

水泥工艺学实验

中等专业学校教学用书

水泥工艺学实验

水泥工艺学实验教材选编小组编

只限学校内部使用



中国工业出版社

前 言

本书是按建筑工程部关于选编教材的指示，以1960年3月由淄博、沈阳、洛阳、上海四个建筑材料工业专科学校共同拟定的“胶凝材料工艺实验教学大纲”为主要依据，并参考了水泥国家标准与技术条件、水泥生产检验（第二卷）、胶凝物质及其制件工艺学实验、南京化工学院和华南化工学院的水泥实验讲义、水泥研究报告集以及工艺岩石学基础等书籍编写而成。

本书的编写是在淄博建筑材料工业专科学校党委的直接领导下由淄博建筑材料工业专科学校、沈阳建筑工业专科学校、上海建筑材料工业专科学校、洛阳建筑材料工业专科学校、南京建筑工程学校、陕西省建筑工程学校共同负责编写的。

本书内容以水泥的检验为主，但也编入了有关胶凝材料的基本检验方法。

由于时间仓促，编选人员的水平有限和所掌握的资料不多，故难免有错误和不当之处，希各采用本书的学校给予指正和批评，以便再版时修改。

编 者

1961年5月25日

000936

目 录

总 论

第一章 水泥及其主要原料之化学成分的测定

| | |
|-------------------------------|----|
| 第一节 硅酸盐水泥的化学分析 | 9 |
| 1. 附着水的测定 | 10 |
| 2. 烧失量的测定 | 11 |
| 3. 不溶物的测定 | 12 |
| 4. 二氧化硅的测定 | 13 |
| 5. 三氧化二物 (R_2O_3) 的测定 | 18 |
| 6. 矿渣硅酸盐水泥中氧化亚锰的测定 | 20 |
| 7. 氧化钙的测定 | 24 |
| 8. 氧化镁的测定 | 27 |
| 9. 矿渣硅酸盐水泥中氧化亚铁 (FeO) 的测定 | 29 |
| 10. 氧化铁的测定 | 30 |
| 11. 氧化铝的测定 | 36 |
| 12. 三氧化硫的测定 | 36 |
| 13. 矿渣硅酸盐水泥中硫化物硫的测定 | 37 |
| 14. 水泥中游离氧化钙的测定 | 40 |
| 第二节 粘土的化学分析 | 49 |
| 1. 附着水的测定 | 50 |
| 2. 烧失量的测定 | 50 |
| 3. 二氧化硅的测定 | 50 |
| 4. 三氧化二物的测定 | 50 |
| 5. 氧化钙的测定 | 50 |
| 6. 氧化镁的测定 | 50 |
| 7. 氧化铁的测定 | 50 |

| | |
|------------------------------|-----------|
| 8. 氧化鋁的測定 | 50 |
| 9. 三氧化硫的測定 | 50 |
| 10. 礆金屬的測定 | 51 |
| 第三节 石灰石的化学分析 | 56 |
| 1. 附着水分的測定 | 56 |
| 2. 燒失量的測定 | 56 |
| 3. 二氧化硅的測定 | 57 |
| 4. 三氧化二物的測定 | 59 |
| 5. 氧化鈣的測定 | 60 |
| 6. 氧化鎂的測定 | 61 |
| 7. 氧化鐵的測定 | 64 |
| 8. 氧化鋁的測定 | 68 |
| 第四节 水泥生料中碳酸鈣或石灰石含量的測定 | 68 |
| 第五节 水泥中混合材料摻加量的測定 | 78 |
| 1. 水泥中硅酸混合材料的測定 | 78 |
| 2. 水泥中粒狀高爐礦渣混合材料的測定 | 82 |
| 3. 水泥中碳酸鹽混合材料的測定 | 84 |

第二章 混合材料活性的測定

| | |
|-------------------------------|-----------|
| 第一节 火山灰質混合材料活性的測定 | 84 |
| 1. 石灰吸收值測定方法 | 85 |
| 2. 火山灰質混合材料中可溶硅酸的測定(碳酸鈉溶液浸析法) | 91 |
| 第二节 火山灰質混合材料中可溶性氧化鋁的測定 | 94 |
| 第三节 高爐礦渣活性的測定 | 97 |
| 1. 岩相分析法 | 97 |
| 2. 化学方法 | 98 |

第三章 水泥的物理-机械試驗方法

| | |
|-------------------------|------------|
| 第一节 取样 | 100 |
| 第二节 水泥細度和比表面积的測定 | 101 |

| | | |
|------|------------------|-----|
| 第三节 | 比重的测定 | 112 |
| 第四节 | 容重的测定 | 116 |
| 第五节 | 生料浆和水泥浆流动度的测定 | 119 |
| 第六节 | 水泥净浆标准稠度和凝结时间的测定 | 123 |
| 第七节 | 水泥体积安定性的测定 | 130 |
| 第八节 | 水泥强度的测定 | 133 |
| 第九节 | 收缩与膨胀的测定 | 152 |
| 第十节 | 水泥泌水性和保水性的试验 | 158 |
| 第十一节 | 耐磨损性的试验 | 160 |
| 第十二节 | 抗冻性的试验 | 164 |
| 第十三节 | 抗冲击性能试验 | 167 |
| 第十四节 | 气硬性石灰的试验 | 170 |
| | 1. 试样的准备 | 170 |
| | 2. 消化速度和消化温度的测定 | 171 |
| | 3. 石灰产浆量的测定 | 172 |
| | 4. 未消化颗粒含量的测定 | 173 |
| | 5. 石灰浆容重的测定 | 173 |
| | 6. 强度的测定 | 173 |
| | 7. 磨细未消化石灰的试验 | 174 |
| 第十五节 | 石膏胶凝物质的试验 | 175 |
| | 1. 平均试样的采取 | 175 |
| | 2. 标准稠度和凝结时间的测定 | 176 |
| | 3. 体积变化均匀性的试验 | 177 |
| | 4. 强度试验 | 178 |
| | 5. 硬化时体积变化的测量 | 180 |
| | 6. 耐水性的测定 | 181 |
| 第十六节 | 苛性菱铁矿的试验 | 183 |
| | 1. 标准稠度和凝结时间的测定 | 183 |
| | 2. 体积变化均匀性的试验 | 183 |
| | 3. 强度试验 | 183 |

第四章 水泥的物理化学試驗方法

| | |
|--|-----|
| 第一节 水泥水化速度的測定 | 184 |
| 1. 測定結合水法 | 187 |
| 2. 測定硬化时生成的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 的方法 | 190 |
| 3. 測定硬化热的方法 | 191 |
| 4. 測定比重的方法 | 191 |
| 5. 岩相分析法 | 191 |
| 第二节 水泥硬化热的測定 | 194 |
| 第三节 水泥抗蝕性試驗 | 207 |

第五章 岩相分析

| | |
|---------------------------------|-----|
| 第一节 显微镜的构造与使用法 | 215 |
| 第二节 磨片的制备 | 218 |
| 第三节 矿物的鑑定 | 220 |
| 第四节 水泥的矿物組成及其水化产物的特征 | 233 |
| 1. 硅酸盐水泥矿物的特征 | 233 |
| 2. 矾土水泥矿物的特征 | 236 |
| 3. 高炉矿渣的矿物特征 | 240 |
| 4. 硅酸盐水泥水化产物的結晶性质 | 242 |
| 5. 矾土水泥中矿物的水化产物的結晶性质 | 243 |
| 6. 石膏的結晶性质 | 244 |
| 第五节 浸入法及其标本的制备 | 245 |
| 第六节 在反射光中的岩相分析 | 249 |
| 第七节 用偏光显微镜快速測定熟料中游离氧化鈣的方法 | 252 |
| 参 考 資 料 | 258 |

总 論

一、課程的任务

随着国民經济的发展，胶凝材料的需要量愈来愈多。其中水泥与鋼鉄、木材同为基本建設的主要材料，在工业厂房与构筑物等的建筑、农田水利建設、城乡人民住宅的建筑以及国防和交通运输等方面的需要量都很大。为了保証水泥及其它胶凝材料的生产过程正常进行，生产出质量优良的产品，必須对其原料、燃料、半成品和成品系統地进行质量檢查和生产控制。

工厂實驗室应对全厂的产品质量进行监督与檢查。實驗室的工作人員应具有一定的檢驗知識及实际的檢驗技能与技巧。学习水泥工艺学實驗的目的是使学生掌握水泥工厂的生产控制和质量檢查所必需的檢驗知識，并培养其具有一定的操作能力。为此学习本課程后应达到以下要求：

1. 学生应基本了解实验仪器和设备的构造和操作原理，并掌握其使用和維護方法。

2. 学生应掌握各項实验的主要內容与实验方法。

二、化学分析与物理檢驗总則

水泥及其它胶凝材料的质量檢驗法在我国均有国家标准或技术条件作为依据。近几年来特别是大跃进以来，在党的正确领导下，工人及工厂工作人員坚持政治掛帅，开动脑筋，开展了大鬧技术革命和技术革新运动，因而在实验仪器和实验方法上，創造了不少的新經驗。但由于時間仓促，未来得及多方面搜集資料，故本书仅能摘要介紹国家标准和一

般常用的仪器及实验方法。

1. 化学分析标准方法总则①：

1) 称取水泥石样时应准确到0.0002克；试剂的用量与分析步骤应严格按照标准方法的规定进行。

2) 化学分析所用的水应为蒸馏水，所用试剂应为化学纯或保证试剂；对于蒸馏水或试剂如有怀疑时，应进行鉴定。

3) 在进行化学分析时，天平应精确至0.0002克，砝码应进行校正。

4) 分析时所用的容量器皿，应进行校正。

5) 除水分及烧失量外，其它每项测定必须进行空白试验。

2. 物理检验标准方法总则②：

1) 送至检验室的试样，在检验前，应原封不动地放于干燥的处所。如原送样的容器已受潮或破损，必须将水泥另装入干燥的容器内加以密封。原容器的种类与情况，应记入记录本中。

2) 在检验前，须将试样充分拌和，并用每平方厘米64孔筛过筛一次。称量筛余物（称后可弃掉），计算它在试样内的百分数。筛余百分数及其性质（结块、金属块、木屑等）应记入记录本中。

3) 在检验前，一切检验用的材料（水泥、砂子、水等），均应保持在检验室温度范围内（ $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）。检验室温度应每日检查，并记入记录本中。

① 根据建筑材料标准102-56。

② 根据建筑材料标准103-56。

4) 檢驗時，必須用潔淨的淡水（飲用水）。

5) 檢驗時，不得用鋁制或鋅制的模型、鉢器、匙具等。

三、樣品的準備和取樣方法

樣品的準備，其重要性並不次于分析檢驗等工作；但是人們往往草率從事不予以足夠的重視。這樣就會造成惡劣的後果，使所作的分析失掉任何意義。

必須使所作的分析結果能準確地代表該批試驗物料的性質，並應對分析所用的樣品進行適當的處理，以滿足分析操作上的要求。

如果物料是粉末狀態或很容易製成粉末狀態時，取樣並不特別困難。一般說來，從大量的物料中（自車廂或船艙）取樣的情況是很少的，在這種情況下，必須遵守採取平均樣的規則：自船艙取樣時，應在卸貨時用鏟子由吊斗中取出，在車廂中則用取樣器採取。取平均試樣，通常採用四分法進行，其縮分手續為：將大塊物料粗碎、仔細混合均勻、堆成一堆，並用十字形分樣板分為四分。自四分中選取其中對角的两分，再用同樣方法繼續進行分選，直至所得樣品的重量達到所需重量為止。然後置于玻璃瓶中，蓋緊塞，準備供分析檢驗之用。

平時，我們所用的往往是已經製備好的、重約數克或數百克的樣品，這樣就只需製備分析所需數量即可。一般說來，應將全部樣品磨細，並使其全部細粉通過每平方厘米4900孔的篩子，然後分選出一分以供分析之用。上述簡單操作並不常常是容易做的，但絕不能放棄不作，否則就會產生誤差。

關於具體的取樣方法和所取數量，在講每項實驗時將分別敘述。

第一章 水泥及其主要原料

之化学成分的测定

分析試样的采取①

送到化驗室的試样，应装入带有磨口塞的玻璃瓶內，瓶口加蜡封閉。試样重量不得少于200克。檢驗时将試样均匀拌和，并用四分法縮減至25克（将拌和过的試样置于一張光滑紙上，用紙板輕压水泥，使試样成圓形，用相互垂直的二直綫，將圓形分成四等分，將相对的两扇形水泥合在一起，移至另外一張光滑紙上。如是反复操作，直到試样縮減至25克为止），然后放在磁乳鉢中研磨，至其粉末全部通过4,900孔篩，再將試样儲存在带有磨口塞的玻璃瓶中。称取水泥試样前，玻璃瓶中的試样应先用牛角匙攪拌，然后取出放在瑪瑙研鉢中，研細成微細粉末，通过10,000孔篩为止。研好的水泥装入带有磨口塞的称量瓶中。

第一节 硅酸盐水泥的化学分析②

硅酸盐水泥的化学分析通常测定以下各成分：附着水、燒失量、不溶物、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 SO_3 及游离氧化鈣。其它組分（礞、氧化亚錳、氧化亚鉄和二氧化鈦等）的含量則按需要进行测定。分析順序为： $\text{SiO}_2 \rightarrow \text{R}_2\text{O}_3$ （ $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ ） $\rightarrow \text{CaO} \rightarrow \text{MgO} \rightarrow \text{SO}_3$ 。其它項目单独取

①、根据建筑材料标准102-56。

②、硅酸盐水泥的化学分析系以建筑材料标准102-56为基础，并适当增添了某些常用的試驗方法及快速法。

样测定。

1. 附着水的测定

附着水是由于水泥粉表面吸附空气中的水分而引起的，其含量是变动的。試样的这种湿度的变化不仅影响到附着水的百分含量，同时也影响到其他組分的百分含量。因此在表示各組分的含量时，必須注明它們的附着水含量。水泥的分析常用在105—110°C下干燥的水泥試样为基准来表示百分組成，因为这样的組成不因湿度的变化而改变，而实验时采用的試样是风干状态，所以必須首先测定附着水，然后在計算每一組分的百分含量时按照附着水的百分含量加以換算^①。

分析步骤：

称取水泥試样約1—2克，放入預先已烘干至恒重并带有磨口塞的称量瓶中。将瓶放在105—110°C的干燥箱中（称量瓶在干燥箱中应开着盖，盖同称量瓶并列放置），烘3小时^②。然后用带有胶皮端的鉗子将称量瓶由干燥箱中取出，加盖（但不應盖得太紧）。在干燥器中冷却至室溫（一般約需20分钟左右），将称量瓶紧密盖好，称其重量。然后再放入干燥箱中，烘1小时^③，用同样方法冷却称量，直至达到恒重为止。

附着水分的百分重量，按下式計算：

- ① 按照建筑材料标准102-56的規定，所用的試样系风干样。在化驗技术熟练的情况下，使用风干样所得的結果是較为准确的。不过在实验室中除做附着水的测定使用风干样外，习惯上在进行其他成分的分析时均用干燥样，特此說明。
- ② 根据建筑材料标准102-56規定烘3小时，但在作实验时，可根据具体情况适当掌握。
- ③ 根据建筑材料标准102-56規定烘1小时，在进行实验时，可具体掌握。

$$\text{附着水分}\% = \frac{(G - G_1) \times 100}{G}$$

式中 G ——干燥前水泥试样重量(克);

G_1 ——干燥后水泥试样重量(克)。

2. 烧失量的测定

烧失量是由于在高温下,失去化合水和碳酸盐、硫酸盐以及有机物分解而造成。水泥的烧失量以在950—1000°C的高温下所减少的重量占原重量的百分率表示。按照我国建筑材料标准101-56规定硅酸盐水泥的烧失量不得超过5%^①,而矿渣硅酸盐水泥和火山灰质硅酸盐水泥的烧失量不做规定^②。这是因其掺加混合材的性质和数量不同之故。矿渣硅酸盐水泥在1000°C以上灼烧,烧失量急增,其原因是硫酸盐或硫化物分解所致;此外灼烧后的重量往往有增加的现象,因为在水泥烧成或加入的矿渣中,如果有低价氧化铁(FeO)存在,则在灼烧时转变为高价氧化铁(Fe₂O₃),故灼烧后的重量反而增加。

分析步骤:

称取水泥试样约1克,装入已经灼烧至恒重的磁坩埚或铂坩埚中,将盖斜置于坩埚上,从低温升起,在950—1000°C温度下灼烧15—30分钟。取出,冷却后称量。如此反复灼烧、称量,至达恒重为止。

烧失量的百分重量按下式计算:

$$\text{烧失量}\% = \frac{(G - G_1) \times 100}{G}$$

式中 G ——灼烧前水泥重量(克);

① 立窑制造的硅酸盐水泥的烧失量可允许达到7%。

② 矿渣水泥不测定烧失量。

G_1 ——灼燒后水泥重量(克)。

3. 不溶物的測定

水泥經一定濃度的鹽酸、碳酸鈉溶液處理后，常有不溶物出現。不溶物的成分主要為游離二氧化矽。在水泥熟料中，不溶物大多是由粘土中帶入的晶質石英，雖經高溫煅燒，仍有一小部分不起化合作用，而呈游離狀態存在。

鹼液溶解方法測定不溶物的要點是將試樣先經鹽酸處理后，將可溶物全部溶解，為了避免部分二氧化矽呈凝膠狀態析出，所以再用檢液處理，使成硅酸鈉而溶下，游離二氧化矽仍留在溶液中，經過灼燒后，便得不溶物。

對於含有火山灰質及酸性礦渣的水泥不作此項測定。

試劑：

1) 鹽酸(比重1.19)；

2) 鹽酸(比重1.19)1:9溶液；

3) 5%碳酸鈉溶液：將50克化學純無水碳酸鈉溶解于1升水中；

4) 1%硝酸銀溶液：將1克硝酸銀溶于90毫升水中、加入5—10毫升硝酸(比重1.42)裝入棕色玻璃瓶中。

分析步驟：

稱取水泥試樣約1克，放入容積為150毫升的燒杯中，注入約25毫升水及5毫升鹽酸(比重1.19)。用玻璃棒壓碎塊狀物并攪拌之，再加水稀釋至50毫升。將燒杯用表面皿蓋好，置于沸水浴上15分鐘，用中密濾紙過濾，以熱水洗滌至氯根反應消失為止(用硝酸銀溶液試驗)。將沉淀和濾紙一并移入原燒杯中，在攪拌下往燒杯中注5%碳酸鈉熱溶液30毫升。用表面皿將燒杯蓋好，立即置于沸水浴上，加熱15分鐘(由加碳酸鈉時算起)。用密濾紙過濾并用熱水將沉淀洗

滌5—6次，然后用10—12滴盐酸溶液（1:9）潤湿之，再用热水洗至氯根反应消失为止。将殘渣及滤紙一并移入已达恒量的鉑坩鍋或磁坩鍋中，再在溫度为950—1000°C的噴灯上或高溫炉內灼燒15分钟^①，冷却称量。反复灼燒直至恒重。

不溶物的百分重量依下式計算：

$$\text{不溶物}\% = \frac{G_1 \times 100}{G}$$

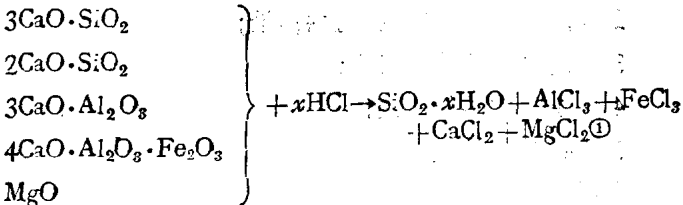
式中 G_1 ——灼燒后不溶物的重量（克）；

G ——水泥試样重量（克）。

4. 二氧化硅的測定

硅酸盐在强酸作用下的分解能力，主要决定于其中二氧化硅的百分含量以及与它化合的金属氯化物的溶解度；二氧化硅含量越多，就越难用酸分解。反之，金属氧化物含量越大，以及这些氧化物的硷性越强，硅酸盐就越容易分解。例如：硅酸钠易溶于水；硅酸鈣不溶于水，但易溶于酸，而硅酸鋁則多半不在酸中分解。

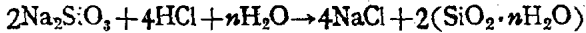
不含任何混合材的硅酸盐水泥和以硷性矿渣为混合材的硅酸盐水泥，能够被盐酸溶解，所以用盐酸与其作用可得到硅酸和氯化物。



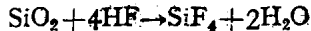
① 按建筑材料标准 102-56 規定灼燒15分钟，也可适当放长到20—30分钟。

② 这个反应式只能說明反应后生成些什么物质，不能严格地說明数量間的关系。

对于以酸性氧化物为混合材的水泥，例如：火山灰质硅酸盐水泥，则用盐酸不能溶解。所以首先必须向水泥试样中加碳酸钠熔融，得到硅酸钠，用盐酸把熔融物分解，此时便析出硅酸：



硅酸常呈胶体细颗粒状，不易过滤，故需干涸使之凝聚长大，然后，将用不同方法得到的硅酸滤出，灼烧之后即变成 SiO_2 。此 SiO_2 沉淀一般夹杂有铝、铁、钛的氧化物。沉淀经 H_2SO_4 和 HF 的混合物处理则可测得 SiO_2 的精确含量。 HF 和 SiO_2 化合生成挥发性的化合物 SiF_4 。



沉淀中夹杂的其它氧化物则变成硫酸盐，在灼烧时又变成氧化物，它们不与 HF 起作用。这样在用氟氢酸处理前后的重量差就可求得 SiO_2 的重量。

不含任何混合材料的

硅酸盐水泥和以碱性矿渣为混合材料的

矿渣硅酸盐水泥（如炼铁矿渣）中二氧化硅的测定

试剂：

- 1) 盐酸（比重1.19）；
- 2) 硫酸（比重1.84）1:4溶液；
- 3) 硝酸（比重1.42）；
- 4) 1%硝酸银溶液；
- 5) 40%氟氢酸。

分析步骤：

称取水泥试样约0.4克，放入磁蒸发皿中，加水约10毫升，盖上表面皿，在搅拌下加盐酸10毫升（比重1.19）。待充分溶解后，以少量水冲洗皿壁，然后放在水浴上蒸干，直

至无盐酸气味后取下，冷却，压碎残渣，用3—4毫升浓盐酸润湿，盖好表面皿，放置5分钟。再冲入热蒸馏水30毫升，搅拌均匀，再将盖盖好，在水浴上加热10分钟，待溶液澄清后，用中密滤纸过滤。滤液收集于烧杯中，使沉淀尽量留于蒸发皿中，洗涤两三次后，再把沉淀倒入滤纸中，用热水充分洗涤，至氯根反应消失为止（用硝酸银溶液试验），然后在沉淀上加数滴硫酸（1:4）。

将烧杯中的滤液，移至蒸发皿中。在水浴上蒸干后，取下放入干燥箱中，在 110°C 左右的温度下烘1小时，然后取出，冷却。再用浓盐酸润湿，盖好表面皿。5分钟后，加入30毫升热水，以中密滤纸过滤，用热水冲洗，仔细用胶头扫棒擦蒸发皿，洗至无氯根反应为止。再于沉淀上加数滴硫酸（1:4）。保存滤液及洗液，以供检验三氧化二物之用。将两次所得的二氧化硅的沉淀，连同滤纸一并移入经过灼烧至恒重的铂坩埚（或磁坩埚）中。将盖斜置于坩埚上，先以低温灰化，然后再升高温度至 $950-1000^{\circ}\text{C}$ ，在此高温下灼烧25分钟，冷却，称量；再在高温下灼烧，冷却，称量至恒重为止。坩埚所增加的重量，即为二氧化硅及一部分夹杂物（氧化铝、氧化铁及其它）的重量。

为得到二氧化硅的确实重量，在坩埚中加几滴水润湿，并加入1—2滴硫酸和5—7毫升氢氟酸^①。将坩埚移至砂浴上，慢慢蒸干，至无硫酸蒸气放出为止。经过以上处理后，把坩埚放在 $950-1000^{\circ}\text{C}$ 的温度下灼烧10分钟，然后放入干燥器内，冷却，称量。如此反复灼烧至达恒重。如残渣超过0.5%时，则需将残渣用0.2克碳酸钠进行熔融，然后将熔

① 如使用磁坩埚，则需作空白试验，以资对比。