

# 矿渣微晶玻璃熔制及成形

## 一、实验目的

本实验依据《矿渣 微晶玻璃研究》课题与实验教学相结合的原则，把矿渣微晶玻璃熔制及成形过程贯穿于玻璃制造工艺的整个过程当中，使大家对玻璃制造及性能检测有一个完整的了解，也对矿渣微晶玻璃与普通玻璃的区别有一定的了解。

## 二、实验原理

玻璃熔制过程是一个相当复杂的过程，它包括一些列物理的、化学的、物理化学的现象和反应。

物理过程：指配合料加热时水分的排除，某些组成的挥发，多晶转变以及单组分的熔化过程。

化学过程：指各种盐类被加热后结晶水的排除，盐类的分解，各组分间的相互反应以及硅酸盐的形成等过程。

物理化学过程：包括物料的固相反应，共熔体的产生，各组分生成物的互熔，玻璃液与之间、玻璃液与耐火材料之间的相互作用等过程。

由于有了这些反应和现象，由各种原料通过机械混合而成的配合料才能变成复杂的、具有一定物理化学性质的熔融玻璃液。

应当指出，这些反应和现象在熔炼过程中常常不是严格按照某些预定的顺序进行的，而是彼此之间有着相互你密切的关系。例如，在硅酸盐形成阶段中伴随着玻璃形成的过程，在澄清阶段中同样包含有玻璃液的均化。为便于学习和研究，常可根据熔制过程中的不同实质而分为硅酸盐的形成、玻璃的形成、玻璃液的澄清、玻璃液的均化、玻璃液的冷却五个阶段

纵观玻璃熔制的全过程，就是把合格的配合料加热熔化使之成为合乎成型要求的玻璃液。其实质就是把配合料熔制成玻璃液，把不均质的玻璃液进一步改善成均质的玻璃液，并使之冷却到成型所需要的粘度。因此，也可把玻璃熔制的全过程划分为两个阶段，即配合料的熔融阶段和玻璃液的精炼阶段。

## 三、实验器材

- 1、中频感应电炉及附属设备一套
- 2、石墨坩埚
- 3、玻璃样品成型模具
- 4、球磨机
- 5、劳保用品及工具
- 6、退火炉
- 7、原料：闪速炉镍渣及普通玻璃原料

## 四、实验步骤

- 1、玻璃成分、原料选择及配料计算[可用原课题配料表，见附页]
- 2、混料及制粒
- 3、熔制
- 4、浇注和拉制玻璃样品[按实验指导书中关于玻璃检测的样品要求进行]
- 5、退火

## 五、实验结果分析

根据玻璃熔制过程中所观察到的现象分析可能发生的反应并对本次实验结果提出自己的看法。

## 玻璃密度的测定

### 一、实验目的

玻璃密度主要取决于玻璃的成分和热历史,其对玻璃成分的变化较敏感。在生产中,玻璃的组成会由于配合料称量不准,料方计算错误,错用他种原料,原料成分改变,温度制度波动等因素引起波动,玻璃的密度随其组分的变化而变化,二者之间呈一定的关系。如果能精确测出玻璃的密度值,就能比较灵敏地发现玻璃组分波动,从而起到监督控制生产的作用。由于测定玻璃密度的方法比较简便,测定的精度可达  $1 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$ 。因此,我国各玻璃厂已广泛采用测定玻璃密度来掌握玻璃成分的波动情况,以便及时查找原因,采取措施,达到稳定产品质量的目的。玻璃的密度测定可采用流体静压称量法、比重瓶法、浮降法。本实验采用浮降法。

本实验的目的是了解掌握玻璃密度的测定方法,测定玻璃的密度法。

### 二、实验原理

用浮降法测定玻璃的密度是基于与已知密度值的固体在密度值随温度而变化的混合液中由于密度相等产生浮沉而比较测定的。

根据液体相对于玻璃随温度变化其密度变动较大,因此可将两种适当密度的液体混合,盛放在试管内,在一定温度时,使配成的混合液体能使玻璃试样上浮,然后以一定升温速度加热,液体(重液)的密度相对于玻璃试样来说,下降较快。当升至一定温度时,试样开始下沉,根据试样达到固定高度时的温度(即下沉温度),可确定出未知试样的下沉温度和标准试样的下沉温度,按下列公式计算出被测试样相当于  $20^\circ\text{C}$  时的密度。

$$D_x = D_s + (T_x - T_s)(dD/dT)_N \quad (6.19)$$

式中  $D_s$ ——事先测得的标准试样在  $20^\circ\text{C}$  时的密度( $2.5308 \text{ g/mL}$ );

$D_x$ ——被测试样的密度;

$T_x$ ——被测试样的下沉温度;

$T_s$ ——设定温度( $20^\circ\text{C}$ );

$(dD/dT)_N$ ——玻璃在重液中随温度而变化的净密度变化。

$$\text{而} \quad (dD/dT)_N = (dD/dT)_L - (dD/dT)_G \quad (6.20)$$

式中  $(dD/dT)_L$ ——随温度变化的重液密度变化;

$(dD/dT)_G$ ——随温度变化的玻璃密度变化。

在浮降法中:

$\alpha$ -溴代萘与四溴乙炔混合重液的  $(dD/dT)_L = -0.00178 \text{ g/mL}\cdot^\circ\text{C}$ ;

瓶玻璃的  $(dD/dT)_G = -0.00007 \text{ g/mL}\cdot^\circ\text{C}$ ;

所以  $(dD/dT)_N = -0.00171 \text{ g/mL}\cdot^\circ\text{C}$ ;

$$\text{则} \quad D_x = D_s + (T_x - T_s)(-0.00171) \quad (6.21)$$

当被测试样的下沉温度低时,说明被测试样的密度较大。

若  $(T_x - T_s)(dD/dT)_N$  为正值, 计算时加在  $D_s$  上, 反之, 若  $(T_x - T_s)(dD/dT)_N$  为负值, 计算时由  $D_s$  上减去。

### 三、仪器设备

测定设备主要包括恒温水浴(附搅拌、恒温仪表), 水银接触温度计, 水银温度计, 调压器, 试管数支(外径 28 mm, 管长 185 mm, 从底部向上 50 mm 处有一刻痕)。

实验装置如图 6-8 所示。

### 四、实验过程

#### 1. 试样制备

取直径约 3 mm, 长约 10 mm 的玻璃棒, 应没有气泡、条纹、结石和析晶等缺陷, 并在应力仪上观察退火情况, 要求没有应力存在。然后放在酒精或蒸馏水中洗净, 用清洁的毛巾擦干, 以备试验用。在操作过程中, 用镊子夹取试样, 勿用手取, 以免沾污试样影响测定结果。

#### 2. 标准试样的选择

标准试样一般选择准确成分的均匀玻璃, 标准试样与被测试样的密度最好差 0.001 0 ~ 0.002 0 g/mL(0.6 ~ 1.2 °C)左右, 通常为了区别于普通试样, 我们总把标准试样截短一些。标准试样的密度可用排水法测定。

#### 3. 重液的选择和准备

选择: 应选择密度不同的两种液体来配制混合液, 其中一种液体的密度应小于玻璃的密度, 而另一种液体的密度则应大于玻璃的密度, 并且这两种液体可以相互溶解。同时在选择制备混合液的液体时, 应选择挥发性尽可能小, 对人体无毒害的液体, 一般  $\text{Na}_2\text{O} - \text{CaO} - \text{SiO}_2$  玻璃的的密度多在 2.5 ~ 2.6 g/mL 左右, 在浮降法中选用  $\alpha$ -溴代萘( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{Br}$ , D20/41.482 - 1.512)和四溴乙炔( $\text{CHBr}_2 - \text{CHBr}_2$ , D20/42.962 - 2.968)混合成重液。由于它对光、水蒸气、空气都很稳定, 和玻璃不起作用, 市场上容易买到, 所以比较适用。

准备: 先把四溴乙炔放在三角瓶内(或直接加到试管中)投入一小块试样飘浮其上, 然后由滴管慢慢加入  $\alpha$ -溴代萘, 如果认为下沉温度低了, 就再加四溴乙炔, 直到完全适合为止, 一般在略高于室温的温度下, 使试样飘浮在重液的上面, 升温至 30 ~ 35 °C 左右时, 试样下沉, 这样便于读数。

注意:

(1)重液使用了一定时间后, 应进行过滤;

(2)如重液颜色变深, 不便观察, 则可通过油浴加热并真空分馏后, 再重复使用。

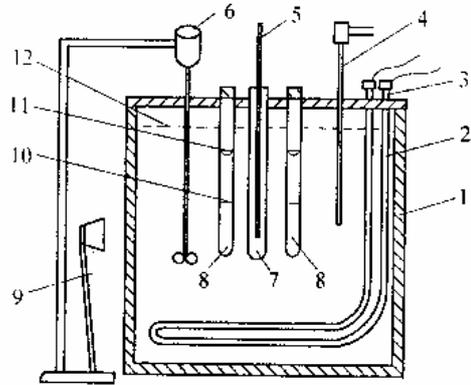


图 6-8 浮沉法测定密度的装置

1—玻璃水箱; 2—钢加热旋管; 3—试管夹; 4—水银接触温度计; 5—水银温度计(0.1 °C); 6—搅拌器; 7—测温管; 8—测定管; 9—台灯; 10—刻度线; 11—混合液面; 12—水浴液面

#### 4. 实验步骤

(1)将欲测的一组玻璃试样(一般为三个和相应的标准试样)放入已准备好的重液中,塞紧试管塞。

(2)通电加热恒温槽,电流为 1.2A,通过搅拌器,使槽内温度均匀。在玻璃被测试样(或标准试样)下沉温度约 2 ℃时,使恒温槽保温 20 ~ 30 min,这时以大约 1A 电流加热,这样的升温速度大约是 0.1 ℃/分。

(3)升温过程中,不时晃动试管,以免液面的表面张力影响试样自由下沉。

(4)试样开始缓缓下沉后,注意观察,将每个样品上任一点到达试管上刻线时的温度逐一记录下来,取平均值( $T_s$ ),同样也仔细记录标准试样下沉时的温度,取平均值( $T$ )由水银接触温度计和普通水银温度计配合读数,准确至 1/100 ℃。

#### 五、实验记录及结果

将实验数据记录于表 6-5 中,并按式(6.20)计算试样的密度。

表 6-5 玻璃密度测定实验记录表

顺序	$T_s/^\circ\text{C}$	$T/^\circ\text{C}$
顶端		
中部		
底端		
平均		

#### 六、思考题

1. 实际生产中为什么要测定玻璃密度?
2. 你能设计出几种测定玻璃密度的方法?
3. 玻璃的密度是如何随温度变化的?
4. 如何减少本实验的误差?
5. 为什么在实验的过程中要不断地晃动试管?

## 玻璃内应力的测定

### 一、目的意义

由于生产工艺的特殊性，在制作完成后的玻璃制品中还或多或少地存在内应力。在玻璃成型过程中，由于外部机械力的作用或冷却时热不均匀所产生的应力称为热应力或宏观应力。在玻璃内部由于成分不均匀而形成的微不均匀区所造成的应力称为结构应力或微观应力。在玻璃内相当于晶胞大小的体积范围内所存在的应力称为超微观应力。由于玻璃的结构特性，其中的微观与超微观应力极小，对玻璃的机械强度影响不大。影响最大的是玻璃中的热应力，因为这种应力通常是极不均匀的，严重时会降低玻璃制品的机械强度和热稳定性，影响制品的安全使用，甚至会发生自裂现象。因此，为了保证使用时的安全，对各种玻璃制品都规定其残余的内应力不能超过某一规定值。对于光学玻璃，较大应力的存在将严重影响光透过和成像质量。因此，测量玻璃的内应力是控制质量的一种手段，特别是质量要求较高的贵重的或精密的产品尤其重要。

本实验的目的：

- ① 进一步了解玻璃内应力产生的原因；
- ② 掌握测定玻璃内应力的原理和方法。

### 二、基本原理

#### 1. 玻璃中的内应力与光程差

包括玻璃与塑料在内的许多透明材料通常是一种均质体，具有各向同性的性质，当单色光通过其中时，光速与其传播方向和光波的偏振面无关，不会发生双折射现象。但是，由于外部的机械作用或者玻璃成型后从软化点以上的不均匀冷却，或者玻璃与玻璃封接处由于膨胀失配而使玻璃具有残余应力时，各向同性的玻璃在光学上就成为各向异性体，单色光通过玻璃时就会分离为两束光，如图 36-1 所示。O 光在玻璃内的光速及其传播方向、光波的偏振面都不变，所以仍沿原来的入射方向前进，到达第二个表面时所需的时间较少，所经过的路程较短；E 光在玻璃内的光速及其传播方向、光波的偏振面都发生变化，因此偏离原来的入射方向，到达第二个表面时所需的时间较多，所经过的路程较长。O 光和 E 光的这种路程之差称为光程差。测出这种光程差的大小，就可计算玻璃的内应力。

布儒斯特 (Brewster) 等研究得出，玻璃的双折射程度与玻璃内应力强度成正比，即

$$R = B\sigma \quad (36-1)$$

式中  $R$  ——光程差，nm；

$B$  ——布儒斯特常数 (应力光学常数)，布， $1 \text{ 布} = 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ ；

$\sigma$  ——单向应力，Pa。

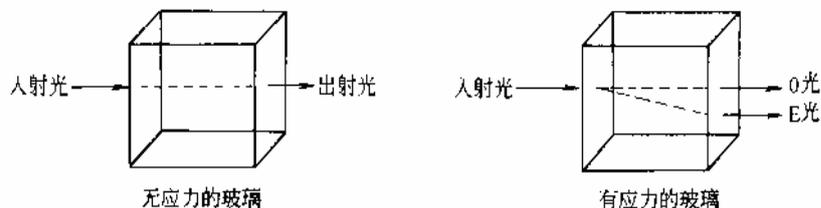


图 36-1 光线通过有应力玻璃时的双折射现象

#### 2. 光程差的测量原理

光程差的测量方法有偏光仪观测法、干涉色法和补偿器测定法等几种。第一种方法可以粗略地估计光程差的大小，不便于定量测定。第二种能进行定量测定，但精度不高。只有第三种能进行比较精密的测量，本实验采用这种方法。

补偿器测定法的基本原理如图 36-2 所示。由光源 1 发出的光经起偏镜 2 后，变成平面偏振光（假设其振动方向为垂直方向），当旋转检偏镜 5 与之正交时，偏振光不能通过，用眼睛 6 观察时视场呈黑色。若在光路中放入有应力的玻璃试样 3 时，该偏振光通过玻璃后被分解为具有程差的水平偏振光和垂直偏振光。当两束偏振光通过 1/4 波片 4 后，被合成为平面偏振光，但此时的平面偏振光的偏振面对起偏镜产生的平面偏振光的振动方向有一个  $\theta$  角的旋转。因此，在视场中就可看到两条黑色条纹隔开的明亮区。旋转检偏镜，重新使玻璃中心变黑，根据检偏镜的角度差  $\theta$ ，就可计算玻璃的光程差。

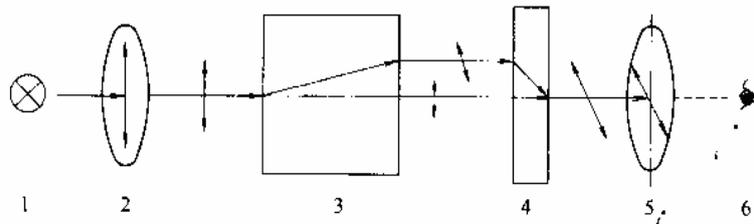


图 36-2 补偿器测定法原理

1—光源；2—起偏镜；3—有应力的玻璃试样；4—1/4 波片；5—检偏镜；6—眼睛

由理论推导可知，玻璃试样的光程差与偏转角成正比，即：

$$R = \lambda\theta / \pi \quad (36-2)$$

式中  $R$  ——玻璃的光程差， $\text{nm} \cdot \text{cm}^{-1}$

$\lambda$  ——照射光源的波长， $\text{nm}$ ；

$\pi$  ——弧度， $\pi = 180^\circ$ 。

当以日光灯为光源时， $\lambda = 540$  ( $\text{nm}$ )，则

$$R = 3\theta \quad (36-3)$$

在精密测定时，以钠光灯为光源， $\lambda = 589.3$  ( $\text{nm}$ )，则

$$R = 3.27\theta \quad (36-4)$$

通常，用单位长度的光程差来表示玻璃的内应力：

$$\delta = R / d \quad (36-5)$$

式中  $\delta$  ——单位长度的光程差， $\text{nm}/\text{cm}$ ；

$d$  ——光在玻璃中的行程长度， $\text{cm}$ 。

将以上结果代入 (36-1) 式，就可得玻璃内应力计算公式，即：

$$\sigma = \delta / Bd \quad (36-6)$$

对于普通工业玻璃， $B = 2.55 \times 10^{-12} \text{Pa}^{-1}$ 。这样，就可由 (36-6) 式计算出玻璃的内应力值。

### 三、实验器材

① 双折射仪 一台。测定玻璃内应力最广泛的方法是采用偏光仪、即双折射仪来测定光程差。仪器由镇流器箱、光源及起偏片、载物台、检偏振片和目镜等组成。如图 36-3 所示。

② 玻璃试体若干 (10~20)mm × (100~120)mm 长方条玻璃。

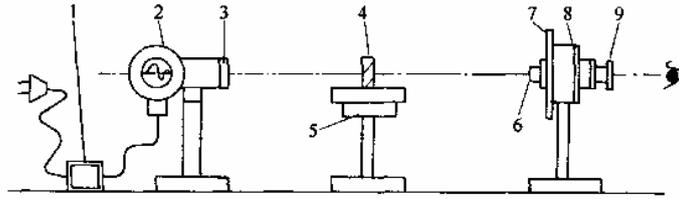


图 36-3 偏光仪测定玻璃内应力的装置图

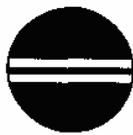
1—镇流器箱；2—光源；3—起偏振片；4—试样；5—载物台；6—1/4 波长片；  
7—1/4 波片长度盘；8—检偏振片度盘；9—检偏振片

#### 四、测定步骤

① 测定前将仪器检查一遍，接通电源，调节检偏振片与起偏振片成正交消光位置，使视野为黑暗，此时检偏镜指针应当在刻度盘的“O”位，若有偏离应记下偏离角度  $\phi_0$ ，1/4 波长片也放在“O”位。



(a) 分离应力线



(b) 集合应力线

图 36-4 有残余应力的玻璃片

② 将具有内应力的玻璃试样放入载物台，(若端面粗糙需抛光或浸在汽油或煤油里)，其定位应使偏振光束垂直通过试体的端面(片状试体)。

③ 观察检偏器的视场，可以看到片状试体端面有两条平行的黑线，如图 36-4 (a)，说明此位置不存在应力，而在黑线两侧有灰色背景，这就是双折射引起的干涉色，沿两条线的外侧是压应力，内侧是张应力。慢慢向反方向旋转检偏镜，在两条暗线之间就会形成一小小间隙，然后接触，使两条黑线集合成一条棕褐色的线[见图 36-4 (b)]，即由应力产生的双折射已被检偏镜补偿。记下旋转的角度  $\phi$ 。

#### 五、测试记录及数据处理

应力测定的原始数据可按表 36-1 的方式进行记录。单位长度的光程差可按式计算：

$$\delta = 3(\phi - \phi_0)/d \quad (36-7)$$

式中  $(\phi - \phi_0)$  ——在引入玻璃试样前后检偏镜的旋转角度之差，nm；

$d$  ——光通过试体内的行程长度(即试体的宽度，一般测其三点，取平均值)，cm。

根据光程差，按(36-6)式计算试体中心的最大残余应力值。

表 36-1 玻璃内应力测定记录及结果计算表

试样 编号	试样尺寸 /cm		检偏镜刻度盘读数 /(度)		单位光程差 /nm·cm <sup>-1</sup>	应力值 /Pa
	厚度	宽度	无试样	有试样		
	$h$	$d$	$\phi_0$	$\phi$	$\delta = \frac{3(\phi - \phi_0)}{d}$	$\sigma = \frac{\delta}{B} \times 10^{-7}$
1						
2						
3						
测试结果						

# 玻璃线膨胀系数的测定

## 一、实验目的

热膨胀系数是玻璃的主要物理性质之一,它是衡量玻璃的热稳定性好坏的一个重要指标。玻璃热膨胀系数在玻璃的生产(成形、退火、钢化)加工和使用过程,特别是在玻璃与玻璃、玻璃与金属、玻璃与陶瓷的封接中具有重要的意义。测定玻璃线膨胀系数的方法较多,有示差法(又称石英膨胀计法)、双线法、光干涉法、质量温度计法等。在这些方法中,示差法具有广泛的实用意义。国内外示差法所采用的测试仪器很多,有立式膨胀仪(如 weiss 立式膨胀仪)和卧式膨胀仪(如 HTV 型、UBD 型、RPZ-1 型晶体管式自动热膨胀仪)两种。本实验采用示差法。实验目的是了解测定玻璃的热膨胀曲线对生产的指导意义,掌握示差法测定热膨胀系数的原理和测定方法。

## 二、实验原理

示差法是基于采用热稳定性良好的石英玻璃(棒和管两者长度相近),在较高温度下,其线膨胀系数随温度而改变很小的特点,将试样放入石英玻璃的套管中,试样通过石英玻璃棒与千分表相连,石英玻璃套管放在加热炉内金属管的中心区受到均匀加热,试样便与石英玻璃套管及棒同时受热膨胀,由于一般试样受热膨胀的伸长量远比石英玻璃大,因而使得与待测试样相接触的石英玻璃棒发生移动,故在千分表上能精确读出其在不同温度下的膨胀伸长量  $\Delta L$ ,根据所测的温度与伸长量实验数据,即可作出伸长量-温度的膨胀曲线图(如图 6-9 所示)。

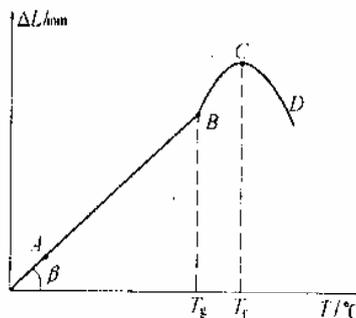


图 6-9 玻璃膨胀曲线图

试样的线膨胀系数值可按直线段(AB 段)对横坐标轴倾斜角的正切与原长之比来确定。玻璃试样的  $T_g$  温度可由曲线 AB 段与 BC 段的切线交点来确定,  $T_f$  温度可由 BC 段与 CD 段的切线交点确定。

玻璃试样的线膨胀系数可按下式计算

$$\alpha(t_0, t) = (L_t - L_0) / L(t - t_0) + \alpha \quad (6.22)$$

式中  $L$ ——试样在室温下的长度, mm;

$L_t$ ——试样在测试终止时的长度, mm;

$L_0$ ——试样在  $t_0$  °C 时的长度, mm;

$t$ ——测试终止时的温度, mm;

$t_0$ ——测试起始时的温度, °C;

$\alpha$ ——石英玻璃的线膨胀系数(°C<sup>-1</sup>),其值一般为  $5.8 \times 10^{-7}$  °C<sup>-1</sup>。

## 三、实验仪器设备

石英膨胀仪(包括管式电炉、特制石英玻璃管、石英玻璃棒、千分表、热电偶、电位差

计、电流表、2 kVA 调压器等)；

游标刻度值 0.02 mm 的游标卡尺；

秒表。

实验装置如图 6-10 所示。

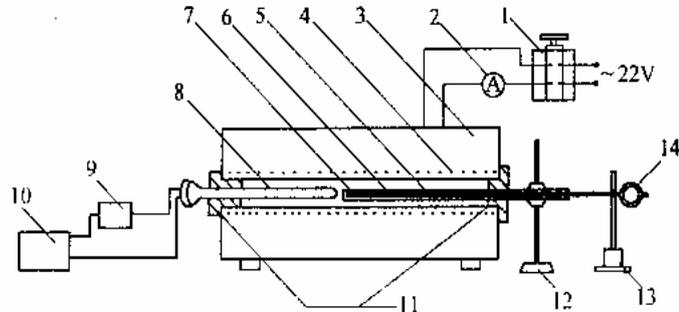


图 6-10 实验装置示意图

1—调压器；2—电流表；3—管式电炉；4—发热体；5—石英玻璃棒；6—石英玻璃管；7—试样；8—热电偶；9—温度补偿器；10—电位差计；11—炉塞；12—铁架台；13—千分表座；14—千分表

#### 四、实验步骤

1. 取直径为 3~5 mm, 长 50 mm 左右(不同仪器对试样尺寸要求有所不同), 且无缺陷的试样棒, 将其两端经研磨、抛光磨平。

2. 用游标卡尺精确测量试样的长度  $L$  (精确到 0.02 mm)。

3. 根据实验装置示意图接好线路, 并检查一遍。

4. 把石英玻璃管夹在支架上, 然后依次把待测试样和石英玻璃棒小心地装进石英玻璃管, 使石英玻璃棒紧贴试样, 在支架的另一端装上千分表, 使千分表的测头轻轻顶压在石英玻璃棒末端, 把千分表转到零位(或把千分表压下 1~2 圈后, 确定一个初读数)。

5. 将卧式电炉沿滑轨移动, 将管式电炉的炉心套上石英玻璃管, 使试样位于电炉中心位置(即热电偶端位置)。

6. 接通电源, 调节自耦电压器, 控制升温速度为 3~5 °C/min, 每隔 2 min 记一次千分表的读数和电位差计的读数, 直到千分表上的读数后退为止。

#### 五、实验记录和数据处理

1. 将所测数据记入表 6-6 中。

表 6-6 测试结果记录表

试样编号	试样长度 $L$ /mm	试样温度 $t$ /°C	千分表读数	试样伸长值 $\Delta L$ /mm	膨胀系数 $\alpha$

2. 根据数据绘出被测试样的线膨胀曲线( $\Delta L - T$  曲线)。

3. 按公式计算出被测试样的平均热膨胀系数。

4. 从热膨胀曲线上确定其特征温度  $T_g$ 、 $T_f$ 。

## 六、注意事项

1. 被测试样和石英棒、千分表三者应先在炉外调整成平直相连,并保持在石英玻璃管的中心轴区,以消除摩擦与偏斜影响造成误差。
2. 实验过程中必须尽可能地防止震动而造成实验的误差。
3. 升温速度不宜过快,并维持整个测试过程的均匀升温。

## 七、思考题

1. 测定玻璃的热膨胀系数有何意义?
2. 石英膨胀仪测定玻璃热膨胀系数的原理是什么?
3. 影响测定膨胀系数的因素是什么? 如何防止?

## 玻璃热稳定性的测试

### 一、目的意义

普通玻璃是传热的不良导体，在迅速加热或冷却时会因产生过大的应力而炸裂。日常使用的保温瓶、水杯等玻璃制品经常受到沸水的热冲击，如果玻璃的热稳定性不好就会炸裂。罐头瓶、医用玻璃器皿等也需要有较好的热稳定性，否则在高温灭菌过程中可能破损。因此，测定这些玻璃制品的热稳定性对生产或使用都十分重要。

本实验的目的：

- ① 掌握急冷急热法测定玻璃热稳定性的原理及实验方法；
- ② 了解测定各种玻璃材料热稳定性的实际意义。

### 二、基本原理

玻璃材料热稳定性是一系列物理性质的综合表现。例如，热膨胀系数  $\alpha$ 、弹性模量  $E$ 、热导率  $\lambda$ 、抗张强度  $R$  等。因此，热稳定性是玻璃的一个物理性质，也是一种复杂的工艺性质。温克尔曼和肖特对无限长的厚玻璃板在突然冷却时表面所产生的应力进行分析，导出玻璃热稳定性的表达式如下：

$$K = \frac{R}{\alpha \cdot E} \sqrt{\frac{\lambda}{cd}} = \beta \cdot (t_2 - t_1) = \beta \cdot \Delta t \quad (45-1)$$

式中  $K$  ——玻璃的热稳定系数；

$R$  ——玻璃的抗张强度极限；

$E$  ——玻璃的弹性系数；

$\alpha$  ——玻璃的热膨胀系数；

$\lambda$  ——玻璃的热导率；

$c$  ——玻璃的比热容；

$d$  ——玻璃的密度；

$\beta$  ——常数；

$\Delta t$  ——引起碎裂时的温差， $\beta = 2b \cdot \Delta t$ ；

$2b$  ——玻璃厚度。

在玻璃材料中， $R$  与  $E$  常以同位数改变，故  $R/E$  值改变不大， $\lambda/cd$  一项改变也不大。所以，玻璃的热稳定性首要和基本的变化取决于玻璃的热膨胀系数  $\alpha$ ，而  $\alpha$  值随玻璃组成的改变有很大的差别。比如，石英玻璃具有很小的热膨胀系数 ( $\alpha = 5.2 \times 10^{-7} \sim 6.2 \times 10^{-7} \text{K}^{-1}$ )，热稳定性极好，把它加热到赤热状态后投入冷水中也不会破裂。但对于那些结构松弛和热膨胀系数大的玻璃，具有很低的耐热性。由此说明，膨胀系数大的玻璃，热稳定性差；膨胀系数小的玻璃，热稳定性好。其次，由于在玻璃中存在的不均匀性的内应力或有某些夹杂物，热稳定性能也差。另外由于玻璃表面出现不同程度的擦伤或裂纹以及各种缺陷，都能使其热稳定性降低。

本实验将一定数量的玻璃试样加热，使样品内外的温度均匀，然后使之骤冷，看试样不破裂时，所能承受的最大温差。对相同组成的各块样品，最大温差并不是固定不变的，所以测定一种玻璃的热稳定性，必须取多个样品，并进行平行试验，用下述公式计算玻璃热稳定性平均温度差值 ( $\Delta T$ )：

$$\Delta T_{cp} = \frac{\Delta T_1 N_1 + \Delta T_2 N_2 + \Delta T_3 N_3 + \cdots + \Delta T_i N_i}{N_1 + N_2 + N_3 + \cdots + N_i} \quad (45-2)$$

式中  $\Delta T_1, \Delta T_2, \Delta T_3 \cdots \Delta T_i$  ——每次淬冷时加热温度与冷水温度之差值；  
 $N_1, N_2, N_3 \cdots N_i$  ——在相应温度下碎裂的块数。

### 三、测定装置

简单的仪器装置图如 45-1 所示。装置包括如下组件。

① 炉体。立式管状电炉，它装配有在加热时供安置试样，并在加热之后把试样掷入水杯的夹具，这种夹具系由三个彼此用环连起的杆组成，试样筐固定在杆的下端。

② 温度控制器。调压器 (2kVA) 一台。

③ 测量温度。用水银温度计或铜-康铜热电偶。

### 四、实验器材

① 双目放大镜一台。

② 水银温度计 (250℃) 一支。

③ 酒精灯一个。

④ 盛水烧杯 400ml 一个。

⑤ 镊子一把。

### 五、试样的要求与制备

① 用来测定热稳定性的玻璃试样首先经过良好地退火消除应力，有条件的应在偏光仪上检查应力。

② 试样经放大镜检查，应当是无任何缺陷（如气泡、砂点、条纹等）。

③ 将试样两端面棱边烧圆。

④ 每组试样 10 条，每条直径 5mm，长 20mm，共两组。

### 六、试验步骤

① 将 10 个合格的试样放入样品筐内，并置于炉膛中，和水银温度计相接近，炉底和盛水器相距不大于 50mm。

② 接好线路并检查一遍，接通电源以  $2^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  的速度升温。

③ 当温度达到测量温度时（本实验  $100^\circ\text{C}$  为起点），保温 10min（使试样内外温度一致），拨动手柄，使样品筐迅速坠入冰水中。如没有冰水，试样坠入冷水中。每坠入一次试样，就要更换一次水，目的使水温保持不变。

④ 从水中取出试样，擦干净，用双目放大镜观察，选出有裂纹的试样，记下炸裂的条数和拨动手柄时的炉膛温度。

⑤ 将未炸裂的试样，重新放入筐内，将炉膛温度升到比前次高  $10^\circ\text{C}$ ，以后每次都比前一次升高  $10^\circ\text{C}$ ，继续试验直至试样全部裂为止，记下每次炸裂的条数和温度。再将第二组 10 条重新按实验操作步骤 3~5 试验。

### 七、测试记录及数据处理

将实验结果记入表 45-1 中，然后进行统计分析。

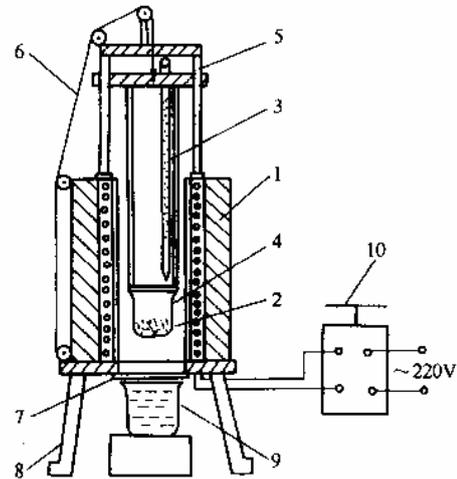


图 45-1 测定玻璃热稳定性仪器装置图

1—立式管状电炉；2—试样；3—水银温度计或铜-康铜热电偶；4—盛放试样的装置；5—垂直导轨；6—滑线；7—炉底门；8—炉支架；9—烧杯；10—调压器

表 45-1 实验数据记录及处理

试样名称		试样直径		试样长度		
室 温		电 压		升温速度		
炉 温	100℃	110℃	120℃	130℃	150℃	160℃
水 温						
炸裂块数						

根据下式求结果

$$\Delta T_{cp} = \frac{\sum \Delta T_i N_i}{\sum N_i}$$

式中  $\Delta T_i$  —— 炉温和水温差；

$N_i$  —— 裂纹数。

试验结果以两组试样的平均值表示，两组平行误差不大于 2℃。

# 玻璃软化点温度的测定

## 一、目的意义

许多材料在使用时要考虑它的软化温度。在无机非金属材料中，耐火材料的高温荷重变形温度（荷重软化点）是其重要的质量指标。在有机材料中，塑料与玻璃相似，无明显的熔点，只有范围较宽的软化温度；沥青的软化点温度是决定沥青牌号的主要依据之一。

在无机非金属材料的研究与生产中，测定玻璃的软化点温度在生产工艺上有重要意义。对于玻璃制品的退火和增强处理等，热温度都不应达到、更不能超过软化点温度，否则制品将变形成为废品。所以，本实验以玻璃为测试对象。其他材料的软化点测定方法不再赘述，感兴趣的读者可查阅有关专著。

本实验的目的：

- ① 懂得测定玻璃软化点在生产中的重要意义；
- ② 掌握玻璃丝伸长法测定软化点温度的基本原理和测量方法。

## 二、基本原理

玻璃的软化点温度有几种说法。例如：在“实验 40”中将会提到，当用膨胀计测定玻璃线膨胀系数时，热膨胀曲线达到最大值的温度也称为软化温度。本实验所要测定的软化点温度，是指规定尺寸（长  $235\text{mm} \pm 1\text{mm}$ ；平均直径  $0.65\text{mm} \pm 0.10\text{mm}$ ）的玻璃丝，悬挂在特定的炉中，以每分钟  $(5 \pm 1)^\circ\text{C}$  的速度升温加热时，玻璃丝在自身重力作用下每分钟伸长  $1\text{mm}$  时的温度。为了避免误解，这个软化点温度通常称为李特列登（Littleton）点。对于许多玻璃，这一温度所对应的粘度大约是  $10^{6.6}\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。

根据以上定义，可用图解法确定玻璃的软化点温度。由于要求均匀升温，因此，“温度-时间”曲线在直角坐标系中是一条直线。而随着加热过程的进行，玻璃丝的“伸长-时间”关系却是非线性关系，如图 35-1 所示。图中横坐标轴表示时间（分），纵坐标轴表示温度和玻璃的伸长数。在曲线上划出与横坐标轴  $45^\circ$  角的切线  $PQ$ ，然后由切点  $R$  引垂直线，与温度-时间直线相交于  $S$  点， $S$  点对应纵坐标上的温度，即为所测的“软化点”温度  $T_s$ 。

## 三、测定装置

以前各单位大多用自制的立式炉来测定玻璃的软化点温度。近年来，许多单位都购置了我国几个工厂生产的仪器，例如，轻工业部玻璃搪瓷工业科学研究所设计、无锡光学仪器制造厂制造的“DNY 型吊丝法玻璃定点粘度点测试仪”，汉光电子厂生产的“BLR 型玻璃软化点测试仪”等。

国内外测定玻璃软化点温度的装置如图 35-2 所示。玻璃丝的伸长数通过读数显微镜读

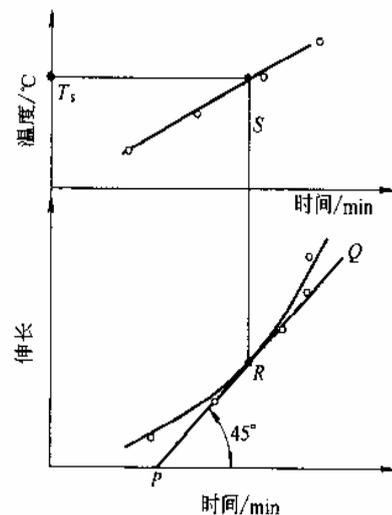


图 35-1 “温度-时间”曲线与“伸长-时间”曲线

得。炉温是用一支插在炉心里的镍铬-镍铝热电偶测定，用电位差计读出毫伏数后查表即得温度值。多数设备有温度显示器，可以直接读出温度值。

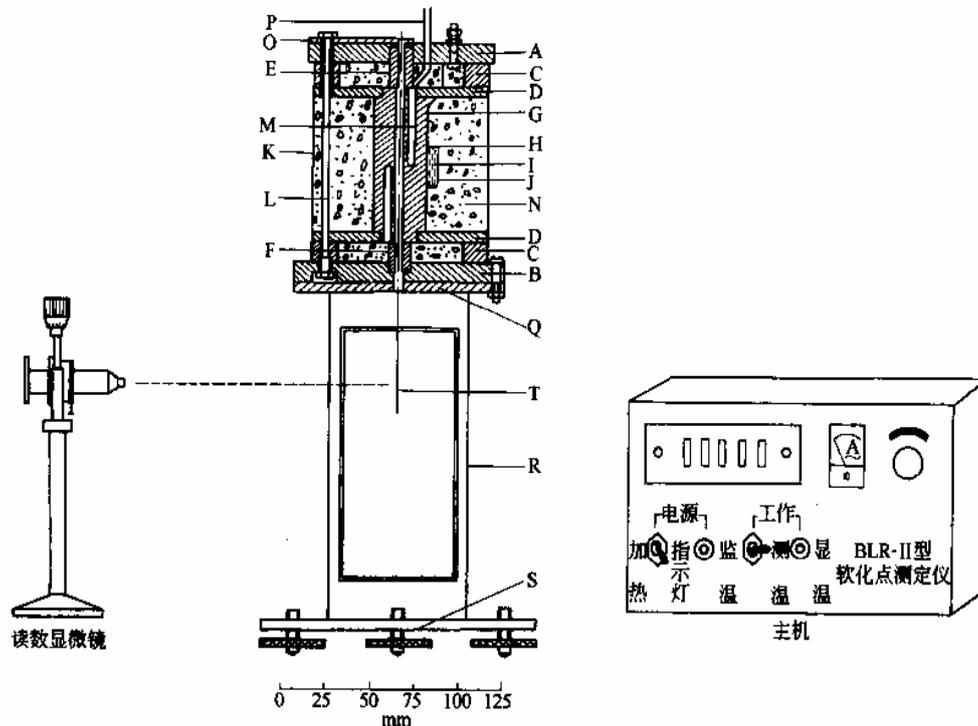


图 35-2 测定玻璃软化点的装置图

A—炉顶；B—炉底；C—间隔圈；D—复板；E、F—圆柱体；G—炉芯；H—炉芯包装材料；I—线圈；  
J—高铅水泥面层；K—炉壳；L—拉杆；M—双内径瓷管；N—绝热层；O—纤维支架；  
P—热电偶；Q—垫板；R—下腔；S—底板；T—玻璃试样

#### 四、实验器材

- ① 软化点测定仪（BLR 型一台，或 DNY 型吊丝法玻璃粘度测定仪一台）。
- ② 读数显微镜一台。
- ③ 电位差计（UJ-36 型）一台。
- ④ 测微器（读数显微镜 0~25mm）一个。
- ⑤ 秒表一块。
- ⑥ 酒精灯一个。

#### 五、试样要求与制备

- ① 用来测定软化点的玻璃丝要求直而不弯，粗细均匀，平均直径应为  $(0.65 \pm 0.10)$ mm，在玻璃丝的全长上，最大直径与最小直径的差不得小于 0.02mm。
- ② 玻璃丝表面光滑、丝内无气泡、砂粒、结石及其他杂质。
- ③ 将玻璃丝的一端在酒精灯上烧一个小球，取小球以下  $(235 \pm 1)$ mm 长的玻璃丝作为待测试样。
- ④ 把上述制作好的玻璃丝穿在一块有一小孔的云母片上，玻璃丝应在悬挂时不往下掉。按同样方法制备 3 个试样。

#### 六、测试步骤

目前，测定玻璃软化点温度的国产设备有 BLR 型玻璃软化点测定仪和 DNY 型吊丝法

玻璃粘度测定仪。本实验主要用第一种，第二种只做简单介绍。

#### (一)“BLR 型玻璃软化点测定仪”测定方法

此仪器是国营汉光电子工厂生产的产品。有 I 型和 II 型两种。它们的区别是，I 型的测量温度必须由电位差计读出；II 型的温度可由仪器的数显表上直接读出。除此之外，其他测量操作相同。

① 先接好设备的连接线路，再检查一遍接好的线路，通电升温，实验开始的电流可调到 3A，预热 10min。

② 将电流调到 3.5A 左右，使电炉升温。当电炉温度升到超越被测试样软化点温度约 30℃ 时，把电流降到 3A 以下，使电炉炉体冷却。当温度降到低于被测试样软化点温度约 20℃ 时，打开炉盖，把试样放入炉中。

③ 用小镜子从炉子底部看炉子中悬挂的玻璃丝是否粘在电炉壁上。

④ 调节读数显微镜的焦距，并使玻璃丝下端位于目镜的十字线的交点上。同时记下显微镜上的读数和热电偶所示的温度。

⑤ 将电流调到 3A 以上，调节升温速度（要严格控制在  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ），边加热边观察玻璃丝是否伸长。

⑥ 当玻璃丝开始以约  $0.1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$  的速度伸长时，开始记录玻璃丝的长度，精确到 0.02mm。每分钟末记录一次长度读数，每半分钟记录一次温度读数，直至伸长速度达每分钟 1.2mm 以上时即可停止实验。

⑦ 重复以上 2~6 的步骤，做其他试样的测试。

⑧ 在需要进行较精确测量时，该仪器应用美国国家标准局制造的标准玻璃（见表 35-1）进行校正，校准时，应选择软化点接近待测玻璃软化点的标准玻璃做标样。

若用该仪器测定标准玻璃所得的软化点温度与表 35-1 所示的软化点温度之间的差值大于 1℃ 以上，则应把该差值作为校正系数从待测玻璃测定所得软化点温度中加上或减去。

表 35-1 标准玻璃的软化点

玻璃 No.	709	710	711	712	713	714	715	716	717
软化点/℃	384	725	602	528	738	908	961	794	720

#### (二)“DNY 型吊丝法玻璃粘度测定仪”测定方法

此仪器是轻工业部玻璃搪瓷工业科学研究所设计、无锡光学仪器制造厂制造的测试仪器，可以测定玻璃的退火点、应变点和软化点的温度。测定软化点时的操作方法如下：

① 检查仪器各部件状态和线路连接情况；

② 接通控制器电源前应使电炉电源开关处于“关”；

③ 预热 10min 后进行“调零”和“校准”；

④ 将转换开关置于“自动”、“软化”，电流调节开关逆时针方向旋至最小；

⑤ 打开电炉电源开关调节加热电流，使电流在 3A 以内；

⑥ 低于软化点约 50℃ 时，升温速度控制在  $(5 \pm 1)^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ；待温度升到约高软化点 30℃ 左右，关闭加热电源开关；

⑦ 待炉温自然冷却至约低于软化点 20℃ 时，把被测玻璃丝（长度 235mm，直径 0.65mm）插入电炉内；

- ⑧ 打开灯源开关调节亮度，找到玻璃丝在标尺上的投影，调节至最清楚；
- ⑨ 打开电炉电源开关，以  $(5 \pm 1)^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  升温；每隔 15s 记录温度值和投影格值，直至两次读数格差值超过 25 为止；
- ⑩ 关闭电炉电源开关，切断控制器电源。

## 七、记录及数据处理

### 1. 玻璃软化点测定记录

- ① 试样名称、试样来源、试样编号、采样或收样日期等；
- ② 试样直径、试样长度、测试日期、操作者姓名等；
- ③ 控制升温电压、时间 (s)、毫伏数、温度、玻璃丝伸长数等。可参考下表记录：

时间/s	毫伏数/mV	温度/℃	玻璃丝伸长数/mm
30	XXXX	XXX.X	
60			XX.XX
90	XXXX	XXX.X	
120			XX.XX
150	XXXX	XXX.X	
...			.....
...	.....	.....	

### 2. 图解法求结果

求软化点的作图方法有两种，下面分别介绍。

① 直角坐标系法。将所测数据在直角坐标系上描点，即以时间为横坐标，以温度与伸长数为纵坐标（坐标要取等量级），作“温度-时间”和“伸长数-时间”两曲线图，再在“伸长数-时间”曲线上作  $45^\circ$  的切线，与该曲线相切，相切的点所对应的，在“温度-时间”曲线上所示的温度即为该样品的软化点或软化温度，如图 35-1 所示。

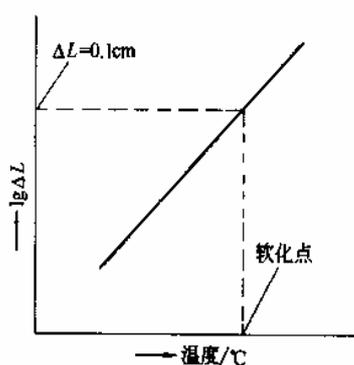


图 35-3 半对数坐标作图法

② 半对数坐标法。在纵坐标轴上，取单位时间伸长读数数值的对数值；在横坐标轴上，取温度读数或电位差读数，把测试数据标在图上。然后根据作图规则，用一直线近似连接各点，再作一平行于温度坐标轴且通过  $1.0\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$  的对数坐标点的直线（每 30s 交替读一次数，即温度和伸长读数间隔都为 1min），则两直线交点所对应的温度即为该试样软化点温度。如图 35-3 所示。

### 3. 计算机算法求测试结果

作图法的精度较差，用线性拟和法可以提高精度，但手工计算十分麻烦。用计算机进行拟和计算就十分迅速。限于篇幅，这里不作介绍，感兴趣的读者可参阅文献 6。

### 4. 精密度和偏差

一般说来，本方法重复测试软化点温度的偏差在  $1^\circ\text{C}$  以内。如果偏差过大，应另取 3 个试样重作。

## 思考题

1. 玻璃的化学组成对软化点温度有何影响?
2. 影响本实验精确度的因素是什么? 如何防止?
3. 用直角坐标系图解法确定玻璃的软化点时, 在什么情况下才能在“伸长-时间”曲线上作横坐标为45°的切线?
4. 测定耐火材料的荷重软化点有何意义? 如何测定?
5. 为什么说, 有机材料中的塑料与玻璃相似, 无明显的熔点, 只有范围较宽的软化温度?
6. 为什么说, 沥青的软化点温度是决定沥青牌号的主要依据之一?

# 玻璃析晶性能的测定

## 一、目的意义

玻璃态物质转为结晶物质的过程称为结晶过程，玻璃工业中称之为析晶或失透。

析晶性能是玻璃的重要性质之一，它与玻璃的成分、生产过程（熔制、成型、热处理等）有着极为密切的关系，对玻璃的产量和质量有较大的影响。在透明玻璃生产中，玻璃的析晶是决不允许的，因为析晶会造成玻璃制品外观和内部的缺陷，在晶体周围会产生用退火方法无法消除的应力而降低玻璃的机械性质和热稳定性。透明玻璃制品中有晶体存在时会引起光散射，降低玻璃的透光度和光学均匀性。在乳浊玻璃和微晶玻璃等的生产中，却要使玻璃体内部结晶，而且要控制晶体的生成，使晶体数量和晶体颗粒的大小达到一定的要求才能满足制品质量的要求。此外，在陶瓷的生产中，若在陶瓷制品的表面覆盖结晶釉，会产生富丽堂皇、光彩夺目的效果。

因此，对于所生产的玻璃，都必须了解其析晶性能，并根据析晶性能制订合理的生产工艺制度。测定玻璃的析晶性能。对研究满足新用途的玻璃或陶瓷新产品也具有重要的意义。

本实验的目的：

- ① 用梯温法测定某组成玻璃的析晶性能；
- ② 掌握梯温法测定玻璃析晶温度的原理和测试技术；
- ③ 了解玻璃析晶上限温度与下限温度在玻璃熔制过程中的意义。

## 二、基本原理

一般从玻璃态中出现析晶，是在粘度为  $10 \sim 10^5 \text{Pa}\cdot\text{s}$  ( $10^2 \sim 10^6 \text{P}$ ) 左右的温度范围（该玻璃系统液相线温度以下）内进行的。根据塔曼（Tamman）理论，析晶主要决定于晶核形成速率（ $K_v$ ）、晶核成长速度（ $K_g$ ）以及熔体的粘度（ $\eta$ ），同时与玻璃液在该温度下的保温时间有关。晶核形成速率是指在一定温度下在单位时间内单位容积中所形成的晶核数目（个数/min）。晶体成长速度是指在单位时间内晶体增长的直线长度（ $\mu\text{m}/\text{min}$ ）。晶核形成的最大速率（ $K_{v,\text{max}}$ ）和长大的最大速度（ $K_{g,\text{max}}$ ）分别在两个不同的温度范围内出现，只有在两者都较大的温度下最易析晶。如图 18-1 所示。

应当指出，塔曼是用有机玻璃研究得出这种曲线的。对于高粘度的无机玻璃，测定晶核形成速率（ $K_v$ ）、晶核成长速度（ $K_g$ ）是很困难的。但是，生产上测定析晶性能的目的，常常只需要知道玻璃的析晶温度区域和在不同温度下玻璃的析晶强度（程度）就可以了。因此，可以用简便的方法来测定玻璃的析晶性能。

测定玻璃析晶的方法除梯温法外还有几种，如淬冷法、热分析法等。淬冷法已在“实验 16 淬冷法研究相平衡”中介绍了。热分析法包括差热分析法法和高温显微镜法两种。差热

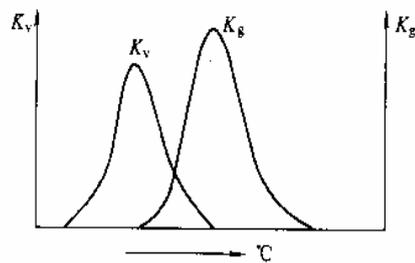


图 18-1 玻璃的晶核生成速率和晶体生长速度曲线

法已在“实验 17 差热分析”中介绍；限于篇幅，高温显微镜法不在此做详细介绍，读者可参阅有关的专著。

本实验利用梯温炉来测定玻璃的析晶温度。在梯温炉中，由于炉中心部分的温度最高，两边的温度有规律地降低，因此总有一个温度范围是玻璃的结晶化温度。当试样在炉内恒温一定时间后，晶相和玻璃相之间就可能建立热平衡而出现析晶，这时将试样取出并迅速冷却。用眼睛或在显微镜下观察析晶程度，就可确定玻璃表面出现结晶化合物的临界温度，即析晶上、下限温度。根据所测玻璃析晶温度范围，可制定合理的成型与热加工制度，就可以避免产生析晶，得到透明理想的玻璃。或者通过控制结晶，得到符合要求的微晶玻璃。

### 三、析晶测定装置

析晶测定装置由梯温电炉、自动控温仪等组成，如图 18-2 所示。

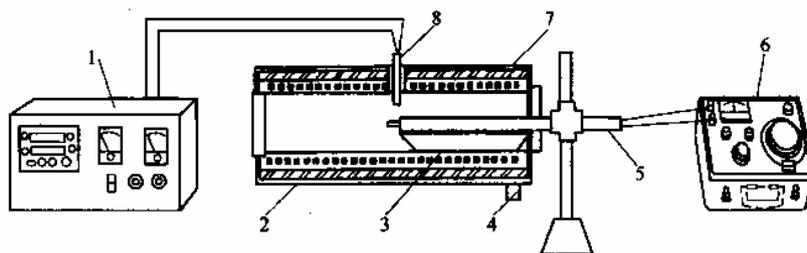


图 18-2 测定玻璃析晶性能的装置图

1—自动控温仪；2—梯温电炉；3—瓷舟；4—冷却水套；5—测温热电偶；  
6—测温电位差计（UJ36a 型）；7—电热丝；8—温控热电偶

### 四、实验器材

- ① 析晶测定仪，一台。
- ② 金相显微镜或偏光显微镜，一台。
- ③ 电位差计，一台。
- ④ 铂铑热电偶，二只。
- ⑤ 瓷舟（或白金舟），若干。
- ⑥ 玻璃条或淬火后的玻璃碎块。

### 五、试样要求与制备

- ① 用来测定析晶能力的玻璃应无缺陷（如气泡、砂子等）。
- ② 对于板状的待测玻璃，可把试样切成长 190mm，宽 5mm 的条。对于直径约 5mm 的棒状待测玻璃，则截成需要的长度。若试样为球状，可淬火后敲成小块。若为无规则的块状样品，可选约 70g 重的玻璃块，捣碎、除铁、洗净、烘干，放进带盖的玻璃瓶中待用。
- ③ 把瓷舟（或白金舟）内表面刷净、烘干。将试样均匀地放在瓷舟（或白金舟）中。试样不能装太多，大约为瓷舟（或白金舟）容积的 3/4 即可。

### 六、测试步骤

- ① 先接好线路，再检查一遍接好的线路，通电升温，待炉管中心温度达到 $(1150 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，保持稳定。
- ② 然后把装有试样的瓷舟（或白金舟）慢慢地从炉口推入中心（即最高温度处），使瓷舟（或白金舟）的端头正好处于测温热电偶的下方。
- ③ 同时在炉管中心放入长度为 50cm 的铂铑-铂热电偶，使热端放在炉心最高温度处，

等温度稳定时,先测出炉管中心的最高点的温度,然后将热电偶向外移动 1cm,停留一定时间等温度稳定后读数,再每隔 1cm 测温一次。测得炉中央至炉口各点的温度后,将测得的各点温度值在直角坐标纸上(比例为 1:1)画出“温度-炉长”曲线,即梯温曲线。如图 18-3 所示。

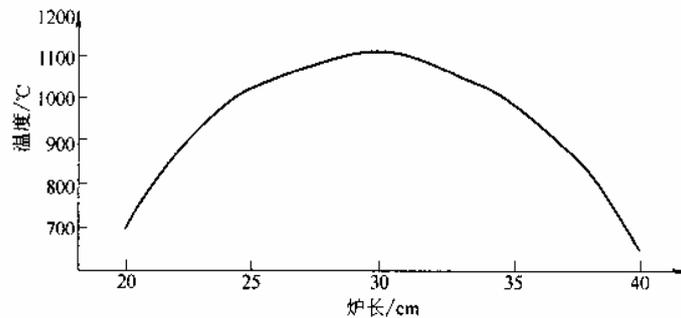


图 18-3 “温度-炉长”曲线及确定玻璃析晶上、下限的方法

④ 使试样在炉中保温一定时间。美国 ASTM 规定,对于大多数玻璃,保温 24h 已足够。对于平板玻璃、E 玻璃、中碱 5# 玻璃,一般为 2h。保温结束后,将瓷舟(或白金舟)迅速取出,当瓷舟(或白金舟)内的玻璃表面呈微红色时,迅速观察瓷舟中心玻璃表面的结晶情况。在高温段,晶体消失处为析晶上限;在低温段,晶体不生长处为析晶下限。观察时,用铅笔在瓷舟(或白金舟)周边做出析晶上、下限的标记。或者将瓷舟(或白金舟)冷却至室温,在金相显微镜或偏光显微镜下观察玻璃表面的结晶情况。

⑤ 将瓷舟(或白金舟)与梯温曲线相对照,根据在瓷舟(或白金舟)周边做出的析晶上、下限标记的位置,查出所对应的温度值,即为玻璃的析晶上、下限温度。

## 七、数据记录及数据处理

### 1. 数据记录

- ① 试样牌号、试样成分、试样来源、取样日期等。
- ② 梯温炉中心的温度、保温时间、测定日期和时间、操作者姓名等。

### 2. 数据处理

- ① 根据炉中温度分布情况绘制梯温曲线。
- ② 定出析晶上、下限温度。
- ③ 在同一炉中,用同一种玻璃试样重复试验的两次析晶温度测试值,要求相差准确度在 10℃ 以内。否则再取一组试样重做。最后,由两次或两次以上的测试值算出平均析晶温度。

## 思考题

1. 玻璃体为什么会析晶?
2. 梯温炉法测定玻璃析晶温度的原理是什么?
3. 影响玻璃析晶温度测定结果的因素是什么?如何防止?
4. 根据图 18-1,如何制造微晶玻璃?

# 水泥细度检验——筛析法

## 一、实验目的

本实验的目的是了解测定水泥细度的意义,掌握筛析法检验水泥细度的方法。

## 二、实验原理

水泥细度的表示方法有筛余百分数、比表面积、颗粒平均直径和颗粒级配等。目前我国普遍采用的是筛余百分数和比表面积两种。

筛析法就是让待测的水泥通过一定孔径的筛子,然后称量筛余的质量,通过计算筛余的质量占水泥总质量的百分数即可求得筛余百分数。国家标准对水泥细度的品质指标,采用 0.08 mm 方孔筛筛余百分数表示。

## 三、负压筛法

### 1. 仪器设备

(1) 天平:最大称量为 100 g,分度值不大于 0.05 g。

(2) 负压筛析仪:由筛座、负压筛、负压源及收尘器组成。其中筛座由转速为  $30 \text{ r/min} \pm 2 \text{ r/min}$  的喷气嘴、负压表、控制板、微电机及壳体等构成(见图 4-1)。

筛析仪负压可调范围为 4 000 ~ 6 000 Pa。喷气嘴上口平面与筛网之间距离为 2 ~ 8 mm。负压源和收尘器由功率 600 W 的工业收尘器和小型旋风收尘筒组成或用其他具有相当功能的设备组成。

(3) 筛子:采用方孔边长 0.08 mm 的铜丝网筛布,筛框上口直径为  $\phi 150 \text{ mm}$ ,下口直径为  $\phi 142 \text{ mm}$ ,高 25 mm。

### 2. 操作步骤

称取试样 25 g,置于洁净的负压筛中,盖上筛盖,放在筛座上,开动筛析仪连续析 2 min。在此期间如有试样附在筛盖上,可轻轻敲击,使试样落下。筛毕,用天平称量筛余物,计算筛余百分数。

### 3. 注意事项

(1) 筛析试验前,应把负压筛放在筛座上,盖上筛盖,接通电源,检查控制系统,调节负压至 4 000 ~ 6 000 Pa 范围内。

(2) 负压筛析工作时,应保持水平,避免外界振动和冲击。

(3) 试验前要检查被测样品,不得受潮、结块或混有其他杂质。

(4) 每做完一次筛析试验,应用毛刷清理一次筛网,其方法是用毛刷在试验筛的正、反两面刷几下,清理筛余物,但每个试验后在试验筛的正反面刷的次数应相同,否则会大大影响筛析结果。

(5) 如果连续使用时间过长时(一般超过 30 个样品时),应检查负压值是否正常,如

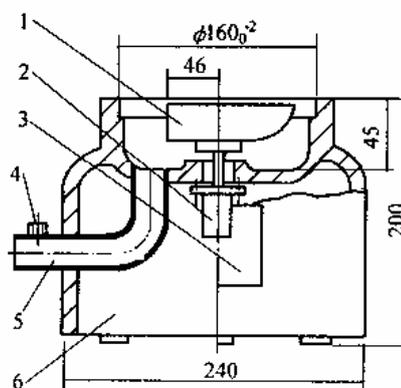


图 4-1 筛座

1—喷气嘴;2—微电机;3—控制板开口;  
4—负压表接口;5—负压源及收尘器接  
口;6—壳体

不正常,可将吸尘器卸下,打开吸尘器将筒内灰尘和过滤布袋上附着的灰尘等清理干净,使负压恢复正常。

### 3. 注意事项

(1) 筛析试验前,应把负压筛放在筛座上,盖上筛盖,接通电源,检查控制系统,调节负压至 4 000 ~ 6 000 Pa 范围内。

(2) 负压筛析工作时,应保持水平,避免外界振动和冲击。

(3) 试验前要检查被测样品,不得受潮、结块或混有其他杂质。

(4) 每做完一次筛析试验,应用毛刷清理一次筛网,其方法是用毛刷在试验筛的正、反两面刷几下,清理筛余物,但每个试验后在试验筛的正反面刷的次数应相同,否则会大大影响筛析结果。

(5) 如果连续使用时间过长时(一般超过 30 个样品时),应检查负压值是否正常,如不正常,可将吸尘器卸下,打开吸尘器将筒内灰尘和过滤布袋上附着的灰尘等清理干净,使负压恢复正常。

## 四、水筛法

### 1. 仪器设备

(1) 天平:最大称量为 100 g,分度值不大于 0.05 g。

(2) 筛子:采用方孔边长 0.08 mm 的铜丝网筛布,筛框有效直径  $\phi$ 125 mm,高 80 mm。

(3) 筛座:用于支承筛子,并能带动筛子转动,转速为 50 r/min。

(4) 喷头:直径  $\phi$ 55 mm,面上均匀分布 90 个孔,孔径 0.5 ~ 0.7 mm。安装高度为喷头底面和筛网之间距离为 35 ~ 75 mm。

### 2. 操作步骤

称取试样 50 g,置于洁净的水筛中,立即用淡水冲洗至大部分细粉通过后(冲洗时要将筛子倾斜摆动,既要避免放水过大,将水泥溅出筛外,又可防止水泥铺满筛网,使水通不过筛子)放在水筛架上,用水压为  $0.05 \pm 0.02$  MPa 的喷头连续冲洗 3 min。筛毕,用少量水把筛余物冲到蒸发皿(或烘样盘)中,等水泥颗粒全部沉淀后,小心倒出清水,烘干,并用天平称量筛余物,然后计算出筛余百分数。

### 3. 注意事项

(1) 水泥样品应充分拌匀,通过 0.9 mm 方孔筛,记录筛余物情况,要防止过筛时混进其他水泥。

(2) 冲洗压力必须保证  $0.05 \pm 0.02$  MPa,否则会使结果不准。

(3) 冲洗时试样在筛子内分布要均匀。

(4) 水筛筛子应保持洁净,定期检查校正。

(5) 要防止喷头孔眼堵塞。

## 五、手工干筛法

### 1. 仪器设备

(1)天平:最大称量为 100 g,分度值不大于 0.05 g。

(2)筛子:采用方孔边长 0.08 mm 的铜丝网筛布。筛框有效直径  $\phi 150$  mm,高 50 mm。筛布应紧绷在筛框上,接缝必须严密,并附有筛盖。

### 2. 操作步骤

称取试样 50 g,倒入筛内。用一只手执筛往复摇动,另一只手轻轻拍打,拍打速度每秒约 120 次,每 40 次向同一方向转动  $60^\circ$ ,使试样均匀分布在筛网上,直至每秒通过试样量不超过 0.05 g 为止。称量筛余物,计算出筛余百分数。

### 3. 注意事项

(1)水泥样品应充分均匀,通过 0.9 mm 方孔筛,记录筛余物情况,要防止过筛时混进其他水泥。

(2)干筛时,要注意使水泥样品均匀地分布在筛布上。

(3)筛子必须经常保持干燥、洁净,定期检查、校正。

## 六、试验结果的计算公式

水泥试样筛余百分数按下式计算

$$F = \frac{R_s}{W} \times 100 \quad (R_s / W) \times 100\%$$

式中  $F$ ——水泥试样筛余百分数, %;

$R_s$ ——水泥试样筛余质量, g;

$W$ ——水泥试样质量, g。

结果计算至 0.1%。为了使试验结果具有可比性,可采用试验筛修正系数方法修正计算结果。修正系数的测定须按标准规定的方法进行。

## 七、思考题

1. 水泥的细度对于水泥的水化有何影响?

2. 水泥的细度对水泥的生产有何影响?

# 粉体比表面积的测定

每单位质量的粉体所具有的表面积总和，称为比表面积 ( $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ )。比表面积是粉体的基本物性之一。测定其表面积可以求得其表面积粒度。

在工业中，钢铁冶炼及粉末冶金；电子材料；水泥、陶瓷、耐火材料；燃料、磨料；化工、药品；石油化工中固体催化剂等很多行业的原料是粉末状的。这些工业的有些中间产品或最终产品也是粉末状的。在生产中，一些化学反应需要有较大的表面积以提高化学反应速度，要有适当的比表面积来控制生产过程；许多产品要求有一定的粒度分布才能保证质量或者是满足某些特定的要求。

粉体有非孔结构和多孔结构两种特征，因此粉体的表面积有外表面积和内表面积两种。粉体比表面积的测定方法有勃氏透气法、低压透气法、动态吸附法三种。理想的非孔性结构的物料只有外表面积，一般用透气法测定。对于多孔性结构的粉料，除有外表面积外还有内表面积，一般多用气体吸附法测定。

## 勃 氏 法

### 一、目的意义

勃莱恩 (Blaine) 透气法在许多国家用于测定粉体试样比表面积的一种方法。

在无机非金属材料中，水泥产品是粉体。水泥细度是水泥的分散度（水泥颗粒的粗细程度），是水泥厂用来控制水泥产量与质量的重要参数。测水泥的比表面积可以检验水泥细度以保证水泥的强度。水泥细度的检验方法有筛析法、比表面积测定法、颗粒平均直径与颗粒组成的测定等几种。其中，勃氏透气法仪器构造简单、操作容易、测定方便、节省时间、完全不损坏试样、复演性好，国家标准规定在测试结果有争议时以该法为准。国际标准化组织也推荐这种方法作为测定水泥比表面积的方法。

本实验采用勃氏透气法测定粉体的比表面积，实验目的如下：

- ① 了解透气法测定粉体比表面积的原理；
- ② 掌握勃氏法测粉体比表面积的方法；
- ③ 利用实验结果正确计算试样的比表面积。

### 二、基本原理

#### 1. 达西法则

当流体（气体或液体）在  $t$  秒内透过含有一定孔隙率的，断面积为  $A$ ，长度为  $L$  的粉体层时，其流量  $Q$  与压力降  $\Delta P$  成正比。即

$$\frac{Q}{A \cdot t} = B \frac{\Delta P}{\eta L} \quad (4-1)$$

这就是达西法则。式中的  $\eta$  是流体的粘度系数， $B$  是与构成粉体层的颗粒大小、形状、充填层的空隙率等有关的常数，称为比透过度或透过度。

柯增尼 (kozeny) 把粉体层当作毛细管的集合体来考虑，用泊萧 (poiseuille) 法则将在粘性流动的透过度导入规定的理论公式。卡曼 (carman) 研究了 kozeny 公式，发现关于各

种粒状物质充填层的透过性的实验与理论很一致，并导出了粉体的比表面积与透过度  $B$  的关系式

$$B = \frac{g}{K \cdot S_V^2} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \quad (4-2)$$

式中  $g$  ——重力加速度；

$\epsilon$  ——粉体层的孔隙率；

$S_V$  ——单位容积粉体的表面积， $\text{cm}^2/\text{cm}^3$ ；

$K$  ——柯增尼常数，与粉体层中流体通路的“扭曲”有关，一般定为 5。

从式 (4-1) 及式 (4-2) 得出下式

$$\begin{aligned} S_V &= \rho S_W = \frac{\sqrt{\epsilon^3}}{1-\epsilon} \sqrt{\frac{g}{5} \cdot \frac{\Delta P \cdot A \cdot t}{\eta L Q}} \\ S_W &= \frac{\sqrt{\epsilon^3}}{\rho(1-\epsilon)} \sqrt{\frac{g}{5} \cdot \frac{\Delta P \cdot A \cdot t}{\eta L Q}} \\ &= \frac{\sqrt{\epsilon^3}}{\rho(1-\epsilon)} \cdot \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{\eta}} \cdot \sqrt{\frac{g}{5} \cdot \frac{A \cdot \Delta P}{L Q}} \end{aligned} \quad (4-3)$$

式中  $\epsilon = 1 - \frac{W}{\rho A L}$ ；对于一定的比表面积透气仪，仪器常数  $K = \sqrt{\frac{g \cdot A \cdot \Delta P}{5 \cdot L Q}}$ 。

上式称为柯增尼-卡曼公式，它是透过法的基本公式。式中  $S_W$  是粉体的质量比表面积， $\rho$  是粉体的密度， $W$  是粉体试样的质量。由于  $\eta$ 、 $L$ 、 $A$ 、 $\rho$ 、 $W$  是与试样及测定装置有关的常数，所以，只要测定  $Q$ 、 $\Delta P$  及时间  $t$  就能求出粉体试样的比表面积。

### 2. 测试方法概述

根据透过介质的不同，透过法分为液体透过法和气体透过法，而目前测定粉体比表面积使用最多的是气体（空气）透过法。该方法的种类很多，根据使用仪器不同分别有：前苏联的托瓦洛夫式 T-3 型透气仪、英国的 Lea-Nurse 透过仪、日本荒川-水渡的超微粉体测定仪、美国弗歇尔式的平均粒度仪、美国勃莱恩式的勃氏透气仪（该装置由于透过粉体层的空气容积是固定的，故称为恒定容积式透过仪）等。

其中，勃氏透气仪在国际中较为通用，在国际交往中，水泥比表面积一般都采用勃莱恩 (Blaine) 数值。

### 3. 仪器工作原理

图 4-1 为 Blaine 透气仪示意图，图 4-2 为 Blaine 透气仪结构及主要尺寸。

测试时先使试样粉体形成空隙率一定的粉体层，然后抽真空，使 U 形管压力计右边的液柱上升到一定的高度。关闭活塞后，外部空气通过粉体层使 U 形管压力计右边的液柱下降，测出液柱下降一定高度（即透过的空气容积一定）所需的时间，即可求出粉体试样的比表面积。

### 三、实验器材

① Blaine 透气仪一台，它由透气圆筒、穿孔板、捣器、U 形管压力计、抽气装置（小

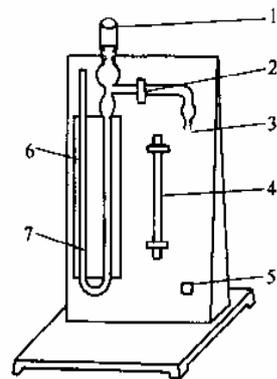


图 4-1 Blaine 透气仪示意图

1—透气圆筒；2—活塞；3—接  
电磁泵；4—温度计；5—开关；  
6—平面镜；7—U 形管压力计

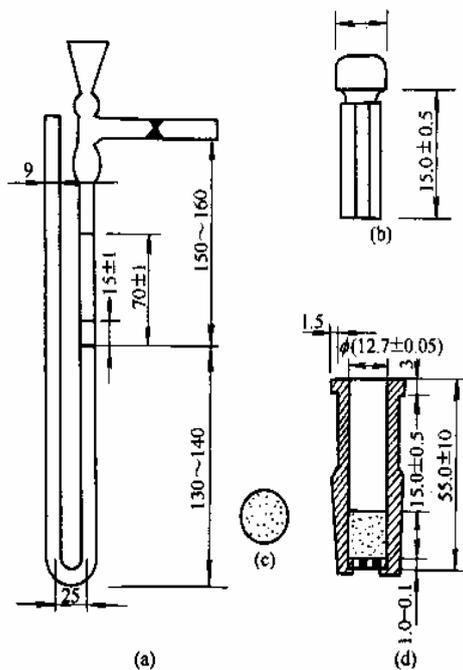


图 4-2 Blaine 透气仪结构及主要尺寸 (mm)

(a) U形压力计; (b) 捣器;  
(c) 穿孔板; (d) 透气圆筒

型电磁泵或抽气球组成)。图 4-2 给出各部件的尺寸及其允许偏差。

- ② 计时秒表。精确到 0.05s。
- ③ 滤纸。采用符合国标的中速定量滤纸。
- ④ 烘干箱。用于烘干试样。
- ⑤ 分析天平。分度值为 1mg。
- ⑥ 压力计液体。采用带有颜色的蒸馏水。
- ⑦ 基准材料。标准试样。

#### 四、实验步骤

##### 1. 仪器准备 (仪器校准)

(1) 漏气检查 将透气圆筒上口用橡皮塞塞紧安到压力计上, 用抽气装置从压力计一臂中抽出部分气体, 然后关闭阀门, 观察是否漏气, 如发现漏气, 用活塞油脂加以密封。

(2) 试料层体积的测定 用水银排代法。将二片滤纸沿圆筒壁放入透气圆筒内, 用一直径比透气圆筒略小的细长棒往下按, 直到滤纸平整地放在金属穿孔板上, 然后装满水银, 用一小块薄玻璃板轻压水银表面, 使水银面与圆筒口平齐, 并须保证在玻璃板和水银表面之间没有气泡或空洞存在。

从圆筒中倒出水银称量, 精确至 0.05g, 重复几次, 至数值基本不变为止。然后取出一片滤纸, 在圆筒中加入适量的试样。再把取出的一片滤纸盖至上面, 用捣器压实试料层, 压到规定的厚度, 即捣器的支持环与圆筒边接触。再把水银倒入压平, 同样倒出水银称量, 重复几次至水银质量不变为止, 圆筒内试料层体积可按下式计算:

$$V = (P_1 - P_2) / \rho_{\text{水银}} \quad (4-4)$$

式中  $V$  —— 试料层体积,  $\text{cm}^3$ ;

$P_1$  —— 未装试样时的水银质量, g;

$P_2$  —— 装试样后的水银质量, g;

$\rho_{\text{水银}}$  —— 试验温度下水银的密度,  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。

试料层体积的测定, 至少应进行二次, 每次应单独压实, 取二次数值相差不超过  $0.005\text{cm}^3$  的平均值。

##### 2. 试样层制备

先将试样通过 0.9mm 方孔筛在  $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$  下烘干后冷至室温。

按下式称取试样:

$$W = \rho V (1 - \epsilon) \quad (4-5)$$

式中  $W$  —— 需要的试样量, g;

$\rho$  —— 试样真密度,  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ;

$V$  —— 试料层体积,  $\text{cm}^3$ ;

$\epsilon$  —— 试料层孔隙率。

将穿孔板放入透气圆筒的边缘上，用一根直径比圆筒略小的细棒把一片滤纸送至穿孔板上，边缘压紧，将称取的试样（精确至 0.001g）倒入圆筒。轻敲圆筒边，使试样层表面平坦，再放入一片滤纸，用捣器均匀捣实试料，直至捣器支持环紧紧接触圆筒顶边并旋转二周，慢慢取出捣器。

注：穿孔板上的滤纸，应是和圆筒内径相同，边缘光滑的圆片。穿孔板上滤片如比圆筒小时，会有部分试样粘于圆筒内壁高出圆板上部；当滤纸直径大于圆筒内径时会引起使结果不准。每次测定需用新的滤纸。

### 3. 操作步骤

① 把装有试料层的透气圆筒连接到压力计上，为保证紧密连接不漏气，可先在圆筒下锥面涂一薄层活塞油脂，然后把它插入压力计顶部锥形磨口处，旋转二周。并注意不振动所制备的试料层。

② 打开微型电磁泵慢慢从压力计一臂中抽出空气，或人工抽吸，直到压力计内液面上升到扩大部下端时关闭阀门。当压力计内液体的凹月面下降第一个刻线时开始计时，当液面凹面下降到第二条刻线时停止计时，记录液面从第一条刻线到第二条刻线所需的时间。以秒表记录，并记下实验时的温度。

## 五、测试结果处理

### 1. 数据处理

比表面积按下式计算：

$$S = \frac{S_s \sqrt{T} (1 - \epsilon_s) \sqrt{\epsilon_s^3 \rho_s} \sqrt{\eta_s}}{\sqrt{T_s} (1 - \epsilon) \sqrt{\epsilon^3 \rho} \sqrt{\eta}}$$

若测定标准试样和被测试样的实验温度在 3℃ 以内，则

$$S = \frac{S_s \sqrt{T} (1 - \epsilon_s) \sqrt{\epsilon_s^3 \rho_s}}{\sqrt{T_s} (1 - \epsilon) \sqrt{\epsilon^3 \rho}} \quad (4-6)$$

式中  $S$  ——被测试样的比表面积， $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ ；

$S_s$  ——标准试样的比表面积， $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ ；

$T$  ——被测试样试验时，压力计中液面降落测得的时间，s；

$T_s$  ——标准试样试验时，压力计中液面降落测得的时间，s；

$\epsilon$  ——被测试样试料层中的空隙率；

$\epsilon_s$  ——标准试样试料层中的空隙率；

$\rho$  ——被测试样的密度， $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ；

$\rho_s$  ——标准试样的密度， $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。

说明：试样比表面积应由二次透气试验结果的平均值确定。如果二次试验结果相差 2% 以上时，应重新试验。计算应精确至  $10\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ ， $10\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  以下的数值按四舍五入计。

以  $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  为单位算得的比表面积换算为  $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$  单位时需乘以 0.1。

表 4-1 为不同温度下的空气粘度和水银密度值，表 4-2 为不同  $\epsilon$ （空隙率）所对应的值。

### 2. 结果分析

用透气法测定比表面积的主要缺点，是在计算公式推导中引用了一些实验常数和假设。空气通过粉末层对粉末颗粒作相对运动，粉末的表面形状、颗粒的排列、空气分子在颗粒孔壁之间的滑动等都会影响比表面积测定结果，但这些因素在计算公式中均没有考虑。对于低

分散度的试料层，气体通道孔隙较大，上述因素影响较小，测定结果比较准确；但对于高分散度的物料、空气通道孔径较小，上述因素影响增大，用透气法测得的结果偏低。物料越细，偏低越多。因此，测定高分散度物料的比表面积，特别是多孔性物料的比表面积，可以用低压透气法和吸附法。

表 4-1 不同温度下的空气粘度和水银密度值

温度/℃	空气粘度 $\eta/\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\sqrt{\frac{1}{\eta}}$	水银密度 $/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	温度/℃	空气粘度 $\eta/\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\sqrt{\frac{1}{\eta}}$	水银密度 $/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
8	0.00001749	75.64	13.58	22	0.00001818	74.16	13.54
10	0.00001759	75.41	13.57	24	0.00001828	73.96	13.54
12	0.00001768	75.21	13.57	26	0.00001837	73.78	13.53
14	0.00001778	75.00	13.56	28	0.00001847	73.58	13.53
16	0.00001788	74.79	13.56	30	0.00001857	73.38	13.52
18	0.00001798	74.58	13.55	32	0.00001867	73.19	13.52
20	0.00001808	74.37	13.55	34	0.00001876	73.10	13.51

表 4-2 不同  $\epsilon$  (空隙率) 所对应的值

$\epsilon$	$\sqrt{\frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}}$	$\epsilon$	$\sqrt{\frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}}$	$\epsilon$	$\sqrt{\frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}}$	$\epsilon$	$\sqrt{\frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2}}$
0.450	0.549	0.474	0.620	0.498	0.700	0.522	0.789
0.451	0.552	0.475	0.624	0.499	0.704	0.523	0.793
0.452	0.554	0.476	0.627	0.500	0.707	0.524	0.797
0.453	0.557	0.477	0.630	0.501	0.711	0.525	0.801
0.454	0.560	0.478	0.633	0.502	0.714	0.526	0.805
0.455	0.563	0.479	0.636	0.503	0.718	0.527	0.809
0.456	0.566	0.480	0.639	0.504	0.721	0.528	0.813
0.457	0.569	0.481	0.643	0.505	0.725	0.529	0.817
0.458	0.572	0.482	0.646	0.506	0.729	0.530	0.821
0.459	0.575	0.483	0.649	0.507	0.733	0.531	0.825
0.460	0.578	0.484	0.652	0.508	0.736	0.532	0.829
0.461	0.581	0.485	0.656	0.509	0.739	0.533	0.833
0.462	0.584	0.486	0.659	0.510	0.743	0.534	0.837
0.463	0.587	0.487	0.662	0.511	0.747	0.535	0.842
0.464	0.590	0.488	0.666	0.512	0.751	0.536	0.845
0.465	0.593	0.489	0.669	0.513	0.755	0.537	0.850
0.466	0.596	0.490	0.672	0.514	0.758	0.538	0.854
0.467	0.599	0.491	0.676	0.515	0.762	0.539	0.858
0.468	0.602	0.492	0.679	0.516	0.766	0.540	0.863
0.469	0.605	0.493	0.683	0.517	0.770	0.541	0.867
0.470	0.608	0.494	0.687	0.518	0.774	0.542	0.871
0.471	0.611	0.495	0.690	0.519	0.777	0.543	0.875
0.472	0.614	0.496	0.693	0.520	0.781	0.544	0.880
0.473	0.617	0.497	0.697	0.521	0.785	0.545	0.884

## 粉体粒度分布的测定

粒度分布通常是指某一粒径或某一粒径范围的颗粒在整个粉体中占多大的比例。它可用简单的表格、绘图和函数形式表示颗粒群粒径的分布状态。颗粒的粒度、粒度分布及形状能显著影响粉末及其产品的性质和用途。例如，水泥的凝结时间、强度与其细度有关；陶瓷原料和坯釉料的粒度及粒度分布影响着许多工艺性能和理化性能；磨料的粒度及粒度分布决定其质量等级等。为了掌握生产线的工作情况和产品是否合格，在生产过程中必须按时取样并对产品进行粒度分布的检验，粉碎和分级也需要测量粒度。

粒度测定方法有多种，常用的有筛析法、沉降法、激光法、小孔通过法、吸附法等。本实验用筛析法和沉积天平法测粉体粒度分布。

### 筛析法

#### 一、目的意义

筛析法是最简单的也是用得最早和应用最广泛的粒度测定方法，利用筛析方法不仅可以测定粒度分布，而且通过绘制累积粒度特性曲线，还可得到累积产率 50% 时的平均粒度。

本实验的目的：

- ① 了解筛析法测粉体粒度分布的原理和方法；
- ② 根据筛分析数据绘制粒度累积分布曲线和频率分布曲线。

#### 二、基本原理

筛析法是让粉体试样通过一系列不同筛孔的标准筛，将其分离成若干个粒度，分别称重，求得以质量百分数表示的粒度分布。筛析法适用约  $20\mu\text{m} \sim 100\text{mm}$  之间的粒度分布测量。如采用电成形筛（微孔筛），其筛孔尺寸可小至  $5\mu\text{m}$ ，甚至更小。

筛孔的大小习惯上用“目”表示，其含义是每英寸（25.4mm）长度上筛孔的数目，也有用 1cm 长度上的孔数或  $1\text{cm}^2$  筛面上的孔数表示的，还有的直接用筛孔的尺寸来表示。筛分法常使用标准套筛，标准筛的筛制按国际标准化组织（ISO）推荐的筛孔为 1mm 的筛子作为基筛，以优先系数及 20/3 为主序列，其筛孔为  $(\sqrt[20]{10})^3 \approx 1.40$ （化整值）；再以 R20 或 R40/3 作为辅助序列，其筛孔分别为  $\sqrt[28]{10} \approx 1.12$ ，或  $(\sqrt[40]{10})^3 \approx 1.19 \approx \sqrt[4]{2}$ 。

筛析法有干法与湿法两种，测定粒度分布时，一般用干法筛分；湿法可避免很细的颗粒附着在筛孔上面堵塞筛孔。若试样含水较多，特别是颗粒较细的物料，若允许与水混合，颗粒凝聚性较强时最好使用湿法。此外，湿法不受物料温度和大气湿度的影响，还可以改善操作条件，精度比干法筛分高。所以，湿法与干法均被列为国家标准方法，用于测定水泥及生料的细度等。

筛析法除了常用的手筛分、机械筛分、湿法筛分外，还用空气喷射筛分、声筛法、淘筛法和自组筛等，其筛析结果往往采用频率分布和累积分布来表示颗粒的粒度分布。频率分布表示各个粒径相对应的颗粒百分含量（微分型）；累积分布表示小于（或大于）某粒径的颗粒占全部颗粒的百分含量与该粒径的关系（积分型）。用表格或图形来直观表示颗粒粒径的频率分布和累积分布。

筛析法使用的设备简单，操作方便，但筛分结果受颗粒形状的影响较大，粒度分布的粒级较粗，测试下限超过  $38\mu\text{m}$  时，筛分时间长，也容易堵塞。

### 三、实验器材

- (1) 标准筛 一套 [图2-1(a)]。
- (2) 振筛机 一台 [图2-1(b)]。
- (3) 托盘天平 一架。
- (4) 搪瓷盘 2个。
- (5) 脸盆 2个。
- (6) 烘箱 一个。

### 四、实验步骤

#### (一) 干筛法

干筛法是将置于筛中一定质量的粉料试样，借助于机械振动或手工拍打使细粉通过筛网，直至筛分完全后，根据筛余物质量和试样重量求出粉料试料的筛余量。

- (1) 设备仪器准备 将需要的标准筛，振筛机，托盘天平，搪瓷盘和烘箱准备好。
- (2) 具体操作步骤

① 试样制备。用圆锥四分法（见图 2-2）缩分取样，再将试样放入烘箱中烘干至恒重。准确称取  $100\text{g}$ （松装密度大于  $1.5\text{g}/\text{cm}^3$  的取  $50\text{g}$ ）。



图 2-2 圆锥四分法示意图

② 套筛按孔径由大至小顺序叠好，并装上筛底，安装在振筛机上，将称好的试样倒入最上层筛子，加上筛盖。

③ 开动振筛机，震动  $10\text{min}$ ，然后依次将每层筛子取下，用手筛分，若  $1\text{min}$  所得筛下物料量小于  $0.05\text{g}$ ，则认为已达筛分终点，否则要继续手筛至终点。

附：如没有振筛机，可用手均匀摇振筛子，每分钟拍打  $120$  次，每打  $25$  次将筛子转  $1/8$  圈，使试样分散在筛布上，拍打约  $10\text{min}$ ，直至筛分终点（终点时拍打  $1\text{min}$  后筛下物小于筛上物料的  $1\%$ ）。

④ 小心取出试样，分别称量各筛上和底盘中的试样质量，并记录于表中。

⑤ 检查各层筛面质量总和与原试样质量之误差，误差不应超过  $2\%$ ，此时可把所损失的质量加在最细粒级中，若误差超过  $2\%$  时实验重新进行。

#### (二) 湿筛法

湿筛法是将置于筛中一定重量的粉料试样，经适宜的分散水流（可带有一定的水压）冲洗一定时间后，筛分完全。根据筛余物重量和试样重量求出粉料试样的筛余量。

- (1) 设备仪器准备 将需要的套筛一套（或选定目数筛子），脸盆和烘箱准备好。

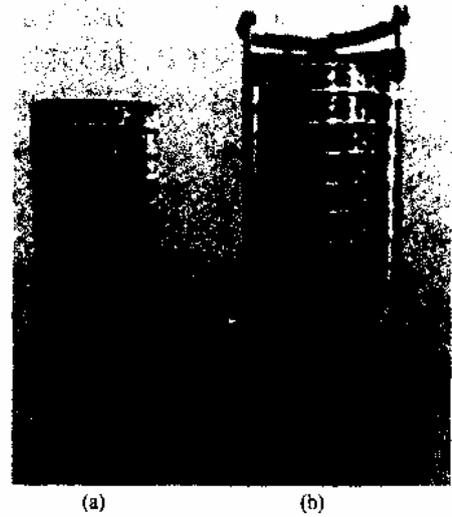


图 2-1 标准筛 ( $\phi 200\text{mm}$ ) 及振筛机

## (2) 具体操作步骤

- ① 试样制备。用圆锥四分法缩分取样，将试样放入烘箱中烘干至恒重，准确称取 50g。
- ② 将试样放入烧杯中，加水搅拌成泥浆（如果难分散粉料，还需加入适量的分散剂）。
- ③ 将上述泥浆倒入所选号数的筛上或套筛上，然后逐只在盛有清水的脸盆中淘洗或用水冲洗，直至水清为止，将淘洗过的浊水倒入第二只筛子，再按上法进行淘洗，如此逐只进行，最后将各层筛上的残留物用洗瓶分别洗到玻璃皿中，放在烘箱内烘干至恒重，称量（准确至 0.1g）。

④ 若直接用泥浆进行测定，则先称 50g 或 100g 泥浆放在烘箱内烘干、称重，测定此泥浆含水量后，再计算称取相当于 100g 干粉重的泥浆，按上述步骤测定筛除率或各号筛上的筛余量。

## (三) 数据记录

筛分析结果可按下表的形式记录。

### 1. 干法筛分析记录

试样名称: _____		试样质量: _____ g			
测试日期: _____		筛分时间: _____ min			
标准筛		筛上物质量 /g	分级质量百分率 /%	筛上累积百分率 /%	筛下累积百分率 /%
筛目	筛孔尺寸/mm				
共 计					

### 2. 湿法筛分析记录

试样名称: _____		试样质量: _____ g							
测试日期: _____		筛分时间: _____ min							
标准筛		干粉质量测定			残留物质量测定		分级质量 百分率 /%	筛上累积 百分率 /%	筛下累积 百分率 /%
筛目或编号	筛孔尺寸 /mm	皿号	皿重 /g	皿+湿样重 /g	皿+干样重 /g	泥浆重 /g			
共 计									

## 五、测试结果处理

### 1. 数据处理

$$\text{① 实验误差} = \frac{\text{试样质量} - \text{筛析总质量}}{\text{试样质量}} \times 100\%$$

② 根据实验结果记录，在坐标纸上绘制筛上累积分布曲线 R，筛下累积分布曲线 D，频率分布曲线（粒度  $\Delta d$  尽量减小，通常可取  $\Delta d = 0.5\text{mm}$ ）

### 2. 结果分析

一个筛子的各个筛孔可以看作是一系列的量轨（衡量物料运行的轨道），当颗粒处于筛孔上，有的颗粒可以通过而有的通不过。颗粒位于一筛孔处的概率由下列因素决定：粉末颗粒大小分布、筛面上颗粒的数量、颗粒的物理性质（如表面积）、摇动筛子的方法、筛子表面的几何形状（如开口面积/总面积）等。当颗粒位于筛孔上是否能通过则决定于颗粒的尺寸和颗粒在筛面上的角度。

筛分所测得的颗粒大小分布还决定于下列因素：筛分的持续时间、筛孔的偏差、筛子的磨损、观察和实验误差、取样误差、不同筛子和不同操作的影响等。

# 粉体真密度的测定

## 一、目的意义

粉体真密度 (true density) 是粉体材料的基本物性之一, 是粉体粒度与空隙率测试中不可缺少的基本物性参数。此外, 在测定粉体的比表面积时也需要粉体真密度的数据进行计算。

许多无机非金属材料都采用粉状原料来制造, 因此在科研或生产中经常需要测定粉体的真密度。在制造水泥或陶瓷材料中, 需要对粘土的颗粒分布球磨泥浆细度进行测定, 都需要真密度的数据。对于水泥材料, 其最终产品就是粉体, 测定水泥的真密度对生产单位和使用单位都具有很大的实用意义。

本实验的目的:

- ① 了解粉体真密度的概念及其在科研与生产中的作用;
- ② 掌握浸液法——比重瓶法测定粉末真密度的原理及方法。

## 二、基本原理

### 1. 测试技术概述

粉体真密度是粉体质量与其真体积之比值, 其真体积不包括存在于粉体颗粒内部的封闭空洞。所以, 测定粉体的真密度必须采用无孔材料。根据测定介质的不同, 粉体真密度的主要测定方法可分为气体容积法和浸液法。

气体容积法是以气体取代液体测定试样所排出的体积。此法排除了浸液法对试样溶解的可能性, 具有不损坏试样的优点。但测定时易受温度的影响, 还应注意漏气问题。气体容积法又分为定容积法与不定容积法。

浸液法是将粉末浸入在易润湿颗粒表面的浸液中, 测定其所排除液体的体积。此法必须真空脱气以完全排除气泡。真空脱气操作可采用加热(煮沸)法和减压法, 或两法同时并用。浸液法主要有比重瓶法和悬吊法。其中, 比重瓶法具有仪器简单、操作方便、结果可靠等优点, 已成为目前应用较多的测定真密度的方法之一。因此, 本实验采用这种方法。

### 2. 测试原理

比重瓶法测定粉体真密度基于阿基米德原理。将待测粉末浸入对其润湿而不溶解的浸液中, 抽真空除气泡, 求出粉末试样从已知容量的容器中排出已知密度的液体, 就可计算所测粉末的真密度。真密度  $\rho$  计算式为:

$$\rho = \frac{m_s - m_0}{(m_l - m_0) - (m_d - m_s)} \cdot \rho_l \quad (3-1)$$

式中  $m_0$  —— 比重瓶的质量, g;

$m_s$  —— (比重瓶 + 粉体) 的质量, g;

$m_d$  —— (比重瓶 + 粉体 + 液体) 的质量, g;

$m_l$  —— (比重瓶 + 液体) 的质量, g;

$\rho_l$  —— 测定温度下浸液密度;  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ;

$\rho$  —— 粉体的真密度,  $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。

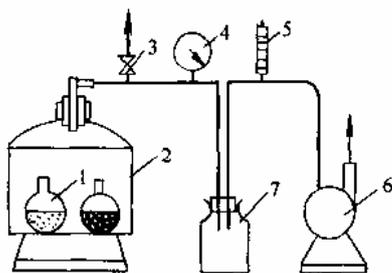


图 3-1 抽真空装置

1—比重瓶;2—真空干燥器;3—三通开关;  
4—压力表;5—温度计;6—真空泵;  
7—缓冲瓶

### 三、实验器材

① 真空装置。由比重瓶、真空干燥器、真空泵、真空压力表、三通阀、缓冲瓶组成(见图 3-1)。

② 温度计。0~100℃, 精度 0.1℃。

③ 分析天平。感量 0.001g。

④ 烧杯。300ml。

⑤ 烘箱、干燥器。

### 四、实验步骤

#### 1. 测定准备

① 将比重瓶洗净(一般需要 5 个)、编号, 放入烘箱中于 110℃ 下烘干, 然后用夹子小心地将比重瓶夹住,

快速地放入干燥器中冷却, 称各个比重瓶的质量  $m_0$ , 备用。

② 每次测定所需试样约为比重瓶容量的 1/3, 所以要预先用四分法缩分待测试样。

③ 取约 300ml 浸液倒入烧杯中, 再将烧杯放进真空干燥器内预先脱气(有的浸液可以省略此项操作)。浸液的密度, 一般用比重瓶进行测定。

#### 2. 操作步骤

① 在已干燥称质量 ( $m_0$ ) 的比重瓶内, 装入约为比重瓶容量 2/3 的粉体试样, 精确称量比重瓶和试样的质量  $m_s$ 。

② 将预先脱气的浸液注入装有试样的比重瓶内, 至容器容量的 2/3 处为止, 放入真空干燥器内。

③ 按图 3-1 连接各仪器, 启动真空泵, 抽气 15~20min, 至真空度约为 750mmHg (1mmHg=0.133kPa) 时停止抽真空。

④ 从真空干燥器内取出一个比重瓶, 向瓶内加满浸液并称其质量  $m_{sl}$ 。

⑤ 洗净该比重瓶, 然后装满浸液, 称其质量  $m_l$ 。

⑥ 重复④、⑤的操作, 测定下一个试样。

### 五、测试结果处理

#### 1. 数据记录

将测定数据进行整理, 填入下列表格中。

粉体名称 \_\_\_\_\_  
浸液名称 \_\_\_\_\_  
浸液密度 \_\_\_\_\_

测定日期 \_\_\_\_\_  
测定温度 \_\_\_\_\_  
操作者 \_\_\_\_\_

瓶号	瓶质量 $m_0/g$	(瓶+粉)质量 $m_s/g$	(瓶+粉+液)质量 $m_{sl}/g$	(瓶+液)质量 $m_l/g$	真密度 $\rho_i/g \cdot cm^{-3}$	平均值 $\rho$ $/g \cdot cm^{-3}$
1						
2						
3						
4						
5						

#### 2. 数据处理

- ① 粉体的真密度按 (3-1) 式进行计算。数据应计算到小数点第三位。
- ② 在计算平均值时，其计算数据的最大值与最小值之差应不大于  $\pm 0.008$ 。
- ③ 每个试样需进行 5 次平行测定，如果其中有 2 个以上的数据超过上述误差范围时，应重新取一组样品进行测定。

### 3. 结果分析

浸液法中，选择不溶解试样而易润湿试样颗粒表面的液体是十分重要的，对于陶瓷原料如长石、石英和陶瓷制品一般可用蒸馏水作为液体介质，对可能与水起作用的材料如水泥则可用煤油或二甲苯等有机液体介质。对无机粉体一般多选用有机溶剂类。此外，当粉末完全浸入液体中后，必须完全排除其中的气泡，才能准确确定其所排除的体积。

根据 Burt. M. W. G 《Powder technol》(1973)，比重瓶法不适用粒度小于  $5\mu\text{m}$  的超细粉体，对于这类超细粉体在其表面上有更多的机会强烈地吸附气体。要除去吸附气体，常需要在高温真空下处理。对于表面粗糙的颗粒同样有可能有空气进入表面裂缝和凹坑内不易除去。提出用离心或比重瓶，将粉末制备成悬浮液放入比重瓶内，使悬浮液受离心作用后再按通常方法测定密度。

### 思考题

1. 测定真密度的意义是什么？
2. 浸液法——比重瓶法测定真密度的原理是什么？
3. 影响测定真密度的主要因素是什么？
4. 怎样由真密度数据来分析试样的质量？

# 差热分析

## 一、目的意义

差热分析 (DTA, differential thermal analysis) 是研究相平衡与相变的动态方法中的一种, 利用差热曲线的数据, 工艺上可以确定材料的烧成制度及玻璃的转变与受控结晶等工艺参数, 还可以对矿物进行定性、定量分析。

本实验的目的:

- ① 了解差热分析的基本原理及仪器装置;
- ② 学习使用差热分析方法鉴定未知矿物。

## 二、基本原理

差热分析的基本原理是: 在程序控制温度下, 将试样与参比物质在相同条件下加热或冷却, 测量试样与参比物之间的温差与温度的关系, 从而给出材料结构变化的相关信息。

物质在加热过程中, 由于脱水、分解或相变等物理化学变化, 经常会产生吸热或放热效应。差热分析就是通过精确测定物质加热 (或冷却) 过程中伴随物理化学变化的同时产生热效应的大小以及产生热效应时所对应的温度, 来达到对物质进行定性和/或定量分析的目的。

差热分析是把试样与参比物质 (亦称惰性物质、标准物质或中性物质。参比物质在整个实验温度范围内不应该有任何热效应, 其导热系数, 比热等物理参数应尽可能与试样相同), 置于差热电偶的热端所对应的两个样品座内, 在同一温度场中加热。当试样加热过程中产生吸热或放热效应时, 试样的温度就会低于或高于参比物质的温度, 差热电偶的冷端就会输出相应的差热电势。如果试样加热过程中无热效应产生, 则差热电势为零。通过检流计偏转与否来检测差热电势的正负, 就可推知是吸热或放热效应。在与参比物质对应的热电偶的冷端连接上温度指示装置, 就可检测出物质发生物理化学变化时所对应的温度。

不同的物质, 产生热效应的温度范围不同, 差热曲线的形状亦不相同 (如图 17-1 所示)。把试样的差热曲线与相同实验条件下的已知物质的差热曲线作比较, 就可以定性确定试样的矿物组成。差热曲线的峰 (谷) 面积的大小与热效应的大小相对应, 根据热效应的大小, 可对试样作定量估计。

## 三、实验器材

**实验器材** 差热分析装置如图 17-2 所示。主要由加热炉、差热电偶、样品座及差热信号和温度的显示仪表等所组成。

加热炉依据测量的温度范围不同, 有低温型 (800~1000℃ 以下), 中温型 (1200℃ 以下) 和高温型 (1400~1600℃ 以下) 三种。

差热电偶是把材质相同的两个热电偶的相同极连接在一起, 另外两个极作为差热电偶的输出极输出差热电势。

差热分析仪是将差热分析装置中的样品室, 温度显示, 差热信号采集及记录全部自动化的一种分析仪器。依据组合方式的不同, 仪器有 DTA-TG 型和 DTA-DSC (differential scanning calorimetry) 型, 有的综合差热分析还可以同时测定加热过程中材料的热膨胀、收缩、比热等。

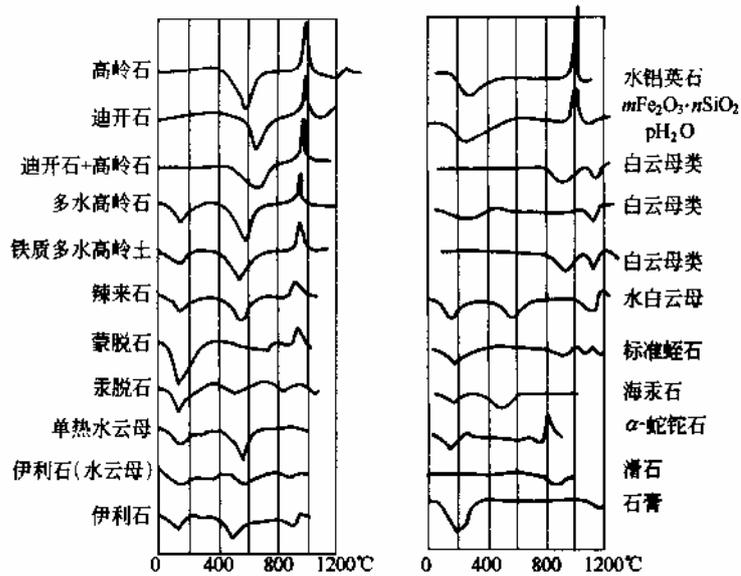


图 17-1 粘土矿物及其夹杂的部分矿物差热曲线

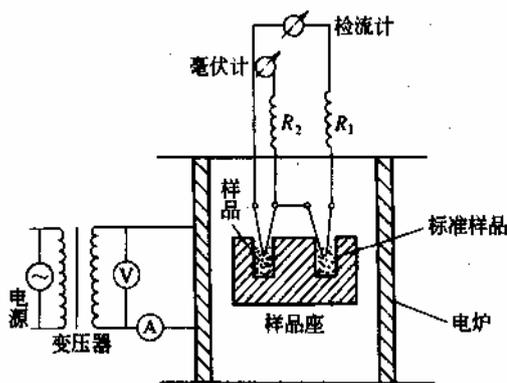


图 17-2 差热分析装置示意图

①—电压表；②—电流表

$R_1$ 、 $R_2$ —检流计回路中串联电阻箱 1 和 2

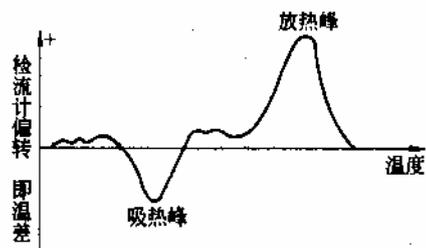


图 17-3 差热曲线(示例)

#### 四、测试步骤

- ① 按图 17-2 所示，检查装置的连接情况。
- ② 接通检流计照明电源，调好零位。用手轻轻触摸差热电偶一热端，观察检流计偏转方向。向右偏转定为放热效应，向左为吸热效应。
- ③ 试样（石膏）放在向右偏转的热端对应的样品座内，中性物质（ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ）放在另一个样品座内，样品装填密度应该相同。
- ④ 将样品座置于加热炉的炉膛中心，否则会造成基线偏移，差热曲线变形。
- ⑤ 根据空白曲线的升温速率（一般大约  $10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ）升温。每隔  $10\sim 20^\circ\text{C}$  记录检流计读数和温度。检流计最大偏转时的温度（差热曲线峰顶或谷底温度）一定要记录下来，否则影响差热曲线的形状。石膏试样升温至  $300^\circ\text{C}$  即可。

#### 五、数据记录及处理

以表 17-1 的形式记录原始数据，以原始数据减去空白实验数据得出校正后的检流计读

数，并以校正后检流计读数为纵坐标，温度为横坐标，绘制出差热曲线，如图 17-3 所示。

如果所测的矿物是未知矿物，则与标准图谱比较即可鉴定该矿物。常见粘土类矿物的差热曲线示于图 17-1。

表 17-1 原始数据记录表

温度/℃	检流计读数	空白实验检流计读数	校正后检流计读数

注：空白试验是指样品座内都装中性物质，对仪器的系统误差进行校正时所做的实验。其实验数据由实验室提供。

### 附：影响热分析的因素

#### 1. 加热速率

加热速率显著影响热效应在差热曲线上的位置，如图 17-4 所示。不同的加热速率，其差热曲线的形态、特征及反应出现的温度范围有明显的不同。一般加热速率增快，热峰（谷）变得尖而窄，形态拉长，反应出现的温度滞后。加热速率慢时，热峰（谷）变得宽而矮，形态扁平，反应出现的温度超前。

#### 2. 热传导

物质的热导率对差热曲线的形状和峰谷的面积有很大影响。因此，要求样品与中性物质的热传导系数相近。如果两者热传导系数和热容相差较大时，即使样品没有发生热效应，由于导热性不同而产生温度差，导致差热曲线的基线不成一根水平线。所以，粘土与硅酸盐物质选用煅烧过的氧化铝或刚玉粉。对于碳酸盐，则选用灼烧过的氧化镁。

#### 3. 样品的物理状态

(1) 颗粒度 粉末试样颗粒度的大小，对产生热峰的温度范围和曲线形状有直接影响。一般来说，颗粒度愈大，热峰产生的温度愈高，范围愈宽，峰形趋于扁而宽。反之，热效应温度偏低，峰形尖而窄。试样细度一般过 4900 孔·cm<sup>-2</sup>筛较好。

(2) 试样的质量 一般用少量试样可得到较明显的热峰。试样太多，由于热传导迟缓使相近的两峰易合并在一起。通常用 0.2g 左右，可以得到较好灵敏度。

(3) 试样的形状和堆积 试样堆积最理想的方式是将粉状试样堆积成球形，从热交换观点看，球形试样可以没有特殊损失。为方便起见，可取试样直径与高度相等的圆柱体代替。

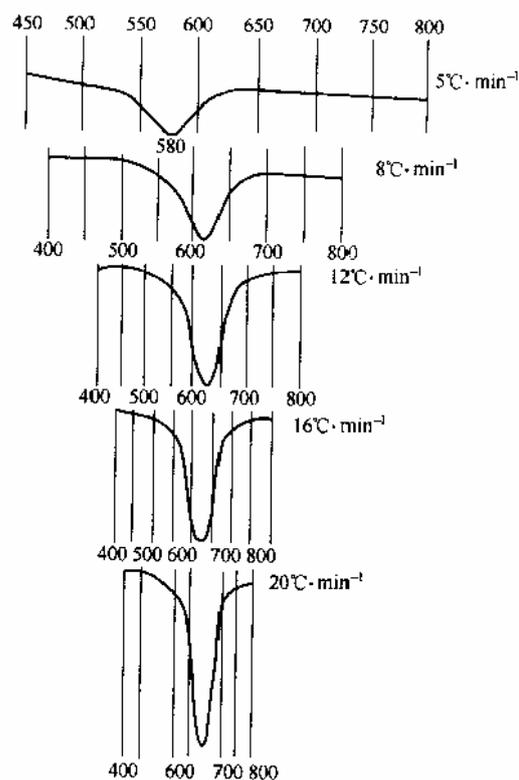


图 17-4 加热速率对高岭石脱水的影响

试样的堆积密度与中性物质一致，否则，在加热过程中，因导热不同会引起差热曲线的基线偏移。

(4) 热电偶的热端位置 热电偶热端在试样中的位置不同，会使热峰产生的温度和热峰的面积有所改变。这是因为物料本身有一定的厚度，因此表层的物料物理化学过程完成较早，中心部分较迟，使试样出现温度梯度。

### 思 考 题

1. 和静态方法相比较，差热分析这种动态方法有什么优缺点？
2. 如何保证差热分析数据的准确性？

# 水硬性胶凝材料标准稠度用水量、凝结时间、安定性的测定

胶凝材料是在物理、化学作用下，能从浆体变成坚固的石状体，并能胶结其他物料，制成有一定机械强度的复合固体的物质。和水成浆后既能在空气中硬化，又能在水中硬化的胶凝材料称为水硬性胶凝材料。这类材料通称为水泥，如硅酸盐水泥、铝酸盐水泥、硫铝酸盐水泥等。

水泥加水拌和后可形成塑性浆体。拌和时的用水量对浆体的凝结时间及硬化后体积变化的稳定性有较大的影响。测定水泥的标准稠度用水量、凝结时间、体积安定性对工程施工过程及施工质量有重要意义。

## 水泥标准稠度用水量的测定

### 一、目的意义

水泥净浆标准稠度是为使水泥凝结时间、体积安定性等测定具有准确的可比性而规定的，在一定测试方法下达到统一规定的稠度。达到这种稠度时的用水量为标准稠度用水量。通过本实验测定水泥净浆达到标准稠度时的用水量，作为水泥的凝结时间、安定性试验用水量的标准。

本实验的目的：

- ① 进一步了解标准稠度、标准稠度用水量的概念；
- ② 测定水泥净浆达到标准稠度时的用水量；
- ③ 分析标准稠度用水量对水泥凝结时间、体积安定性等的影响。

### 二、基本原理

通过试验不同含水量水泥净浆的穿透性，以确定水泥标准稠度净浆中所需加入的水量。水泥标准稠度用水量的测定有调整水量和固定水量两种方法，如有争议时以调整水量法为准。

#### 1. 调整水量法

调整水量法通过改变拌和水量，找出使拌制成的水泥净浆达到特定塑性状态所需要的水量。当一定质量的标准试锥（杆）在水泥净浆中自由降落时，净浆的稠度越大，试锥（杆）下沉的深度（ $S$ ）越小。当试锥（杆）下沉深度达到规定值 [ $S = (28 \pm 2)\text{mm}$ ] 时，净浆的稠度即为标准稠度。此时 100g 水泥浆净的调水量即为标准稠度用水量（ $P$ ）。

#### 2. 固定水量法

当不同需水量的水泥用固定水灰比的水量调制净浆时，所得的净浆稠度必然不同，试锥（杆）在净浆中下沉的深度也会不同。根据净浆标准稠度用水量与固定水灰比时试锥（杆）在净浆中下沉深度的相互关系统计公式，用试锥（杆）下沉深度算出水泥标准稠度用水量。也可在水泥净浆标准稠度仪上直接读出标准稠度用水量（ $P$ ）。

### 三、实验器材

(1) 水泥标准稠度与凝结时间测定仪 仪器如图 13-1 所示。其中的试杆和试针如图 13-2 所示。标准稠度的试杆有效长度为  $(50 \pm 1)\text{mm}$ ，直径为  $\phi(10 \pm 0.05)\text{mm}$  [见图 13-2

(a)]。测定凝结时间的试针如图 13-2 (b)、(c) 所示。滑动部分的总质量为  $(300 \pm 1)$  g。盛装水泥净浆的试模的底内径 75mm，顶内径 65mm，高 40mm。每只试模应配备一个大于试模，厚度  $\geq 2.5$ mm 的平板玻璃底板。

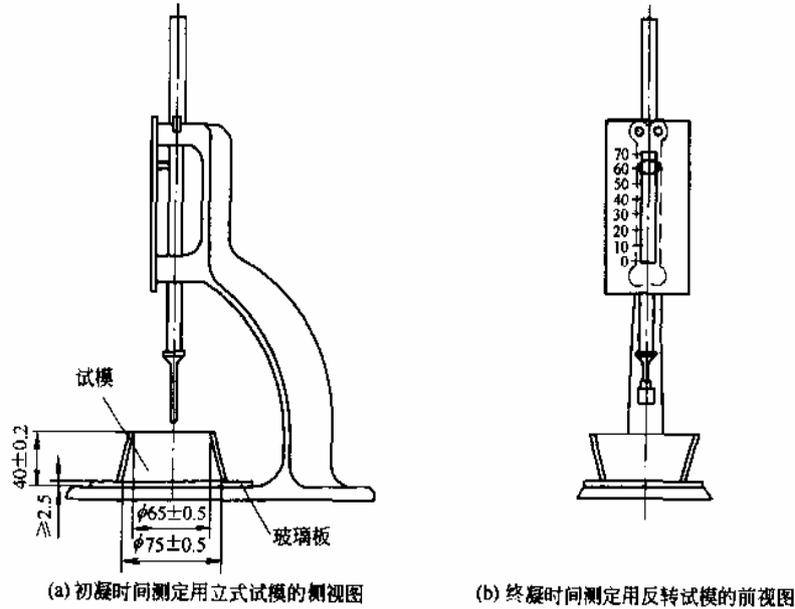


图 13-1 测定水泥标准稠度与凝结时间的测定仪（维卡仪）

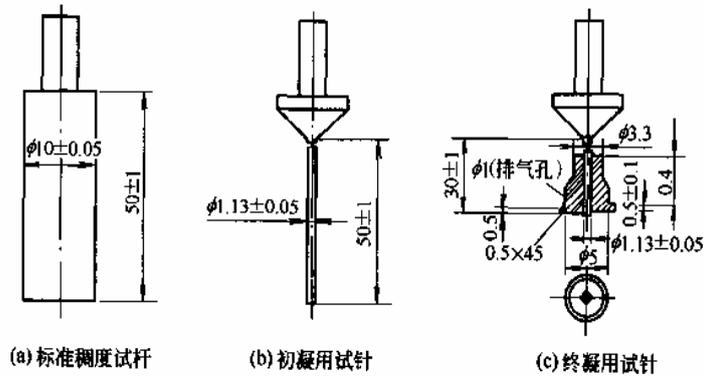


图 13-2 试杆与试针

表 13-1 搅拌叶片转速

搅拌叶片 搅拌速度	公转速度	自转速度
	$/r \cdot \text{min}^{-1}$	$/r \cdot \text{min}^{-1}$
慢速	$65 \pm 5$	$140 \pm 5$
快速	$125 \pm 10$	$285 \pm 10$

(2) 水泥净浆搅拌机 ISO 国际通用型净浆搅拌机如图 13-3 所示。主要由搅拌锅、搅拌叶片、传动机构和控制系统组成（如图 13-4 所示）。搅拌叶片在搅拌锅内作旋转方向相反的公转和自转，并可在竖直方向调节。搅拌锅可以升降，传动结构保证搅拌叶片按规定的方向和速度运转，控制系统具有按程序自动控制与手动控制两种功能 [自动控制程序为：慢速  $(120 \pm 3)$ s，快速  $(123 \pm 3)$ s]。搅拌叶片转速见表 13-1。搅拌时叶片与锅底，锅壁的最小间隙为  $(2 \pm 1)$ mm。

#### 四、试验步骤

① 试验前必须检查仪器金属杆应能自由滑动，试杆至试模顶面位置时，指针应对准标

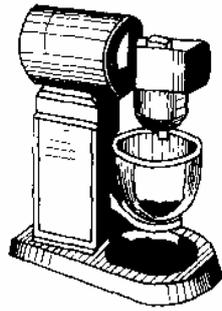


图 13-3 净浆搅拌机

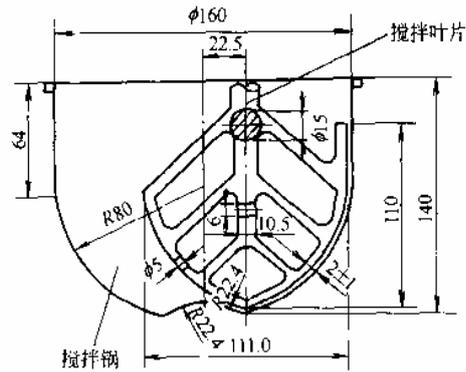


图 13-4 搅拌锅、搅拌叶片示意图

尺零点；搅拌机应运转正常等。

② 搅拌锅和搅拌叶片先用湿布擦过，然后将称好的 500g 水泥试样置于搅拌锅内。拌和时，先将锅放到搅拌机锅座上，升至搅拌位置，开动机器，同时徐徐加入拌和水，慢速搅拌 120s，停拌 15s，接着快速搅拌 120s 后停机。

搅拌用水量可采用固定水量法和调整水量法。固定水量为 142.5ml，准确到 0.5ml；调整水量法按经验找水。

③ 调整水泥净浆稠度仪的零点。

④ 拌和完毕，立即将水泥净浆一次装入已置于玻璃底板的试模中，用小刀插捣，并振动数次，刮去多余净浆，抹平后，迅速放到试杆下面的固定位置上。将试杆降至净浆表面，拧紧螺丝 1~2s 后，然后突然放松，让试杆自由沉入净浆中，到试杆停止下沉或释放试杆 30s 时，记录试杆下沉的深度。整个操作应在搅拌后 1.5min 内完成。

考虑我国的国情，水泥净浆标准稠度用水量也可以用试锥法进行测定。

### 五、结果及评定

① 用调整水量方法测定时，以试杆下沉深度为  $(28 \pm 2)$  mm 时的净浆为标准稠度净浆，其拌和水量为该水泥的标准稠度用水量  $(P)$ ，以水泥质量百分数计。

$$P = \frac{\text{拌和用水量}}{\text{水泥质量}} \times 100\% \quad (13-1)$$

如下沉深度超出范围，需另称试样，调整水量，重做实验，直至达到  $(28 \pm 2)$  mm 时为止。

② 用固定水量方法测定时，根据测得的试杆下沉深度  $S$  (mm)，可按以下计算标准稠度用水量  $P$  (%)。

$$P = 33.4 - 0.185S \quad (13-2)$$

当试杆下沉深度  $S$  小于 13mm 时，应改用调整水量方法测定。

当采用两种方法所测得的标准稠度用水量发生争议时，以调整水量法为准。

## 水泥净浆凝结时间的测定

### 一、目的意义

水泥从加水到开始失去流动性所需的时间称为凝结时间。凝结时间快慢直接影响到混凝土的浇灌和施工进度。测定水泥达到初凝和终凝所需的时间可以评定水泥的可施工性，为现

场施工提供参数。

本实验的目的：

- ① 进一步了解水泥初凝和终凝的概念；
- ② 测定水泥的凝结所需的时间；
- ③ 分析凝结时间对施工质量的影响。

## 二、基本原理

水泥凝结时间用净浆标准稠度与凝结时间测定仪测定。当试针在不同凝结程度的净浆中自由沉落时，试针下沉的深度随凝结程度的提高而减小。根据试针下沉的深度就可判断水泥的初凝和终凝状态，从而确定初凝时间和终凝时间。

## 三、实验器材

- ① 标准稠度与凝结时间测定仪（同上，见图 13-1）。
- ② 试模。采用的试模如图 13-1（a）所示。
- ③ 试针。如图 13-2（b）、（c）所示。
- ④ 湿汽养护箱。应能使温度控制在  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，湿度大于 90%。

## 四、试验步骤

① 将试模内侧稍涂上一层油，放在玻璃板上，调整凝结时间测定仪的试针接触玻璃板时指针应对准标尺零点。

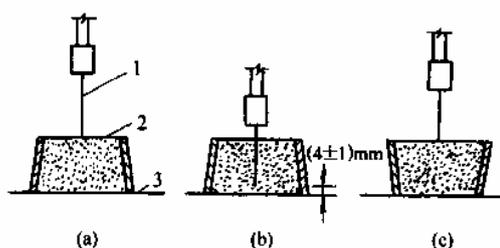


图 13-5 水泥凝结时间示意图

(a) 测定开始时；(b) 水泥初凝状态；(c) 水泥终凝状态

1—试针；2—净浆面；3—玻璃板

② 水泥净浆的拌制。称取水泥 500g，放入已用湿布擦过的搅拌锅中，将锅安装在搅拌机座上，升起至搅拌位置，开机，徐徐加入以标准稠度用水量量取的水，并同时记时间。制成标准稠度净浆后，立即一次装入试模，用小刀插捣，振动数次，刮平，立即放入湿汽养护箱内。记录水泥全部加入水中的时间作为凝结时间的起始时间。

③ 试件在湿汽养护箱中养护至加水后 80min 时进行第一次测定。

④ 测定时，从养护箱中取出试模放到试针下，降低试针与净浆面接触 [如图 13-5（a）]，拧紧螺丝 1~2s 后突然放松，使试针垂直自由地沉入净浆，观察试针停止下沉或释放试针 30s 时指针的读数。当试针沉入净浆中距底板  $(4 \pm 1)$  mm 时，为水达到初凝状态。

最初测定时应轻轻扶持金属棒，使试针徐徐下降，以防撞弯，但结果以自由下落为准；在整个测试过程中试针贯入的位置至少要距试模内壁 10mm。临近初凝时，每隔 5min 测定一次。每次测试完毕应将试针擦净并将试模放回湿汽养护箱内，测定全过程中要防止试模受到振动。

⑤ 在完成初凝时间测定后，立即将试模连同浆体平移的方式从玻璃板上取下，翻转  $180^\circ$ ，直径大端向上，小端向下放在玻璃板上，再放入湿汽养护箱中继续养护。临近终凝时，每隔 15min 测定一次。为了准确观测试针沉入状况，在终凝针上安装一个环形附件。当试针沉入 0.5mm 时，即环形附件开始不能在试体上留下痕迹时，为水泥达到终凝状态。

到达初凝或终凝状态时应立即重复测一次，当两次结论相同时才能定为达到初凝或终凝

状态。

### 五、结果与评定

① 由水泥全部加入水中至试针沉入净浆中距底板 1~4mm 时，所需时间为水泥的初凝时间 [如图 13-5 (b) 所示]，用“min”表示。

② 由水泥全部加入水中至终凝状态时所需的时间为水泥的终凝时间 [如图 13-5 (c) 所示]，用“min”表示。

## 水泥安定性的测定

### 一、目的意义

反映水泥硬化后体积变化均匀性的指标称为水泥的体积安定性，简称水泥安定性。

在水泥和水后的硬化过程中，一般都会发生体积变化。如果这是因为水泥中的某些有害成分的作用，则水泥、混凝土硬化后，在水泥石内部会产生剧烈的不均匀体积变化，使建筑物混凝土内产生破坏应力，导致建筑物强度下降。若破坏应力超过建筑物的强度，就会引起建筑物开裂、崩溃、倒塌等严重质量事故。所以测定水泥的安定性是十分重要的。

安定性的测定有雷氏夹法（标准法）和试饼法（代用法）两种方法。试饼法是通过观察水泥净浆试饼煮沸后的外形变化来检验水泥的体积安定性。雷氏夹法是测定水泥净浆在雷氏夹中煮沸后的膨胀值来检验水泥的体积安定性。如有争议时以雷氏夹法为准。

本实验的目的：

- ① 进一步了解水泥体积安定性的概念；
- ② 学习水泥体积安定性的测试方法；
- ③ 分析影响水泥体积安定性的因素。

### 二、基本原理

不论是试饼法还是雷氏夹法，其实质都是通过观察水泥净浆试体煮沸后的外形变化来检验水泥的体积安定性，基本原理是一样的。

水泥中游离氧化钙在常温下水化速度缓慢，随着温度的升高，水化速度加快。预养后的水泥净浆试件经 3h 煮沸后，绝大部分游离氧化钙已经水化。由于游离氧化钙水化产生体积膨胀，因此对水泥的安定性产生影响。根据煮沸后试饼变形情况或试件膨胀值即可判断水泥安定性是否合格。

### 三、实验器材

(1) 雷氏夹膨胀值测量仪 雷氏夹膨胀值测量仪由支架、标尺、底座等零件组成，如图 13-6 所示。

雷氏夹由铜质材料制成，其结构如图 13-7 所示。

(2) 煮沸箱 主要由箱盖、内外箱体、箱箠、保温层、管状加热器、管接头、铜热水嘴、水封槽、罩壳、电器箱等组成。FZ-31 型煮沸箱如图 13-8 所示。

### 四、试验步骤

安定性的测定有试饼法和雷氏夹法两种方法。其试验步骤分述如下。

#### (一) 雷氏夹法（标准法）

##### 1. 测定前的准备工作

每个雷氏夹需配备质量约为 75~80g 的玻璃 2 块，每个试样需成型两个试件。凡与水泥净浆接触的玻璃板和雷氏夹表面都要稍稍涂上一层油。

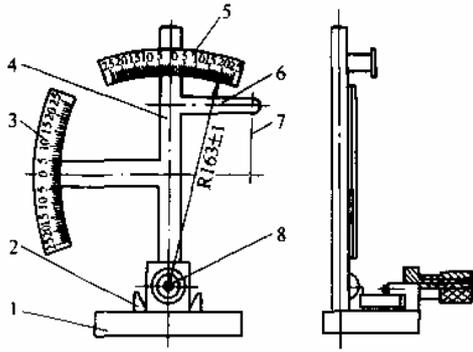


图 13-6 LD-50 雷氏夹膨胀值测量仪

- 1—底座；2—模子座；3—测量弹性标尺；  
4—立柱；5—测膨胀值标尺；6—膨胀值；  
7—悬丝；8—弹簧顶扭

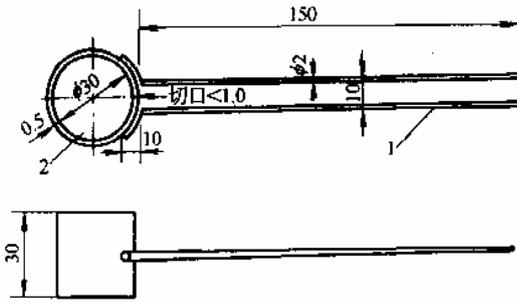


图 13-7 雷氏夹的结构

- 1—指针；2—环模

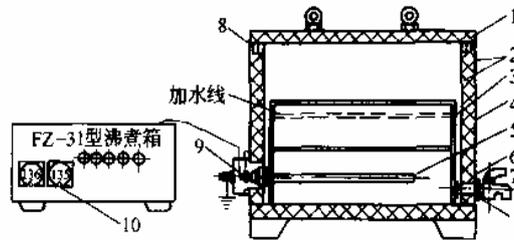


图 13-8 沸煮箱的构造

- 1—箱盖；2—内外箱体；3—箱算；4—保温层；5—管状加热器；6—管接头；  
7—铜热水嘴；8—水封槽；9—罩壳；10—电器箱

## 2. 水泥标准稠度净浆的制备

用标准稠度用水量加水，按水泥净浆拌制规定操作方法制成标准稠度净浆。

## 3. 试件的准备方法

将预先准备好的雷氏夹放在已稍稍涂上一层油的玻璃板上，并立即将已制备好的标准稠度净浆装满试模。装模时一支手轻轻扶持试模，向下压住雷氏夹的两根指针的焊接点处。另一支手用宽约 10mm 的小刀均匀的插捣 15 次左右，插到雷氏夹试模高度的  $\frac{2}{3}$  即可，然后刮平，刮平时应有浆体中心向两边刮，最多不超过 6 次。盖上稍稍涂油的玻璃板，接着立即将试模移至蒸汽养护箱内，养护  $(24 \pm 2)$  h。

## 4. 沸煮

① 沸煮前，事先调整好沸煮箱内的水位，使能保证在整个沸煮过程中都没过试件，不要中途添补试验用水，同时有保证能在  $(30 \pm 5)$  min 内升温至沸腾。

② 脱去玻璃板，取下试件。先测量试件雷氏夹的指针尖端间的距离 (A)，将带试件的雷氏夹放在膨胀值测量仪的垫块上，指针朝上。放平后在指针尖端标尺读数，精确到 0.5mm。

③ 接着将试件放入水中箴板上，雷氏夹的指针朝上，试件之间互不交叉，然后在  $(30 \pm 5)$  min 内升温至沸开，并恒沸  $(180 \pm 5)$  min。

## 5. 结果判别

煮沸结束，即放掉煮沸箱中的水，打开水箱盖，待箱体冷却到室温，取出试样，测量雷氏夹指针尖端间的距离（C），记录至小数点后一位。然后计算膨胀值。

当两个试件煮沸后所增加的距离（C - A）值大于 4.0mm 时，应用同一样品立即重做一次试验。再如此，则认为该水泥不合格。见下表所示。

水泥编号	雷氏夹号	沸前指针距离 A /mm	沸后指针距离 C /mm	增加距离 (C - A) /mm	平均值 /mm	两个结果差值 (C - A) /mm	结果判别
A	1	12.0	15.0	3.0	3.2	0.5	合格
	2	11.0	14.5	3.5			
B	1	11.0	14.0	3.0	4.8	3.5	合格
	2	11.5	18.0	6.5			
C	1	12.0	14.0	2.0	4.5	5.0	重做
	2	12.0	19.0	7.0			
D	1	12.5	18.0	5.5	5.8	—	不合格
	2	11.0	17.0	6.0			

当两个试件煮沸后所增加的距离（C - A）的平均值不大于 5.0mm 时，即认为该水泥安定性合格。

### （二）试饼法（代用法）

#### 1. 测定前的准备工作

每个试样需准备两块尺寸（长×宽）为 100mm×100mm 的玻璃板。每个试样需成型两个试件。与水泥净浆接触的玻璃板表面要稍稍涂上一层油。

#### 2. 水泥标准稠度净浆的制备

按标准稠度用水量加水，按水泥净浆拌制规定操作方法制成标准稠度净浆。

#### 3. 试件的制备方法

即将已制备好的标准稠度净浆取出一部分，分成两等份，用刀具抹成球形，放在预先准备好的玻璃板上，并用湿布擦过的小刀由边缘向中央抹动，做成直径 70~80mm，中心厚约 10mm，边缘渐薄，表面光滑的试样，接着将试样饼放入湿汽养护箱内，养护（24±2）h。

#### 4. 煮沸

① 煮沸前，事先调整好煮沸箱内的水位，使能保证在整个煮沸过程中都没过试件，不要中途添补试验用水，同时有保证能在（30±5）min 内升温至沸腾。

② 脱去玻璃板，取下试样。

③ 首先检查试饼是否完整，如试饼有弯曲、崩溃、裂纹（开裂、翘曲）现象时，要查明原因，如确证无其他原因时，该试饼已属于不合格，则不必煮沸。在经检查过的试饼没发现任何缺陷的情况下，方可将试饼放在煮沸箱的水中篾板上，然后在（30±5）min 内升温至沸开，并恒沸（180±5）min。

#### 5. 结果判别

煮沸结束，即放掉煮沸箱中的水，打开水箱盖，待箱体冷却到室温，取出试样，如目测

未发现裂纹，用直尺检查也没有弯曲，则此试饼为安定性合格。反之为不合格。当两个试饼判别有矛盾时，则该水泥的安定性为不合格。

### 思考题

1. 在测定水泥的标准稠度用水量中应注意哪些事项？
2. 如果您所测得硅酸盐水泥初凝时间小于 45min 或者终凝时间大于 6.5h，应如何调整水泥生产的配料？

# 材料机械强度的测定

材料抵抗机械作用的能力是材料最重要的性质之一。不论是金属材料、无机非金属材料、有机高分子材料或复合材料，当它们用作机械部件、结构材料等用途时，一般都要测定其力学性能。材料力学性能试验的内容较多，包括拉伸、压缩、弯曲、剪切、冲击、疲劳、摩擦、硬度等。

材料机械强度指材料受外力作用时，其单位面积上所能承受的最大负荷。一般用抗弯（抗折）强度、抗拉（抗张）强度、抗压强度、抗冲击强度等指标来表示。本实验以水泥、混凝土、玻璃、陶瓷材料为对象，选做前三项实验。

## 水泥机械强度的测定

### 一、目的意义

水泥的强度在使用中具有重要的意义。水泥强度是指水泥试体在单位面积上所承受的外力，它是水泥的主要性能指标。水泥是混凝土的重要胶结材料，水泥强度是水泥胶结能力的体现，是混凝土强度的主要来源。检验水泥各龄期强度，可以确定其强度等级，根据水泥强度等级又可以设计水泥混凝土的标号。水泥强度检验主要是抗折与抗压强度检验。

本实验的目的：

- ① 学习水泥胶砂强度的测试方法，以确定水泥强度等级；
- ② 分析影响水泥胶砂强度测试结果的各种因素。

### 二、实验原理

#### 1. 抗折

材料的抗折强度一般采用简支梁法进行测定。对于均质弹性体，将其试样放在两支撑点上，然后在两支撑点间的试样上施加集中载荷时，试样将变形或断裂（如图 42-1 所示）。由材料力学简支梁的受力分析可得抗折强度的计算公式：

$$R_f = \frac{M}{W} = \frac{\frac{P}{2} \cdot \frac{L}{2}}{\frac{bh^2}{6}} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (42-1)$$

式中  $R_f$ ——抗折强度，MPa；

$M$ ——在破坏荷重  $P$  处产生的最大弯矩；

$W$ ——截面矩量，断面为矩形时  $W = bh^2/6$ ；

$P$ ——作用于试体的破坏荷重，kN；

$L$ ——抗折夹具两支承圆柱的中心距离，m；

$b$ ——试样宽度，m；

$h$ ——试样高度，m。

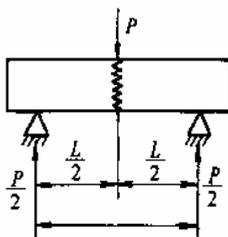


图 42-1 小梁试体  
抗折受力分析

在水泥胶砂试体抗折强度测试中，两支承圆柱的中心距离  $L = 0.1\text{m}$ ；试样宽度  $b = 0.04\text{m}$ ；试样高度  $h = 0.04\text{m}$ 。

将这些值代入式 (42-1) 得

$$R_f = \frac{3PL}{2bh^2} = 2.34P$$

应当注意的是，水泥胶砂试体是由晶体、胶体、未完全水化的颗粒、游离水和气孔等组成的不均质结构体。而且在硬化过程的不同龄期，试体内晶体、胶体、未完全水化的颗粒所占的比率不同，导致试体的强度也不相同。因此，水泥胶砂试体不是均质弹性体，而是“弹-粘-塑性体”，用式（42-1）计算出的强度不完全代表水泥胶砂试体的真实抗折强度值，但这种近似值已能满足工程测试的要求。

材料的抗折强度一般采用电动抗折试验机进行测定，其测力原理如图 42-2 所示。在这种情况下，力矩  $M$  与各量的关系为：

$$M_1 = PL_1 \quad M_2 = SL_2$$

$$M_3 = SA \quad M_4 = QB$$

平衡状态时，

$$M_1 = M_2 \quad \text{即 } P = S \cdot L_2 / L_1$$

$$M_3 = M_4 \quad \text{即 } S = B \cdot Q / A$$

所以

$$P = \frac{L_2 \cdot Q \cdot B}{L_1 \cdot A}$$

由于仪器设定为：力臂  $L_1 = 1$  长度单位， $A = 1$  长度单位， $L_2 = 5$  长度单位， $Q = 10\text{kg}$ ，所以

$$P = \frac{L_2 \cdot Q \cdot B}{L_1 \cdot A} \cdot B = \frac{5 \times 10}{1 \times 1} B = 50B$$

$$R_f = 2.34P = 2.34 \times 50B = 117B \quad (42-2)$$

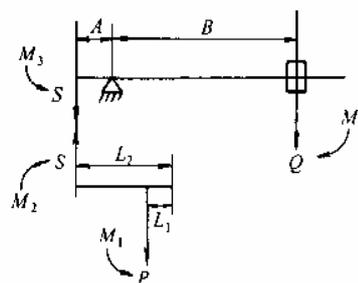


图 42-2 电动抗折试验机测力原理示意图

## 2. 抗压

检验抗压强度一般都采用轴心受压的形式。按定义，其计算公式为：

$$R_c = \frac{P}{F} \quad (42-3)$$

式中  $R_c$  ——抗压强度，MPa；

$F$  ——受压面积， $\text{m}^2$ ；

$P$  ——作用于试体的破坏荷重，kN。

在水泥胶砂试体抗压强度测试中，用抗折试验后的两个断块立即进行抗压试验，因此试体的受压面积：

$$F = 0.04 \times 0.0625\text{m}^2$$

轴心压缩受力分析如图 42-3。



图 42-3 轴心压缩受力分析

## 三、实验器材

(1) 胶砂搅拌机 与“实验 25”中的图 25-1 相同。

(2) 振实台 按 ISO 679—1989 (E) 设计的振实台如图 42-4 所示。振实台应安装在高度约为 400mm 的混凝土基座上。需防外部振动影响振动效果时，可在整个混凝土基座上放一层厚约 5mm 天然橡胶弹性衬垫。新标准规定，若无振实台，也可以用如图 42-5 所示的振动台代替。

(3) 试模 试模由三个水平的模槽组成（如图 42-6），可同时成型三

条截面为  $40\text{mm} \times 40\text{mm} \times 160\text{mm}$  的棱形试体。

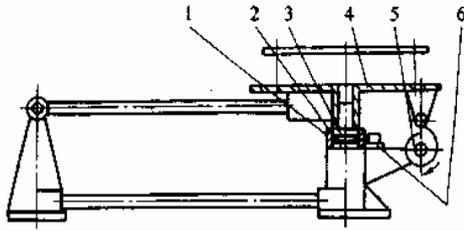


图 42-4 ZS-15 型水泥胶砂振实台

1—定位套；2—止动器；3—凸面；4—台面；  
5—凸轮；6—红外线记数器

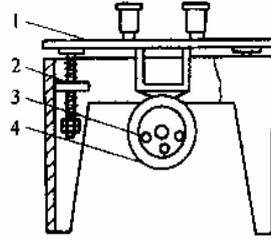


图 42-5 振动台

1—台板；2—弹簧；  
3—偏重轮；4—电机

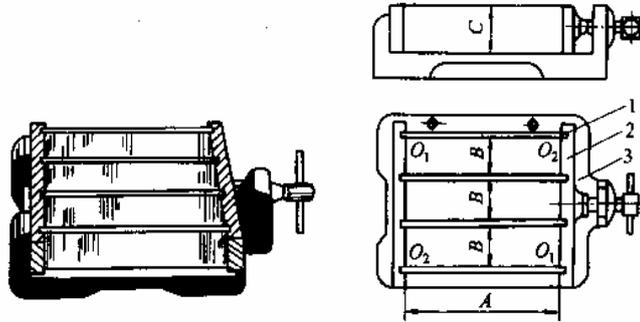


图 42-6 水泥胶砂强度检验试模及其构造

1—隔板；2—端板；3—底板

(4) 播料器和金属刮平尺 为控制料层厚度和刮平胶砂，应备有如图 42-7 所示的两个播料器和一金属刮平直尺。

(5) 抗折强度试验机 抗折强度试验机（如图 42-8），抗折夹具的加荷与支撑圆柱直径均为  $(10 \pm 0.1)\text{mm}$ ，两个支撑圆柱中心距为  $(100 \pm 0.2)\text{mm}$ 。

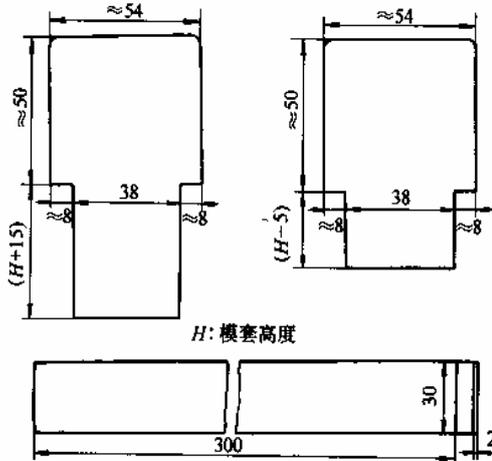


图 42-7 典型的播料器和金属刮平尺

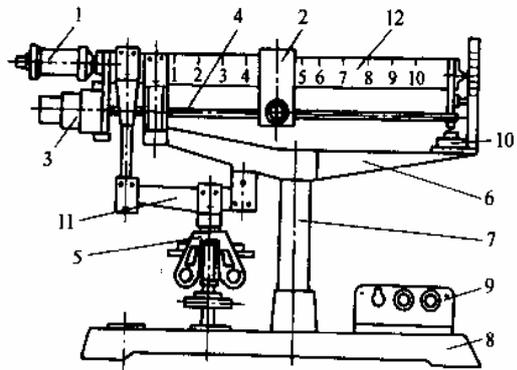


图 42-8 电动抗折机

1—平衡轮；2—游动砝码；3—电动机；4—传动丝杆；  
5—抗折夹具；6—机架；7—立柱；8—底座；9—电器  
控制箱；10—微动开关；11—下杠杆；12—上杠杆

(6) 抗压强度试验机 抗压强度试验机，如图 42-9 所示。在较大的 4/5 量程范围内使用时记录的荷载应有  $\pm 1\%$  精度，并具有按  $(2400 \pm 200) \text{N} \cdot \text{s}^{-1}$  速率的加荷能力。

(7) 抗压夹具 当需要使用夹具（图 42-10）时，应把它放在压力机的上、下压板之间并与压力机处于同一轴线，以便将压力机的荷载传递至胶砂试件表面。夹具受压面积为  $40 \text{mm} \times 40 \text{mm}$ 。夹具要保持清洁，球座应能转动以使其上压板能从一开始就适应试体的形状并在试验中保持不变。

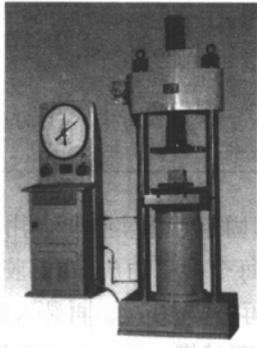


图 42-9 YE-2000 压机

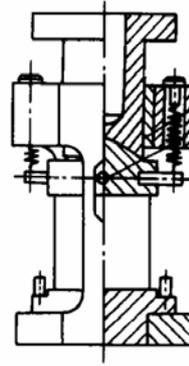


图 42-10 抗压夹具

#### 四、试验条件及对材料的要求

- ① 试验室温度为  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度大于 50%。
- ② 养护箱温度为  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，相对湿度大于 90%，养护水的温度为  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。
- ③ ISO 基准砂 ISO 基准砂（reference sand）是由德国标准砂公司制备的  $\text{SiO}_2$  含量不低于 98% 的天然的圆形硅质砂组成，颗粒分布如表 42-1 规定的范围内。

砂的湿含量是在  $105 \sim 110^\circ\text{C}$  下用代表性砂样烘 2h 的质量损失来测定，以干基的质量百分数表示，应小于 0.2%。

- ④ 中国 ISO 标准砂。中国 ISO 标准砂完全符合表 42-1 颗粒分布和湿含量的规定。

表 42-1 ISO 基准砂颗粒分布表

方孔边长/mm	累计筛余/%	方孔边长/mm	累计筛余/%
2.0	0	0.5	$67 \pm 5$
1.6	$7 \pm 5$	0.16	$87 \pm 5$
1.0	$33 \pm 5$	0.08	$99 \pm 1$

⑤ 水泥。当试验水泥从取样至试验要保持 24h 以上时，应把它贮存在基本装满和气密的容器里，这个容器应不与水泥起反应。

- ⑥ 水。试验可用饮用水，仲裁试验或其他重要试验可用蒸馏水。

#### 五、试验步骤

##### (一) 试体成型

① 将试模擦净，四周模板与底板接触面上应涂黄油，紧密装配，防止漏浆。内壁均匀刷一薄层机油。

② 胶砂的质量配合比应为 1 份水泥、3 份标准砂和 0.5 份水（水灰比为 0.50）。一锅胶砂成 3 条试体，每锅材料需要量如表 42-2。

③ 先使搅拌机处于待工作状态，然后再按以下的程序进行操作。把量好的水（精

确 $\pm 1$ ml)加入锅里,再加入称好的水泥(精确 $\pm 1$ g),把锅放在固定架上,上升至固定位置。然后立即开动搅拌机,低速搅拌30s后,在第二个30s开始的同时均匀地将砂子加入(当各级砂是分装时,从最粗粒级开始,依次将所需的每级砂量加完)。把机器转至高速再拌30s,停拌90s,在第1个15s内用一胶皮刮具将叶片和锅壁上的胶砂刮入锅中间,在高速下继续搅拌60s。各个搅拌阶段,时间误差应在 $\pm 1$ s以内。

表 42-2 每锅胶砂的材料量

水泥品种	材料量			水泥品种	材料量		
	水泥/g	标准砂/g	水/g		水泥/g	标准砂/g	水/g
硅酸盐水泥	450 $\pm 2$	1350 $\pm 5$	225 $\pm 1$	粉煤灰硅酸盐水泥	450 $\pm 2$	1350 $\pm 5$	225 $\pm 1$
普通硅酸盐水泥				复合硅酸盐水泥			
矿渣硅酸盐水泥				石灰石硅酸盐水泥			

④ 胶砂制备后应立即进行成型。预先将空试模和模套固定在振实台上,用一个适当勺子直接从搅拌锅里将胶砂分二层装入试模,装第一层时,每个槽里约放300g胶砂,用大播料器垂直架在模套顶部沿每个模槽来回一次将料层播平,再振实60次。再装入第二层胶砂,用小播料器播平,再振实60次。移走模套,从振实台上取下试模,用一金属直尺以近似90°的角度架在试模模顶的一端,然后沿试模长度方向以横向锯割动作慢慢向另一端移动,一次将超过试模部分的胶砂刮去,并用一直尺以近乎水平的情况下将试体表面抹平。最后在试模上标记。

⑤ 若使用代用设备振动台时,操作如下:在搅拌胶砂的同时将试模和下料漏斗卡紧在振动台的中心。将搅拌好的全部胶砂均匀地装入下料漏斗中,开动振动台,胶砂通过漏斗流入试模,振动(120 $\pm 5$ )s停车,振动完毕,取下试模,用刮平尺刮去其高出试模的胶砂并抹平(方法同上),最后在试模上标记。

## (二) 试体养护

### 1. 脱模前的养护

将试模放入养护箱养护[温度(20 $\pm 3$ ) $^{\circ}\text{C}$ ,相对湿度大于90%]。一直养护到规定的脱模时间时取出脱模。脱模前,用防水墨汁或颜料笔对试体进行编号,对二个龄期以上的试体,在编号时应将同一试模中的3条试体分在二个以上龄期内。

### 2. 脱模

对于24h龄期的,应在破型试验前20min内脱模;对于24h以上龄期的,应在成型后20~24h之间脱模。脱模应小心,以免损伤试体。对于已确定作为24h龄期试验的已脱模试体,应用湿布覆盖至做试验时为止。

### 3. 水中养护

将编号的试体立即水平放在(20 $\pm 1$ ) $^{\circ}\text{C}$ 水中养护,放置时刮平面应朝上。试体之间间隔和试体上表面的水深不得小于5mm。

注意:试体放置的笄子不宜用木料制成,每个养护池只养护同类型的水泥试体,不允许在养护期间换水,水量不够时可加水至恒定水位。

## (三) 强度试验

① 各龄期的试体必须按表42-3规定时间内进行强度试验。

② 试体从水中取出后,在强度试验前应用湿布覆盖。

③ 抗折强度测定:擦去试体表面的附着水分和砂粒,清除夹具上圆柱表面杂物,将试

体一个侧面放在抗折仪的支撑圆柱上，通过加荷圆柱以 $(50 \pm 10)N \cdot s^{-1}$ 的速率均匀地将荷载垂直地加在棱柱体相对侧面上，直至折断。记录抗折强度值（记录至0.1MPa）。

表 42-3 各龄期强度测定时间的规定

龄 期	时 间	龄 期	时 间
24h	24h $\pm$ 15min	7d	7d $\pm$ 2h
48h	48h $\pm$ 30min	$\geq 28d$	28d $\pm$ 8h
72h	72h $\pm$ 45min		

④ 抗压强度测定：抗折试验后的两个断块应立即进行抗压试验。抗压试验须用抗压夹具进行。半截棱柱体中心与压力机压板受压中心差应在 $\pm 0.5mm$ 内，整个加荷过程中应以 $(2400 \pm 200)N \cdot s^{-1}$ 的速率均匀地加荷直至破坏，记录抗压强度值（记录至0.1MPa）。

## 六、水泥强度的计算

### 1. 抗折强度

抗折强度按式(42-2)计算，精确至0.1MPa。

以一组3个棱柱体抗折结果的平均值作为试验结果。当3个强度值中有超出平均值 $\pm 10\%$ 时，应剔除后再取平均值作为抗折强度试验结果。

### 2. 抗压强度

抗压强度按式(42-3)计算，精确至0.1MPa。

以一组3个棱柱体上得到的6个抗压强度测定值的算术平均值为试验结果。如6个测定值中有1个超出6个平均值的 $\pm 10\%$ ，就应剔除这个结果，而以剩下5个的平均数为结果。如果5个测定值中再有超过它们平均值 $\pm 10\%$ 的，则此组结果作废，应重做这组试验。

## 水泥胀缩性试验

水泥浆在硬化过程中会产生体积变化，水泥砂浆和混凝土在水化硬化和使用中也会因各种物理的和化学的原因产生体积变化。除了浆体自身收缩外，热胀冷缩、碳化收缩、湿胀干缩等作用也是体积变化的原因。为了减少水泥的体积变化而产生的危害，提高工程质量，合理地利用水泥膨胀性能，因此测定水泥试体在各种条件下的体积变化是十分重要的。

水泥胀缩性用胶砂试体和净浆试体进行试验。本试验以水泥胶砂干缩试验和水泥净浆膨胀试验为典型，进行水泥胀缩性的试验。

为了使水泥与水泥胶砂的物理性能测试有可比性，在做水泥膨胀性试验时需测定水泥的稠度（这部分内容见实验 13），以确定水泥净浆的用水量。在做水泥胶砂干缩性实验时，需测定水泥胶砂流动度，以确定胶砂的用水量。因此，这里的试验顺序是：水泥胶砂流动度的测定、水泥干缩性试验、水泥膨胀性试验。

### 水泥胶砂流动度的测定

#### 一、目的意义

测定水泥胶砂流动度是检验水泥需水性的一种方法。不同的水泥配制的胶砂要达到相同的流动度，调拌的胶砂所需的用水量则不同，通过本试验可知，不同的水泥其需水性不同。当用胶砂达到规定流动度所需的水量（用水灰比表示）来控制胶砂加水量时，能使所测试的胶砂物理性能具有可比性。

本实验的目的：

- ① 测定水泥胶砂流动度，比较水泥的需水性；
- ② 用水泥达规定流动度时的需水量来确定其他品种水泥胶砂强度成型的加水量和水泥胶砂干缩性试验胶砂加水量。

#### 二、基本原理

水泥胶砂流动度是水泥胶砂可塑性的反映。水泥胶砂流动度用跳桌法测定，胶砂流动度以胶砂在跳桌上按规定进行跳动试验后，底部扩散直径的毫米数表示。扩散直径越大，表示胶砂流动性越好。胶砂达到规定流动度所需的水量较大时，则认为该水泥需水性较大；反之，需水性较小。

#### 三、实验器材

① 胶砂搅拌机。ISO 670—1989（E）规定的统一标准设备如图 25-1 所示。该机可代替 GB 177—85 水泥胶砂强度试验方法的搅拌机。

② 水泥胶砂流动度测定仪（简称跳桌）（见图 25-2 所示）。跳桌有手动轮和电动轮（自动控制跳桌转动）两种。其转动轴与转速为  $60\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ ，无外带减速装置的电机或手动轮连接，其转动机构能保证跳桌在  $(30\pm 1)\text{s}$  内完成 30 次跳动。

③ 试模。用金属材料制成，由截锥圆模和模套组成，配合使用。截锥圆模内壁应光滑，尺寸为：高度  $(60\pm 0.5)\text{mm}$ ；上口内径  $(70\pm 0.5)\text{mm}$ ；下口内径  $(100\pm 0.5)\text{mm}$ ；下口内径 120mm。

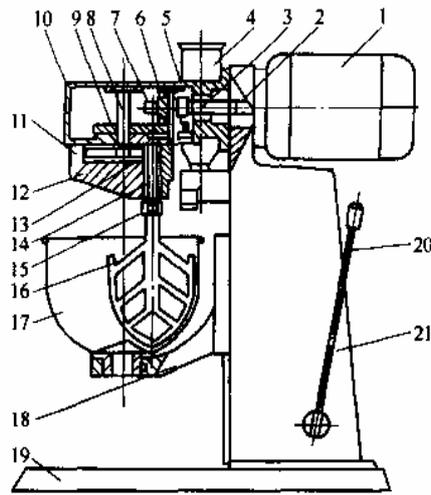


图 25-1 JJ-5 型水泥胶砂搅拌机

- 1—电机；2—联轴套；3—蜗杆；4—砂罐；5—传动箱盖；6—蜗轮；  
7—齿轮 I；8—主轴；9—齿轮 II；10—传动箱；11—内齿轮；  
12—偏心座；13—行星尾齿轮；14—搅拌叶轴；15—调节螺母；  
16—搅拌叶；17—搅拌锅；18—支座；19—底座；  
20—手柄；21—立柱

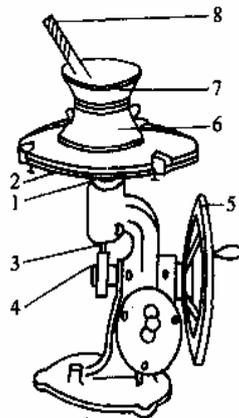


图 25-2 跳桌

- 1—推杆；2—圆盘；3—托轮；  
4—凸轮；5—手轮；6—截锥圆模；  
7—模套；8—捣棒

④ 捣棒 用金属材料制成，直径为  $(20 \pm 0.5)$  mm，长度约 200mm。捣棒底面与侧面成直角，其下部光滑，上部手柄滚花。

⑤ 卡尺 量程为 200mm，分度值不大于 0.5mm。

⑥ 小刀 刀口平直，长度大于 80mm。

#### 四、试验材料及条件

① 水泥试样、标准砂和试验用水与本试验 II 中的第四相同。

② 试验室温度  $17 \sim 25^\circ\text{C}$ ，相对湿度  $> 50\%$ ；试验材料、仪器的温度与试验室的温度相同。

#### 五、流动度的测定

① 跳桌在试验前先进行空转，以检验各部位是否正常。

② 胶砂制备。用于水泥胶砂干缩试验的水泥与标准砂的重量比为 1:2。一次试验应称取水泥 400g，标准砂 800g，并按预定的水灰比计算并量取拌和用水。在制备胶砂的同时，用潮湿棉布擦拭跳桌面、试模内壁、捣棒以及与胶砂接触的用具，将试模放在跳桌面中央并用潮湿棉布覆盖。

③ 胶砂的制备。将称好的水泥与标准砂倒入搅拌锅内，开动搅拌机，拌和 5s 后徐徐加入水，20~30s 加完，自开动机器起搅拌  $(180 \pm 5)$  s 停车。将粘在叶片上的胶砂刮下，取下搅拌锅。

④ 将拌好的胶砂分两层迅速装入流动试模，第一层装至截锥圆模高度约三分之二处，用小刀在相互垂直两个方向各划 5 次，用捣棒由边缘至中心均匀捣压 15 次，捣压深度为胶砂高度的二分之一，如图 25-3 所示。随后，装第二层胶砂，装至高出截锥圆模约 20mm，用小刀划 10 次再用捣棒由边缘至中心均匀捣压 10 次，如图 25-4 所示。第二层捣压深度实不超过第一层表面。捣压力量应恰好足以使胶砂充满截锥圆模。装胶砂和捣压时，用手扶稳

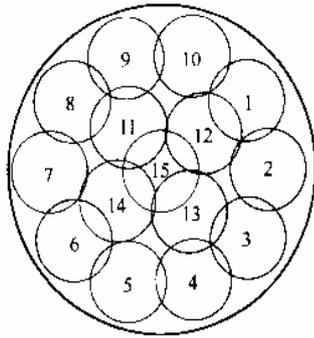


图 25-3 捣压 15 次

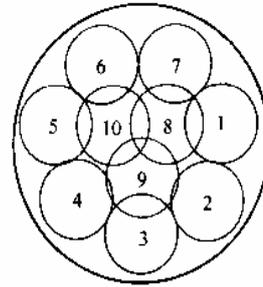


图 25-4 捣压 10 次

试模，不要使其移动。

⑤ 捣压完毕，取下模套，用小刀由中间向边缘分两次将高出截锥圆模的胶砂刮去并抹平，擦去落在桌面上的胶砂。将截锥圆模垂直向上轻轻提起。立刻开动跳桌，约每秒钟一次，在  $(30 \pm 1)$  s 内完成 30 次跳动。

⑥ 跳动完毕，用卡尺测量胶砂底面最大扩散直径与其垂直的直径，计算平均值，取整数，用 mm 为单位表示。即为该水量的水泥胶砂流动度。在测水泥胶砂干缩性时，应按胶砂流动度达 130~140mm 来确定胶砂用水量。若扩散直径小于 130mm 或大于 140mm，应重新增减水量再进行测定，直到其扩散直径达 130~140mm 时为止。

流动度试验，从胶砂拌和开始到测量扩散直径结束，应在 5min 内完成。

⑦ 电动跳桌与手动跳桌测定的试验结果发生争议时，以电动跳桌为准。

#### 六、影响因素与注意事项

① 跳桌质量必须符合 GB/T 2419—94 的有关规定。跳桌要经常保持清洁。滑动部分阻力要小。跳桌需用地脚螺丝固定在实心工作台上，安放要水平。工作台与跳桌底座之间不能垫橡胶等材料。

② 胶砂搅拌结束后应立即进行流动测定。装模、压捣等制样工作应在 2min 内完成。若不及时进行检测，流动度将随时间延长而减小。

③ 压捣时用力要均匀，力量大小要适当，捣棒应垂直。

## 水泥干缩性试验

### 一、目的意义

水泥加水会发生水化，其水化水泥与水系统绝对体积一般是减缩的，减缩程度与水泥矿物组成、水灰比、养护制度、环境条件有关。混凝土除上述影响因素外，还与水泥用量有关。因水泥干缩性能直接影响水泥混凝土上的使用质量，因此用本试验测定水泥胶砂收缩率，以此评定水泥干缩性能。

本试验的目的：

- ① 测定水泥胶砂干缩率，评定水泥干收缩性能；
- ② 测定水泥胶砂干缩率，为工程质量控制提供参数。

### 二、基本原理

本方法是采用两端有球形钉头的  $25\text{mm} \times 25\text{mm} \times 280\text{mm}$  的 1:2 胶砂试体，在一定温度，一定湿度的空气中养护后，用比长仪测量不同龄期试体的长度变化确定水泥胶砂的干缩

性能。

### 三、实验器材

(1) 胶砂搅拌机 (与本实验图 25-1 相同)。

(2) 流动度试验用跳桌 (见图 25-2)、截锥圆模、模套、圆柱捣棒、游标卡尺等。

(3) 试模 试模为三联模, 由互相垂直的隔板、端板、底座以及定位用螺丝组成, 结构如图 25-5 所示。各组件可以拆卸, 组装后每联内壁尺寸为  $25\text{mm} \times 25\text{mm} \times 280\text{mm}$ 。端板有 3 个安置测量钉头的小孔, 其位置应保证成型后试体的测量钉头在试体的轴线上。

① 测量钉头用不锈钢或铜制成, 规格如图 25-6 所示。成型试体时测量钉头伸入试模板的深度为  $(10 \pm 1)\text{mm}$ 。

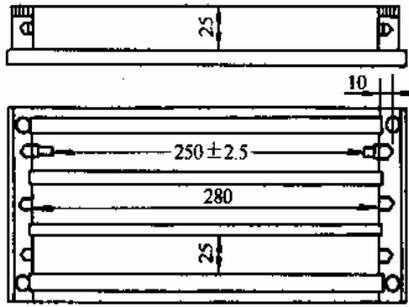


图 25-5 三联试模

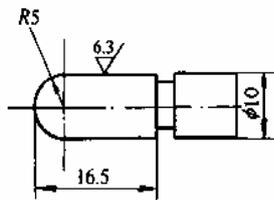


图 25-6 钉头

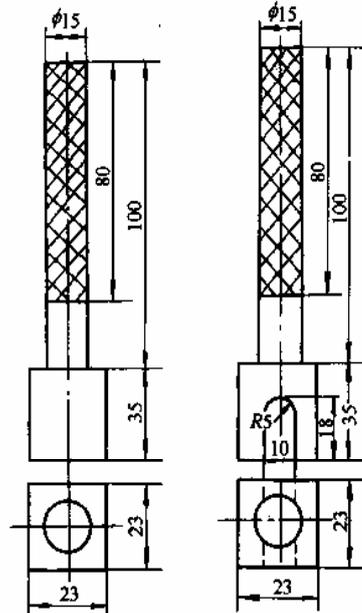


图 25-7 捣棒图

② 隔板和端板用 45 号钢制成, 表面粗糙度不大于  $6.3\mu\text{m}$ 。

③ 底座用灰口铸铁加工, 底座上表面粗糙度不大于  $6.3\mu\text{m}$ , 底座非加工面经涂漆无流痕。

(4) 捣棒 捣棒包括方捣棒和缺口捣棒两种, 规格见图 25-7, 均由金属材料制成。方捣棒受压面积为  $23\text{mm} \times 23\text{mm}$ 。缺口捣棒用于捣固测量钉头两侧的胶砂。

(5) 跳桌及其附件 (见胶砂流动度的测定)。

(6) 刮砂板 用不易锈蚀和不被水泥浆腐蚀的金属材料制成, 规格见图 25-8。

(7) 三棱刮刀。

(8) 水泥胶砂干缩养护湿度控制箱 用不易被药品腐蚀的塑料制成, 其最小单元能养护 6 条试体并自成密封系统, 最小单元的结构如图 25-9 所示。有效容积  $340\text{mm} \times 220\text{mm} \times 200\text{mm}$ , 有 5 根放置试体的算条, 分为上、下二部分, 算条宽  $10\text{mm}$ , 高  $15\text{mm}$ , 相互间隔  $45\text{mm}$ , 算条上部放置试体的空间高为  $65\text{mm}$ , 算条下部用于放置控制单元湿度用的药品盘, 药品盘由塑料制成, 大小应能从单元下部自由进出, 容积约  $2.5\text{L}$ 。

(9) 比长仪 (见实验 26, 图 26-3 所示) 由百分表、支架及校正杆组成, 百分表分度值

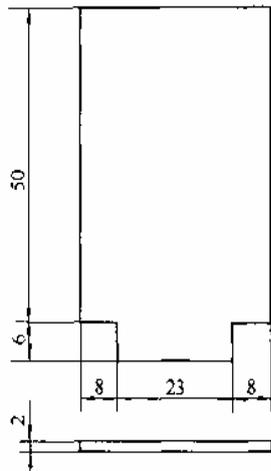


图 25-8 刮砂板图

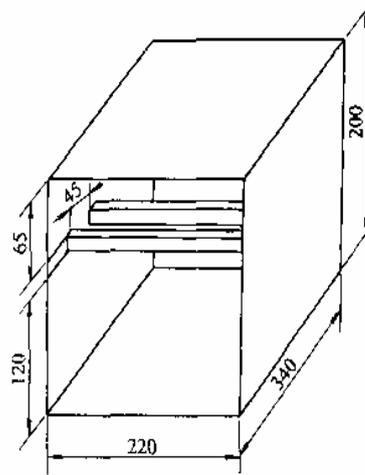


图 25-9 干缩养护湿度控制箱单元示意图

为 0.01mm，最大基长不小于 300mm，量程为 10mm，校正杆中部用于接触部分应套上绝热层。

注：允许用其他形式的测长仪，但精度必须符合上述要求，在仲裁检验时，应以比长仪为准。

#### 四、试验材料

- ① 水泥试样应事先通过 0.9mm 方孔筛，记录筛余物，并充分拌匀。
- ② 标准砂（应符合国标的规定）。
- ③ 试验用水应是洁净的淡水。

#### 五、试验室温度和湿度

- ① 试体成型室温度为 17~25℃，相对湿度大于 50%。
- ② 水泥试样、拌和水、标准砂、仪器和用具的温度应与试验室一致。
- ③ 试体干缩养护温度  $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ ，相对湿度  $(50 \pm 4)\%$ 。

#### 六、胶砂组成

##### 1. 灰砂比

胶砂中水泥与标准砂比例为 1:2。

水泥胶砂的干缩性测定应成型 3 条试体，成型时应称取水泥试样 400g，标准砂 800g。

##### 2. 胶砂用水量

胶砂的用水量，按制成胶砂流动度达到 130~140mm 来确定（采用本实验上一节实验求出的胶砂的用水量）。

#### 七、试体成型

##### 1. 试模的准备

成型前将试模擦净，四周的模板与底座的接触面上应涂黄干油，紧密装配，防止漏浆，内壁均匀刷一薄层机油。然后将钉头擦净，在钉头的圆头端沾上少许黄干油，将钉头嵌入试模孔中，并在孔内左右转动，使钉头与孔准确配合。

##### 2. 胶砂的制备

- ① 测定水泥胶砂干缩性需成型 3 条试体，每 3 条试体需称水泥试样 400g，标准砂 800g。
- ② 胶砂用水量为胶砂达到流动度要求时的水灰比计算并量取拌和水量。

③ 胶砂搅拌时，先将称好的水泥与标准砂倒入搅拌锅内，开动搅拌机，拌和 5s 后徐徐加水，20~30s 加完，自开动机器起搅拌  $(180 \pm 5)$  s 停车。将粘在叶片上的胶砂刮下，取下搅拌锅。

### 3. 试体的成型

将已制备好的胶砂，分两层装入两端已装有钉头的试模内。第一层胶砂装入试模后，用小刀来回划实，尤其是钉头两侧，必要时可多划几次，再用刮砂板刮去多于试模高度  $3/4$  的胶砂，然后有  $23\text{mm} \times 23\text{mm}$  方捣棒从钉头内侧开始，从一端向另一端顺序地捣 10 次返回捣 10 次，共捣压 20 次，再用缺口捣棒在钉头两侧各捣压 2 次，然后将余下胶砂装入模内，同样用小刀划匀，刀划之深度应透过第一层胶砂表面，再用  $23\text{mm} \times 23\text{mm}$  捣棒从一端开始顺序地捣压 12 次，往返捣压 24 次（每次捣压时，先将捣棒接触胶砂表面再用力捣压捣压应均匀稳定，不得冲压）。捣压完毕，用小刀将试模边缘的胶砂拨回试模内并用三棱刮刀刮平，然后编号，放入温度为  $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ ，相对湿度为 90% 以上的养护箱内养护。

### 八、试体养护、存放和测量

① 试体自加水时算起，养护  $(24 \pm 2)$  h 后脱模。然后将试体放入温度  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$  的水中养护。如脱模有困难时，可延长脱模时间。所延长的时间应在试验报告中注明，并从水养时间中扣除。

② 试体在水中养护 2 天后，由水中取出，用湿布擦去表面水分和钉头上的污垢，用比长仪测定初始读数  $L_0$ 。比长仪使用前应用校正杆进行校准，确认其零点无误情况下才能用于试体测量（零点是一个基准数，不一定是零）。测完初始读数后应用校正杆重新检查零点如零点变动超过  $\pm 1$  格，则整批试体应重新测定。接着将试体移入干缩养护湿度控制箱的架条上养护，试体之间应留有间隙，同一批出水试体可以放在一个养护单元里，最多可以放置二组同时出水的试体，药品盘上按每组 0.5kg 放置控制相对湿度的药品。药品一般可使用硫氰酸钾固体，也可使用其他能控制规定相对湿度的盐，但不能用对人体与环境有害的物质。关紧单元门使其密闭与外部隔绝。箱体周围环境温度控制在  $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。此时药品应能使单元内相对湿度为  $(50 \pm 4)\%$ 。

干缩试体也可放在能满足规定相对湿度和温度的条件下养护，但应在试验报告中作特别说明，在结果有矛盾时以干缩养护湿度控制箱养护的结果为准。

③ 从试体放入箱中时算起在放置 4d、11d、18d、25d 时，（即从成型时算起为 7d、14d、21d、28d 时）分别取出测量长度。

注：测量龄期可以根据不同品种水泥干缩率随龄期变化的曲线图作必要的增减和变动。

④ 试体长度测量应在  $17 \sim 25^\circ\text{C}$  的试验室里进行，比长仪应在试验室温度下恒温后才能使用。

⑤ 测量时试体在比长仪中的上、下位置，所有龄期都应相同。读数时应左右旋转试体，使试体钉头和比长仪正确接触，指针摆不得大于 2 小格。读数应记录至 0.005mm。

测量结束后，应用校正杆校准零点，当零点变动路超过  $\pm 1$  格，整批试体应重新测量。

### 九、结果计算及处理

1. 水泥胶砂试体各龄期干缩率  $S_t$  (%) 按式(25-1)计算, 计算至 0.001%。

$$S_t = \frac{L_0 - L_t}{250} \times 100\% \quad (25-1)$$

式中  $L_0$  ——初始测量读数, mm;  
 $L_t$  ——某龄期的测量读数, mm;  
250 ——试体有效长度, mm。

## 2. 结果处理

以三条试体的干缩率的平均值作为试样的干缩结果, 如有一条干缩率超过中间值 15% 时取中间值作为试样的干缩结果; 当有两条试体超过中间值 15% 时应重新做试验。

## 十、影响因素与注意事项

① 胶砂试体的干缩率与水泥石水分蒸发直接有关。干空气的相对湿度与温度直接影响水分蒸发速度与蒸发量。因此, 空气温度  $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$  及相对湿度  $(50 \pm 4)\%$  应予以保证, 以减少试验误差。

② 顶头装入试模应防止染上机油, 以免顶头与水泥粘结不牢而松动脱落, 影响长度的测量结果。

③ 每次测长前, 应校正比长仪表针的零点位置。测长时, 试体装入比长仪的上下位置每次均应固定, 使顶头与比长仪接触状况每次都相同, 以免因顶头加工精度不同带来的测量误差。每次测量时要左右旋转试体, 使顶头与比长仪正确接触。由于顶头的圆度关系, 旋转试体时表针可能跳动。此时应取跳动范围内的平均值。测量完毕, 也必须用标准杆校对比长仪零位读数。如有变动、应重新测量。

④ 本方法适用于比较不同水泥的干缩性能。

## 水泥膨胀性试验

### 一、目的意义

水泥和水后, 在水化硬化中产生一定的膨胀, 这种水泥为膨胀水泥。根据膨胀值和用途的不同, 膨胀水泥可用于收缩补偿膨胀和产生自应力。前者膨胀能较低, 限制膨胀时所产生的压应力能大致抵消干缩所引起的拉应力。主要用以减小或防止混凝土的干缩裂缝。而后者所具有的膨胀性能较高, 足以使干缩后的混凝土仍有较大的自应力, 用于配制各种自应力钢筋混凝土。因此, 了解水泥的膨胀性能, 对于指导水泥的生产与使用有着重要的意义。

本试验目的是检测水泥的膨胀率。

### 二、基本原理

膨胀水泥调水后即进行水化反应。在常温水中或潮湿空气中养护时, 因水泥浆体中逐渐形成钙矾石、石膏晶体、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$  晶体以及其他可以使水泥硬化浆体膨胀的化学反应等, 使水泥试件体积膨胀。用比长仪测量两端装有球形顶头的  $(25 \times 25 \times 280)$  mm 水泥净浆试体不同龄期的长度变化, 求得各龄期的线膨胀率, 以此评价膨胀水泥的膨胀性能。

### 三、实验器材

- ① 双转叶片式胶砂搅拌机 (搅拌净浆用)。
- ②  $(25 \times 25 \times 280)$  mm 三联试模及顶头。
- ③ 比长仪 (见图 26-3 所示)。

以上各仪器与“水泥胶砂干缩试验”用的相同。

### 四、材料与试验条件

水泥试样、试验用水、试验室温度、湿度与水泥力学性能实验要求相同 (见实验 42)。

## 五、水泥净浆标准稠度与凝结时间的检定

按 GB 1346—92 进行。见本书的实验 13 所示。

## 六、试体成型

① 成型前将试模擦净并装配好，内壁均匀涂一薄层机油，然后将顶头插入试模端板上小孔中。顶头插入小孔的深度不小于 10mm，松紧要适宜。

② 水泥膨胀试体需制作二组，每组三条。一组在水中养护，一组在湿空气中或采用联合养护（即水中养护 3d 后再放入湿气养护箱中养护）。每组试体成型时，称取水泥 1000g，置于搅拌锅内，加入标准稠度用水量，开动搅拌机，搅拌 3min，用餐刀刮下粘在叶片上的水泥浆后，取下搅拌锅。

③ 将搅拌好的水泥浆全部均匀装入试模内，用餐刀在钉头两侧插实 3~5 次，然后用餐刀以 45°角由试模的一端向另一端压实水泥浆 10~15 次，这一操作反复进行 2~3 遍后将水泥浆抹平，用手将试模一端向上提起 3~5cm，使其自由落下，振动 10 次，用同一操作将试模另一端振动 10 次，立即刮平并编号。从加水时起 10min 内完成成型工作。

## 七、试体养护与初始长度测量

① 编号后，将试模放入养护箱养护。脱模时间详见表 25-1。脱模后将钉头擦净，立即测量试体的初始长度  $L_1$ 。

表 25-1 各种膨胀水泥试体脱模时间

水泥名称	脱模时间	水泥名称	脱模时间
石膏矾土膨胀水泥	终凝后 1h	明矾石膨胀水泥	终凝后 1.5~2h
硅酸盐膨胀水泥	终凝后 2h	快凝膨胀水泥	终凝后 30min

对于凝结硬化较慢的水泥，可以适当延长在养护箱的养护时间，但延长时间不应过长，以脱模时试体完整无损为限，延长时间应记录。

② 初始长度测量完后，将试体分别放入水中和空气中养护，至下次测量时取出。各种膨胀水泥的养护要求见表 25-2。

表 25-2 膨胀水泥试体养护要求

水泥名称	养护要求	水泥名称	养护要求
石膏矾土膨胀水泥	水中养护和联合养护	明矾石膨胀水泥	水中养护和湿气养护
硅酸盐膨胀水泥	水中养护和湿气养护 水中养护时，试体测量初始长度 1h 后下水	快凝膨胀水泥	水中养护，湿气养护原则上不作，如用户要求可照常试验

③ 试体养护龄期为 1d、3d、7d、14d、28d。测量时间是从测量初始长度时算起。快凝膨胀水泥还增加 6h 龄期。

测量龄期可以根据需要做必要的增减。

④ 试体测量完毕后即放入水槽（湿气养护时则放入养护箱）中养护。试体之间应留有间隙，水面至少高出试体 2cm。养护水每两周更换一次。

## 八、测长与计算

① 每次测量前，比长仪必须放平并校正表针零点位置。

② 测量时，应将试体和顶头擦净。试体放入比长仪的上下位置应固定（将试体记号的一端向上）。

③ 测量读数时应旋转试体，使试体顶头与比长仪正确接触。如表针跳动时，可取跳动范围内的平均值。测量应精确至 0.01mm。

④ 试体各龄期的膨胀率  $E_x$  (%) 按下式计算：

$$E_x = \frac{L_2 - L_1}{L} \times 100\% \quad (25)$$

式中  $E_x$  ——试体各龄期的膨胀率，%；

$L_1$  ——试体初始长度读数，mm；

$L_2$  ——试体各龄期长度读数，mm；

$L$  ——试体有效长度 (250mm)。

⑤ 从三条试体膨胀率中，取膨胀率相接近的两个数值的平均值，作为膨胀率测定结果。计算应精确至 0.1%。

### 九、影响因素与注意事项

① 膨胀水泥的膨胀与钙矾石的生成速度和数量密切相关。钙矾石的形成必须有水：当养护环境过于干燥时，将影响钙矾石的形成，直接影响膨胀率。因此，试体养护必须在相对湿度大于 90% 的养护箱中进行。

② 顶头装入试模时不应染上机油，以免水泥与顶头粘结不牢而影响测长。测长的注意事项与“水泥胶砂干缩试验”相同。

③ 本方法适用于石膏矾土膨胀水泥、硅酸盐膨胀水泥、明矾石膨胀水泥、快凝膨胀水泥以及指定采用本方法的其他品种水泥。

### 思考题

1. 测定水泥胶砂流动度时，装模、压捣等制样工作要求多少时间内完成？为什么？
2. 测水泥胶砂流动度有何意义？水泥干缩试验用加水量应以什么为基准？
3. 水泥胶砂试验中对试体养护条件有何要求？
4. 水泥胶砂干缩试验中，试体测量应注意些什么事项？
5. 膨胀水泥试体脱模时间应如何考虑？
6. 膨胀率如何确定？

## 泥浆相对粘度及厚化度的测定

### 一、目的意义

在陶瓷材料的生产中，泥浆粘度、厚化度与渗透性是否恰当，将影响球磨、输送、贮存、榨泥和上釉等生产工艺。特别是注浆成型时，将直接影响浇注制品的质量。如何调节和控制泥浆的流动度，厚化度与渗透性，对于满足生产需要，提高产品质量和生产效率，具有重要意义。

本实验的目的：

- ① 了解泥浆的稀释原理，如何选择稀释剂确定其用量；
- ② 了解泥浆性能对陶瓷生产工艺的影响；
- ③ 掌握泥浆相对粘度、厚化度的测试方法及控制方法。

### 二、基本原理

泥浆在流动时，其内部存在着摩擦力。内摩擦力的大小一般用“粘度”的大小来反映，粘度的倒数即为流动度。纯液体和真溶液可根据泊赛定律测定其绝对粘度。对于泥浆这种具有一定结构特点的悬浮体和胶体系统，一般只测定其相对粘度（即泥浆与水在同一温度下，流出同体积所需时间之比）。粘度越大，流动度就越小。

当流动着的泥浆静止后，常会产生凝聚沉积而稠化。这种现象称为稠化性。这种稠化的程度即为厚化度。

泥浆的流动度与稠化度，取决于泥料的配方组成。即所用粘土原料的矿物组成与性质，泥浆的颗粒分散和配制方法、水分含量和温度，使用电解质的种类。

实践证明，电解质对泥浆流动性等性能的影响是很大的，即使在含水量较少的泥浆内加入适量电解质后，也能得到像含水量多时一样或更大的流动度。因此，调节和控制泥浆流动度和厚化度的常用方法是选择适宜的电解质，并确定其加入量。

在粘土水系统中，粘土粒子带负电，因而粘土粒子在水中能吸附阳离子形成胶团。一般天然粘土粒子上吸附着各种盐的  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$  阳离子，其中以  $\text{Ca}^{2+}$  为最多。在粘土系统中，粘土粒子还大量吸附  $\text{H}^+$ 。在未加电解质时，由于  $\text{H}^+$  离子半径小，电荷密度大，与带负电的粘土粒子作用力大，易进入胶团吸附层，中和粘土粒子的大部分电荷，使相邻粒子间的同性电荷减少，斥力减小，以至于粘土粒子易于粘附凝聚，而使流动性变差。 $\text{Ca}^{2+}$  以及其他高价离子等，由于其电价高（与一价阳离子相比）与粘土粒子间的静电引力大，易进入胶团吸附层，因而产生与上述一样的结果，使流动性变差。如果加入电解质，这种电解质的阳离子离解程度大，且所带的水膜较厚，而与粘土粒子间的作用不很大，大部分仅进入胶团的扩散层，使扩散层加厚，电动电位增大，粘土粒子间排斥力增大，故增加泥浆

的流动性。

泥浆的最大稀释度（最低粘度）与其电动电位的最大值相适应。若加入过量的电解质泥浆中这种电解质的阳离子浓度过高，含有较多的阳离子进入胶团的吸附层，中和粘土胶团的负电荷，从而使扩散层变薄，电动电位下降，粘土胶粒不易移动，使泥浆粘度增加，流动性下降，所以电解质的加入量应有一定的范围。

阴离子对稀释作用也有影响。

1. 用于稀释泥浆的电解质必须具备 3 个条件

- ① 具有水化能力强的一价阳离子，如  $\text{Na}^+$  等。
- ② 能直接离解或水解而提供足够的  $\text{OH}^-$ ，使分散系统呈碱性。
- ③ 能与粘土中有害离子发生交换反应，生成难溶的盐类或稳定的络合物。

2. 生产中常用的稀释剂可分为三类

① 无机电解质，如水玻璃、碳酸钠、六偏磷酸钠 ( $\text{NaPO}_4$ )<sub>6</sub>、焦磷酸钠 ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 等，电解质的用量一般为干坯料重量的 0.3%~0.5%。

② 能生成保护胶体的有机酸盐类，如腐植酸钠、单宁酸钠、柠檬酸钠，松香皂等，用量一般为 0.2%~0.6%。

③ 聚合电解质，如聚丙烯酸盐、羧甲基纤维素、木质素磺酸盐、阿拉伯树胶。

稀释泥浆的电解质，可单独使用或几种混合使用，其加入量必须适当。若过少则稀释作用不完全，过多反而引起凝聚。适当的电解质加入量与合适的电解质种类，对于不同粘土必须通过实验来确定。一般电解质加入量控制在不大于 0.5%（对于干料而言）的范围内。采用复合电解质时，还应注意加入顺序对稀释效果的影响，当采用  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  与水玻璃或  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  和单宁酸钠复合时，都应先加入  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，后加水玻璃或单宁酸钠。

在选择电解质，并确定各电解质的最适宜用量时，一般是将电解质加入粘土泥浆中，并测该泥浆的流动度。对泥浆胶体，流动度用相对粘度来表示，即测定泥浆与水在同一温度下，流出同一体积所需流出的时间之比来表示。

### 三、实验器材

(1) 涂-4 粘度计 以前，测定泥浆相对粘度一般用恩格勒粘度计。近年来，涂-4 粘度计被广泛用于测定泥浆相对粘度，其结构如图 32-1 所示，该仪器有一个圆筒形容器，容器底部中心开有一个圆锥形流出孔（下部出口孔径为 4mm），供泥浆流出之用，此孔下有一开关将孔挡住。

圆筒形容器被固定在铁架台上的环形托架托住。在铁架台的底板上放置一搪瓷杯，供承接从圆筒形容器流出的泥浆。

温度对泥浆粘度的影响很大。在测定不同的泥浆粘度时，最好能保持温度一致。

(2) 其他

- |          |           |
|----------|-----------|
| ① 分析天平；  | ② 粗天平；    |
| ③ 电动搅拌机； | ④ 粘度计承受瓶； |
| ⑤ 滴定管；   | ⑥ 秒表；     |
| ⑦ 量筒；    | ⑧ 泥浆杯。    |

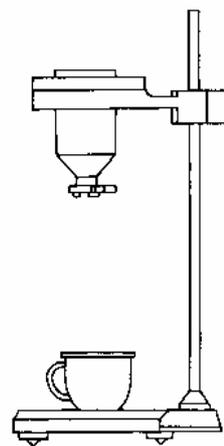


图 32-1 涂-4 粘度计

#### 四、试样的制备

##### 1. 电解质标准溶液的制备

配制浓度为 5% 或 10% 的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，水玻璃（或两者混合）等不同电解质的标准溶液。

电解质应在使用时配制。尤其是水玻璃极易吸收空气中  $\text{CO}_2$  而降低稀释效果； $\text{Na}_2\text{CO}_3$  也必须保存在干燥的地方，以免在空气中变成  $\text{NaHCO}_3$ ，而使泥浆凝聚。

##### 2. 粘土试样的制备

① 取 2kg 左右的粘土，磨细、风干、全部通过 100 目筛。

② 若为已制备好的坯泥(釉)浆，可直接取样 3~4kg，并测定含水率。其含水率最好低于试验时的含水率。

#### 五、试验步骤

(1) 泥浆需水量的测定 称 200.0g 粘土试样（准确至 0.1），用滴定管加入蒸馏水，充分拌和至泥浆开始呈流动性为止，可借微测泥浆杯，观察泥浆是否初呈蠕动。或将泥浆注入粘度计，测定流出 100ml 的时间为 40~50min 来判断，记下加水量  $V_0$ （准确至 0.1ml）。不同粘土的需水量应变动于 50%~80% 之间。

(2) 初步试验 在呈微动的泥浆中。以滴定管仔细将配好的电解质溶液滴入，不断拌和。记下泥浆呈明显稀释时电解质的加入量。

(3) 选择电解质用量 在编好号的 5 只泥浆杯中，各称取泥样 200.0~250.0g（准确至 0.1g）。各加一定水量调至微微流动。根据初步实验所加电解质的量，选择电解质加入量的范围，其间隔为一定（可由大至小，0.1~0.5ml）。5 只泥浆杯中加入的电解质溶液量不同，但杯中总液体体积相等。调和后，用小型电动搅拌机搅动 5min，用粘度计测定流动度，所选择电解质浓度范围应包括使泥浆获得最大稀释的合适用量。

若为泥(釉)浆，每个杯中加入泥浆 350.0g，按最大的电解质标准溶液用量在其余杯中加蒸馏水至总体积相等，拌和均匀备用。

(4) 相对粘度的测定 把涂-4 粘度计内外容器洗净、擦干，置于不受振动的平台上，调节粘度计三各支脚的螺丝，使之水平。

检查水平的方法与天平类似。在粘度计环形托架上有一个水平器，当调节到水平时，液泡即在水平器的圆圈内。

把搪瓷杯放在粘度计下面中央，粘度计的流出口对准杯的中心。转动开关，把粘度计的流出口堵住，将制备好的试样充分搅拌均匀（可用小型搅拌机搅拌 5min），借助玻璃棒慢慢地将泥浆倒入粘度计的圆柱形容器中，至恰好装满容器（稍有溢出）为止，用玻璃棒仔细搅拌一下，静置 30s，立即扒开开关，同时启动秒表，眼睛平视容器的出口，待泥浆流断流时，立即关秒表，记下时间。这一试样重复测定三次，取平均值。

按上述步骤测定相同条件下，流出 100ml 蒸馏水所需要的时间。

(5) 确定最适宜电解质 用上述方法测定其他电解质对该粘土的稀释作用，比较泥浆获得最大稀释时的相对粘度，电解质的用量及泥浆获得一定流动度的最低含水量。

(6) 厚化度的测定 泥浆胶体系统的触变性能（在机械外力影响下，流动性增加，外力除去后，变得稠厚）常以厚化度表示。

测定方法同上。

#### 六、实验记录与处理

##### 1. 实验记录

记录泥浆与水在同一温度下流出同一体积所需时间，如表 32-1 所示。

表 32-1 相对粘度及厚化度测定记录表

试样名称		测定人			测定日期				
试样处理		流出 100ml 蒸馏水的时间/s			水浴温度/℃				
编号	试样加蒸馏水的毫升数/ml	电解质			粘度试验泥浆干基含水量/%	流出 100ml 泥浆所需的时间/s		相对粘度	厚化度
		名称	加入电解质的毫升数/ml	电解质等于干样百分数/%		静止 30s	静止 30min		
1									
2									
3									
4									
5									

## 2. 结果计算

(1) 按下列公式计算泥浆的相对粘度。

$$\text{相对粘度} = \frac{\tau_{30s}}{\tau_{\text{水}}} \quad (32-1)$$

式中  $\tau_{30s}$ ——泥浆静止 30s 后，从粘度计中流出 100ml 所需的时间，s；

$\tau_{\text{水}}$ ——水从粘度计中流出 100ml 所需要的时间，s。

取三次测定的平均时间进行计算。三次测定的绝对误差，流出时间在 40s 以内的不能大于 0.5s，40s 以上的不能大于 1s。计算精确到小数点后一位。

(2) 根据泥浆相对粘度与电解质加入量（以毫克当量数/100g 的干粘土为单位）的关系绘成曲线，再根据转折点判断最适宜电解质加入量。

(3) 比较不同电解质的稀释曲线及不同电解质的作用，从而确定稀释作用良好的电解质及其最适宜的加入量（相对某一种粘土而言）。

(4) 泥浆胶体系统的触变性能。常以厚化度来表示：

$$\text{厚化度} = \frac{\tau_{3\text{min}}}{\tau_{30s}} \quad (32-2)$$

式中  $\tau_{3\text{min}}$ ——泥浆在粘度计内静置 3min 后从粘度计中流出 100ml 所需要的时间，s；

$\tau_{30s}$ ——泥浆在粘度计内静置 30s 后从粘度计中流出 100ml 所需要的时间，s。

## 七、注意事项

① 用电动搅拌机搅拌泥浆时，电动机转速和运转时间要保持一定。在启动搅拌机前，先将搅拌叶片埋入泥浆中，以免泥浆飞溅。

② 泥浆从流出口流出时，勿使触及量瓶颈壁，否则需重作。

③ 在静置 30min 和泥浆（或釉浆）温度超过 30℃ 以上的试验时，每作一次，应洗一次粘度计流出口。

④ 每测定一次粘度，应将量瓶洗净，烘干，或用无水乙醇除掉量瓶中剩余水分。

⑤  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  易在潮湿空气中变质为  $\text{NaHCO}_3$ 。后者使粘土发生凝聚作用，应注意防潮和检查。

# 陶瓷的高温烧成

## 一、目的意义

陶瓷的高温制备过程称为“烧成”。通过实验测定坯体的烧结温度和烧结温度范围，可以了解在烧成时的安全程度，可为选择窑炉和确定窑炉的温度要求，拟订合理的烧成温度曲线提供依据。因此，测定坯体的烧结温度和烧结温度范围对陶瓷材料科研和生产具有重要的意义。

测定坯体的烧结温度和烧结温度范围的方法有将试样置于不同温度下进行焙烧法、高温透射投影法和高温显微镜法等几种。本实验采用第一种，第二种将在实验 34 中介绍。

本实验的目的：

- ① 按照确定的材料配方和所用原料的化学成分进行坯料计算和制备坯料；
- ② 进一步了解陶瓷烧成温度和温度制度对材料性能的影响；
- ③ 掌握实验室常用高温实验仪器、设备的使用方法；
- ④ 通过实验学会分析材料的烧成缺陷，制定材料合理的烧成温度制度。

## 二、基本原理

陶瓷材料在烧成过程中，随着温度的升高，将发生一系列的物理化学变化。例如，原料的脱水和分解，原料之间新化合物的生成，易熔物的熔融等。随着温度的逐步升高，新生成的化合物量不断变化，液相的组成、数量及粘度也不断变化，坯体的气孔率逐渐降低，坯体逐渐致密，直至密度达到最大值，此种状态称为“烧结”。坯体在烧结时的温度称为“烧结温度”。

陶瓷材料的烧结过程将成型后的可密实化的粉末，转化为一种通过晶界相互联系的致密晶体结构。陶瓷生坯经过烧结后，其烧结物往往就是最终产品。陶瓷材料的质量与其原料、配方以及成型工艺、陶瓷制品的性能、烧结过程等有很大关系。因此，一般建筑卫生瓷的烧结除了要通过控制烧结条件，以形成所需要的物相和防止晶粒异常长大外，还要严格控制高温下生成的液相量。液相量过少，制品难以密实；液相量过多，则易引起制品变形，甚至产生废品。

烧结后若继续加热，温度升高，坯体会逐渐软化（烧成工艺上称为过烧），甚至局部熔融，这时的温度称为“软化温度”。烧结温度和软化温度之间的温度范围称为“烧结温度范围”。

## 三、实验器材

- ① 天平（感量 0.001g）。
- ② 坩埚钳，石棉手套、护目镜。
- ③ 高温电阻炉（最高温度 $\approx 1350^{\circ}\text{C}$ ）。
- ④ 垫砂（煅烧  $\text{SiO}_2$  或  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉）。
- ⑤ 抽真空装置。
- ⑥ 其他。干燥器，烧杯，金属丝网，煤油，纱布等。

## 四、实验步骤

① 试样制备。试样制备的方法有注浆成型、可塑成型、半干压成型、干压成型等。本实验是将制备好的粉料加入 5%~7% 的水，以 20~30MPa 的压力压制成  $\phi [30 \times (6\sim 8)]$  mm 或  $(50 \times 50 \times 8)$  mm 的生坯。将试样编号后自然干燥一天，阴干发白后放在 105~

110℃的烘箱内烘干至恒重，然后放置干燥器中冷却至室温。

② 分别称取生坯试样干燥后的质量。

③ 分别称取试样饱和煤油后在煤油和空气中的质量。

④ 将称好质量的试样置入 105~110℃的烘箱内排尽煤油。

⑤ 按编号将试样置入高温炉内。装炉时，试样与炉底间以煅烧过的石英粉或  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉隔离。试样之间的距离为 10mm。

⑥ 检查电炉正常后，开始按设定的升温曲线加热，按预定的温度保温后取样。

升温速率为：室温~1100℃      100~150℃·h<sup>-1</sup>；

1100℃~烧结完成      50~60℃·h<sup>-1</sup>。

取样温度为：300~900℃，每间隔 100℃取样 3 个；

900~1200℃，每间隔 50℃取样 3 个；

1200℃~烧结完成，每间隔 10~20℃取样 3 个。

⑦ 取样前，在每个取样温度点保温 15~20min。试样取出后迅速埋于预热后的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉中或预先预热的马弗炉内，试样冷却后刷去表面的粘砂，然后置于 105~110℃烘箱中烘至恒重，放入干燥器中冷却至室温。

⑧ 以 900℃以下烧结的试样为第一组，按编号分别测定试样在饱吸煤油后在水煤油中和空气中的质量。

⑨ 以 900℃以上的试样为第二组，分别测定试样在饱吸水后在水中和在空气中的质量。

## 五、实验记录与数据处理

### 1. 实验记录

按表 21-5 填入记录的试验数据。

### 2. 数据处理

按下列公式进行各参数的计算。

$$V_0 = \frac{G_2 - G_1}{\gamma_{\text{油}}}$$

$$V = \frac{G_5 - G_4}{\gamma_{\text{水}}}$$

$$\text{干燥气孔率} = \frac{G_2 - G_0}{G_2 - G_1} \times 100\%$$

料量大时使用球磨罐)，建议先加入 4% 的水分喷湿砂子，然后加助熔的纯碱等，预混合 10~15min，再将其他原料加入混合均匀。如能将配合料粒化后再熔化，效果更好。

由于本实验为小型实验，配合料量甚小，只能在研钵中研磨混合，所以不考虑加水混合。

### (六) 熔制操作

① 检查电源线路。

② 把每种配合料分别装入三只高铝坩埚中。为防止坩埚意外破裂造成电炉损坏，可在浅的耐火匣钵底部中垫以  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉，再将坩埚放入匣钵中，然后推入电炉的炉膛。给电炉通电，以 4~6℃/min 的升温速度升温到 900℃。这种加料方法称为“常温加料法”。

③ 在科研和生产中，玻璃熔制一般多采用“高温加料法”。即先将空坩埚放入电炉内，给电炉通电，以  $4\sim 6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的升温速度升温到加料温度（即  $900^{\circ}\text{C}$ ）后，再将配合料装入坩埚，保温  $0.5\text{h}$ 。

为了得到较多的玻璃料（样品），必须在此温度下多次加料，以充分利用坩埚的容积或减少配合料中低熔点物料的挥发。

④ 最后一次加料并保温  $1\text{h}$  后，从炉中取出两种配合料的坩埚各一只，放入已经加热到  $500\sim 600^{\circ}\text{C}$  马弗炉中退火。

⑤ 以  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温速度，继续升温到  $1200^{\circ}\text{C}$ ，保温  $1\text{h}$ ，从炉中取出两种配料的坩埚各一只放入马弗炉中退火。

⑥ 以  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温速度，继续升温到  $1300^{\circ}\text{C}$ ，保温  $2\text{h}$ 。

玻璃保温温度和保温时间因玻璃配方不同而异，本实验的熔制温度在  $1300\sim 1450^{\circ}\text{C}$  之内，保温  $2\sim 3\text{h}$ ，使玻璃液完成均化和澄清过程。对于硼酸酐等类含有高温下产气物质的配合料，则升温速度要降低，以防物料溢出。

对于未知熔制温度的新配方玻璃的熔制，可以根据有关文献初步确定玻璃的熔制温度，实验中可在此温度上下约  $100^{\circ}\text{C}$  的范围内，每隔  $20\sim 30^{\circ}\text{C}$  各取出一只坩埚，据此确定玻璃的熔制温度和保温时间。

⑦ 保温结束后，从炉中取出最后两种配合料的坩埚各一只，放入退火炉中退火，关上退火炉门，保温  $10\text{min}$ ，断电，让其自然冷却。

在实验室中，玻璃的成型一般采用“模型浇注法”或“破坩法”。在完成上述的熔制后，连同坩埚一起冷却并退火，冷却后再除去坩埚，得到所需要的试样是“破坩法”。将完成熔制的高温玻璃液，倾注入经预热过的金属或耐火材料模具中，然后立即置入预热至  $500\sim 600^{\circ}\text{C}$  的马弗炉中，按一定的温度制度缓慢降温则是“模型浇注法”。浇铸成一定形状的玻璃可以作理化性能和工艺性能测试用的样品。

⑧ 将最后的坩埚从硅碳棒电炉中取出之后，将电炉的通电电流调至最小，关闭控制器电源，再拉闸停电，让电炉自然降温。

## 五、结果分析

待装有玻璃的坩埚冷却到室温后，用小铁锤尖端敲打坩埚底和内壁，使之裂成两半。研究所得的一半，观察坩埚中心、表面、底和周壁的硅酸盐形成、玻璃形成、熔透和澄清情况气泡多少，未熔透颗粒数量，玻璃液表面有否泡沫、颜色、透明度及玻璃液的其他特征，此外，应仔细研究坩埚壁特别是玻璃液面上的侵蚀特征。

实验结果可按表 21-4 玻璃高温制备实验情况记录分析表的格式填写记录。

$$\text{干燥气孔率} = \frac{G_2 - G_0}{G_2 - G_1} \times 100\%$$

$$\text{烧后气孔率} = \frac{G_5 - G_3}{G_5 - G_4} \times 100\%$$

$$\text{烧后体积密度} = \frac{G_3}{(G_5 - G_4)/\gamma_{\text{水}}} \times 100\%$$

$$\text{烧后体积收缩率} = \frac{V_0 - V}{V_0} \times 100\%$$

$$\text{烧后吸水率} = \frac{G_5 - G_3}{G_3} \times 100\%$$

$$\text{烧后失重} = \frac{G_0 - G_3}{G_0} \times 100\%$$

- 式中  $G_0$ ——干燥试样在空气中的质量, g;  
 $G_1$ ——干燥试样饱吸煤油后在煤油中的质量, g;  
 $G_2$ ——干燥试样饱吸煤油后在空气中的质量, g;  
 $G_3$ ——烧后试样在空气中的质量, g;  
 $G_4$ ——烧后试样饱吸煤油(水)后在煤油(水)中的质量, g;  
 $G_5$ ——烧后试样饱吸煤油后在空气中的质量, g;  
 $\gamma_{\text{水}}$ ——测试温度下水的密度,  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ;  
 $\gamma_{\text{油}}$ ——测试温度下煤油的密度,  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ;  
 $V_0$ ——干燥试样的体积,  $\text{cm}^3$ ;  
 $V$ ——烧后试样的体积,  $\text{cm}^3$ 。

表 21-5 陶瓷烧结实验记录表

试样名称		测试人		实验日期						
试样处理方式										
试验编号	取样温度 /°C	试样重 /g	饱吸水后		体积 /cm <sup>3</sup>	收缩率 /%	体积密度	吸水率 /%	气孔率 /%	失重 /%
			水中重 $G_2/g$	空气中重 $G_3/g$						
1										
2										
.....										

### 3. 作图求解

在坐标纸上以温度为横坐标, 画出体积密度、气孔率和收缩率曲线, 从曲线上确定烧结温度和烧结温度范围。

### 4. 注意事项

制备试验用的泥料不能有气孔等缺陷。从电炉中取出试样必须保证不炸裂。

一般以体积密度、体积收缩率和吸水率来确定烧结温度和烧结温度范围, 必要时采用显微结构观察和力学性能测试的方法来确定烧结温度和烧结温度范围。

## 粘土或坯料可塑性的测定

可塑性是陶瓷泥料的重要工艺性能，其测定方法有间接和直接法两种，但到目前为止仍无一种方法能完全符合生产实际，因此，国内外正在积极研究适宜的定量测定方法。目前各研究单位或工厂仍广泛沿用直接法，即用可塑性指标和可塑性指数对粘土或坯料的可塑性进行初步评价。

### 可塑性指标的测定

#### 一、目的意义

可塑性指标是利用一定大小的泥球，测定其在受力情况下所产生的应变，以对粘土或坯料的可塑性进行初步评价，对陶瓷的成型和干燥性能进行分析。

本实验的目的：

- ① 了解粘土或坯料的可塑性指标对生产的指导意义；
- ② 熟悉影响粘土可塑性指标的因素；
- ③ 掌握粘土或坯料可塑性指标的测定原理及测定方法。

#### 二、基本原理

可塑性是指具有一定细度和分散度的粘土或配合料，加适量水调和均匀，成为含水率一定的塑性泥料，在外力作用下能获得任意形状而不产生裂缝或破坏，并在外力作用停止后仍能保持该形状的能力。

可塑性指标以一定大小的泥球在受力情况下所产生的应变与应力的乘积来表示：

$$S = (D - h) \cdot P \quad (31-1)$$

式中  $S$ ——可塑性指标， $\text{cm} \cdot \text{kg}$ ；

$D$ ——泥球在试验前的直径， $\text{cm}$ ；

$h$ ——泥球受压后产生裂缝时的高度， $\text{cm}$ ；

$P$ ——泥球出现裂纹时的负荷， $\text{kg}$ 。

可塑性与调和水量，亦即与颗粒周围形成的水化膜厚度有一定的关系。一定厚度的水化膜会使颗粒相互联系，形成连续结构，加大附着力；水膜又能降低颗粒间的内摩擦力，使质点能相互沿着表面滑动而易于塑造成各种形状，从而增加了可塑性。但加入水量过多又会产生流动，失去塑性；加入水量过少，则连续水膜破裂，内摩擦力增加，塑性变坏，甚至在不大的压力下就呈松散状态。

高可塑性粘土的可塑性指标大于 3.6；中可塑性粘土可塑性指标为 2.5~3.6；低可塑性粘土的可塑性指标低于 2.4。

#### 三、实验器材

- ① 可塑性指标仪（如图 31-1 所示）。
- ② 粗天平。
- ③ 量筒。
- ④ 卡尺。



表 31-1 可塑性指标测定记录表

试样名称		测定人			测定日期						
试样处理											
试样 编号	试样 直径 D/cm	形变后 高度 h/cm	应变 D-h /cm	破坏 负荷 P/kg	可塑性指标 $S = (D-h) \cdot \rho$ /cm·kg	粘土或坯泥可塑水分的测定				备 注	
						称量瓶 编号	称量 瓶重 G <sub>0</sub> /g	称量瓶 及湿样 重 G <sub>1</sub> /g	称量瓶 及干样 重 G <sub>2</sub> /g		干基 含水率 /%
1											
2											
3											
4											
5											

③ 全面表征可塑性指标的数据，应包括指标、应力、应变和相应含水率，数据应精确到小数点后一位。

④ 每种试样需平行测定 5 个。用于计算可塑性指标的数据，其相对误差不应大于 ±0.5%。

### 六、注意事项

① 试样加水调和应均匀一致，水分必须是正常操作水分，搓球前必须经过充分捏练。

② 搓球必须用润湿的掌心，搓球时间大致差不多，球表面必须光滑，滚圆无疵，球的尺寸须控制在  $\phi (4.5 \pm 0.1)$  cm 范围内。

③ 试验操作必须正确，顺序不得颠倒，掌握开裂标准应该一致。

④ 如需详细研究可塑性指标与含水量的关系时，可做不同含水率的可塑性指标测定，并绘制出指标-含水率曲线图。

## 可塑性指数的测定

### 一、目的意义

可塑性指数即表示泥料呈可塑状态时含水量的变化范围，它虽不是评定泥料可塑性的直接方法，但应用仍极广。

本实验的目的：

- ① 了解粘土或坯料的塑性指数对生产的指导意义；
- ② 熟悉影响粘土可塑性指数的因素；
- ③ 掌握粘土或坯料可塑性指数的测定原理及测定方法。

### 二、基本原理

可塑性指数值为液限与塑限之差。所谓液限就是使泥料具有可塑性时的最高含水率，测定液限，一般采用华氏平衡锥法。利用一定重量、一定规格的平衡锥，在一定的时间内，自由下落至泥层一定高度时所测得的泥料含水量来表示。

塑限则是使泥料具有塑性时的最低含水率。

一般高可塑性泥料塑性指数范围大于 15；中可塑性泥料在 7~15 之间；低可塑性在 1~7 之间。

### 三、实验器材

仪器装置如图 31-2 所示，平衡锥是 30°的尖角锥体，从尖顶起在 10mm 处有环形刻度，圆锥两侧有直径 3mm 的钢丝，其两端各连有直径 19mm 的圆球，平衡锥连附件总体重 (76±0.2) g。

此外，还有电磁装置，天平 (感量 0.01g)、调泥刀、称量瓶、干燥器、烘箱、毛玻璃、0.5mm 孔径筛等。

### 四、试验步骤

#### (一) 液限的测定

① 将 200g 通过孔径为 0.5mm 筛的自然粘土或直接取用的生产坯泥，在调泥皿内逐渐加水调成接近正常工作稠度的均匀泥料。加水量一般在 30%~50% 之间，陈腐 24h 备用，若直接取自真空练泥机的坯泥，可不陈腐。

② 试验前，将制备的泥料再仔细拌匀，用刮刀分层将其装入试样杯中，每装一层轻轻敲击一次，以除泥料中气泡，最后用刮刀刮去多余的泥料，使其与试样杯齐平，置于试样杯底座下。

③ 取出华氏平衡锥，用布擦净锥尖，并涂以少量凡士林。借电磁装置将平衡锥吸住，使锥尖刚与泥料表面接触，切断电磁装置电源，平衡锥垂直下沉，也可用手拿住平衡锥手柄，轻轻地放在泥料面上，让其自由下沉 (用手防止歪斜)，待 15s 后读数。每个试样应检验 5 次 (其中一次在中心，其余 4 次在离试样杯边不小于 5mm 的四周)，每次检验落入的深度应该一致。

④ 若锥体下沉的深度均为 10mm 时，即表示到了液限，则可测定其含水率。若下沉的深度小于 10mm，则表示含水率低于液限，应将试样取出置于调泥皿中，加入少量水重新拌和 (或用湿布捏练)，重新进行实验。若下沉的深度大于 10mm，则将试样取出置于调泥皿中，用刮刀多加搅拌，待水分合适后再进行试验。

⑤ 取测定水分的试样前，先刮去表面一层 (约 2~3mm) 试样，然后用刮刀挖取 15g 左右的试样，置于先称量恒重并编好号的称量瓶中，称重后于 105~110℃ 温度下烘干至恒重，在干燥器中冷却至室温称量 (准确至 0.01g)。每种试样应平行测定 5 个。

⑥ 测定记录。将有关数据记入表 31-2 中。

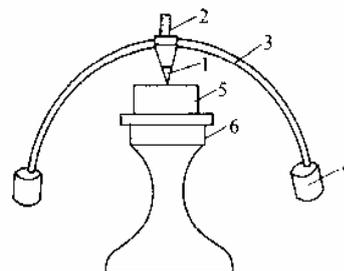


图 31-2 华氏平衡锥装置

1—圆锥体 (呈 30°尖角); 2—手柄;  
3—半圆形钢丝; 4—金属圆球;  
5—泥样杯; 6—底座

表 31-2 液限测定记录表

试样名称		测定人		测定日期	
试样处理					
实验编号	称量瓶重 $G_0/g$	称量瓶及 湿样重 $G_1/g$	称量瓶及 干样重 $G_2/g$	液限含水率 /%	备注
1					
2					
3					
4					
5					

### ⑦ 计算方法

$$\text{液限含水率}(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G_2 - G_0} \times 100(\text{干基}) \quad (31-4)$$

- 代表液限度的数据精确到小数点后一位。
- 用于计算平均值的数据，其绝对误差应不大于 $\pm 0.5\%$ 。
- 平行测定的五个试样，其中3个以上超过上述误差范围时，应重新进行测定。

### ⑧ 注意事项

- 试样加水调和应保证均匀一致，泥样装入试样杯内应保证致密无气孔。
- 平衡锥应保证干净、光滑（锥体涂一薄层凡士林），下沉时应保证垂直，轻缓，不受冲击，自由下落。

### (二) 塑限的测定

塑限一般采用滚搓法进行测定。

#### 1. 试验步骤

① 称100g过0.5mm孔径筛的粘土或生产用的坯泥，加入略低于正常工作稠度的水量拌和均匀，陈腐24h备用，或直接取经真空练泥机的坯泥或测定塑性指标剩余软泥。取小块泥料在毛玻璃板上，用手掌轻轻地滚搓成直径3mm的泥条，若泥条没有断裂现象，可用手将泥条搓成一团反复揉捏，以减少含水量，直至泥条搓成直径为3mm左右而自然断裂成长度均10mm左右时，则表示达到塑限水分。

② 迅速将5~10g搓断泥条装入预先称量恒重的称量瓶中，称重后放在烘箱内于105~110℃下烘干至恒重，在干燥器中冷却至室温后再称重（准确0.01g）。

③ 为了检查滚搓至直径3mm断裂成10mm左右的泥条是否达到塑性限度，可将断裂的泥条进行捏练，此时应不能再捏成泥团，而是呈松散状。

#### 2. 测定记录

将有关数据记入表31-3中。

表 31-3 塑限测定记录表

试样名称		测定人		测定日期	
试样处理					
实验编号	称量瓶重 $G_0/g$	称量瓶及 湿样重 $G_1/g$	称量瓶及 干样重 $G_2/g$	塑限含水率 /%	备注
1					
2					
3					
4					
5					

#### 3. 计算方法

$$\text{塑限含水率}(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G_2 - G_0} \times 100(\text{干基}) \quad (31-5)$$

- 代表塑限度的数据精确到小数点后一位，其数据应不少于5个数据的平均值。
- 用于计算平均值的数据，其绝对误差应不大于 $\pm 1\%$ 。
- 每次试验需平行测定5个样品，其中3个以上超过上述误差范围时应重新进行测定。

#### 4. 注意事项

- ① 试样加水应适当，调和均匀，并应经过充分地捏练。
- ② 滚搓时只能用手掌不能用手指，断裂应是自然断裂，不是扭断。
- ③ 滚搓时泥料水分如嫌高，不得采用烘干或加入干粉的办法调整水分，只能采用中捏练风干的办法，或者重新调制。

#### 5. 可塑性指数的计算

$$\text{可塑性指数} = \text{液限含水率} - \text{塑限含水率}$$

### 思 考 题

1. 什么是可塑性？测定粘土可塑性指标和可塑性指数的原理是什么？
2. 测定粘土可塑性有哪几种方法？代表的意义如何？在生产中有何指导作用？
3. 影响粘土的可塑性主要因素有哪些？
4. 可塑性指数如何测定？其注意事项有哪些？
5. 可塑性对生产配方的选择，可塑泥料的制备，坯体的成型、干燥、烧成有何重要意义？
6. 可塑性指标如何测定？其计算方法如何？

# 实验报告编写方法参考

在我们的生活、学习和工作中，难免要接触“化验报告”、“实验报告”、“研究报告”、“测试报告”、“检验报告”等词。严格地说，这些词之间的含义和用途是有区别的。为了简便，我们把这些报告分为“实验报告”和“检测报告”两大类。

在科学研究中，有时要写“实验报告”，有时要写“检测报告”。对某种事物的现象或规律的研究后，要写的报告一般属于“实验报告”；而对某些材料进行成分分析，或对材料的某个（些）性能进行测定后，要写的报告一般属于“检测报告”。此外，在生产实践中对产品的质量进行鉴别和评定，或在商品流通过程中对商品的质量进行鉴别和评定后，要写的报告一般也属于“检测报告”的范畴。因此，我们对这两种报告都应有所了解。

此外，实验报告是写给别人看的，必须详细、清楚，同时简明、扼要。

## 一、实验报告的基本格式

学生在实验课做实验后要写的报告属于“学习实验报告”，简称“实验报告”。应当指出，传统观点认为学生做实验是验证所学的书本知识，加深对知识的理解和记忆，这种概念是片面的，或者说是不够准确的。对于工科专业，即使在大学所开的物理、化学等基础课的实验中，有的实验项目是验证型的，有的也是检测型的（随着实验教学改革的深入开展，基础课的实验也有设计型或综合型的）。对于各种专业实验则比较明显，大部分实验项目是检测型的，少部分是验证型的。因此，学生到实验室去是既做实验，又做检测。严格地说，这两种实验的报告内容和格式是不同的，做验证型实验后应写实验报告，做检测型的实验后应写检测报告。为了简化，在此不再细分讨论。

编写实验报告是进行实践能力和训练的重要环节。通常做实验都是有目的的，因此在实验操作时要仔细观察实验现象，操作完成之后，要分析讨论出现的问题，整理归纳实验数据，要对实验进行总结，要把各种实验现象提高到理性认识，并得出结论。在实验报告中还应完成指定的思考题，提出改进本实验的意见或措施等。

### （一）实验报告的基本格式

一个完整的实验报告应当包括的主要内容如下。

#### 1. 实验名称

实验名称应当明确地表示你所做实验的基本意图，要让阅读报告的人一目了然。

#### 2. 实验目的与要求

（1）实验目的 实验目的是对实验意图的进一步说明，即阐述该实验在科研或生产中的意义与作用。对于设计性实验，应指出该项实验的预期设计目标或预期的结果。

（2）实验要求 这是实验教材根据实验教学需要，对学生提出的基本要求，可以不写。

#### 3. 实验原理

实验原理是实验方法的理论根据或实验设计的指导思想。

实验原理包括两个部分：一是材料性质对周围环境条件（例如电场、磁场、温度、压力等条件）的反应，这是能够进行实验的基础，如果没有反应，实验就无法进行，也没有实验的必要；二是仪器对该反应的接受与指示的原理，这是实验的保证，仪器不能接受和指示出

反应的信号，实验就无法进行，就得更换仪器的类型或型号。当然，这两部分原理在实验教材中已有介绍，抄书没有必要，要用自己的语言简要地进行说明。如果能做到朱熹所说的“其言皆若出吾之口”，“其意皆若出于吾之心”则更好。

#### 4. 实验器材

实验所需的主要仪器、设备、工具、试剂等，这是实验的基本条件。

#### 5. 实验步骤

实验步骤表明操作顺序，一般包括试样制备、仪器准备、测试操作三大部分，要求用文字简要地说明。视具体情况也可以用简图、表格、反应式等表示，不必千篇一律。

#### 6. 数据记录与处理

(1) 实验现象记录 包括测试环境有无变化，仪器运转是否正常，试样在处理或测试中有无变化，实验中有无异常或特殊的现象发生等。

(2) 原始数据记录 做实验时，应将测得的原始数据按有效数据的处理方法进行取舍，再按一定的格式整理出来，填写在自己预习时所设计的表格（或教材的表格）中。

(3) 结果计算 首先，应对测量数据做分析，按测试结果处理程序，先分析有无过失误差、系统误差和随机误差，并进行相应的处理。然后计算每个试样的测试结果，再计算该批试样的测试结果，做出误差估计等。

(4) 实验结果 有的实验结果得用图形或表格的形式表示，在这种情况下，要在报告中列出图表。

#### 7. 实验结果分析

一般，实验结果分析包括如下几项。

- ① 实验现象是否符合或偏离预定的设想，测量结果是否说明问题。
- ② 影响实验现象的发生或影响测试结果的因素。
- ③ 改进测试方法或测试仪器的意见或建议。

#### 8. 实验结论

实验报告中应当明确写出实验结论。测定物理量的实验，必须写出测量的数值。

验证型的实验，必须写出实验结果与理论推断结果是否相符。

研究型的实验，要明确指出所研究的几个量之间的关系。

思考题是在实验完成的基础上进一步提出一些开发学生视野的一些问题，有时帮助你分析实验中出现的问題，所以写实验报告时不能忽视思考题。

① 简要叙述实验结果，点明实验结论。

② 列出测试结果，注明测试条件。

#### (二) 实验报告的改进格式

随着实验教学改革的推进，实验报告的格式也在进行改革，目前各学校的做法不一，未形成统一（固定）的格式。改革后的实验报告一般只要求写清楚以下主要内容。

- ① 数据测量的过程。
- ② 数据处理的过程。
- ③ 实验结果的分析讨论。
- ④ 实验过程中是否出现问题。如果出现问题，应写正确处理出现问题的经验和体会。
- ⑤ 实验的改进意见。

## 二、检测报告的内容与格式

检测报告有单项报告和综合（多项）报告两种。有的科学研究和产品（商品）质量鉴定只要单项测试就够了，因此所写的报告是单项检测报告；有的则要做多项测试才能说明问题，因此要写的报告是综合报告。

### 1. 单项检测报告

在国家标准和国际标准中，有一类标准是测试方法标准。在这类标准中，对测试原理、测试方法、测试仪器、测试条件、试样要求与制备、测试步骤、数据处理方法等都有具体的规定，有的还对测试报告提出要求。通常，单项检测报告以表格的形式给出，格式不完全固定，可自行设计。在本书中，有的实验项目附有测试数据纪录表或测试结果报告表，可供读者作设计参考。比较简单的测试报告单如下所示。

\_\_\_\_\_大学无机非金属材料实验中心测试报告单

委托单位：\_\_\_\_\_ 测试日期： 年 月 日  
送样日期： 年 月 日 报告日期： 年 月 日

样品名称		样品数量	
品种或代号		测试项目	
测试条件	应用标准的代号和名称		
	仪器名称、型号、规格		
	测试环境		
	其他		
测试结果			
备注			

测试操作：\_\_\_\_\_ 复核：\_\_\_\_\_ 实验室主任：\_\_\_\_\_

(签字) \_\_\_\_\_ (签字) \_\_\_\_\_ (签字) \_\_\_\_\_

在填写这种简单报告单时，测试结果一栏有较大的灵活性，只要清楚表达实验结果就行。当用公式法计算测试结果时，应注明所用的计算公式；对于原始测试数据很多的测试项目，报告中可以作附件附上，也可以不附。对需要用作图法才能求出结果的测试项目，应将所作的图附上。

在现代测试设备中，许多设备用微机处理测试数据，在仪器输出的结果中，有的是原始数据；有的是部分原始数据和测试结果；有的是一条曲线、一张图或一张照片，没有原始测试数据；有的在仪器输出的曲线或图中打印有最终实验结果；有的仅有部分结果，需人工进行分析归纳才能得出最终结果。因此，在填写测试结果一栏时要按具体情况分别处理，并将仪器的输出结果作附件附在报告中。

报告单中的备注栏可填写有关说明。报告单填写完毕，有关人员要签字，实验室要盖章。对于重要的测试报告，实验室还要编号存档，以备查询。

### 2. 综合检测报告

在国家标准和国际标准中，另有一类标准是材料或产品检测标准。在这类标准中，对材料或产品的各种性能指标作了具体的规定，对各种性能的测试原理、测试方法、测试仪器、

测试条件、试样要求与制备、测试步骤、数据处理方法等也有具体的规定，有的也对检测报告提出要求。为了简化，这种标准通常采用组合方法来制定，如果各单项性能测试标准已经制定，即规定引用。

因此，综合检测报告一般也以组合的形式给出。具体做法是：将每项性能的测试结果以单项测试报告单的形式给出，且作为附件；将以上介绍的单项测试报告表进行改造，将每项测试结果进行汇总，列于测试结果栏中；将备注栏改为结论栏，注明按什么标准进行检验，综合检测结果是否合格等。

综合检测报告的内容较多，一般都装订成册，因此需要设计印制一个合适的封面。

### 三、设计型实验报告的基本要求

本书“综合设计实验”一章中已对设计型实验、综合型实验、综合设计型实验的名称、形式与内容进行了探讨。实验报告的内容也在该章的“二、综合设计实验方法”中作了要求，这里不再重复。

设计型实验、综合型实验、综合设计型实验具有研究的性质，因此要求学生以科技小论文的格式写出实验报告，尽量完整、准确、简明扼要地用文字表达出自己的思想和观点，在写实验报告中培养概括科学实验的能力。