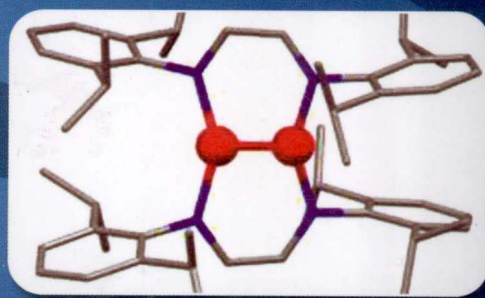
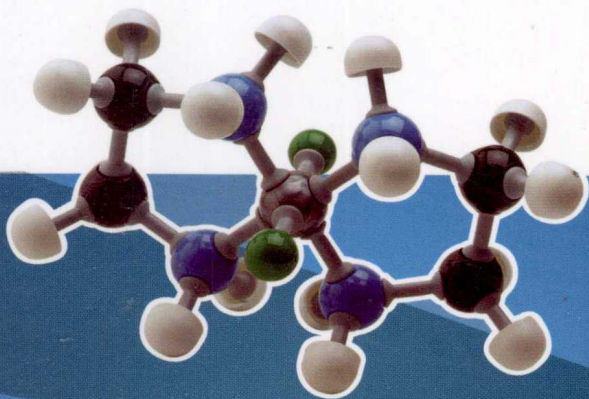


材料科学与工程实验系列教材

总主编 崔占全 潘清林 赵长生 谢峻林
总主审 王明智 翟玉春 肖纪美



无机胶凝材料与耐火材料实验教程

主 编 杨力远 南雪丽

荟材料实验之经典 拓学生创新之潜力

数十所高校参与、多家出版社联合打造
材料科学与工程实验教学研究会倾力推荐

哈尔滨工业大学出版社
国防工业出版社

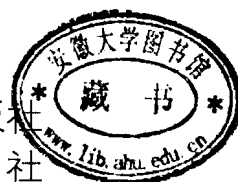
北京大学出版社
冶金工业出版社

材料科学与工程实验系列教材

无机胶凝材料与耐火材料实验教程

主 编 杨力远 南雪丽
副主编 毋雪梅 张佩聪

哈尔滨工业大学出版社
北京 大学 出版社
国防工业出版社
冶金工业出版社



内 容 提 要

本书选编了包括石灰与石膏、水泥、混凝土与制品、耐火材料共四章 78 个工艺实验。实验分类为基础型实验、应用型实验和综合(创新)型实验,着重介绍了相关无机非金属材料工艺制备、性能检测和科研创新过程中重要参数的测定方法与研究路线等内容。

本书可作为高等学校无机非金属材料专业的教材和教学参考书,也可供从事与无机非金属材料有关的科研、生产、检验等各类工程技术人员参考。

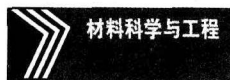
图书在版编目(CIP)数据

无机胶凝材料与耐火材料实验教程/杨力远,南雪丽主编. —哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,2012.4

ISBN 978-7-5603-3515-5

I. ①无… II. ①杨… ②南… III. ①无机材料:胶凝材料—教材②无机材料:耐火材料—教材 IV. ①TQ177②TQ175

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 044498 号



责任编辑 范业婷
出版发行 哈尔滨工业大学出版社
社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006
传 真 0451-86414749
网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>
印 刷 哈尔滨工业大学印刷厂
开 本 787mm×1092mm 1/16 印张 19 字数 430 千字
版 次 2012 年 4 月第 1 版 2012 年 4 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-5603-3515-5
定 价 38.00 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

序 言

近年来,我国高等教育取得了历史性突破,实现了跨越式的发展,高等教育由精英教育变为大众化教育。以国家需求与社会发展为导向、走多样化人才培养之路是今后高等教育教学改革的一项重要内容。

作为高等教育教学内容之一的实验教学,是培养学生动手能力、分析问题及解决问题能力的基础,是学生理论联系实际的纽带和桥梁,是高等学校培养创新开拓型和实践应用型人才的重要课堂。因此,实验教学及国家级实验示范中心建设在高等学校建设中至关重要,在高等学校人才培养计划中亦占有极其重要的地位。但长期以来,实验教学存在着以下弊病:

1. 在高等学校的教学中,存在重理论轻实践的现象,实验教学长期处于从属理论教学的地位,大多没有单独设课,忽视对学生能力的培养。

2. 实验教师队伍建设落后,师资力量匮乏,部分实验教师由于种种原因而进入实验室,且实验教师知识更新不够。

3. 实验教学学时有限,且在教学计划中实验教学缺乏系统性,为了理论教学任务往往挤压实验教学课时,实验教学没有被置于适当的位置。

4. 实验内容单调,局限在验证理论;实验方法呆板、落后,学生按照详细的实验指导书机械地模仿和操作,缺乏思考、分析和设计过程,被动地重复几年不变的书本上的内容,整个实验过程是教师抱着学生走;设备缺乏且陈旧,组数少,大大降低了实验效果。

5. 实验室开放程度不够,实验室的高精尖设备学生根本没有机会操作,更谈不上学生亲自动手及培养其分析问题与解决问题的能力。

“百年大计,教育为本;教育大计,教师为本;教师大计,教学为本;教学大计,教材为本。”有了好的教材,就有章可循,有规可依,有鉴可借,有路可走。师资、设备、资料(首先是教材)是高等学校的三大教学基本建设。

为了落实教育部“质量工程”及“卓越工程师”计划,建设好材料类特色专业与国家级实验示范中心,促进“十二五”期间我国材料科学与工程专业实验教学的建设,为我国培养出更多符合建设“创新型国家”需求的合格毕业生,国内涉及材料科学与工程专业实验教学的40余所高校及四家出版社100多名专家、学者,于2011年1月成立了“材料科学与工程实验教学研究会”。“研究会”针对目前国内材料类实验教学的现状,以提升材料实验教学能力和传输新鲜理念为宗旨,团结全国高校从事材料科学与工程类实验教学的教师,共同研究提高我国材料科学与工程类实验教学的思路、方法,总结教学经验;目标是,精心打造出一批形式新颖、内容权威、适合时代发展的材料科学与工程系列实验教材,并经过几年的努力,成为优秀的精品教材。为此,成立“实验系列教材编审委员会”,并组

成以国内有关专家、院士为首的高水平“实验系列教材总编审指导委员会”，其任务是策划教材选题，审查把关教材总体编写质量等；还组成了以教学第一线骨干教师为首的“实验系列教材编写委员会”，其任务是，提出、审查编写大纲，编写、修改、初审教材等。此外，哈尔滨工业大学出版社、北京大学出版社、国防工业出版社、冶金工业出版社组成了“实验系列教材出版委员会”，协调、承担本实验教材的出版与发行事宜等。

为确保教材品位、体现材料科学与工程实验教材的国家级水平，“编委会”特意对培养目标、编写大纲、书目名称、主干内容等进行了研讨。本系列实验教材的编写，注意突出以下特色：

1. 实验教材的编写与教育部专业设置、专业定位、培养模式、培养计划、各学校实际情况联系在一起；坚持加强基础、拓宽专业面、更新实验教材内容的基本原则。

2. 实验教材的编写紧跟世界各高校教材编写的改革思路，注重突出人才素质、创新意识、创造能力、工程意识的培养，注重动手能力、分析问题及解决问题能力的培养。

3. 实验教材的编写与专业人才的社会需求联系在一起，做到宽窄并举，教材编写充分听取用人单位专业人士的意见。

4. 实验教材的编写突出专业特色，内容深浅度适中，以编写质量为实验教材的生命线。

5. 实验教材的编写注重处理好该实验课与基础课之间的关系，处理好该实验课与其他专业课之间的关系。

6. 实验教材的编写注意教材体系的科学性、理论性、系统性、实用性，不但要编写基本的、成熟的、有用的基础内容，同时也要将相关的未知问题体现在教材中，只有这样才能真正培养学生的创新意识。

7. 实验教材的编写要体现教学规律及教学法，真正编写出教师及学生都感觉得心应手的教材。

8. 实验教材的编写要注意与专业教材、学习指导、课堂讨论及习题集等的成龙配套，力争打造立体化教材。

本材料科学与工程实验系列教材，从教学类型上可分为：基础入门型实验，设计研究型实验，综合型实践实验，软件模拟型实验，创新开拓型实验。在教材题目上，包括材料科学基础实验教程，材料科学与工程实验教程（金属材料分册），材料科学与工程实验教程（高分子分册），材料科学与工程实验教程（焊接分册），材料成型与控制实验教程（塑性成形分册），材料成型与控制实验教程（液态成形分册），超硬材料及制品专业实验教程，腐蚀科学与工程实验教程，表面工程实验教程，金属学与热处理实验教程，金属材料塑性成形实验教程，工程材料实验教程，机械工程材料实验教程，材料现代分析测试实验教程，材料物理与性能实验教程，高分子材料实验教程，陶瓷材料实验教程，无机胶凝材料与耐火材料实验教程等一系列实验教材。在内容上，每个实验包含实验目的、实验原理、实验设备与材料、实验内容与步骤、实验注意事项、实验报告要求、思考题等内容。

本实验系列教材由崔占全（燕山大学）、潘清林（中南大学）、赵长生（四川大学）、谢峻林（武汉理工大学）任总主编；王明智（燕山大学）、翟玉春（东北大学）、肖纪美（北京科技大学、院士）任总主审。

经全体编审教师的共同努力,本实验系列教材将陆续出版发行,我们殷切期望本系列教材的出版能够满足国内高等学校材料科学与工程类各个专业教育改革发展的需要,并在教学实践中得以不断充实、完善、提高和发展。

本材料科学与工程实验系列教材涉及的专业及内容极其广泛。随着专业设置与教学的变化和发展,本实验系列教材的题目还会不断补充,同时也欢迎国内从事材料科学与工程专业的教师加入我们的队伍,通过实验教材编写这个平台,将本专业有特色的实验教学经验、方法等与全国材料实验工作者同仁共享,为国家复兴尽力。

由于编者水平及时间所限,书中不足之处,敬请读者批评指正。

材料科学与工程实验教学研究会
材料科学与工程实验系列教材编写委员会
2011年7月

前 言

为了适应新的面向 21 世纪的厚基础宽口径的实验教学要求,培养具有扎实的专业基础和较强的运用知识能力的材料科学专业工程技术人员,2011 年 1 月在燕山大学召开了由国内 32 所高等学校材料科学与工程专业参加的“第一届高等学校材料科学与工程实验教学研究会”。会议对无机非金属材料专业实验课程体系优化进行了探讨和研究,决定编写一套材料科学与工程实验系列教材。本书即为本套教材中的《无机胶凝材料与耐火材料实验教程》分册,由郑州大学、兰州理工大学、成都理工大学、佳木斯大学、陕西理工学院和大连交通大学的 8 位教师共同完成。

本教材在结构编排和内容编写方面进行了改革,每章开始以工程实际案例引出实验内容,注意营造活泼的教材风格,并且在每章最后一节增加了综合(创新)型实验内容。全书内容包括石灰与石膏、水泥、混凝土与制品、耐火材料四大部分共 78 个工艺实验,每个专业方向的实验内容均分为基础型实验、应用型实验和综合(创新)型实验。通过循序渐进的训练,使学生加深对本专业理论教学内容的理解,学会本专业所涉及的各种无机非金属材料生产制造过程的控制检验和产品性能的测试方法,了解和掌握本专业常用实验设备的性能及操作方法,为毕业后的实际工作打好基础。

本教材教学总时数为 80 ~ 120 学时。材料科学与工程各专业、各层次的学生可根据实际需要选择其中的部分内容或全部内容学习。本书也可作为从事与无机非金属材料有关的科研、生产等各类工程技术人员的参考书。

本书主编为郑州大学杨力远(编写第二章实验一至八、十七、十八)和兰州理工大学南雪丽(编写第一章实验一至四、九至十一),副主编为郑州大学毋雪梅(编写第三章实验一至十五、二十、二十四至二十六)和成都理工大学张佩聪(编写第四章实验三、六、八、九、十五至十八)。参加编写的还有佳木斯大学鞠成(编写第二章实验九至十六)、陕西理工学院谭宏斌(编写第一章实验五至八、十二至十六)、大连交通大学王晶(编写第三章实验十六至十九、二十一至二十三)和郑州大学王淑玲(编写第四章实验一、二、四、五、七、十、十二至十四)。

限于编者水平及时间仓促,书中难免存在疏漏之处,殷切期待使用本书的教师、学生和其他读者给予批评和指正,以便逐步修改和更新。

编 者

2011 年 6 月

目 录

第一章 石灰与石膏工艺实验	1
基础型实验	3
实验一 石灰细度的测定	3
实验二 石灰中二氧化硅的测定	5
实验三 石灰中氧化钙的测定	9
实验四 石灰中氧化镁的测定	11
实验五 石膏细度的测定	13
实验六 石膏结晶水含量的测定	15
实验七 石膏中氧化钙的测定	17
实验八 石膏中三氧化硫的测定	19
应用型实验	21
实验九 石灰体积安定性的测定	21
实验十 石灰消化速度的测定	23
实验十一 石灰产浆量和未消化残渣含量的测定	25
实验十二 石膏标准稠度用水量的测定	28
实验十三 石膏凝结时间的测定	30
实验十四 石膏强度的测定	32
实验十五 石膏硬度的测定	35
综合(创新)型实验	37
实验十六 石膏胶凝材料改性研究	37
参考文献	42
第二章 水泥工艺实验	43
基础型实验	44
实验一 水泥生料易烧性实验	44
实验二 水泥生料中碳酸钙滴定值的测定	47
实验三 水泥熟料中游离氧化钙的测定	50
实验四 水泥熟料岩相结构观测	55
实验五 水泥中三氧化硫的测定	62
实验六 水泥细度检验(筛析法)	71
实验七 水泥细度检验(比表面积法)	74
实验八 水泥颗粒粒度分析	79

应用型实验	86
实验九 水泥标准稠度用水量测定	86
实验十 水泥凝结时间测定	91
实验十一 水泥安定性检验(试饼法与雷氏夹法)	93
实验十二 水泥胶砂流动度实验	99
实验十三 水泥胶砂强度检验	102
实验十四 用做水泥中混合材料的工业废渣活性实验方法	108
实验十五 水泥水化热测定(间接法)	111
实验十六 水泥水化速率的测定	118
实验十七 水泥石中氢氧化钙的分析	123
综合(创新)型实验	126
实验十八 硅酸盐水泥试制	126
参考文献	129
第三章 混凝土及其制品实验	130
基础型实验	132
实验一 骨料的筛分析实验	135
实验二 骨料的表观密度实验	137
实验三 骨料的堆积密度实验	140
实验四 骨料的吸水率实验	143
实验五 骨料的含泥量实验	146
实验六 骨料中泥块含量实验	148
实验七 骨料的坚固性实验	150
实验八 骨料的压碎值指标实验	154
实验九 骨料的碱活性实验(砂浆长度法)	157
实验十 外加剂减水率和抗压强度比实验	160
实验十一 水泥与减水剂相容性实验	162
应用型实验	166
实验十二 普通混凝土拌合物稠度实验	166
实验十三 普通混凝土拌合物表观密度实验	169
实验十四 普通混凝土拌合物凝结时间测定	171
实验十五 普通混凝土力学性能实验	174
实验十六 混凝土抗冻性实验	179
实验十七 混凝土抗渗性实验	183
实验十八 混凝土抗碳化性能实验	185
实验十九 混凝土收缩性能实验	188
实验二十 混凝土早期抗裂性能实验	193
实验二十一 砂浆稠度实验	196
实验二十二 砂浆分层度实验	198

实验二十三 砂浆抗压强度实验·····	199
实验二十四 蒸压加气混凝土砌块实验·····	201
实验二十五 普通混凝土小型空心砌块实验·····	204
综合(创新)型实验·····	209
实验二十六 混凝土配合比设计·····	209
参考文献·····	216
第四章 耐火材料性能实验·····	217
基础型实验·····	219
实验一 耐火材料真密度的检测·····	219
实验二 致密定形耐火制品体积密度、显气孔率和真气孔率的检测·····	222
实验三 耐火材料气孔孔径分布的检测·····	225
实验四 耐火材料导热系数的检测·····	228
实验五 耐火材料加热永久线变化的检测·····	239
实验六 耐火材料热膨胀性的检测(顶杆法)·····	244
实验七 耐火材料常温耐压强度的检测·····	247
实验八 耐火材料常温耐磨性的检测·····	250
实验九 耐火泥浆冷态抗剪黏结强度的检测·····	254
实验十 耐火材料高温抗折强度的检测·····	257
应用型实验·····	260
实验十一 耐火材料耐火度的检测·····	260
实验十二 荷重软化温度的检测·····	263
实验十三 耐火制品抗热震性的检测(水急冷法)·····	269
实验十四 耐火材料抗渣性的检测(静态坍塌法)·····	272
实验十五 耐火材料抗氧化性的检测·····	275
实验十六 致密定形耐火制品耐硫酸侵蚀性能的检测·····	280
实验十七 耐火材料抗碱性的检测·····	282
综合(创新)型实验·····	285
实验十八 耐火材料的试制·····	285
参考文献·····	288

第一章 石灰与石膏工艺实验

无机胶凝材料可分为气硬性胶凝材料和水硬性胶凝材料两大类。气硬性胶凝材料只能在空气中硬化,而不能在水中硬化,如石灰、石膏等。水硬性胶凝材料既能在空气中硬化,又能在水中硬化,这类材料常统称为水泥。随着科学技术的发展,胶凝材料的种类及其应用也在不断地丰富。本章重点学习气硬性胶凝材料的代表——石灰、石膏的相关实验。

工程实例 1 工程中如果不正确使用石灰砂浆常常会出现裂纹,请观察图 1.1 中 (a)、(b) 两种已经硬化的石灰砂浆产生的裂纹有何差别,分析其成因。

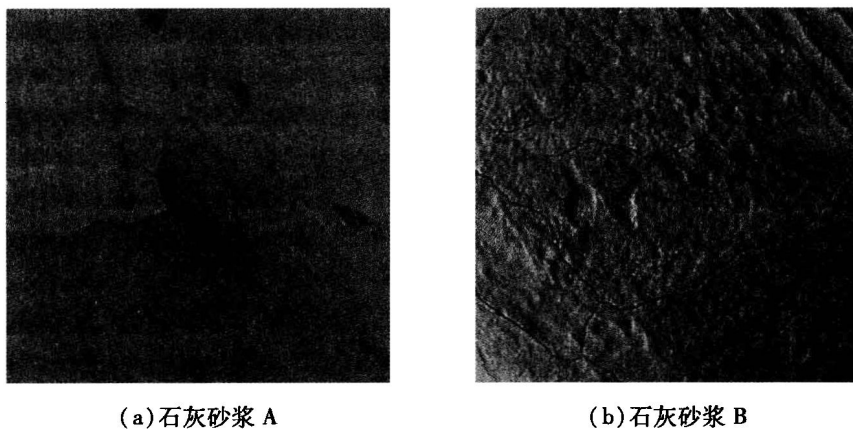


图 1.1 两种石灰砂浆

分析 石灰砂浆 A 为凸出放射性裂纹,石灰砂浆 B 为网状干缩性裂纹。

制备石灰时,采用石灰石、白云石、白垩、贝壳等原料经煅烧后,得到块状的生石灰,即 $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO}(\text{生石灰}) + \text{CO}_2 \uparrow$ 。在煅烧过程中,若温度过低或煅烧时间不足,使 CaCO_3 不能完全分解,将会生成“欠火石灰”;如果煅烧时间过长或温度过高,将生成颜色较深、块体致密的“过火石灰”。欠火石灰中含有未分解的碳酸钙内核,外部为正常煅烧的石灰,它只是降低了石灰的利用率,不会带来危害;但过火石灰结构致密,孔隙率小,体积密度大,并且晶粒粗大,表面常被熔融的黏土杂质形成的玻璃物质所包覆,与水的作用速度极慢,往往当石灰变硬后才开始熟化,产生体积膨胀,引起已变硬石灰体的隆起鼓包和开裂。为了消除过火石灰的危害,保持石灰膏表面有水(以隔绝空气,防止 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 与 CO_2 发生碳化反应)的情况下,在储存池中放置至少一周以上,使其充分熟化,这一过程称为“陈伏”。

石灰砂浆 A 为凸出放射性裂纹,是由于石灰浆的陈伏时间不足,致使其中部分过火石灰在石灰砂浆制作时尚未水化,导致在硬化的石灰砂浆中继续水化成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$,产生体积膨胀,从而形成膨胀性裂纹。石灰砂浆 B 为网状干缩性裂纹,是因石灰砂浆在硬化

过程中干燥收缩所致,尤其是水灰比过大,石灰过多,易产生此类裂纹。

工程实例 2 某建筑楼在交付使用后陆续发现内外墙粉刷层发生爆裂,爆裂源为微黄色粉粒或粉料。尤其经阴雨天后,爆裂点迅速增多,破坏范围极大。经了解,粉刷过程已发现该内外墙所用的“水灰”中有一些粗颗粒。对采集的微黄色爆裂物作 X 射线衍射分析,证实除含石英、长石、CaO、Ca(OH)₂、CaCO₃ 外,还含有较多的 MgO、Mg(OH)₂ 以及少量白云石。

分析 该“水灰”含有相当数量的粗颗粒,相当部分为 CaO 与 MgO,这些未充分消解的 CaO 和 MgO 在潮湿的环境下缓慢水化,分别生成 Ca(OH)₂ 和 Mg(OH)₂,固相体积膨胀,尤其是 MgO 的水化速度更慢,固相体积膨胀达 148%,从而产生爆裂破坏。

工程实例 3 某住宅均用普通石膏浮雕板作装饰。使用一段时间后,客厅、卧室效果相当好,但厨房、厕所、浴室的石膏制品出现发霉变形。请分析原因。

分析 石膏建筑制品存在两个很大的缺点:强度低和耐水性差。一般随着湿度的增加石膏制品的强度急剧降低,其强度损失可达 70% 甚至更大,同时蠕变性增大,易发生翘曲变形。厨房、厕所、浴室等地方一般较潮湿,易造成石膏制品强度下降、变形,且还会发霉。欲提高建筑石膏耐水性,可在建筑石膏中掺入一定量的水泥或其他含活性 SiO₂、Al₂O₃ 及 CaO 的材料,如粉煤灰、石灰、高炉水淬矿渣粉等。另掺入有机防水剂亦可改善石膏制品的耐水性。

基础型实验

实验一 石灰细度的测定

【实验目的】

了解测定石灰细度的意义,掌握采用干筛法检验石灰细度的方法。

【实验原理】

采用 0.900 mm、0.125 mm 的方孔筛对石灰试样进行筛析实验,用筛上筛余物的质量百分数表示石灰样品的细度。粉体细度的测定方法有很多种,常用的有筛析法、沉降法、激光法、小孔通过法、吸附法等,其中以筛析法最为常用。筛析法有干法和湿法两种,本实验采用干筛法,即将置于筛中一定质量的待测粉体试样,借助于机械振动或手工拍打使其通过筛网,直至筛分完全后,根据筛余物的质量和试样的质量求出粉料的筛余量。

【实验设备及材料】

- (1) 试验筛:符合 GB 6003 规定, R_{20} 主系列 0.900 mm、0.125 mm 的标准筛一套;
- (2) 羊毛刷:4 号;
- (3) 天平:称量为 100 g,感量为 0.1 g;
- (4) 试样:生石灰粉或消石灰粉。

【实验内容及步骤】

- (1) 实验准备:实验前所用试验筛应保持清洁、干燥。
- (2) 准确称取试样 50 g,倒入 0.900 mm、0.125 mm 方孔套筛内。
- (3) 对筛内样品进行筛分。筛分时一只手握住试验筛,并用手轻轻敲打,在有规律的间隔中,水平旋转试验筛,并在固定的基座上轻敲试验筛,用羊毛刷轻轻地从筛上面刷,直至 2 min 内通过量小于 0.1 g 时为止。分别称量筛余物的质量 m_1, m_2 。
- (4) 结果计算。筛余物质量分数按下式计算:

$$x_1 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (1)$$

$$x_2 = \frac{m_1 + m_2}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中 x_1 ——0.900 mm 方孔筛筛余物质量分数, %;
 x_2 ——0.125 mm 方孔筛、0.900 mm 方孔筛, 两筛上的总筛余物质量分数, %;
 m_1 ——0.900 mm 方孔筛筛余物质量, g;
 m_2 ——0.125 mm 方孔筛筛余物质量, g;
 m ——样品质量, g。

计算结果保留小数点后 2 位。

【注意事项】

- (1) 干筛时, 要注意使石灰样品均匀地分布在筛布上。
- (2) 筛子必须保持干燥、洁净, 定期作检查和校正。

【思考题】

- (1) 在建筑工程中石灰有哪些用途? 保管中应注意哪些问题?
- (2) 石灰的细度对石灰消化时的体积有什么影响?

实验二 石灰中二氧化硅的测定

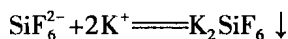
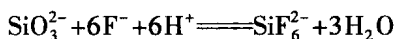
【实验目的】

学习氟硅酸钾容量法和氯化铵重量法测定石灰中二氧化硅的基本实验原理和方法,进而了解碱熔融分解硅酸盐物料的方法及无机盐中二氧化硅的化学分析方法。

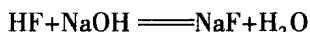
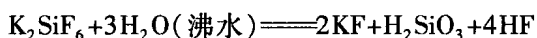
【实验原理】

1. 氟硅酸钾容量法

石灰样品经氢氧化钾熔融分解后,二氧化硅转化为可溶性硅酸盐,它在强酸介质中与过量氟化钾和氯化钾形成氟硅酸钾沉淀,反应如下:



由于沉淀溶解度较大,沉淀时需加入过量氯化钾降低其溶解度。将生成的氟硅酸钾沉淀滤出、洗涤,中和滤纸上的残余酸后,加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等当量的氢氟酸,然后以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液进行滴定。反应如下:



由于生成的 HF 对玻璃有腐蚀作用,因此,全套操作必须在塑料容器中进行。

2. 氯化铵重量法

石灰试样加少量无水碳酸钠置于铂坩埚内,放在高温下烧结,用盐酸分解,加固体氯化铵后,在沸水浴上加热蒸发使硅酸凝聚,过滤沉淀,经高温灼烧恒重,用氢氟酸处理后,再经高温灼烧恒重,求得二氧化硅的质量分数。

【实验设备及材料】

1. 实验设备

高温炉、铂坩埚、电炉、干燥器、分析天平(感量 0.000 1 g)、蒸发皿(150 mL)、表面皿、沸水浴、平头玻璃棒、胶头扫棒、滤纸、塑料杯、玻璃三脚架等。

2. 试剂

(1) 氟硅酸钾容量法

①硝酸(浓);

②氯化钾(固体);

③氟化钾溶液(150 g/L):将 15 g 氟化钾放在塑料杯中,加 50 mL 水溶解后,再加

20 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,加固体氯化钾至饱和,放置过夜,倾出上层清液,储存于塑料瓶中备用;

④氯化钾-乙醇溶液(50 g/L):将 5 g 氯化钾溶于 50 mL 水中,用 95% 乙醇稀至 100 mL,混匀;

⑤酚酞指示剂乙醇溶液(10 g/L):将 1 g 酚酞溶于 95% 乙醇中,并稀释至 100 mL;

⑥氢氧化钠标准溶液(0.05 mol/L):将 10 g 氢氧化钠溶于 5 L 水中,充分摇匀,储存于塑料桶中。

标定方法:准确称取 0.300 0 g 苯二甲酸氢钾置于 400 mL 烧杯中,加入约 150 mL 新煮沸的冷水(用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色),使其溶解,然后加入 7~8 滴酚酞指示剂乙醇溶液(10 g/L),以氢氧化钠标准溶液滴定至微红色为终点,记录所用氢氧化钠标准溶液的体积 V 。

氢氧化钠溶液对二氧化硅的滴定度按下式计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = \frac{m \times 15.02 \times 1000}{V \times 204.2} \quad (1)$$

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

m ——苯二甲酸氢钾质量,g;

V ——氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量,g;

15.02——二氧化硅的摩尔质量,g。

(2) 氯化铵重量法

①氯化铵(固体);

②盐酸;

③盐酸(1+1):将浓盐酸以同体积水稀释;

④盐酸(3+97):将 3 体积浓盐酸以 97 体积水稀释;

⑤硝酸;

⑥氢氟酸;

⑦硫酸(1+4):将 1 体积浓硫酸,在不断搅拌下缓慢倒入 4 体积水中;

⑧焦硫酸钾(固体)。

【实验内容及步骤】

1. 氟硅酸钾容量法分析步骤

(1)准确称取试样约 0.300 0 g,放入清洁、干燥的铂坩埚中,加入 4 g 氢氧化钠盖上盖,并留有缝隙,于高温炉内升温至 600~650 °C 熔融 20 min,取出冷却。

(2)用热水将熔融物浸出,倒入塑料杯中,并洗净铂坩埚,洗液也倒入塑料杯中然后依次加 15 mL 硝酸及 10 mL 氯化钾溶液(150 g/L),冷却后加固体氯化钾,仔细搅拌至饱和并有少量氯化钾析出。

(3)于冷水中静置 15~20 min,用中速滤纸过滤,塑料杯及沉淀用氯化钾溶液(50 g/L)洗 3 次,将滤纸连同沉淀取下,置于原塑料杯中,沿杯壁加入 10 mL 氯化钾-乙

醇溶液(50 g/L)及1 mL 酚酞指示剂乙醇溶液(10 g/L)。

(4)用(0.05 mol/L)氢氧化钠标准溶液中和未洗净的酸,至溶液呈微红色,然后加入200 mL 沸水(煮沸,用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色),用(0.05 mol/L)氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,记录所用氢氧化钠标准溶液的体积 V 。

(5)结果计算。二氧化硅的质量分数按下式计算:

$$x_1 = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V}{m \times 1000} \times 100\% \quad (2)$$

式中 T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准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溶液的体积,mL;

m ——试样质量,g。

2. 氯化铵重量法分析步骤

(1)准确称取试样约0.5000 g,置于铂坩埚中,加入0.3 g 研细的无水碳酸钠,混匀,将铂坩埚放入950~1000℃高温炉内熔融10 min,取出冷却。

(2)将熔融块倒入150 mL 瓷蒸发皿中,加数滴水润湿,盖上表面皿从皿口滴加5 mL 盐酸(1+1)及2~3滴硝酸,待反应停止后,取下表面皿用平头玻璃棒压碎块状物,使试样充分分解,然后用胶头扫棒以盐酸(3+97)擦洗坩埚内壁数次,溶液合并于蒸发皿中(总体积不超过20 mL 为宜)。

(3)将蒸发皿置于沸水浴上,蒸发皿上放一玻璃三脚架,再盖上表面皿。蒸发至糊状后,加1 g 氯化铵,充分搅拌,然后继续在沸水浴上蒸发至近干(约15 min)。取下蒸发皿加20 mL 热盐酸(3+97),搅拌,使可溶性盐类溶解。以中速定量滤纸过滤,用胶头扫棒以热盐酸(3+97)擦洗玻璃棒及蒸发皿,并洗涤沉淀10~12次,滤液及洗液保存在250 mL 容量瓶内。

(4)在沉淀上加数滴硫酸(1+4),然后将沉淀及滤纸一并移入已恒重的铂坩埚中,先在电炉上低温烤干,再升高温度使滤纸充分灰化,再于950~1000℃的高温炉内灼烧40 min,取出坩埚,置于干燥器内冷却10~15 min,称量,如此反复灼烧直至恒重,向坩埚内加数滴水润湿沉淀,再加3滴硫酸(1+4)和5~7 mL 氢氟酸,置于水浴上缓慢加热挥发,至开始逸出三氧化硫白烟时取下坩埚,稍冷,再加2~3滴硫酸(1+4)和3~5 mL 氢氟酸,继续加热挥发,至三氧化硫白烟完全逸尽。取下坩埚,放入950~1000℃高温炉内灼烧30 min,取出稍冷,放在干燥器内冷却至室温,称量。如此反复灼烧直至恒重。

(5)坩埚内残渣加入0.5 g 焦硫酸钾,在电炉上从低温逐渐加热至完全熔融,用热水和数滴盐酸(1+1)溶出,并入分离二氧化硅后的滤液中,然后加水稀释至标线摇匀,此液可供测铁、铝、钙、镁用。

(6)结果计算。二氧化硅的质量分数按下式计算:

$$x_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中 m_1 ——未经氢氟酸处理的沉淀和坩埚的质量,g;

m_2 ——经氢氟酸处理后的残渣和坩埚的质量,g;

m ——试样质量,g。