

高等学校教材

无机非金属材料实验

王 涛 赵淑金 主编



化学工业出版社

本书选编了与无机非金属材料有关的实验,内容涉及无机非金属材料物理化学、粉体工程、玻璃、陶瓷、水泥、混凝土、耐火材料、无机非金属材料测试方法、岩相分析等各个方面,本书知识量大、涉及面广、内容全面、实用性强。

本书可作为高等学校无机非金属材料工程、材料科学与工程、硅酸盐工程、建筑材料、混凝土制品、玻璃、陶瓷、水泥、金属材料等专业或专业方向的教材或教学参考书,也可供从事与无机非金属材料有关的科研、生产、管理、检测等科研工作者及工程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机非金属材料实验/王涛,赵淑金主编. —北京:
化学工业出版社, 2010.10
高等学校教材
ISBN 978-7-122-09375-2

I. 无… II. ①王…②赵… III. 无机材料: 非金
属材料-实验-高等学校-教材 IV. TB321.02

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 166022 号

责任编辑: 杨 菁
责任校对: 蒋 宇

文字编辑: 冯国庆
装帧设计: 杨 北

出版发行: 化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 刷: 北京市振南印刷有限责任公司
装 订: 三河市宇新装订厂
787mm×1092mm 1/16 印张 17 3/4 字数 467 千字 2011 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 37.00 元

版权所有 违者必究

前 言

为满足高等院校无机非金属材料专业的实验教学需求,适应时代发展的要求,培养具有扎实专业知识和较强动手能力的无机非金属材料科学技术人员,特编写本书。

在本教材的编写过程中,编者查阅参考了大量文献资料,吸收了本学科国内外的新成果和我国相关的新标准、新规范的内容,听取了有关专业教师的建设性意见,使之能更适合目前宽口径专业的教学需要。本书选编了与无机非金属材料有关的实验,内容涉及无机非金属材料物理化学、粉体工程、玻璃、陶瓷、水泥、混凝土、耐火材料、无机非金属材料测试方法、岩相分析等各个方面。本书知识含量大、涉及面广,在同类教材中属于内容较全、实用性较强的无机非金属材料类专业教材,不仅能够满足无机非金属材料专业的学生掌握全面、系统的专业实验技能和实验课教学要求,还可为相近专业的学生提供学习参考。本书可作为高等学校无机非金属材料工程、材料科学与工程、硅酸盐工程、建筑材料、混凝土制品、玻璃、陶瓷、水泥、金属材料等专业或专业方向的教材或教学参考书,也可供从事与无机非金属材料有关的科研、生产、管理、检测等科研工作者及工程技术人员参考。

本教材主编为王涛、赵淑金,副主编为李国晶、范树景。参编人员编写分工如下:王涛编写了第二章、第三章、第六章第十四节~第十七节、第八章、第九章第一节~第四节;赵淑金编写了第五章第一节~第五节、第六章第一节~第九节、第七章;李国晶编写了第一章、第四章;范树景编写了第五章第六节~第十二节;鞠成编写了第六章第十节~第十三节;李成海编写了第九章第五节~第七节。全书由王涛统稿。

由于时间紧迫和编者水平有限,书中难免出现不当之处,恳请读者和同行在使用过程中批评指正并提出宝贵意见。

编者
2010年5月

目 录

第一章 硅酸盐材料物理化学实验	1	第十二节 压电实验	105
第一节 晶体模型的观察与分析	1	第十三节 陶瓷热稳定性的测定	107
第二节 固相反应	7	第十四节 陶瓷化学稳定性测试	110
第三节 相平衡实验(淬冷法)	10	第十五节 陶瓷工艺综合性实验	113
第四节 黏土泥浆 ζ 电位测定	12	第五章 水泥实验	115
第五节 表面张力的测定	16	第一节 水泥细度测定	115
第六节 材料烧结性能实验	19	第二节 水泥水化热的测定	117
第二章 粉体工程实验	22	第三节 水泥水化速率的测定	128
第一节 粉体比表面积测定	22	第四节 水泥标准稠度用水量、凝结时间、安定性的测定	132
第二节 粉体真密度测定	27	第五节 水泥生料易烧性的测定	139
第三节 球磨机粉磨实验	29	第六节 水泥胶砂强度的实验	140
第四节 Bond 球磨功指数的测定	30	第七节 水泥胶砂流动度的测定	143
第五节 粉体粒度分布测定	33	第八节 水泥生料中碳酸钙滴定值的测定	145
第六节 粉体流动性的测定	35	第九节 水泥中三氧化硫含量的测定	146
第三章 玻璃实验	38	第十节 水泥石中氢氧化钙的分析	150
第一节 玻璃密度的测定	38	第十一节 水泥熟料中游离氧化钙的测定	152
第二节 玻璃析晶性能的测定	40	第十二节 水泥工艺综合性实验	154
第三节 玻璃热稳定性的测定	42	第六章 混凝土及功能建筑材料实验 ..	158
第四节 玻璃化学稳定性的测定	43	第一节 混凝土用集料实验	158
第五节 玻璃透射光谱曲线的测定	46	第二节 普通混凝土拌和物稠度、表观密度测定	173
第六节 玻璃内应力的测定	48	第三节 混凝土拌和物凝结时间测定	175
第七节 玻璃配合料均匀度的测定	50	第四节 普通混凝土力学性能试验	176
第八节 玻璃退火温度的测定	52	第五节 建筑砂浆稠度、分层度、抗压强度测定	181
第九节 玻璃软化温度的测定	54	第六节 混凝土收缩实验	185
第十节 玻璃熔制实验	56	第七节 混凝土碳化实验	186
第十一节 玻璃工艺综合性实验	58	第八节 混凝土抗冻性实验	188
第四章 陶瓷实验	61	第九节 普通混凝土抗渗透实验	189
第一节 泥浆性能的测定	61	第十节 混凝土外加剂实验	192
第二节 黏土或坯料可塑性的测定	67	第十一节 混凝土制品工艺实验	199
第三节 陶瓷坯料配方实验	72	第十二节 普通混凝土配合比设计	204
第四节 坯釉应力的测定	76	第十三节 绝热材料稳态热性能实验	210
第五节 显微硬度的测定	80	第十四节 石油沥青针入度、延度、软化点实验	213
第六节 陶瓷材料的弯曲强度测定	83	第十五节 改性沥青防水卷材实验	216
第七节 白度、光泽度、透光度的测定	85	第十六节 建筑密封材料实验	220
第八节 陶瓷吸水率、气孔率及体积密度的测定	90	第十七节 建筑防水涂料实验	225
第九节 陶瓷材料电阻率的测量	95		
第十节 电阻温度系数的测定	96		
第十一节 陶瓷材料介电常数及介电损耗测定	99		

第七章 耐火材料实验	230	观察	251
第一节 耐火材料制品常温力学性能测定	230	第三节 透射电镜结构、原理及显微图像观察	252
第二节 耐火材料高温热膨胀系数测定	233	第四节 红外光谱分析	254
第三节 定形隔热耐火制品重烧线变化测定	235	第五节 热分析	256
第四节 耐火材料耐火度测定	238	第九章 岩相分析实验	258
第五节 耐火材料高温荷重软化点温度的测定	240	第一节 矿物鉴定	258
第六节 耐火浇注料热震性(热稳定性)试验方法	242	第二节 偏光显微镜的构造、调节和使用	261
第八章 无机非金属材料测试方法实验	245	第三节 单偏光镜下晶体的观察	264
第一节 X射线衍射原理及物相分析	245	第四节 正交偏光镜下晶体的观察	267
第二节 扫描电镜结构、原理及图像衬度		第五节 锥光镜下晶体光性的测定	270
		第六节 油浸法测矿物的折射率	274
		第七节 玻璃结石的观察	276
		参考文献	278

第一章 硅酸盐材料物理化学实验

第一节 晶体模型的观察与分析

晶体的对称性

一、实验目的

1. 通过晶体模型了解晶体对称的概念及对称操作。
2. 掌握在模型上寻找对称要素（对称面、对称中心、对称轴、倒转轴）的基本方法，确定晶体模型对称型及所属晶族晶系。

二、实验原理

晶体的对称是由晶体内部的格子构造所决定的，因而晶体的对称有其自身的特点，遵守“晶体对称定律”。在晶体中可能存在的对称要素有对称面 P 、对称中心 C 、旋转对称轴 L^n 、反伸轴 L_i^n 等。

在结晶多面体中，可以有一个对称要素存在，也可以有若干个对称要素组合在一起共同存在。对称要素的组合不是任意的，它服从对称要素组合定理。按照对称要素组合，将自然界中晶体外形归纳出 32 种对称型，晶体是一种几何多面体，其棱、面、角有一定的排列规律，对称要素的位置与晶面、晶棱及顶角也相应地具有几何上的关系。利用这些关系就可以在晶体模型上寻找对称要素。

1. 对称面 P

晶体中用一个假想的平面把晶体分为两个相等的部分，且这两部分互成镜像反映，这个假想的平面即为对称面。在一个晶体上，可以没有对称面，也可以有一个或几个对称面。在找对称面时，模型不要转动，以免同一对称面重复出现。

下面的平面可能是对称面：

- ① 通过晶棱的平面；
- ② 垂直平分晶棱的平面；
- ③ 垂直平分晶面的平面；
- ④ 平分顶角的平面。

晶体模型中的对称面如图 1-1 所示。

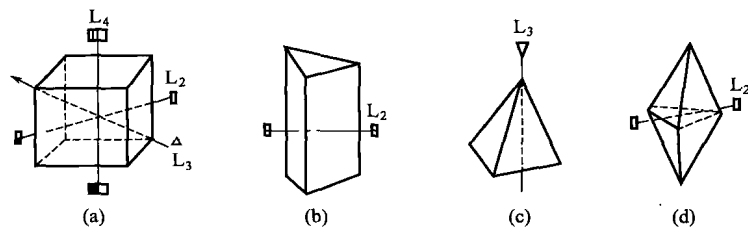


图 1-1 晶体模型中的对称面

2. 对称轴 L^n

对称轴是通过晶体中心的一个假想直线，将晶体围绕其直线旋转，晶体上等同的部分做有规律的重合。每隔一定的角度（基转角 α ），相同的棱、面、角重复出现。旋转 360° 重复的次数是该对称轴的轴次 n 。

$$n = \frac{360}{\alpha}$$

晶体中对称轴的数目可以为零，也可以为一个或数个。当某一对称轴可以是几种轴次时，应取最高轴次。

在晶体中，如下位置的假想直线可能是对称轴，在分析 L^n 时，应从 $n=6、4、3、2$ 的顺序分析。

- ① 通过晶棱中点的直线。
- ② 通过晶面中点的直线。
- ③ 通过顶点的直线。
- ④ 通过晶面中点和通过顶点的直线。

3. 对称中心 C

在一个晶体中，可能没有对称中心，也可能有一个对称中心，不可能存在几个对称中心。

确定晶体是否有对称中心时，可将晶体放于桌面，看晶体上是否有一个晶面与桌面相接触的晶面大小相等、形状相同，并且相互反向平行。把晶体如此重复数次，如果晶体上每个晶面都有这种情形，说明晶体有对称中心，否则无对称中心（即观察所有晶面是否为两两平行且同形等大，如果是，就有对称中心，否则无对称中心）。

4. 旋转反伸轴（简称反伸轴） L_i^n

旋转反伸轴是晶体中的一条假想直线，相应的对称操作是晶体绕此直线的旋转和反伸，使晶体上相同的部分发生规律性重合（图 1-2）。在寻找反伸轴时应注意的问题如下。

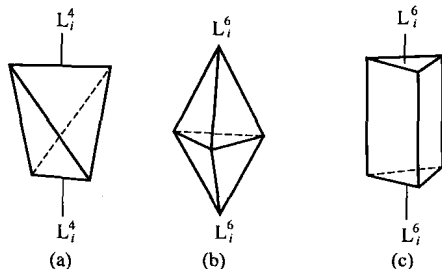


图 1-2 晶体模型中的反伸轴

(1) L_i^1 、 L_i^2 、 L_i^3 无独立意义，在分析晶体对称时不必寻找。因为：

$$L_i^1 = C; L_i^2 = P; L_i^3 = L_3 + C$$

(2) L_i^4 是独立的对称要素，不能由其他对称要素的组合来取代， $L_i^6 = L_3 + P$ ，在划分晶族晶系时具有重要意义。有 L_i^6 则为六方晶系，因此若有 L_i^6 ，需分析找出。

(3) 在晶体上没有对称中心时，才需要找旋转反伸轴。因为当有对称中心时，任何简单的对称轴也同时是旋转反伸轴，所以不必找出。

(4) 若晶体上有 L_i^4 或 L_i^6 存在时，先找出晶体上的 L^2 或 L^3 ，使其成直立位置。作相应角度的旋转后，将模型颠倒（旋转轴方向不变）。若模型呈现与原来没有转动时相同的形状，则此模型为 L_i^4 和 L_i^6 ，否则无 L_i^4 和 L_i^6 。

(5) 晶族和晶系之间的关系见表 1-1。

三、实验仪器及用品

实验室用各种理想晶体的模型。

表 1-1 晶族和晶系之间的关系

低级晶族(无高次轴)	三元晶系:无 L^2 或 P 单斜晶系:有无 L^2 或 P ,且 L^2 或 P 的数目不多于 1 个 斜方晶系:有无 L^2 或 P ,且 L^2 或 P 的数目多于 1 个
中级晶族(只有 1 个高次轴)	三方晶系:唯一的高次轴为 L^3 四方晶系:唯一的高次轴为 L^4 或 L_4^4 六方晶系:唯一的高次轴为 L^6 或 L_6^6
高级晶族(高次轴多于 1 个)	等轴晶系:高次轴多于 1 个(或必有 4 个 L^3)

四、实验步骤

挑选若干种晶体模型,按下列步骤进行观察与分析:

- ① 在晶体模型上找出全部对称要素,写出对称型符号;
- ② 根据对称特点,确定其晶族、晶系;
- ③ 将分析结果填入表 1-2。

表 1-2 对称符号对应的晶系

对称符号	晶 系	对称符号	晶 系
$L^3 3L^2 3PC$		$4L^3 3L^2 3PC$	
$L^2 PC$		$3L^2 3PC$	
$L_4^6 3L^2 3P$		$L^2 2P$	
$3L^4 4L^3 6L^2$		$L^4 4L^2 5PC$	

五、实验结果与分析

1. 简述晶体中的宏观对称要素及晶族、晶系的划分。
2. 填写实验记录表。
3. 简述实验中的体会、收获。

六、思考题

1. 什么是晶体的对称?
2. 各晶族、晶系的晶体具有什么特点?
3. 比较各晶系的对称特点,判断表 1-2 中对称型属于哪一晶系?

聚形分析和双晶观察

一、实验目的

1. 认识常见聚形,了解聚合规律。
2. 学会聚形分析的基本方法。
3. 认识几种常见的双晶。

二、实验原理

聚合规律、双晶要素及双晶规律。

三、实验仪器及用品

晶体模型:常见聚形 7 个(每晶系 1 个),常见双晶 5~7 个。

六、思考题

1. 为什么不同对称型的单形不能聚合在一个晶体上?
2. 当单形与其他单形相聚成聚形时, 由于单形互相切割而使单形的晶面形状有所改变, 能否以变化后的形状来确定单形的名称?

晶体结构分析

一、实验目的

1. 掌握 14 种布拉维空间格子 (点阵) 形式。
2. 通过晶体模型观察, 理解同质多晶现象, 理解晶体的结构与性质之间的关系。
3. 掌握几种典型无机化合物晶体结构和硅酸盐晶体结构的分析方法。

二、实验原理

1. 14 种布拉维格子

晶体的共同特点是内部质点在三维空间按周期性的重复排列, 对于每一种晶体结构, 均可以抽象出一个相应的空间点阵。不同的晶体空间点阵的差别在于其结点产生重复的方向和间距不同。

对于同一个空间点阵, 如果所取的三组不共面的行列不同, 就可以划分出不同的平行六面体。由于不同的晶体可以抽象出不同的空间点阵, 为了更好地研究晶体结构的基本特征, 使所划分出来的平行六面体具有充分的代表性, 因此规定了选择平行六面体时所遵循的规则: 所选平行六面体的对称性应符合整个空间点阵的对称性; 在不违反对称性的条件下, 应选择棱与棱之间直角关系最多的平行六面体; 在遵循前两条的前提下, 所选的平行六面体的体积应为最小; 当对称性规定棱间交角不为直角时, 应选择结点间距小的行列作为平行六面体的棱, 且棱间交角接近于直角的平行六面体。

单位平行六面体除原始格子 (P) 外, 还有体心格子 (I)、面心格子 (F)、底心格子 (C)。

对于七个晶系的晶体, 去除不符合对称特点和不符合单位平行六面体选择原则的格子, 共有 14 种不同形式的空间格子, 即 14 种布拉维格子。

布拉维格子是空间格子的基本组成单位。知道了格子形式和单位平行六面体参数, 即可确定整个空间格子的特征。

2. 球体紧密堆积原理

由于原子和离子都具有一定的有效半径, 因而可以看成具有一定大小的球体, 在金属晶体和离子晶体中, 金属键和离子键没有方向性和饱和性, 因此, 从几何角度来看, 金属原子之间或离子之间的相互结合, 在形式上可看成是球体间的相互堆积, 由于晶体具有最小内能性, 原子或离子相互结合时, 相互间的引力或斥力处于平衡状态, 故要求球体间作紧密堆积。

球体紧密堆积有两种情况: 等大球体的最紧密堆积和不等大球体的紧密堆积。

等大球体的最紧密堆积方式有 ABAB... 和 ABCABC...; 不等大球体的堆积可以看成较大的球体呈等大球体的紧密堆积方式, 较小的球则按其本身的大小, 填充在八面体或四面体间隙中 (图 1-3 和图 1-4)。

3. 同质多晶现象

晶体的性质是由晶体的组成和结构决定的, 而组成与结构之间又存在密切的内部联系,

化学组成相同的物质，在不同的热力学条件下，可以结晶成结构不同的晶体。

4. 配位数与配位多面体

一个原子或离子的配位数是指在晶体结构中，该原子或离子周围，与其直接相邻结合的原子个数或所有异号离子的个数（图 1-5 和图 1-6）；配位多面体是指在晶体结构中，与一个阳离子（或原子）成配位关系而相邻结合的各个阴离子（或原子），它们的中心连线所构成的多面体。

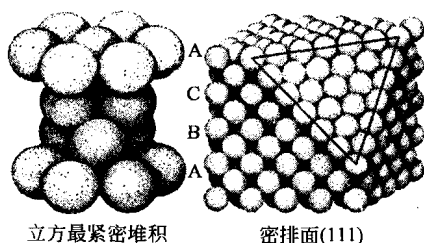


图 1-3 立方最紧密堆积

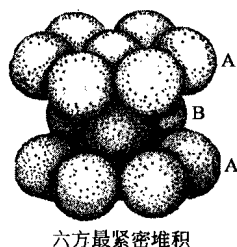


图 1-4 六方最紧密堆积

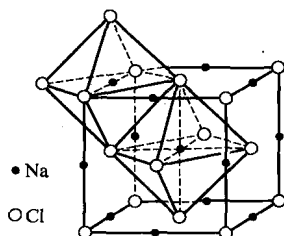


图 1-5 NaCl 配位数

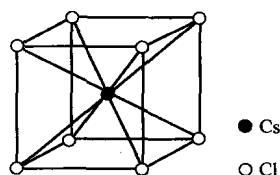


图 1-6 CsCl 配位数

三、实验仪器及用品

实验室用各种理想晶体的模型。

四、实验步骤

实验室备有若干晶体模型，按以下步骤进行观察和分析。

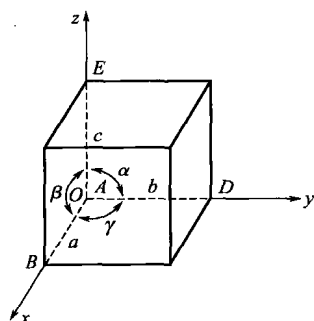


图 1-7 晶胞的表示——
晶胞参数

(1) 观察 14 种布拉维点阵：表征 14 种布拉维空间格子，用晶格常数 α 、 β 、 γ 和 a 、 b 、 c ，相应于晶胞，表征晶胞常数用 $P(A, I, F, C)$ ， α 、 β 、 γ 和 a 、 b 、 c （图 1-7）。

(2) 观察等大球体的紧密堆积；

(3) 观察不等大球体紧密堆积中，阳离子和阴离子的位置关系；

(4) 分析配位四面体和配位八面体共顶、共面、共棱连接的情况；

(5) 观察石墨、金刚石、萤石、金红石、氯化钠、闪锌矿和钙钛矿等典型晶体结构模型的结构特征。

(6) 观察硅酸盐晶体结构特点：在分析硅酸盐矿物模型时，注意硅氧四面体的分布状态，注意公共氧及非公共氧的位置关系（表 1-4）。

表 1-4 硅酸盐晶体结构类型

结构类型	$[\text{SiO}_4]$ 共用 O^{2-} 数	形态	络阴离子	Si : O	实例
岛状	0	四面体	$[\text{SiO}_4]^{4-}$	1 : 4	镁橄榄石
组群状	1	双四面体	$[\text{Si}_2\text{O}_7]^{6-}$	1 : 3.5	硅钙石
	2	三节环	$[\text{Si}_3\text{O}_9]^{6-}$	1 : 3	蓝锥石
		六节环	$[\text{Si}_6\text{O}_{18}]^{12-}$		绿宝石
链状	2	单链	$[\text{Si}_2\text{O}_6]^{4-}$	1 : 3	透辉石
	2, 3	双链	$[\text{Si}_4\text{O}_{11}]^{6-}$	1 : 2.75	透闪石
层状	3	平面层	$[\text{Si}_4\text{O}_{10}]^{4-}$	1 : 2.5	滑石
架状	4	骨状	SiO_2	1 : 2	石英
			$(\text{Al}_x\text{Si}_{4-x})\text{O}_8$		长石

(7) 组装一个晶体结构模型。

五、实验结果与分析

1. 绘出 14 种布拉维格子。
2. 叙述球体的紧密堆积过程。
3. 描述配位四面体和配位八面体共顶、共面、共棱连接的情况。
4. 描述氯化钠、金红石、萤石的晶体结构特点。
5. 分析金刚石和石墨的晶体结构与其性能的关系。
6. 对自己组装的一个晶体结构进行说明及介绍或绘图。

六、思考题

1. 试用鲍林规则分析氯化钠的晶体结构。
2. 为什么具有萤石型结构的晶体往往存在着负离子扩散机制？
3. 硅酸盐结构分类的原则和各类结构中硅氧四面体的形状是什么？各类结构中硅与氧的比例是多少？硅氧比与结构之间的关系如何？
4. 根据晶体的晶格常数（表 1-5），判断晶体所属的晶系。

表 1-5 晶格常数对应的晶系

晶体名称	晶格常数	晶系
镁橄榄石	$a=4.76\text{\AA}; b=10.21\text{\AA}; c=5.99\text{\AA}; \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	
α -石英	$a=4.96\text{\AA}; b=4.96\text{\AA}; c=5.45\text{\AA}; \alpha=\beta=90^\circ; \gamma=120^\circ$	
镁方柱石	$a=7.79\text{\AA}; b=7.79\text{\AA}; c=5.02\text{\AA}; \alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	
β - C_2S	$a=5.48\text{\AA}; b=9.28\text{\AA}; c=6.76\text{\AA}; \alpha=\gamma=90^\circ; \beta=94^\circ33'$	

注：1 $\text{\AA}$ = 0.1 nm。

第二节 固相反应

固相反应是材料制备中一个重要的高温动力学过程，固体之间能否进行反应、反应完成的程度、反应过程的控制等直接影响材料的显微结构，并最终决定材料的性质，因此，研究固体之间反应的机理及动力学规律，对传统和新型无机非金属材料的生产有重要的意义。

一、实验目的

1. 掌握采用失重法（TG）研究固相反应的方法。
2. 通过 Na_2CO_3 - SiO_2 系统的反应验证固相反应的动力学规律——杨德方程。
3. 通过作图计算出反应速率常数和反应的表现活化能。

二、实验原理

固体材料在高温下加热时, 因其中的某些组分分解逸出或固体与周围介质中的某些物质作用使固体物系的重量发生变化, 如盐类的分解、含水矿物的脱水、有机质的燃烧等会使物系重量减轻, 高温氧化、反应烧结等则会使物系重量增加。热重分析法 (简称 TG 法) 及微商热重法 (简称 DTG 法) 就是在程序控制温度下测量物质的重量 (质量) 与温度关系的一种分析技术。所得到的曲线称为热重曲线 (即 TG 曲线), TG 曲线以质量为纵坐标, 以温度或时间为横坐标。微商热重法所记录的是 TG 曲线对温度或时间的一阶导数, 所得的曲线称为 DTG 曲线。现在的热重分析仪常与微分装置联用, 可同时得到 TG-DTG 曲线。通过测量物系质量随温度或时间的变化来揭示或间接揭示固体物系反应的机理和/或反应动力学规律。

固体物质中的质点, 在高于绝对零度的温度下总是在其平衡位置附近作谐振动。温度升高时, 振幅增大。当温度足够高时, 晶格中的质点就会脱离晶格平衡位置, 与周围其他质点产生换位作用。在一元系统中表现为烧结的开始; 在二元或多元系统中则表现为表面接触的各种物之间可能有新的化合物出现, 亦即发生了固相反应。这种反应没有液相或气相参与, 反应发生的温度低于液相出现的温度, 由固体物质之间直接作用所发生的反应称为纯固相反应。实际生产工艺中是在生成的液相和气相参与下所进行的固相反应, 因此, 这里所提的固相反应是广义的, 即由固态反应物出发, 在高温下经一系列物理化学变化而生成固态产物的过程。固相反应属于非均相反应, 描述其动力学规律的方程通常采用转化率 G (已反应的反应物量与反应物原始重量的比值) 与反应时间 t 之间的积分或微分关系来表示。杨德固相反应动力学方程式如下:

$$[1 - (1 - G)^{\frac{1}{3}}]^2 = Kt$$

$$K = A \exp \frac{-Q}{RT}$$

式中 K ——杨德方程的反应速率常数;

Q ——反应的表观活化能。

改变反应温度 T , 则可通过杨德方程计算出不同温度下的 K 和 Q 。

测量固相反应速率, 可以通过 TG 法 (适应于反应中有重量变化的系统)、量气法 (适应于有气体产物逸出的系统) 等方法来实现。本实验通过失重法来考察 Na_2CO_3 - SiO_2 系统的固相反应, 并对其动力学规律进行验证。

Na_2CO_3 - SiO_2 系统固相反应按下式进行:



恒温下通过测量不同时间 t 时失去的 CO_2 的重量, 可计算出 Na_2CO_3 的反应量, 进而计算出其对应的转化率 G , 来验证杨德方程的正确性。

三、实验仪器及用品

1. 设备仪器

(1) 普通热天平 (PRT-1 型热天平)

普通热天平由四个单元构成, 即天平单元、加热单元、气路单元和温度控制单元。

(2) 微量热天平 (WRT-2 型热天平)

微量热天平由五个单元构成, 即天平单元、加热单元、气路单元、温度控制单元和自动记录单元。

2. 作图

根据杨德固相反应动力学方程式, 在一定的反应温度下, 取 $[1 - (1 - G)^{\frac{1}{3}}]^2$, 对 t 作图可得一直线, 其斜率为 K 。作 $[1 - (1 - G)^{\frac{1}{3}}]^2 - t$ 图, 通过直线斜率求出反应速率常数 K 。通过 K 求出反应的表现活化能 Q 。

3. 利用失重法 (TG) 测定 $\text{CaCO}_3\text{-SiO}_2$ 系统的固相反应速率常数, 验证固相反应动力学方程。

六、思考题

1. 举例说明无机材料的热过程导致质量损失。
2. 仔细体会本实验所应用的原理及方法, 并进行实验误差分析。
3. 思考固相反应反应速率常数的影响因素。

第三节 相平衡实验 (淬冷法)

在实际生产过程中, 材料的烧成温度范围、升降温制度、材料的热处理等工艺参数的确定经常要用到专业相图。相图的制作是一项十分严谨且非常耗时的工作。淬冷法是静态条件下研究系统状态图 (相图) 最常用且最准确的方法之一。掌握该方法对材料工艺过程的管理及新材料的开发非常有用。

一、实验目的

1. 从热力学角度建立系统状态 (物系中相的数目、相的组成及相的含量) 和热力学条件 (温度、压力、时间等) 以及动力学条件 (冷却速率等) 之间的关系。
2. 掌握用淬冷法研究相平衡的实验方法, 验证 $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$ 系统相图。

二、实验原理

一个多相系统的平衡状态是暂时的、有条件的。当系统的温度、压力或组成发生变化时, 该系统的相平衡也将随着变化, 直到在新的条件下达到新的平衡状态为止。

淬冷法的主要原理是将选定的不同组成的试样长时间地在一系列预定的温度下加热保温, 使它们达到对应温度下的平衡结构状态, 然后迅速冷却试样, 由于相变来不及进行, 冷却后的试样保持了高温下的平衡结构状态。用显微镜或 X 射线物相分析, 就可以确定物系相的数目、组成及含量随淬冷温度而改变的关系。将测试结果记入相图中相应点的位置, 就可绘制出相图。

由于绝大多数硅酸盐熔融物黏度高, 结晶慢, 系统很难达到平衡。采用动态方法误差较大, 因此, 常采用淬冷法来研究高黏度系统的相平衡。

淬冷法是用同一组成的试样在不同温度下进行试验。样品的均匀性对试验结果的准确性影响较大。将试样放入装料斗中, 在高温炉内保持恒定的温度, 当达到平衡后把试样以尽可能快的速度投入低温液体中 (水浴、油浴或汞浴) 中进行突然冷却 (即淬冷), 以保持高温时的平衡结构状态, 以便在室温下用显微镜进行观察。若淬冷样品中全为各向同性的玻璃相, 则可以断定物系原来所处的温度 T_1 在液相线以上。若在温度 T_2 时, 淬冷样品中既有玻璃相又有晶相, 则液相线温度就处于 T_1 和 T_2 之间。若淬冷样品全为晶相, 则物系原来所处的温度 T_3 在固相线以下。在不同的温度、不同的组成下做一系列测定, 即可确定结晶开始温度和结晶结束温度, 亦即多晶转变等的相变温度, 从而可以准确地作出相图。淬冷法测定相变温度的准确度相当高, 但必须经过一系列的试验, 先由温度间隔范围较宽做起, 然

后逐渐缩小温度间隔,从而得到精确的结果。

利用淬冷法完整地作出一张相图是比较困难的,既需要大量时间,也需要比较好的实验设备。本实验主要是证明 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ 系统相图,从而掌握淬冷法的实验方法。

本实验用 $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2=1:2$ 的样品,测定其在液相线以上的一个温度 (900°C) 和液相线以下的一个温度 (800°C) 的平衡状态。可参考如图 1-9 所示的系统相图。

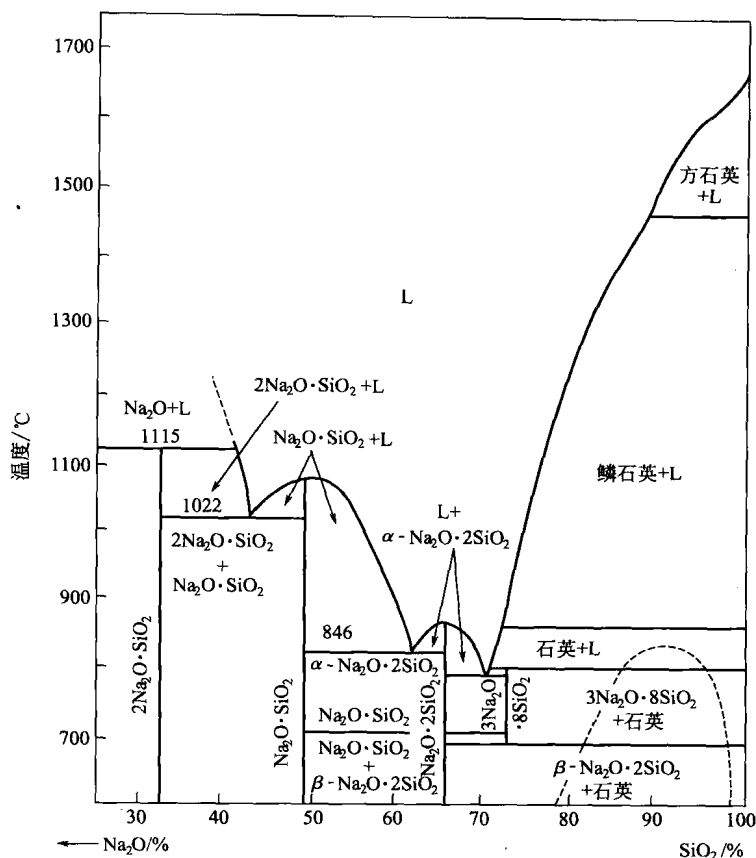


图 1-9 $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2$ 系统相图

三、实验仪器及用品

(1) 相平衡测试仪: 实验设备包括高温炉、温度控制器、铂金料斗及其熔断装置等,如图 1-10 所示。熔断装置: 把铂装料斗挂在一根细铜丝上,铜丝接在连着电插头的两个铁钩之间,欲淬冷时,将电插头接触电源,使发生短路的铜丝熔断,样品掉入水浴中淬冷。

(2) 偏光显微镜一套,如图 1-11 所示。放大倍数为 $40\times\sim 600\times$,可做单偏光观察、正交偏光观察、锥光观察及显微摄影。

四、实验步骤

1. 试样制备。按 $\text{Na}_2\text{O}:\text{2SiO}_2$ 摩尔组成计算 Na_2O 和 SiO_2 的质量百分数,以化学纯 Na_2CO_3 和 SiO_2 进行配料,混合均匀,将该原料制成玻璃以得到组成均匀的样品。

2. 把少量试样 ($0.01\sim 0.02\text{g}$) 装入铂装料斗内,再用细铜丝把两个装料斗挂在熔断装置上(注意两个挂钩不能相碰),然后把样品放入高温炉中,盖好炉的上、下盖。

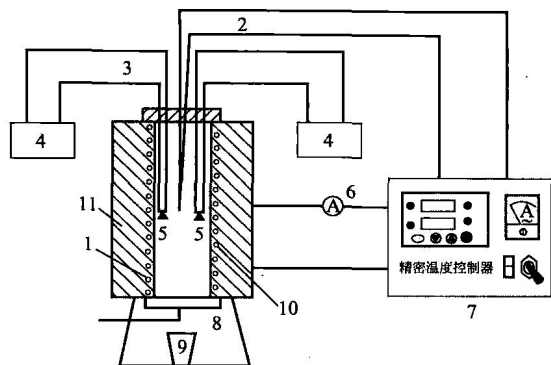


图 1-10 仪器装置示意图

- 1—高温炉电炉丝；2—铬铝电偶；3—熔断装置；
4—电插销；5—铂装料斗；6—电流表；7—温度控制器；
8—电炉底盖；9—水浴杯；10—高温炉；11—高温炉保温层

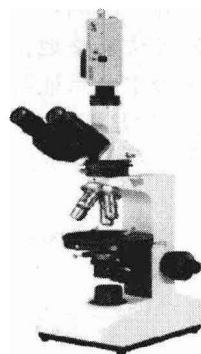


图 1-11 偏光显微镜

3. 将炉温升到 900°C ，保温 40min，然后将水浴杯放至炉底，打开电炉下盖，把一个熔断装置的电插销与电源接触（稍微接触即可），使铜丝烧断，让样品掉入水浴中淬冷。

4. 盖上电炉底盖。降温到 800°C ，保温 40min，同样将另一个熔断装置的电插销与电源接触，使样品掉入水浴淬冷。

5. 将铂金料斗打开，取出试样，烘干，在研钵内砸成粉末（注意：不能研磨），做成油浸试片，在偏光显微镜下观察有无晶体析出，并与相图（图 1-9）相比较。

6. 记录观察结果，写出实验报告。

五、思考题

1. 如何保证系统达到平衡状态？
2. 利用淬冷法研究相平衡，每次只能测定一个温度下的平衡状态，因此，若要确定某系统的液相线温度需要反复进行多次实验。这样，对所用的试样应有怎样的要求？如何达到这种要求？
3. 如何鉴定样品内是否出现了晶相？
4. 用淬冷法研究相平衡有什么优缺点？

第四节 黏土泥浆 ζ 电位测定

一、实验目的

1. 了解固体颗粒表面带电原因及固液界面扩散双电层的产生。
2. 了解扩散双电层理论、热力学电位（ ψ 电位）及动电电位（ ξ 电位）的意义。
3. 掌握通过测定电泳速率来测量黏土-水系统 ζ 电位的方法。观察黏土胶粒的电泳现象。进一步熟悉 ζ 电位与黏土-水系统各种性质的关系。

二、实验原理

在硅酸盐及陶瓷工业中所涉及的泥浆、泥料、料浆等系统均属于黏土-水系统。它是一种多相分散物系，其中黏土为分散相，水为分散介质。黏土颗粒表面摩擦、吸附、电离、同晶取代、表面断键、表面质点位移等原因而带电。带电量多少与发生在固体颗粒和周围介质接触界