他样品粉末残留,防止物料混杂。

2. 碎样时应尽量防止样品小块或粉末飞散。如果偶尔跳出大颗粒,仍须捡回继续粉碎。

3. 在过筛时,如有筛余,应继续研磨至全部样品过筛为止,以免使分析结果失去对原样的代表性。

4. 在破碎或磨细过程中,常常因破碎器的磨损而使样品中带入铁杂质,所以最好使用锰钢制的磨盘、颚板等,或用磁石吸除由碎样器进入样品中的铁。

5. 制备好的分析样品应保存在磨口瓶中,必要时用胶封好,以免化学组成及水分发生变化,同时应在样品瓶上贴上标签、编号等。

七、思考题

1. 进行破碎试验时,应注意哪些问题?

2. 石灰石如何混匀?

3. 如何制备供化学分析用的试样?

实验 1-2 水泥原料易磨性测定

物料的易磨性是表示物料被粉磨的难易程度的一种物理性质。物料的易磨性与物料的程度、硬度、密度、结构的均匀性、含水量、黏性、裂痕、表面形状等许多因素有关。

物料的易磨性原来一般采用相对易磨系数来表示。GB 9964—88 又规定了以粉磨功指数表示水泥原料的易磨性。

I 易磨系数测定

一、实验目的

掌握水泥原料易磨系数的测定原理和方法。

二、实验原理

将标准砂与被测物料在同样的磨制设备中,磨制同样的时间。分别测定其比表面积,两种被粉磨物料的比表面积值之比即为物料的相对易磨系数。计算公式如下:

$$K_m = S_0 / S_s$$

式中 K_m ——物料的相对易磨系数;

S_0 ——被测物料经过粉磨 t 时间后的比表面积, m^2/kg ;

S_s ——标准砂经过粉磨 t 时间后的比表面积, m^2/kg 。

几种典型物料的相对易磨系数见表 1-1。

表 1-1 几种典型物料的相对易磨系数

物料名称	K_m
立窑熟料	1.12
硬质石灰石	1.27
中硬石灰石	1.50
软质石灰石	1.70

相对易磨系数越大,物料越容易粉磨,磨机的产量越高,且磨得较细。

因为易磨系数的测定比较简单,所以还有不少水泥企业及其他有关行业采用这种方法。

三、实验器材

1. SM ϕ 500 mm \times 500 mm 试验小球磨机。
2. PF600 \times 100 颚式破碎机。
3. 电子秤:最大称量 2 000 g,精度 2 g。
4. DBT-127 勃氏比表面积仪。
5. 标准砂和水泥原料。

四、实验步骤

1. 取 500~2 000 g 标准砂,用试验小磨将其磨细,用比表面积仪测定磨后标准砂的比表面积,至比表面积为 300 m^2/kg 左右,记为 S_s ,并记录其粉磨时间 t 。
2. 将 500~2 000 g 水泥原料破碎成粒度 7 mm 以下的颗粒。
3. 将破碎后的水泥原料装入试验小磨中,磨制时间 t 与标准砂相同。
4. 用比表面积仪测定磨后水泥原料的比表面积 S_0 。

五、实验结果与分析

将实验结果记录于表 1-2 中。

表 1-2 易磨系数实验记录

原料名称	磨料量/g	磨制时间 t/min	比表面积/($\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$)	易磨系数 K_m
标准砂			$S_S =$	$K_m = S_0 / S_S =$
水泥原料			$S_0 =$	

II 粉磨功指数测定

一、实验目的

掌握粉磨功指数的测定原理和方法。

二、实验原理

粉磨功指数(BOD)是表示水泥原料及其混合料的易磨性的指数。其测定原理是物料经规定的磨机研磨至平衡状态后,以磨机每转生成的成品量计算粉磨功指数,用以表示物料粉磨的难易程度。

三、实验器材

1. 球磨机

(1) 规格: $\phi 305 \text{ mm} \times 305 \text{ mm}$ 。

(2) 转速:70 r/min。

(3) 研磨介质:滚珠轴承用球,重量不少于 19.5 kg。钢球级配,见表 1-3。

表 1-3 钢球级配

钢球直径/mm	36.5	30.2	25.4	19.1	15.9
个数	43	67	10	71	94
总数	285				

2. 标准筛

标准筛的规格尺寸见表 1-4。

表 1-4 标准筛规格

目数	6	8	10	12	16	20	24	28	35	50
筛孔尺寸/mm	3.15	2.5	2.0	1.6	1.25	0.90	0.80	0.63	0.50	0.355
用途	测试样用	试样粒度分析用								
目数	70	80	120	190	220	240	260	300	320	360
筛孔尺寸/mm	0.244	0.180	0.125	0.080	0.070	0.063	0.056	0.050	0.045	0.040
用途	试样粒度分析用				成品粒度分析用					水筛用

3. ZBSX-92A 标准筛振筛机

(1) 振动次数:221 次/分钟;

(2) 振击次数:147 次/分钟;

(3) 回转半径:12.5 mm。

4. 破碎机

PF600×100 颚式破碎机。

5. 称量设备

(1) 最大称量 2000 g,精度 2 g;

(2) 最大称量 100~200 g,精度 0.1 g。

6. 容重测定设备

四、实验步骤

1. 试样制备

(1) 将物料分别用颚式破碎机破碎,按粒度大小逐级调节颚板间距,每破碎一次,用 3.15 mm 筛筛分,取出大于 3.15 mm 的物料,反复送入破碎机内再进行破碎,直至全部通过 3.15 mm 筛。

(2) 将破碎后的物料放置恒温 105℃ 的电热干燥箱内烘干。

(3) 取破碎后经烘干的物料,或按设计配合比的混合料 10 kg 作为试样待用。

2. 实验步骤

(1) 将试样拌和均匀,取出约 500 g,用筛分法求粒度分布,以确定 0.080 mm 筛下百分含量及入磨物料的 80% 粒径。测定 700 mL 物料松散状态下试样质量。以 700 mL 物料松散状态下试样质量作为磨机的加料量。

(2) 平衡状态是指试验磨机每转产生的成品量误差小于 3%,循环负荷在 (250±5)% 范围内状态。平衡状态时成品质量按下式计算:

$$Q = W / (2.5 + 1)$$

式中 Q ——平衡状态时成品量, g;

W ——700 mL 试样质量, g。

将试样加入磨内,操作顺序见图 1-3。

(3) 第一次磨机转数取 100~300 转/分钟,软质易磨物料取低值,硬质难磨物料取高值。

(4) 待磨机转完预定的转数后,将磨内物料全部倒出,以 0.08 mm 筛进行筛分。称其筛上物料质量 A ,从总质量 W 减去筛上量求得筛下量 $(W-A)$ 。同时称量筛下量以检验与计算值 $(W-A)$ 间的误差,此误差不得大于 5 g。

(5) 从筛下量 $(W-A)$ 再减去试样带入的 0.08 mm 筛筛下物料量,求得试验磨机实际产量 B ,之后

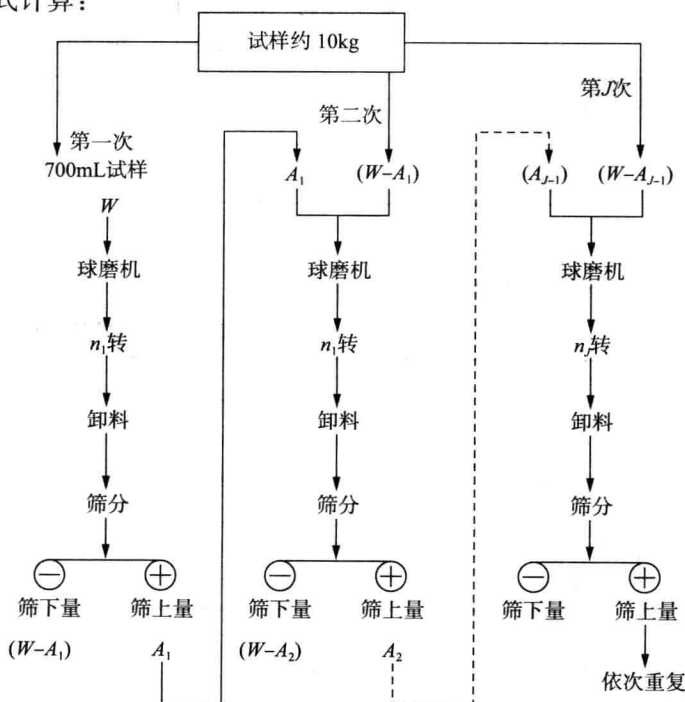


图 1-3 粉磨试验操作顺序

再求出磨机每转产品量 $G(\text{g/r})$ 。

(6) 从第 J 次操作所得 G 值除以第 $(J+1)$ 次操作需要新产生的产品量参考 Q 值,估算下一周期需要的磨机转数。

(7) 称取与 $(W-A)$ 相同质量的试样,连同 A 加入磨内,再进行粉磨。每次粉磨保持磨内有 W 量的试样。

(8) 重复第(4)~(7)条的操作,直至达到平衡状态,计算最后三次 G 平均值。三次中 G 的最大值和最小值之差不超过平均值的 3%。

(9) 将最后 2~3 周期所得之成品混合均匀,称取 100 g,用 0.04 mm 水筛在小于 0.01 MPa 水压下将细粉冲洗,收集筛上物烘干,再用成品粒度分析套筛筛分,以求得成品的 80% 粒径。

五、实验结果与分析

(1) 分别用粒径为横坐标,累计筛余百分数为纵坐标,在双对数坐标纸上作出入磨粒度与成品细度分布曲线,求出 F_{80} 与 P_{80} 。

(2) 粉磨功指数按下式计算:

$$W_i = \frac{44.5 \times 1.10}{P^{0.23} G^{0.82} \left(\frac{10}{\sqrt{P_{80}}} - \frac{10}{\sqrt{F_{80}}} \right)}$$

式中 W_i ——粉磨功指数, $\text{kW} \cdot \text{h/t}$;

P ——试验用成品筛的筛孔尺寸: $80 \mu\text{m}$;

G ——试验磨机每转产生的成品量, g/r ;

P_{80} ——成品 80% 通过的筛孔尺寸, μm ;

F_{80} ——入磨试样 80% 通过的筛孔尺寸, μm 。

(3) 结果表示。粉磨功指数书写时应注明成品筛孔尺寸,例如:

$$W_i = 12.5 \text{ kW} \cdot \text{h/t} \quad (P = 80 \mu\text{m})$$

六、思考题

1. 什么是粉磨的平衡状态? 如何调整使粉磨过程达到平衡状态?
2. 为什么待测料要预先粉碎成一定的粒度试样?
3. 粉磨功指数能否测定软质或韧性大的物料?

实验 1-3 黏土化学分析

黏土是硅酸盐工业的重要原料之一,水泥生产所用黏土是普通常见的黏土,其化学成分大致如下:

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	R_2O
50%~69%	11%~25%	5%左右	5%左右	3%左右	4%左右

陶瓷所用黏土是有特殊要求的,往往要求铝含量高,铁含量很低。

在水泥、陶瓷生产中,黏土分析通常以容量分析为主。经典的分析方法常常因为操作繁

复、分析时间长难以在生产中应用,但在某些特定情况下,如制备标准物质及作精确分析时仍然使用。本实验采用如下方法(此方法也适用于高岭土、膨润土、火山灰、粉煤灰等原料的化学成分分析)。

一、实验目的

1. 了解黏土各化学成分测定的原理。
2. 掌握黏土化学成分测定的方法。

二、实验器材

1. 箱式电阻炉:最高使用温度不低于 1 000℃。
2. 电热鼓风干燥箱:能使温度控制在(105±5)℃。
3. 电子天平:称量 100 g,感量 0.1 mg。
4. 分析纯氢氧化钠、氯化钾、盐酸、硝酸、乙醇。
5. 氟化钾溶液(150 g/L)。
6. 氟化钾溶液(20 g/L)。
7. 氯化钾溶液(50 g/L)。
8. 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)。
9. 氢氧化铵溶液(1+1)。
10. 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.3)。
11. 三乙醇胺溶液(1+2)。
12. 氢氧化钾溶液(200 g/L)。
13. 铵-氯化铵缓冲溶液(pH10)。
14. 苦杏仁酸溶液(50 g/L)。
15. 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)。
16. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.15 mol/L)。
17. 硫酸铜标准滴定溶液(0.015 mol/L)。
18. EDTA 标准滴定溶液(0.015 mol/L)。
19. 酚酞指示剂溶液(10 g/L)。
20. 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L)。
21. PAN 指示剂溶液(2 g/L)。
22. CMP 混合指示剂。
23. 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B(1+2.5)混合指示剂。
24. 其他:银坩埚、容量瓶、干燥器、酸碱滴定管等。

三、测定步骤

1. 试样溶液的制备

- (1) 方法:氢氧化钠熔融分解试样。
- (2) 测定步骤

准确称取约 0.5 g 已在 105~110℃烘过 2 h 的试样置于银坩埚中,加入 7~8 g 氢氧化钠,

盖上坩埚盖(应留有一定缝隙)。放入已升温至 400℃ 的高温炉中,继续升温至 650~700℃ 后,保温 20 min(中间可摇动熔融物一次)。取出坩埚,冷却后,放入盛有 100 mL 的热水烧杯中,盖上表面皿,适当加热,待熔融物完全浸出后取出坩埚,用热水和盐酸(1+5)洗净坩埚及盖,洗液并入烧杯中。然后一次加入 25 mL 盐酸,立即用玻璃棒搅拌,加入数滴硝酸,加热煮沸,将所得澄清溶液冷却至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,此溶液可供测定硅、铝、铁、钙、镁之用。

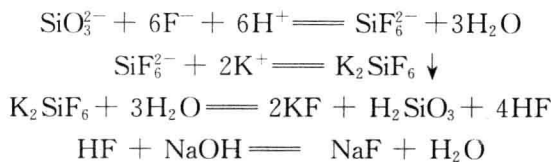
(3) 注意事项

黏土因吸水性很强,称样应采取差减法,即在称量盘上称取试样后,立即倒入银坩埚内,可轻轻敲击称量盘,但不要毛刷刷称量盘,然后再称量空盘,两次质量之差即为试样的质量。

2. 二氧化硅测定

(1) 测定基本原理

氟硅酸钾容量法测定二氧化硅是依据硅酸在有过的氟离子和钾离子存在下的强酸性溶液中,能与氟离子作用形成氟硅酸离子 $[\text{SiF}_6]^{2-}$,并进而与钾离子作用生成氟硅酸钾(K_2SiF_6)沉淀。该沉淀在热水中水解并相应生成等当量的氢氟酸,因而可用氢氧化钠溶液进行滴定,借以求得样品中的二氧化硅含量。其反应方程式如下:



(2) 测定步骤

吸取 50 mL 上述制备好的试样溶液,放入 300 mL 塑料杯中,加入 10 mL 硝酸,冷却片刻。然后加入 10 mL 的氯化钾溶液(150 g/L),搅拌,再加入氯化钾,搅拌并压碎不溶颗粒,直至饱和。冷却,并静置 15 min。用快速滤纸过滤,塑料杯与沉淀用氯化钾溶液(50 g/L)洗涤 2~3 次。将滤纸连同沉淀置于原塑料杯中,沿杯壁加入 10 mL 的氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)及 1 mL 的酚酞指示剂溶液(10 g/L),用氢氧化钠溶液(0.15 mol/L)中和未洗净的酸,仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁,直至酚酞变红(不记读数)。然后加入 200 mL 沸水(沸水应预先用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色),以氢氧化钠标准滴定溶液(0.15 mol/L)滴定至微红色(记下读数)。

(3) 试样中二氧化硅的质量百分数按下式计算:

$$X_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V \times 5}{m \times 1000} \times 100\%$$

式中 T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数,mg/mL;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m ——试料的质量,g。

(4) 二氧化硅测定过程中应注意的事项

① 从上述反应方程可看出,要使反应进行完全,首先应把不溶性二氧化硅转变为可溶性的硅酸,其次要保证溶液有足够的酸度,还必须有足够过量的氟和钾离子存在。

② 分解试样所用酸的类型。分解试样最好使用硝酸,因为用硝酸分解样品不易析出硅酸