

江苏建科建筑技术培训中心

混凝土掺加剂



高敏洁 高级工程师

WWW.ZYLJC.CN

参 培 须 知

- 1、按照现阶段防疫要求，参加面授的学员需持绿色健康码且体温不得高于37.3℃，培训中需全程佩戴口罩，具体要求以培训时当地政府要求为准。
- 2、参培学员应按**课程表**中的内容、时间及要求参加培训。服从教务安排，不得无故缺席、早退，认真做好笔记，课堂上应将手机调至静音或关机状态。
- 3、培训期间须爱护一切公物，禁止在课桌上乱写乱画，如有损坏须照价赔偿。严禁吸烟，不得随地吐痰，不得乱扔纸屑和其它杂物。
- 4、培训期间学员须自行保管好学习资料及财物，如有遗失责任自负。
- 5、学员食宿自理，住宿请按酒店入住要求办理相关手续。
- 6、参培企业**发票现场领取**，能力水平评价期间不予换领发票。
- 7、本期能力水平评价具体时间和准考证打印，请关注**江苏建科建筑技术培训中心网站 <http://jkpx.jsgejc.com/>**。
- 8、会务专用房间：迎宾楼 108 咨询电话：13770773113 田老师
- 9、培训地点：南京市玄武区中山东路 311-1 号，东宫大酒店 贵宾楼 4 楼 太和厅。

培训地点区位图



2020年第二期建设工程质量检测技术培训课程表

日 期	时 间		培训方式	培训项目	授课老师
11.08 周日	全天	9:30 ~17:30	报到、办理相关手续，领取培训讲义		
11.09 周一	上午	8:30~11:30	面授培训	门窗	李磊
	下午	13:00~15:00	面授培训	混凝土掺加剂	高敏洁
		15:00~18:00	面授培训	砂、石常规	周恩飞
11.10 周二	上午	8:30~11:30	面授培训	桥梁橡胶支座	胥明
	下午	13:00~16:00	面授培训	预应力用材、锚夹具、波纹管	胥明
		16:00~18:00	面授培训	简易土工	杜兆金
11.11 周三	上午	8:30~11:30	面授培训	幕墙、门窗节能检测	姜美琴
	下午	13:00~17:00	面授培训	钢筋混凝土用钢材	贾欣
11.12 周四	上午	8:00~12:00	面授培训	混凝土、砂浆性能	缪汉良
	下午	13:00~15:00	面授培训	粘钢碳纤维加固检测	李利群
		15:00~18:00	面授培训	钢结构焊缝质量	黄勇
11.13 周五	上午	8:30~11:30	面授培训	水泥物理力学性能	沈东明
	下午	13:00~15:00	面授培训	沥青	刘艳沙
		15:00~18:00	面授培训	沥青混合料	刘艳沙
11.23~11.30	全天	8:30 ~17:30	网络培训	门窗	李磊
			网络培训	混凝土掺加剂	高敏洁
			网络培训	砂、石常规	周恩飞
			网络培训	桥梁橡胶支座	胥明
			网络培训	预应力用材、锚夹具、波纹管	胥明
			网络培训	简易土工	杜兆金
			网络培训	幕墙、门窗节能检测	姜美琴
			网络培训	钢筋混凝土用钢材	贾欣
			网络培训	混凝土、砂浆性能	缪汉良
			网络培训	粘钢碳纤维加固检测	李利群
			网络培训	钢结构焊缝质量	黄勇
			网络培训	水泥物理力学性能	沈东明
			网络培训	沥青	刘艳沙
			网络培训	沥青混合料	刘艳沙

备注：请各位参培学员按课程表分班班次参加培训。

目 录

外加剂.....	1
一、概念.....	1
二、检测依据.....	1
三、试验的原材料、制备及试件数量要求.....	4
四、试验方法.....	5
五、检验规则.....	25
六、例题.....	26
七、思考题.....	27
粉煤灰.....	28
一、概念.....	28
二、检测依据.....	28
三、取样及制备要求.....	29
四、试验方法.....	29
五、 检验规则：	42
六、例题：	43
七、思考题.....	43
八、参考文献.....	43
矿渣粉.....	44
一、概念.....	44
二、检测依据.....	44
三、 试验方法.....	45
四、检验规则：	47

混凝土掺加剂

外加剂

一、概念

混凝土外加剂是一种在混凝土搅拌之前或拌制过程中加入的，用以改善新拌混凝土和（或）硬化混凝土性能的材料。混凝土外加剂的使用已经有一百多年的历史，最早使用的有 CaCl_2 、 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 CaO 等，都是作为水泥的缓凝剂。以后又开始把木质素磺酸钙使用于混凝土作塑化剂。但真正进入实用阶段是近半个世纪。在我国尤其是近二十年发展较快。由于建筑工程结构和技术的不断发展，对混凝土的性能和生产工艺不断提出新的要求。在混凝土中加入外加剂改善混凝土性能引起了人们的普遍重视。

外加剂的种类很多，按化合物分类，可分为无机外加剂和有机外加剂两大类。按其主要功能分为四大类：调节或改善混凝土拌和物流变性能的外加剂、调节混凝土凝结时间、硬化性能的外加剂、改善混凝土耐久性的外加剂、改善混凝土其他性能的外加剂。

二、检测依据

1、标准名称及代号

《混凝土外加剂》GB 8076-2008

《混凝土外加剂匀质性试验方法》GB 8077-2012

《普通混凝土拌合物性能试验方法标准》GB/T 50080-2016

《混凝土物理力学性能试验方法标准》GB/T 50081-2019

《普通混凝土长期性能和耐久性能试验方法》GB/T 50082-2009

2、技术指标

(1) 掺外加剂混凝土技术指标应符合表 1 的要求

表 1 受检混凝土性能指标

项 目		外加剂品种												
		高性能减水剂 HPWR			高效减水剂 HWR		普通减水剂 WR			引气减水剂 AEWR	泵送剂 PA	早强剂 Ac	缓凝剂 Re	引气剂 AE
		早强型 HPWR-A	标准型 HPWR-S	缓凝型 HPWR-R	标准型 HWR-S	缓凝型 HWR-R	早强型 WR-A	标准型 WR-S	缓凝型 WR-R					
减水率，%，不小于		25	25	25	14	14	8	8	8	10	12	—	—	6
泌水率比，%，不大于		50	60	70	90	100	95	100	100	70	70	100	100	70
含气量%		≤6.0	≤6.0	≤6.0	≤3.0	≤4.5	≤4.0	≤4.0	≤5.5	≥3.0	≤5.5	—	—	≥3.0
凝结时间之 差 min	初凝	-90~+90	-90~ +120	>+90	-90~ +120	>+90	-90~ +90	-90~+120	>+90	-90~+120	—	-90~+90	>+90	-90~+120
	终凝			—		—			—				—	
1h 经时变化 量	坍落度 mm	—	≤80	≤60	—	—	—	—	—	—	≤80	—	—	—
	含气量%	—	—	—						-1.5~+1.5				
抗压强度 比，% 不小于	1d	180	170	—	140	—	135	—	—	—	—	135	—	—
	3d	170	160	—	130	—	130	115	—	115	—	130	—	95
	7d	145	150	140	125	125	110	115	110	110	115	110	100	95
	28d	130	140	130	120	120	100	110	110	100	110	100	100	90
收缩率比 %，不大于	28d	110	110	110	135	135	135	135	135	135	135	135	135	135
相对耐久性（200 次）%， 不小于		—	—	—	—	—	—	—	—	80	—	—	—	80

注 1: 表 1 中抗压强度比、收缩率比、相对耐久性为强制性指标, 其余为推荐性指标。

注 2: 除含气量和相对耐久性外, 表中所列数据为掺外加剂混凝土与基准混凝土的差值或比值。

注 3: 凝结时间之差性能指标中的“-”号表示提前, “+”号表示延缓。

注 4: 相对耐久性(200 次)性能指标中的“ ≥ 80 ”表示将 28d 龄期的受检混凝土试件快速冻融循环 200 次后, 动弹性模量保留值 $\geq 80\%$ 。

注 5: 1h 含气量经时变化量指标中的“-”号表示含气量增加, “+”号表示含气量减少。

注 6: 其他品种的外加剂是否需要测定相对耐久性指标, 由供、需双方协商确定。

注 7: 当用户对泵送剂等产品有特殊要求时, 需要进行的补充试验项目、试验方法及指标, 由供需双方协商决定。

(2)外加剂匀质性指标见表 2

表 2 匀质性指标

项 目	指 标
氯离子含量/%	不超过生产厂控制值
总碱量/%	不超过生产厂控制值
含固量/%	$S > 25\%$ 时, 应控制在 $0.95S \sim 1.05S$; $S \leq 25\%$ 时, 应控制在 $0.90S \sim 1.10S$
含水率/%	$W > 5\%$ 时, 应控制在 $0.90W \sim 1.10W$; $W \leq 5\%$ 时, 应控制在 $0.80W \sim 1.20W$
密度/(g/cm ³)	$D > 1.1$ 时, 应控制在 $D \pm 0.03$; $D \leq 1.1$ 时, 应控制在 $D \pm 0.02$
细度	应在生产厂控制范围内
pH 值	应在生产厂控制范围内
硫酸钠含量/%	不超过生产厂控制值
注 1: 生产厂应在相关的技术资料中明示产品匀质性指标的控制值;	
注 2: 对相同和不同批次之间的匀质性和等效性的其他要求, 可由供需双方商定;	
注 3: 表中的 S、W 和 D 分别为含固量、含水率和密度的生产厂控制值。	

三、试验的原材料、制备及试件数量要求

1、材料

(1) 水泥, 试验所用水泥为基准水泥, 基准水泥必须由经中国建材联合会混凝土外加剂分会与有关单位共同确认具备生产条件的工厂供给。由符合下列品质指标的硅酸盐水泥熟料与二水石膏共同粉磨而成的 42.5 强度等级的 P·I 硅酸盐水泥。水泥品质指标 (除满足 42.5 强度等级硅酸盐水泥技术条件外): 熟料中铝酸三钙 (C_3A) 含量 6%~8%。熟料中硅酸三钙 (C_3S) 含量 55~60%, 熟料中游离氧化钙 ($fCaO$) 含量不得超过 1.2%, 水泥中碱含量 ($Na_2O+0.658K_2O$) 不得超过 1.0%, 水泥比表面积 (350 ± 10) m^2/kg ;

(2) 砂, 符合 GB/T14684 中 II 区要求的中砂, 但细度模数为 2.6~2.9, 含泥量小于 1%;

(3) 石子, 符合 GB/T14685 要求的公称粒径为 5mm~20mm 的碎石或卵石, 采用二级配, 其中 5mm~10mm 占 40%, 10mm~20mm 占 60%, 满足连续级配要求, 针片状物质含量小于 10%, 空隙率小于 47%, 含泥量小于 0.5%。如有争议, 以碎石结果为准;

(4) 水, 符合 JGJ63 混凝土拌合用水的技术要求;

(5) 外加剂, 需要检测的外加剂。

2、配合比

基准混凝土配合比按 JGJ55 进行设计。掺非引气型外加剂的受检混凝土和其对应的基准混凝土的水泥、砂、石的比例相同。配合比设计应符合如下规定:

(1) 水泥用量: 掺高性能减水剂或泵送剂的基准混凝土和受检混凝土的单位水泥用量为 $360kg/m^3$, 掺其他外加剂的基准混凝土和受检混凝土的单位水泥用量为 $330kg/m^3$;

(2) 砂率: 掺高性能减水剂或泵送剂的基准混凝土和受检混凝土的砂率均为 43%~47%, 掺其他外加剂的基准混凝土和受检混凝土的砂率均为 36%~40%, 但掺引气减水剂或引气剂的受检混凝土砂率应比基准混凝土的砂率低 1%~3%;

(3) 外加剂掺量: 按生产厂家指定掺量;

(4) 用水量: 掺高性能减水剂或泵送剂的基准混凝土和受检混凝土的坍落度控制在 (210 ± 10) mm, 用水量为坍落度在 (210 ± 10) mm 时的最小用水量; 掺其他外加剂的基准混凝土和受检混凝土的坍落度应控制在 (80 ± 10) mm。

用水量包括液体外加剂、砂、石材料中所含的水量。

3、混凝土搅拌

采用符合 JG 3036 要求的公称容量为 60L 的单卧轴式强制搅拌机, 拌合量应不少于 20L, 不宜大于 45L。外加剂为粉状时, 将水泥、砂、石、外加剂一次投入搅拌机, 干拌均匀, 再加入拌合水, 一起搅拌 2min。外加剂为液体时, 将水泥、砂、石一次投入搅拌机, 干拌均匀, 再加入掺有外加剂的拌合水一起搅拌 2min。

出料后在铁板上用人工翻拌均匀, 再进行试验。各种混凝土试验材料及环境温度均应保持在 (20 ± 3) $^{\circ}C$ 。

4、试件制作及试验所需试件数量

- (1) 试件制作, 混凝土试件制作及养护按 GB/T50080, 但混凝土预养温度为 $(20 \pm 3)^{\circ}\text{C}$;
- (2) 试验项目及所需数量见表 3。

表 3 试验项目及所需数量

试验项目		外加剂类别	试验类别	试验所需数量			
				混凝土拌合批数	每批取样数目	基准混凝土总取样数目	掺外加剂混凝土总取样数目
减水率		除早强剂、缓凝剂外各种外加剂	混凝土拌合物	3	1 次	3 次	3 次
泌水率比		各种外加剂		3	1 个	3 个	3 个
含气量				3	1 个	3 个	3 个
凝结时间差				3	1 个	3 个	3 个
1h 经时变化量	坍落度	高性能减水剂、泵送剂		3	1 个	3 个	3 个
	含气量	引气剂、引气减水剂		3	1 个	3 个	3 个
抗压强度比		各种外加剂	硬化混凝土	3	6、9 或 12 块	18、27 或 36 块	18、27 或 36 块
收缩率比				3	1 条	3 条	3 条
相对耐久性		引气减水剂、引气剂	硬化混凝土	3	1 条	3 条	3 条

注 1: 试验时, 检验同一种外加剂的三批混凝土的制作宜在开始试验一周内的不同日期完成。对比的基准混凝土和受检混凝土应同时成型。

注 2: 试验龄期参考表 1 试验项目栏。

注 3: 试验前后应仔细观察试样, 对有明显缺陷的试样和试验结果都应舍除。

5、重复性限和再现性限

(1) 重复性限, 在同一实验室, 由同一操作人员使用相同的设备, 按相同的测试方法, 在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试条件下, 两个测试结果的绝对差小于或等于此数的概率为 95%。平行试验时两次测试结果符合重复性限规定时, 则取其平均值, 否则, 应查找原因, 重新按上述规定进行分析。

(2) 再现性限, 在不同的实验室, 由不同的操作人员使用不同的设备, 按相同的测试方法, 对同一被测对象相互独立进行的测试条件下, 两个测试结果的绝对差小于或等于此数的概率为 95%。两个试验室采用相同方法对同一试样进行各自分析时, 所得分析结果的平均值之差应符合再现性限规定。如有争议应商定另一单位按相同方法进行仲裁分析。以仲裁单位报出的结果为准, 与原分析结果比较, 若两个分析结果差值符合再现性限规定, 则认为原分析结果无误。

四、试验方法

1、坍落度和坍落度 1h 经时变化量测定

- (1) 坍落度定义: 坍落度是指混凝土的和易性, 具体来说就是保证施工的正常进行,

其中包括混凝土的保水性, 流动性和粘聚性。

(2) 仪器设备:

① 混凝土搅拌机;

② 坍落度仪 (符合 JG/T248-2009)、捣棒、钢直尺;

(3) 试验方法

① 坍落度试验方法: 坍落度试验方法按照 GB/T50080-2016 测定。用一个顶部内径 100mm、底部内径 200mm、高 300mm 喇叭状的用湿布擦过的坍落度筒内, 其内壁和底板应润湿无明水; 底板应放置在坚实水平面上, 并把坍落度筒放在底板中心, 然后用脚踩住两边的脚踏板, 坍落度筒在装料时应保持在固定的位置; 混凝土拌合物试样应分三层均匀地装入坍落度筒内, 每装一层混凝土拌合物, 应用捣棒由边缘到中心按螺旋形均匀插捣 25 次, 捣实后每层混凝土拌合物试样高度约为筒高的三分之一; 插捣底层时, 捣棒应贯穿整个深度, 插捣第二层和顶层时, 捣棒应插透本层至下一层的表面; 顶层混凝土拌合物装料应高出筒口, 插捣过程中, 混凝土拌合物低于筒口时, 应随时添加; 顶层插捣完后, 取下装料漏斗, 应该多余混凝土拌合物刮去, 并沿筒口抹平; 清除筒边底板的混凝土后, 应垂直平稳地提起坍落度筒, 并轻放于试样旁边; 当试样不再继续坍落或坍落时间达 30s 时, 用钢尺测量出筒高 (300mm) 与坍落后混凝土试体最高点之间的高度差, 作为该混凝土拌合物的坍落度值。坍落度为 (210 ± 10) mm 的混凝土, 分两层装料, 每层装入高度为筒高的一半, 每层用插捣棒插捣 15 次。

注意事项: 坍落度筒的提离过程宜控制在 3s~7s; 从开始装料到提坍落度筒的整个过程应连续进行, 并应在 150s 内完成。将坍落度筒提起后混凝土发生一边崩坍或剪坏现象时, 应重新取样另行测定; 第二次试验仍出现一边崩坍或剪坏现象, 应予以记录说明。

② 坍落度 1h 经时变化量试验方法: 将按要求搅拌的混凝土装入用湿布擦过的试样筒内, 容器加盖, 静置至 1h (从加水搅拌时开始计算), 然后倒出, 在铁板上用铁锹翻拌至均匀后, 再按照坍落度测定方法测定坍落度。计算出机时和 1h 之后的坍落度之差值, 即得到坍落度的经时变化量。按式 1 计算

$$\Delta SI = SI_0 - SI_{1h} \quad 1$$

式中:

ΔSI ——坍落度经时变化量 (mm)

SI_0 ——出机时测得的坍落度 (mm)

SI_{1h} ——1h 后测得的坍落度 (mm)

(4) 结果评定: 每批混凝土取一个试样。坍落度和坍落度 1 小时经时变化量均以三次试验结果的平均值表示。三次试验的最大值和最小值与中间值之差有一个超过 10mm 时, 将最大值和最小值一并舍去, 取中间值作为该批的试验结果; 最大值和最小值与中间值之差均

超过 10mm 时, 则应重做。

坍落度及坍落度 1 小时经时变化量测定值以 mm 表示, 结果表达应修约到 5mm。

2、减水率试验

(1) 减水率定义: 在坍落度基本相同时, 基准混凝土和受检混凝土单位用水量之差与基准混凝土单位用水量之比。按式 2 计算, 应精确至 0.1%。

$$W_R = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100 \quad 2$$

式中:

W_R ——减水率(%)

W_0 ——基准混凝土单位用水量(Kg/m³)

W_1 ——掺外加剂混凝土单位用水量(Kg/m³)

(2) 仪器设备:

- ① 混凝土搅拌机;
- ② 坍落度仪、捣棒、钢直尺、天平;

(3) 结果评定: W_R 以三批试验的算术平均值计, 精确到 1%。若三批试验的最大值或最小值中有一个与中间值之差超过中间值的 15% 时, 则把最大值与最小值一并舍去, 取中间值作为该组试验的减水率。若有两个测值与中间值之差均超过 15% 时, 则该批试验结果无效, 应该重做。

3、泌水率比试验

(1) 定义: 泌水率, 单位质量混凝土泌出水量与其用水量之比。

泌水率比, 受检混凝土与基准混凝土的泌水率之比。

(2) 仪器设备:

- ① 混凝土搅拌机;
- ② 坍落度仪、捣棒、钢直尺、天平、带塞的量筒、吸液管、5L 的带盖筒;

(3) 试验方法: 泌水率的测定, 先用湿布润湿容积为 5L 的带盖筒 (内径为 185mm, 高 200mm), 将混凝土拌合物一次装入, 在振动台上振动 20s, 然后用抹刀轻轻抹平, 加盖以防止水分蒸发。试样表面比筒口边低约 20mm。自抹面开始计算时间, 在前 60min, 每隔 10min 用吸液管吸出泌水一次, 以后每隔 20min 吸水一次, 直至连续三次无泌水为止。每次吸水前 5min, 应将筒底一侧垫高约 20mm, 使筒倾斜。吸水后, 将筒轻轻放平盖好。将每次吸出的水都注入带塞的量筒, 最后计算出总的泌水量, 准确至 1g。

泌水率按式 3 和式 4 计算:

$$B = \frac{V_w}{(W/G) \times G_w} \times 100 \quad 3$$

$$G_W = G_1 - G_0 \quad 4$$

式中:

B——泌水率(%);

V_W——泌水总质量(g);

W——混凝土拌合物的用水量(g);

G——混凝土拌合物的总质量(g);

G_W——试样质量(g);

G₁——筒及试样质量(g);

G₀——筒质量(g)。

试验时, 每批混凝土拌合物取一个试样, 泌水率取三个试样的算术平均值, 精确到 0.1%。若三个试样的最大值或最小值中有一个与中间值之差大于中间值的 15% 时, 则把最大值与最小值一并舍去, 取中间值作为该组试验的泌水率。如果最大与最小值与中间值之差均大于 15% 时, 则应重做。

(4) 泌水率比的测定: 泌水率比按式 5 计算, 精确到 1%。

$$R_B = \frac{B_t}{B_c} \times 100 \quad 5$$

式中:

R_B——泌水率比(%);

B_t——掺外加剂混凝土泌水率(%);

B_c——基准混凝土泌水率(%)。

4、含气量和含气量 1h 经时变化量试验

(1) 仪器设备:

- ① 混凝土搅拌机;
- ② 含气量测定仪;
- ③ 坍落度仪、捣棒、钢直尺;

(2) 试验方法:

含气量试验方法: 按 GB/T 50080-2016 用气水混合式含气量测定仪, 并按仪器说明进行操作, 但混凝土拌合物一次装满并稍高于容器, 用振动台振实 15s~20s。

含气量 1h 经时变化量试验方法: 当混凝土装入用湿布擦过的试样筒, 容器加盖, 静置至 1h (从加水搅拌时开始计算), 然后倒出, 在铁板上用铁锹翻拌均匀后, 再按照含气量测定方法测定含气量。计算出机时和 1h 之后的含气量之差值, 即得到含气量的经时变化量。按式 6 计算

$$\Delta A = A_0 - A_{1h} \quad 6$$

式中: ΔA ——含气量经时变化量 (%)

A_0 ——出机后测得的含气量 (%)

A_{1h} ——1h 后的测得的含气量 (%)

试验时, 每批混凝土拌合物取一个试样, 含气量以三个试样测值的算术平均值来表示。若三个试样中的最大值或最小值中有一个与中间值之差超过 0.5% 时, 将最大值与最小值一并舍去, 取中间值作为该批的试验结果。如果最大与最小值均超过 0.5% 时, 则应重做。含气量和 1h 经时变化量测定值精确到 0.1%。

(3) 注意事项: 装满混凝土的容器振动时间一定要严格控制, 振动时间的长短, 对含气量的影响很大, 振动时间过长, 会导致混凝土含气量值偏小; 反之则偏大。

5、凝结时间差试验

(1) 定义:

凝结时间, 混凝土由塑性状态过渡到硬化状态所需时间;

初凝时间, 混凝土从加水开始到贯入阻力值达 3.5Mpa 所需的时间;

终凝时间, 混凝土从加水开始到贯入阻力值达 28Mpa 所需的时间;

凝结时间差, 受检混凝土与基准混凝土凝结时间的差值。

(2) 仪器设备:

① 混凝土搅拌机;

② 混凝土贯入阻力仪, 精度为 10N;

③ 坍落度仪、捣棒、钢直尺、5mm 圆孔筛;

(3) 试验方法: 将混凝土拌合物用 5mm (圆孔筛) 振动筛筛出砂浆, 拌匀后装入上口内径为 160mm, 下口内径为 150mm, 净高 150mm 的刚性不渗水的金属圆筒, 试样表面应低于筒口 10mm, 用振动台振实 (约 3s~5s) 置于 $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 的环境中, 容器加盖。一般基准混凝土在成型后 3h~4h, 掺早强剂的在成型后 1h~2h, 掺缓凝剂的在成型后 4h~6h 开始测定, 以后每 0.5h 或 1h 测定一次, 但在临近初、终凝时, 可以缩短测定时间间隔。每次测点应避开前一次测孔, 其净距为试针直径的 2 倍, 但至少不小于 15mm, 试针与容器边缘之距离不小于 25mm。测定初凝时间用截面积 100mm² 的试针, 测定终凝时间用截面积 20mm² 的试针。

贯入阻力按式 7 计算

$$R = \frac{P}{A} \quad 7$$

式中: R——贯入阻力(MPa);

P——贯入深度达 25mm 时所需的净压力(N);

A——贯入仪试针的截面积(mm²)。

根据计算结果, 以贯入阻力值为纵坐标, 测试时间为横坐标, 绘制贯入阻力值与时间关

系图, 求出贯入阻力值达 3.5Mpa 时对应的时间作为初凝时间及阻力值达 28Mpa 时对应的时间作为终凝时间。凝结时间从水泥与水接触时开始计算。

凝结时间差按式 8 计算

$$\Delta T = T_t - T_c \quad 8$$

式中: ΔT ——凝结时间之差(min);

T_t ——掺外加剂混凝土的初凝或终凝时间(min);

T_c ——基准混凝土的初凝或终凝时间(min)。

试验时, 每批混凝土拌合物取一个试样, 凝结时间取三个试样的平均值。若三批试样的最大值或最小值中有一个与中间值之差超过 30min 时, 将最大值与最小值一并舍去, 取中间值作为该批的凝结时间。若两测值与中间值均超过 30min 时, 该批试验结果无效, 则应重做。凝结时间以 min 表示, 并修约到 5min。

(4) 注意事项: 环境温度对凝结时间的影响尤为突出, 因此砂浆的养护温度一定要控制在 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 之内; 测点间的距离对贯入阻力也有很大影响, 测点距离过小, 往往贯入阻力会偏小。

6、抗压强度比试验

(1) 定义: 受检混凝土与基准混凝土同龄期抗压强度之比, 按式 9 计算, 精确到 1%。

$$R_f = \frac{f_t}{f_c} \times 100 \quad 9$$

式中: R_f ——抗压强度比(%);

f_t ——掺外加剂混凝土的抗压强度(MPa);

f_c ——基准混凝土抗压强度(MPa)。

(3) 仪器设备:

- ① 混凝土搅拌机;
- ② 压力试验机;
- ③ 坍落度仪、捣棒、钢直尺、试模;

(3) 掺外加剂与基准混凝土的抗压强度按 GB/T50081 进行试验和计算, 试件制作时, 用振动台振动 15s~20s。试件预养温度为 $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$, 试验结果以三批试验测值的平均值表示, 若三批试验中有一批的最大值或最小值与中间值的差值超过 15%, 则把最大值与最小值一并舍去, 取中间值作为该批的试验结果。如果两批测值与中间值的差均超过中间值的 15%, 则试验结果无效, 应该重做。

7、收缩率比试验

(1) 定义: 受检混凝土与基准混凝土同龄期收缩率之比, 按式 10 计算

$$R_\varepsilon = \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_c} \times 100 \quad 10$$

式中:

R_c ——收缩率比(%);

ε_t ——掺外加剂混凝土的收缩率(%);

ε_c ——基准混凝土的收缩率(%)。

(2) 仪器设备:

①混凝土搅拌机;

②混凝土收缩仪、坍落度仪、捣棒、钢直尺、试模 100mm×100mm×515mm;

(3) 试验方法: 试验按 GBJ82 进行, 测定混凝土收缩时以 100mm×100mm×515mm 的棱柱体试件作为标准试件, 适用于骨料最大粒径不超过 30mm 的混凝土。试件用振动台成型, 振动 15s~20s。试件带模养护 1d~2d (视混凝土实际强度而定)。拆模后应立即送至温度为 (20±2) °C, 相对湿度为 (60±5) % 以上的标准养护室养护。混凝土收缩率按式 11 计算。

$$\varepsilon_{st} = \frac{L_0 - L_t}{L_b} \times 100 \quad 11$$

式中:

ε_{st} ——试验期为 t 天的混凝土收缩值(%), t 从测定初始长度时算起(%);

L_b ——试件的测量标距, 等于两测头内侧的距离(mm);

L_0 ——试件长度的初始读数(mm);

L_t ——试件在试验期为 t 时测得的长度读数(mm)。

每批混凝土拌合物取一个试样, 收缩率比的结果以三个试样收缩率比的算术平均值表示, 计算精确 1%。

(4) 注意事项: 每次测定混凝土收缩率时, 混凝土试件摆放的方向一定要一致, 以及百分表的初始读数一定要相同; 恒温恒湿室的温度为 (20±2) °C, 相对湿度为 (60±5) %。

8、相对耐久性试验

(1) 仪器设备:

① 混凝土搅拌机;

② 压力试验机;

③ 坍落度仪、捣棒、钢直尺、试模;

(2) 试验方法: 试验按 GBJ82 进行, 试件采用振动台成型, 振动 15s~20s。标准养护 28d 后进行冻融循环试验 (快冻法)。每批混凝土拌和物取一个试样, 冻融循环次数以三个试件动弹性模量的算术平均值表示。相对耐久性指标是以掺外加剂混凝土冻融 200 次后的动弹性模量是否不小于 80% 来评定外加剂质量。

9、含固量试验

(1) 定义: 外加剂含固量: 液体外加剂中固体物质的含量。

(2) 仪器设备:

- ① 天平; 不应低于四级, 精确至 0.0001g;
- ② 鼓风电热恒温干燥箱; 温度范围 0℃~200℃;
- ③ 带盖称量瓶: 65mm×25mm;
- ④ 干燥器: 内盛变色硅胶。

(3) 试验方法: 将洁净带盖称量瓶放入烘箱内, 于 100℃~105℃烘 30min, 取出置于干燥器内, 冷却 30min 后称量, 重复上述步骤直至恒温, 其质量为 m_0 。将被测试样装入已经恒量的称量瓶内, 盖上盖称出液体试样及称量瓶的总质量为 m_1 。试样称量: 液体产品 3.0000~5.0000g; 将盛有试样的称量瓶放入烘箱内, 开启瓶盖, 升温至 100℃~105℃(特殊品种除外) 烘干, 盖上盖置于干燥器内冷却 30min 后称量, 重复上述步骤直至恒量(连续两次称量之差小于 0.0005g), 其质量为 m_2 。

(4) 固体含量 $X_{\text{固}}$ 按式 12 计算,

$$X_{\text{固}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad 12$$

式中:

$X_{\text{固}}$ —含固量(%);

m_0 —称量瓶的质量(g);

m_1 —称量瓶加液体试样的质量(g);

m_2 —称量瓶加液体试样烘干后的质量(g)。

(6) 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.30%; 再现性限为 0.50%。

10、含水率测定

(1) 定义: 外加剂含水率: 粉状外加剂中水分的含量。

(2) 仪器设备:

- ① 天平; 不应低于四级, 精确至 0.0001g;
- ② 鼓风电热恒温干燥箱; 温度范围 0℃~200℃;
- ③ 带盖称量瓶: 65mm×25mm;
- ④ 干燥器: 内盛变色硅胶。

(3) 试验方法: 将洁净带盖称量瓶放入烘箱内, 于 100℃~105℃烘 30min, 取出置于干燥器内, 冷却 30min 后称量, 重复上述步骤直至恒温, 其质量为 m_0 。将被测试样装入已经恒量的称量瓶内, 盖上盖称出试样及称量瓶的总质量为 m_1 。试样称量: 粉状产品 1.0000~2.0000g; 将盛有试样的称量瓶放入烘箱内, 开启瓶盖, 升温至 100℃~105℃(特殊品种除外) 烘干, 盖上盖置于干燥器内冷却 30min 后称量, 重复上述步骤直至恒量, 其质量为 m_2 。

(4) 含水率 $X_{\text{水}}$ 按式 13 计算,

$$X_{\text{水}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad 13$$

式中：

$X_{\text{水}}$ —含固量(%);

m_0 —称量瓶的质量(g);

m_1 —称量瓶加粉状试样的质量(g);

m_2 —称量瓶加粉状试样烘干后的质量(g)。

(6) 重复性限和再现性限：

重复性限为 0.30%；再现性限为 0.50%。

11、密度试验

(1) 比重瓶法

① 仪器设备：

a 比重瓶，25mL 或 50mL；

b 天平，不应低于四级，精确至 0.0001g；

c 干燥器：内盛变色硅胶；

d 超级恒温器或同等条件的恒温设备；

② 测试条件：

a 被测溶液的温度为 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ ；

b 如有沉淀应滤去。

③ 试验方法：

a 比重瓶容积的校正

比重瓶依次用水、乙醇、丙酮和乙醚洗涤并吹干，塞子连瓶一起放入干燥器内，取出，称量比重瓶之质量为 m_0 ，直至恒量。然后将预先煮沸并经冷却的水装入瓶内，塞上塞子，使多余的水分从塞子毛细管流出，用吸水纸吸干瓶外的水。注意不能让吸水纸吸出塞子毛细管里的水，水要保持与毛细管上口相平，立即在天平称出比重瓶装满水后的质量 m_1 。容积 V 按式 14 计算：

$$V = \frac{m_1 - m_0}{0.9982} \quad 14$$

式中：

V —比重瓶在 20°C 时的容积(mL)；

m_0 —干燥的比重瓶质量(g)；

m_1 —比重瓶装满 20°C 水的质量(g)；

0.9982— 20°C 时纯水的密度 (g/mL)。

b 外加剂溶液密度 ρ 的测定

将已校正 V 值的比重瓶洗净、干燥、灌满被测溶液，塞上塞子后浸入 $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 超级恒温器内，恒温 20min 后取出，用吸水纸吸干瓶外的水及毛细管溢出的溶液后，在天平称出比

重瓶装满外加剂溶液后的质量为 m_2 。

④ 结果表示

外加剂溶液的密度 ρ 按式 15 计算:

$$\rho = \frac{m_2 - m_0}{V} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 0.9982 \quad 15$$

式中:

ρ —20°C 时外加剂溶液的密度(g/mL);

m_2 —比重瓶装满 20°C 外加剂溶液后的质量(g)。

⑤ 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.001g/mL; 再现性限为 0.002g/mL。

(2) 液体比重天平法

① 仪器设备:

a 液体比重天平;

b 超级恒温器或同等条件的恒温设备。

② 测试条件:

a 被测溶液的温度为 (20±1) °C;

b 如有沉淀应滤去。

③ 试验方法

a 液体比重天平的调试

将液体比重天平安装在平稳不受震动的水泥台上, 其周围不得有强力磁源及腐蚀性气体, 在横梁的末端钩子上挂上等重砝码, 调节水平调节螺丝, 使横梁上的指针成水平线相对, 天平即调成水平位置; 如无法调节平衡时, 可将平衡调节器的定位小螺丝钉松开, 然后略微轻动平衡调解, 直至平衡为止。仍将中间定位螺丝钉旋紧, 防止松动。将等重砝码取下, 换上整套测锤, 此时天平已经保持平衡, 允许有 ±0.0005 的误差存在。

b 外加剂溶液密度 ρ 的测定

将已恒温的被测溶液倒入量筒内, 将液体比重天平的侧锤浸没在量筒被测溶液的中央, 这时横梁失去平衡, 在横梁 V 形槽与小钩上加放各种骑码后使之恢复平衡, 所加骑码之读数 d , 再乘以 0.9982g/mL, 即为被测溶液的密度 ρ 值。

④ 结果表示

被测溶液的数值 d 代入式 16 计算出密度 ρ : 外加剂溶液的密度 ρ 按式 15 计算:

$$\rho = 0.9982d \quad 16$$

式中: d —20°C 时被测溶液所加骑码的数值;

⑤ 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.001g/mL; 再现性限为 0.002g/mL。

(3) 精密密度计法

① 仪器设备:

- a 波美比重计;
- b 精密比重计;
- c 超级恒温器或同等条件的恒温设备。

② 测试条件:

- a 被测溶液的温度为 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$;
- b 如有沉淀应滤去。

③ 试验方法: 将已恒温的外加剂倒入 500mL 玻璃量筒内, 以波美比重计插入溶液中测出该溶液的密度。参考波美比重计所测溶液的数据, 选择这一刻度范围的精密比重计插入溶液中, 精确读出溶液凹液面与精密比重计相齐的刻度即为该溶液的密度 ρ 。试验测得数据即为 20°C 时外加剂溶液的密度。

④ 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.001g/mL; 再现性限为 0.002g/mL。

12、细度实验

(1) 仪器设备:

① 天平: 分度值 0.001g;

② 试验筛: 采用孔径为 0.315mm 的铜丝网筛布。筛框有效直径 150mm、高 50mm。筛布应紧绷在筛框上, 接缝必须严密, 并附有筛盖。

(2) 试验方法: 外加剂试样应充分拌匀并经 $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$ (特殊品种除外) 烘干。采用孔径为 0.315mm 的试验筛 (铜丝网筛布), 称取烘干试样 10g, 称准至 0.001g 倒入筛内, 用人工筛样, 将近筛完时, 必须一手执筛往复摇动, 一手拍打, 摇动速度每分钟约 120 次。其间, 筛子应向一定方向转动数次, 使试样分散在筛布上, 直至每分钟通过质量不超过 0.005g 时为止。称量筛余物, 称准至 0.001g。

细度用筛余%表示按式 17 计算

$$\text{筛余} = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad 17$$

式中: m_0 —试样质量(g);

m_1 —筛余物质量(g);

(3) 注意事项: 筛析过程中, 筛子应向一定方向转动数次, 使试样分散在筛布上, 直至每分钟通过质量不超过 0.005g 时为止。

(4) 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.40%; 再现性限为 0.60%。

13、pH 值试验

(1) 定义: pH 值, 液体外加剂酸碱程度的数值。

(2) 仪器设备:

酸度计、甘汞电极、玻璃电极、复合电极, 天平 (分度值 0.0001g)

(3) 测试条件:

① 液体样品直接测试;

② 粉状样品溶液的浓度为 10g/L;

③ 被测溶液的温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

(4) 试验方法: 当仪器校正好后, 先用水, 再用测试溶液冲洗电极, 然后再将电极浸入被测溶液中轻轻摇动试杯, 使溶液均匀。待到酸度计的读数稳定 1min, 记录读数。测量结束后, 用水冲洗电极, 以待下次测量。

酸度计测出的结果即为溶液的 pH 值。

(5) 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.2; 再现性限为 0.5。

14、表面张力试验

(1) 方法提要: 表面张力: 铂环与液面接触后, 在铂环内形成液膜, 提起铂环时所需的力与液体表面张力相平衡, 测定液膜脱离液面的力之大小。

(2) 仪器设备:

自动界面张力仪, 天平 (分度值 0.0001g)

(3) 测试条件:

① 液体样品直接测试;

② 粉状样品溶液的浓度为 10g/L;

③ 被测溶液的温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

④ 如有沉淀应滤去。

(4) 试验方法:

用比重瓶或液体比重天平测定该外加剂溶液的密度。在测量之前, 应把铂环和玻璃器皿很好地进行清洗彻底去掉油污, 空白试验用无水乙醇作标样, 测定其表面张力, 测定值和理论值之差不得超过 0.5mN/m, 被测液体倒入准备好的玻璃杯中约 20mm~25mm 高, 将其放在一起托盘的中间位置上, 按下操作面板的“上升”的按钮, 铂环与被测溶液接触, 并使铂环浸入到液体 5mm~7mm。按下“停”的按钮, 再按“下降”按钮, 托盘和被测液体开始下降。直至环被拉脱离开液面, 记录显示器上的最大值 P。

溶液表面张力按式 18 计算

$$\sigma = F \cdot P \quad 18$$

σ —— 溶液表面张力 (mN/m);

P —— 显示器上的最大值 (mN/m);

F ——校正因子。

(5) 重复性限和再现性限:

重复性限为 1.0mN/m; 再现性限为 1.5mN/m。

15、氯离子含量试验

15.1 电位滴定法

(1) 试剂:

① 硝酸 (1+1);

② 硝酸银溶液 (17g/L): 准确称取约 17g 硝酸银 (AgNO_3), 用水溶解, 放入 1L 棕色容量瓶中稀释至刻度, 摇匀, 用 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液对硝酸银溶液进行标定;

③ 氯化钠标准溶液 [$c(\text{NaCl}) = 0.1000 (\text{mol/L})$]: 称取约 10g 氯化钠 (基准试剂), 盛在称量瓶中, 于 $130^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ 烘干 2h, 在干燥器内冷却后精确称取 5.8443g, 用水溶解并稀释至 1L, 摇匀。

④ 标定硝酸银溶液 (17g/L), 用移液管吸取 10mL 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液于烧杯中, 加水稀释至 200mL, 加 4mL 硝酸 (1+1), 在电磁搅拌下, 用硝酸银溶液以电位滴定法测定终点, 过等当点后, 在同一溶液中再加入 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液 10mL, 继续用硝酸银溶液滴定至第二个终点, 用二次微商法计算出硝酸银溶液消耗的体积 V_{01} , V_{02} 。

体积 V_0 按式 19 计算

$$V_0 = V_{02} - V_{01} \quad 19$$

式中:

V_0 —10mL 0.1000mol/L 氯化钠消耗硝酸银溶液的体积 mL;

V_{01} —空白试验中 200mL 水, 加 4mL 硝酸 (1+1) 加 10mL 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液消耗硝酸银溶液的体积 mL;

V_{02} —空白试验中 200mL 水, 加 4mL 硝酸 (1+1) 加 20mL 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液消耗硝酸银溶液的体积 mL。

浓度 C 按式 20 计算

$$C = \frac{C'V'}{V_0} \quad 20$$

式中:

C —硝酸银溶液的浓度(mol/L);

C' —氯化钠标准溶液的浓度(mol/L);

V' —氯化钠标准溶液的体积 mL。

(2) 仪器设备:

① 电位测定仪或酸度计;

② 银电极或氯电极;

③ 甘汞电极;

④ 电磁搅拌器、滴定管(25mL)、移液管(10mL); 天平: 分度值 0.0001g。

(3) 试验方法:

① 准确称取外加剂试样 0.5000~5.0000g 放入烧杯中, 加 200mL 水和 4mL 硝酸(1+1), 使溶液呈酸性, 搅拌至完全溶解, 如不能完全溶解, 可用快速定性滤纸过滤, 并用蒸馏水洗涤残渣至无氯离子为止。

② 用移液管加入 10mL 0.1000 mol/L 的氯化钠标准溶液在烧杯内加入电磁搅拌子, 将烧杯放在电磁搅拌机上, 开动搅拌机并插入银电极(或氯电极)及甘汞电极, 两电极与电位计或酸度计相连接, 用硝酸银溶液缓慢滴定, 记录电极和对应的滴定读数。

由于接近等当点时, 电势增加很快, 此时要缓慢滴加硝酸银溶液, 每次定量加入 0.1mL, 当电势发生突变时, 表示等当点已过, 此时继续滴加硝酸银溶液, 直至电势趋向变化平缓。得到第一个终点时硝酸银溶液消耗的体积 V_1 。

③ 同一溶液中, 用移液管再加入 10mL 0.1000 mol/L 的氯化钠标准溶液(此时溶液电势降低), 继续用硝酸银溶液滴定, 直至第二个等当点出现, 记录电势和对应的 0.1 mol/L 硝酸银溶液消耗的体积 V_2 。

④ 空白试验, 在干净的烧杯中加入 200mL 水和 4mL 硝酸(1+1), 用移液管加入 10mL 0.1000 mol/L 的氯化钠标准溶液, 在不加入试样的情况下, 缓慢滴加硝酸银溶液, 记录电势和对应的滴定管读数, 直至第一个终点出现。过等当点后, 在同一溶液中, 再用移液管再加入 0.1000 mol/L 的氯化钠标准溶液 10mL, 继续用硝酸银溶液滴定至第二个等当点出现, 用二次微商法计算出硝酸银溶液消耗的体积 V_{01} 及 V_{02} 。

(4) 结果表示: 用二次微商法计算结果, 通过电压对体积二次导数(即 $\Delta^2 E / \Delta V^2$) 变成零的办法来求出滴定终点。假如在临近等当点时, 每次加入的硝酸银溶液是相等的, 此函数($\Delta^2 E / \Delta V^2$) 必定会在正负两个符号发生变化的体积之间的某一点变成零, 对应这一点的体积即为终点体积, 可用内插法求得。

外加剂中氯离子所消耗的硝酸银体积 V 按式 21 计算:

$$V = \frac{(V_1 - V_{01}) + (V_2 - V_{02})}{2} \quad 21$$

式中:

V_1 —试样溶液加 10mL 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液所消耗的硝酸银溶液体积(mL);

V_2 —试样溶液加 20mL 0.1000mol/L 氯化钠标准溶液所消耗的硝酸银溶液体积(mL)。

外加剂中氯离子含量按式 22 计算

$$X_{Cl^-} = \frac{c \cdot V \times 35.45}{m \times 1000} \times 100 \quad 22$$

式中:

X_{Cl^-} —外加剂氯离子含量(%);

V—外加剂中氯离子所消耗硝酸银溶液体积(mL);

m—外加剂样品质量(g)。

(5) 重复性限和再现性限:

重复性限为 0.05%; 再现性限为 0.08%。

15.2 离子色谱法

(1) 试剂:

① 氮气: 纯度不小于 99.8%;

② 硝酸: 优级纯;

③ 实验室用水: 一级水 (电导率小于 $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$, $0.2\mu\text{m}$ 超滤膜过滤);

④ 氯离子标准溶液 1mg/mL : 准确称取预先在 $550^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 加热 $40\text{min}\sim 50\text{min}$ 后, 并在干燥器中冷却至室温的氯化钠 (基准试剂) 1.648g , 用水溶解并稀释至 1L , 摇匀。

⑤ 氯离子标准溶液 $100\mu\text{g/mL}$: 准确移取上述标准溶液 100mL 至 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

⑥ 氯离子标准溶液系列: 准确移取 1mL , 5mL , 10mL , 15mL , 20mL , 25mL ($100\mu\text{g/mL}$ 氯离子标准溶液) 至 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 此标准溶液系列浓度分别为: $1\mu\text{g/mL}$, $5\mu\text{g/mL}$, $10\mu\text{g/mL}$, $15\mu\text{g/mL}$, $20\mu\text{g/mL}$, $25\mu\text{g/mL}$ 。

(2) 仪器设备:

① 离子色谱仪: 包括电导检测器, 抑制器, 阴离子分离柱, 进样定量环 ($25\mu\text{L}$, $50\mu\text{L}$, $100\mu\text{L}$);

② $0.22\mu\text{m}$ 水性针头微孔滤器。

③ On Guard Rp 柱: 功能基为聚二乙烯基苯);

④ 注射器: 1.0mL 、 2.5mL ;

⑤ 淋洗液体系选择

碳酸盐淋洗液体系: 阴离子柱填料为聚苯乙烯, 有机硅, 聚乙烯醇或聚丙烯酸酯阴离子交换树脂;

氢氧化钾淋洗液体系: 阴离子色谱柱 IonPacAs18 型分离柱 ($250\text{mm}\times 4\text{mm}$) 和 IonPacAG18 型保护柱 ($50\text{mm}\times 4\text{mm}$); 或性能相当的离子色谱柱;

⑥ 抑制器: 连续自动再生膜阴离子抑制器或微填充床抑制器;

⑦ 检出限: $0.01\mu\text{g/mL}$

(3) 试验方法:

① 准确称取外加剂试样 1.0000g , 精确至 0.1mg 。放入 100mL 烧杯中, 加 50mL 水和 5 滴硝酸溶解试样, 试样能被水溶解时, 直接移入 100mL 容量瓶定容, 如不能完全溶解, 采用超声和加热的方法溶解试样, 再用快速滤纸过滤, 滤液用 100mL 容量瓶承接定容。

② 混凝土外加剂中的可溶性有机物可以用 On Guard Rp 柱去除。

③ 将上述处理好的溶液注入离子色谱中分离, 得到色谱图, 测定所得色谱峰的峰面积或峰高。

④ 在重复性条件下进行空白试验, 将氯离子标准溶液系列分别在离子色谱中分离, 得到色谱图, 测定所得色谱峰的峰面积或峰高, 以氯离子浓度为横坐标, 峰面积或峰高为纵坐标绘制标准曲线。

(4) 结果表示: 将样品的氯离子峰面积或峰高对照标准曲线, 求出样品溶液的氯离子浓度 c_1 , 并按照式 23 计算出试样中氯离子含量。

$$X_{cl^-} = \frac{c_1 \times V_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad 23$$

式中:

X_{cl^-} ——样品中氯离子含量 (%) ;

c_1 ——由标准曲线求得的试样溶液中氯离子的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) ;

V_1 ——样品溶液的体积 (mL) ;

m ——外加剂样品质量 (g)

(5)重复性限:

cl ⁻ 含量范围 (%)	<0.01	0.01~0.1	0.1~1	1~10	>10
重复性限 (%)	0.001	0.02	0.10	0.20	0.25

16、硫酸钠含量

(1)重量法

① 仪器设备:

a 电阻高温炉, 最高使用温度不低于 900°C;

b 天平, 不应低于四级, 精确至 0.0001g;

c 电磁电热式搅拌器;

d 瓷坩埚 18mL~30mL; 烧杯 400mL、长颈漏斗; 慢速定量滤纸、快速定性滤纸;

② 试剂:

盐酸 (1+1)、氯化铵溶液 (50g/L)、氯化钡溶液 (100g/L)、硝酸银溶液 (1g/L) ;

③ 试验方法:

a 准确称取试样约 0.5g 于 400mL 烧杯中, 加入 200mL 水搅拌溶解, 再加入氯化铵溶液 50mL, 加热煮沸后, 用快速定性滤纸过滤, 用水洗涤数次后, 将滤液浓缩至 200mL 左右, 滴加盐酸 (1+1) 至浓缩滤液呈酸性, 再多加 5 滴~10 滴盐酸, 煮沸后在不断搅拌下趁热滴加氯化钡溶液 10mL, 继续煮沸 15min, 取下烧杯, 置于加热板上, 保持 50°C~60°C 静置 2h~4h 或常温静置 8h。

b 用两张慢速定量滤纸过滤, 烧杯中的沉淀用 70°C 水洗净, 使沉淀全部转移到滤纸上,

用温热水洗涤沉淀至无氯根为止(用硝酸银溶液检验)将沉淀与滤纸移入预先灼烧恒重的坩埚中,小火烘干,灰化。在 800℃电阻高温炉中灼烧 30min,然后在干燥器里冷却至室温(约 30min),取出称量,再将坩埚放回高温炉中,灼烧 20min,取出冷却至室温称量,如此反复直至恒重(连续两次称量之差小于 0.0005g)。

④结果表示: 硫酸钠含量 $X_{Na_2SO_4}$ 按式 24 计算

$$X_{Na_2SO_4} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.6086}{m} \times 100 \quad 24$$

式中: $X_{Na_2SO_4}$ —外加剂中硫酸钠含量%;

m—试样质量(g);

m_1 —空坩埚质量(g);

m_2 —灼烧后滤渣加坩埚质量(g);

0.6086—硫酸钡换算成硫酸钠的系数。

⑤重复性限和再现性限:

重复性限为 0.50%; 再现性限为 0.80%。

(2)离子交换重量法

① 仪器设备:

a 电阻高温炉, 最高使用温度不低于 900℃;

b 天平, 不应低于四级, 精确至 0.0001g;

c 电磁电热式搅拌器;

b 瓷坩埚:18mL~30mL; 烧杯 400mL; 长颈漏斗; 慢速定量滤纸, 快速定性滤纸。

② 试剂:

a 盐酸 (1+1);

b 氯化铵溶液 (50g/L);

c 氯化钡溶液 (100g/L);

d 硝酸银溶液 (1g/L);

e 预先经活化处理过 717-OH 型阴离子交换树脂。

③ 试验方法

a 采用重量法测定, 试样加入氯化铵溶液沉淀处理过程中, 发现絮凝物而不易过滤时改用离子交换重量法。准确称取外加剂样品 0.2000g~0.5000g, 置于盛有 6g717-OH 型阴离子交换树脂的 100mL 烧杯中, 加入 60mL 水和电磁搅拌棒, 在电磁电热式搅拌器上加热至 60℃~65℃, 搅拌 10min, 进行离子交换。

b 将烧杯取下, 用快速定性滤纸于三角漏斗上过滤, 弃去滤液。

c 然后用 50℃~60℃氯化铵溶液洗涤树脂五次, 再用温水洗涤五次, 将洗液收集于另一干净的 300mL 烧杯中, 滴加盐酸 (1+1) 至溶液显示酸性, 再多加 5 滴~10 滴盐酸, 煮沸

后在不断搅拌下趁热滴加氯化钡溶液 10mL, 继续煮沸 15min, 取下烧杯, 置于加热板上保持 50°C~60°C, 静置 2h~4h 或常温静置 8h。

d 重复重量法中 b 的步骤。

④结果表示: 硫酸钠含量 $X_{Na_2SO_4}$ 按式 25 计算

$$X_{Na_2SO_4} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.6086}{m} \times 100 \quad 25$$

式中: $X_{Na_2SO_4}$ —外加剂中硫酸钠含量(%);

m—试样质量(g);

m_1 —空坩埚质量(g);

m_2 —灼烧后滤渣加坩埚质量(g);

0.6086—硫酸钡换算成硫酸钠的系数。

⑤重复性限和再现性限:

重复性限为 0.50%; 再现性限为 0.80%。

17、水泥净浆流动度试验

(1) 定义: 水泥净浆流动, 在规定的试验条件下, 水泥浆体在玻璃平面上自由流淌的直径。

(2) 仪器:

① 双转双速水泥净浆搅拌机 (符合 JC/T729 的要求)、天平分度值 0.01g、天平分度值 1g;

② 截锥圆模上口直径 36mm, 下口直径 60mm, 高度为 60mm, 内壁光滑无缝的金属制品;

③ 玻璃板, 400mm×400mm×5mm、秒表、钢直尺 300mm、刮刀;

(3) 试验方法: 将玻璃板放置在水平位置, 用湿布抹擦玻璃板, 搅拌器、搅拌锅, 使其表面湿而不带水渍。将截锥圆模放在玻璃板的中央, 并用湿布覆盖待用。称取水泥 300g, 倒入搅拌锅内, 加入推荐掺量的外加剂及 87g 或 105g 的水, 搅拌 3min。将拌好的净浆迅速注入截锥圆模内, 用刮刀刮平, 将截锥圆模按垂直方向提起, 任水泥净浆在玻璃板上流动, 至 30s, 用直尺量取流淌部分相互垂直的两个方向的最大直径, 取平均值作为水泥净浆流动度。

表示水泥净浆流动度时, 需注明用水量, 所用水泥的强度等级, 标号, 名称, 型号及生产厂和外加剂掺量。

(4) 重复性限和再现性限:

重复性限为 5mm; 再现性限为 10mm。

18、水泥胶砂减水率试验

(1) 仪器:

- ① 胶砂搅拌机: 符合 JC/T681 的要求;
- ② 跳桌、截锥圆模及模套、圆柱捣棒、卡尺符合 GB/T2419 的规定;
- ③ 抹刀、天平分度值 0.01g, 天平分度值 1g

(2) 材料:

- ① 水泥;
- ② 水泥强度检验用 ISO 标准砂;
- ③ 外加剂。

(3) 试验方法:

① 基准胶砂流动度用水量的测定

a、先使搅拌机处于待工作状态, 然后按以下程序操作: 把水加入锅里, 再加入水泥 450g, 把锅放在固定架上, 上升至固定位置, 然后开动搅拌机, 慢速搅拌 30s 后, 在第二个 30s 开始的同时均匀地将砂子加入, 机器转至高速再搅拌 30s, 停拌 90s, 在第一个 15s 内用抹刀将叶片和锅壁上的胶砂刮入锅中间, 在高速下继续搅拌 60s。各阶段搅拌时间误差在±1s 以内。

b、在拌和胶砂的同时, 用湿布抹擦跳桌的玻璃台面, 捣棒, 截锥圆模及模套内壁, 并把它们置于玻璃台面中心, 盖上湿布, 备用。

c、将拌好的胶砂迅速地分两次装入模内, 第一层装至截锥圆模的三分之二处, 用抹刀在相互垂直的两个方向各划 5 次, 用捣棒自边缘至中心均匀捣压 15 次(10、4、1); 第二层砂浆装至高出截锥圆模约 20mm, 用抹刀划 10 次, 同样用捣棒捣压 10 次。在装胶砂和捣实时, 用手将截锥圆模按住, 不要使其产生移动。

d、捣好后取下模套, 用抹刀将高出截锥圆模的胶砂刮去并抹平, 随即将截锥圆模垂直向上提起置于台上。立刻开动跳桌, 以每秒一次的频率使跳桌连续跳动 25 次。

e、跳动完毕, 用卡尺量出胶砂底部流动直径, 及相互垂直的两个直径的平均值为该用水量时的胶砂流动度, 用 mm 表示。

f、重复上述步骤, 直至流动度达到 180mm±5mm。当砂浆流动度为 180mm±5mm 时的用水量即为基准胶砂流动度的用水量 M_0 。

② 掺外加剂胶砂流动度用水量的测定

g、将水和外加剂加入锅里搅拌均匀, 按 a) 的操作步骤, 测出掺外加剂胶砂流动度达 180mm±5mm 时的用水量 M_1 。

胶砂减水率按式 26 计算

$$\text{胶砂减水率} = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100 \quad 26$$

式中: M_0 —基准胶砂流动度为 180mm±5mm 时的用水量;

M_1 —掺外加剂的胶砂流动度为 180mm±5mm 时的用水量。

注明所用水泥的标号、名称、型号和生产厂。

(4) 重复性限和再现性限:

重复性限为 1.0%；再现性限为 1.5%。

19、总碱量(火焰光度法)试验

(1) 定义：总碱量，外加剂中以氧化钠当量百分数表示的氧化钠和氧化钾的总和。

(2) 适用范围：矿物质的混凝土外加剂：如膨胀剂等，不在此范围之内。

(3) 仪器：火焰光度计；天平分度值 0.0001g。

(4) 试剂:

① 氧化钾、氧化钠标准溶液：精确称取已在 130~150℃烘过 2h 的氯化钾（光谱纯）0.7920g 及氯化钠（光谱纯）0.9430g，置于烧杯中，加水溶解后，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，转移至干燥的带盖的塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于氧化钾及氧化钠 0.5mg；

② 盐酸（1+1）、氨水（1+1）、碳酸铵溶液[100g/L]、甲基红指示剂[2g/L 乙醇溶液]。

(5)试验方法:

① 工作曲线的绘制：分别向 100mL 容量瓶中注入 0.00；1.00；2.00；4.00；8.00；12.00mL 的氧化钾、氧化钠标准溶液（分别相当于氧化钾、氧化钠各 0.00；0.50；1.00；2.00；4.00；6.00mg），用水稀释至标线，摇匀，然后分别于火焰光度计上按仪器使用规程进行测定，根据测得的检流计读数与溶液的浓度关系，分别绘制氧化钾及氧化钠的工作曲线。

② 准确称取一定量的试样置于 150mL 的瓷蒸发皿中，用 80℃左右的热水润湿并稀释至 30mL，置于电热板上加热蒸发，保持微沸 5min 后取下，冷却，加一滴甲基红指示剂[2g/L 乙醇溶液]，滴加氨水（1+1），使溶液呈黄色；加入 10mL 碳酸铵溶液[100g/L]，搅拌，置于电热板上加热并保持微沸 10min，用中速滤纸过滤，以热水洗涤，滤液及洗液盛于容量瓶中，冷却至室温，以盐酸（1+1）中和至溶液呈红色，然后用水稀释至标线，摇匀，以火焰光度计按仪器使用规程进行测定，称样量及稀释倍数见表 4。

表 4

总碱量%	称样量 g	稀释体积 mL	稀释倍数 n
1.00	0.2	100	1
1.00~5.00	0.1	250	2.5
5.00~10.00	0.05	250 或 500	2.5 或 5
大于 10.00	0.05	500 或 1000	5 或 10

③ 同时进行空白试验。

④ 氧化钾与氧化钠含量计算

氧化钾百分含量（X₁）及氧化钠百分含量（X₂）分别按 27、28 计算

$$X_1(\%) = \frac{C_1 \times n}{m \times 1000} \times 100$$

27

$$X_2(\%) = \frac{C_2 \times n}{m \times 1000} \times 100$$

28

式中：C₁—在工作曲线上查得每 100mL 被测溶液中氧化钾的含量(mg)；
C₂—在工作曲线上查得每 100mL 被测溶液中氧化钠的含量(mg)；
n—被测溶液的稀释倍数；
m—试样质量(g)。

④总碱量按式 29 计算

总碱量（%）=0.658×X₁+X₂

29

式中：X₁—氧化钾的含量(%)；
X₂—氧化钠的含量(%)；

(6)注意事项：总碱量的测定亦可采用原子吸收光谱法，参见 GB/T176-2008 中第 34 章。
(7)分析结果的允许误差范围：
分析结果的允许误差范围见表 5。

表 5

总碱量， %	重复性限， %	再现性限， %
1.00	0.10	0.15
1.00～5.00	0.20	0.30
5.00～10.00	0.30	0.50
大于 10.00	0.50	0.80

五、检验规则

1、取样与编号：

(1)试样分点样和混合样。点样是在一次生产的产品所得试样，混合样是三个或更多的点样等量均匀混合取得的试样。
(2)根据产量和生产设备条件，将产品分批编号，掺量大于 1%（含 1%）同品种的外加剂每编号为 100t，掺量小于 1%的外加剂每编号为 50t，不足 100t 或 50t 的也可按一个批量计，同一编号的产品必须混合均匀。

(3)一编号取样量不少于 0.2t 水泥所需的外加剂量。

2、试样及留样：每一批号取样应充分混匀，分为两等份，其中一份按规定项目进行试验，另一份密封保存半年，以备有疑问时，提交国家指定的检验机关进行复验或仲裁。

3、判定规则：

出厂检验判定：型式检验报告在有效期内，且出厂检验结果符合外加剂匀质性指标的要求，可判定为该批产品检验合格。

型式检验判定：产品经检验，匀质性符合表 2 的要求，各种类型外加剂受检混凝土性能指标中，高性能减水剂及泵送剂的减水率和坍落度的经时变化量，其他减水剂的减水率、缓凝型外加剂的凝结时间差、引气型外加剂的含气量及其经时变化量、硬化混凝土的各项性能符合表 1 要求，则判定该批号外加剂合格，如不符合上述要求时，则判该批号外加剂不合格。

其余项目作为参考指标。

六、例题

1、某一外加剂进行检测, 所测数据列于下表, 计算这一外加剂的减水率、泌水率比和 3d 的抗压强度比。(混凝土容重为 2400kg/m³)

类别 项目	基准混凝土			掺外加剂混凝土		
	1	2	3	1	2	3
混凝土用水量 (kg/m ³)	196	188	184	148	150	150
筒及试样总质量 (g)	14370	14430	14330	13740	13970	14470
筒质量 (g)	2500	2500	2500	2500	2500	2500
泌水总质量 (g)	77	69	68	25	27	26
3d 抗压强度 (MPa)	15.4	16.4	16.2	25.7	27.2	27.1

解:

$$(1) \text{ 减水率计算: } W_1 = \frac{196 - 148}{196} \times 100\% = 24.5\%$$

$$W_2 = \frac{188 - 150}{188} \times 100\% = 20.2\%$$

$$W_3 = \frac{184 - 150}{184} \times 100\% = 18.5\%$$

$$\frac{24.5 - 20.2}{20.2} \times 100\% = 21\%, \text{ 最大值 } W_1 \text{ 与中间值 } W_2 \text{ 之差已经超过中间值的}$$

15%, 则把最大值和最小值一并删去, 取中间值 20.2% 作为该组试验的减水率。

$$(2) \text{ 基准混凝土泌水率计算: } B_1 = \frac{77 \times 2400000}{196000 \times (14370 - 2500)} \times 100\% = 7.9\%$$

$$B_2 = \frac{69 \times 2400000}{188000 \times (14430 - 2500)} \times 100\% = 7.4\%$$

$$B_3 = \frac{68 \times 2400000}{184000 \times (14330 - 2500)} \times 100\% = 7.5\%$$

基准混凝土泌水率取三个试样的算术平均值

$$B_c = \frac{7.9\% + 7.4\% + 7.5\%}{3} = 7.6\%;$$

$$\text{掺外加剂混凝土泌水率计算: } B_1 = \frac{25 \times 2400000}{148000 \times (13740 - 2500)} \times 100\% = 3.6\%$$

$$B_2 = \frac{27 \times 2400000}{150000 \times (13970 - 2500)} \times 100\% = 3.8\%$$

$$B_3 = \frac{26 \times 2400000}{150000 \times (14470 - 2500)} \times 100\% = 3.5\%$$

掺外加剂混凝土泌水率取三个试样的算术平均值

$$B_t = \frac{3.6\% + 3.8\% + 3.5\%}{3} = 3.6\%;$$

$$\text{泌水率比计算: } B_R = \frac{3.6\%}{7.6\%} \times 100\% = 47\%;$$

(3) 基准混凝土 3d 抗压强度以三批试验测值的平均值表示:

$$S_c = \frac{15.4\text{MPa} + 16.4\text{MPa} + 16.2\text{MPa}}{3} = 16.0\text{MPa}$$

掺外加剂混凝土 3d 抗压强度以三批试验测值的平均值表示:

$$S_t = \frac{25.7\text{MPa} + 27.2\text{MPa} + 27.1\text{MPa}}{3} = 26.7\text{MPa}$$

$$3\text{d 抗压强度比计算: } R_s = \frac{26.7\text{MPa}}{16.0\text{MPa}} \times 100\% = 167\%$$

七、思考题

- 1、GB 8076-2008 中, 检测掺外加剂的混凝土性能, 对混凝土配合比有什么要求?
- 2、在 GB 8076-2008 中, 掺引气剂的混凝土配合比对砂率有什么要求?
- 3、什么是基准水泥?
- 4、简述在检测泌水率比试验过程中, 对吸水有什么要求?
- 5、混凝土初凝、终凝时间是如何确定的?
- 6、外加剂含固量检测中, 对天平有何要求?
- 7、外加剂细度检测, 是如何判定筛析结束的?
- 8、pH 值测定过程中, 酸度计浸泡时间是多少?
- 9、说出水泥净浆流动度检测所需的水泥量、用水量及搅拌时间。
- 10、某一外加剂进行检测, 所测数据列于下表, 分别计算这一外加剂的减水率、泌水率比、凝结时间之差和各龄期的抗压强度比。(混凝土容重为 2400kg/m^3)

类别 项目	基准混凝土			掺外加剂混凝土		
	1	2	3	1	2	3
混凝土用水量 (kg/m^3)	208	203	204	158	156	156
筒及试样总质量 (g)	14980	14670	14300	13940	14370	14650
筒质量 (g)	2500	2550	2500	2500	2450	2550
泌水总质量 (g)	87	79	81	34	31	26
初凝时间 (min)	367	396	367	443	472	459
终凝时间 (min)	589	604	578	663	684	672
3d 抗压强度 (MPa)	15.4	16.4	16.2	25.7	27.2	27.1
7d 抗压强度 (MPa)	21.3	24.2	23.6	30.3	32.2	31.4
28d 抗压强度 (MPa)	33.1	35.2	34.8	45.2	46.2	45.9

粉煤灰

一、概念

粉煤灰是火力发电厂用煤粉作为发电的燃料所排出的废渣, 是从煤粉炉烟道气体中通过除尘器收集的粉末。根据燃煤品种分为 F 类(由无烟煤或烟煤煅烧收集的粉煤灰)和 C 类粉煤灰(由褐煤或次烟煤煅烧收集的粉煤灰, 氧化钙含量一般大于或等于 10%)两种。

粉煤灰是一种量大面广的工业废料, 其中含有较多的二氧化硅和三氧化二铝, 它能与水泥水化生成的氢氧化钙作用, 生成具有水硬性凝胶性能的化合物, 通过粉煤灰的形态效应、活性效应、微集料效应成为一种能改善混凝土性能的材料。

粉煤灰已成为现代混凝土不可或缺的重要组份得到愈来愈广泛的应用。

二、检测依据

1 标准名称及代号

《用于水泥和混凝土中的粉煤灰》GB/T1596-2017

《水泥化学分析方法》GB/T176-2017

《水泥胶砂强度检验方法(ISO 法)》GB/T17671-1999

《水泥胶砂流动度检验方法》GB/T2419-2005

《水泥密度测定方法》GB/T 208-2014

《水泥细度检验方法筛析法》GB/T 1345-2005

《石膏化学分析方法》GB/T 5484-2012

《建筑材料放射性核素限量》GB 6566-2010

2 技术指标

① 拌制砂浆和混凝土用粉煤灰应符合表 6 技术要求。

表 6 拌制砂浆和混凝土用粉煤灰理化性能要求

项 目		技术要求		
		I级	II级	III级
细度（45μm 方孔筛筛余）/%	F 类粉煤灰	≤12.0	≤30.0	≤45.0
	C 类粉煤灰			
需水量比/%	F 类粉煤灰	≤95	≤105	≤115
	C 类粉煤灰			
烧失量（Loss）/%	F 类粉煤灰	≤5.0	≤8.0	≤10.0
	C 类粉煤灰			
含水量/%	F 类粉煤灰	≤1.0		
	C 类粉煤灰			
三氧化硫（SO ₃ ）质量分数/%	F 类粉煤灰	≤3.0		
	C 类粉煤灰			
游离氧化钙（f-CaO）质量分数/%	F 类粉煤灰	≤1.0		
	C 类粉煤灰	≤4.0		
二氧化硅（SiO ₂ ）、三氧化二铝（Al ₂ O ₃ ） 和三氧化二铁（Fe ₂ O ₃ ）总质量分数/%	F 类粉煤灰	≥70.0		
	C 类粉煤灰	≥50.0		

密度/(g/cm ³)	F 类粉煤灰	≤2.5
	C 类粉煤灰	
安定性(雷氏法)/(mm)	C 类粉煤灰	≤5.0
强度活性指数/%	F 类粉煤灰	≥70.0
	C 类粉煤灰	

注: F 类粉煤灰——由无烟煤或烟煤煅烧收集的粉煤灰。

C 类粉煤灰——由褐煤或次烟煤煅烧收集的粉煤灰, 其氧化钙含量一般大于 10%。

② 水泥活性混合材料用粉煤灰应符合表 7 技术要求

表 7 水泥活性混合材料用粉煤灰技术要求

项 目		技术要求
烧失量(Loss)/%	F 类粉煤灰	≤8.0
	C 类粉煤灰	
含水量/%	F 类粉煤灰	≤1.0
	C 类粉煤灰	
三氧化硫(SO ₃)质量分数/%	F 类粉煤灰	≤3.5
	C 类粉煤灰	
游离氧化钙(f-CaO)质量分数/%	F 类粉煤灰	≤1.0
	C 类粉煤灰	≤4.0
二氧化硅(SiO ₂)、三氧化二铝(Al ₂ O ₃) 和三氧化二铁(Fe ₂ O ₃)总质量分数/%	F 类粉煤灰	≥70.0
	C 类粉煤灰	≥50.0
密度/(g/cm ³)	F 类粉煤灰	≤2.5
	C 类粉煤灰	
安定性(雷氏法)/(mm)	C 类粉煤灰	≤5.0
强度活性指数/%	F 类粉煤灰	≥70.0
	C 类粉煤灰	

③放射性: 符合 GB6566 中建筑主体材料规定指标要求(同时满足内照射指数 $I_{Ra} \leq 1.0$ 和外照射指数 $I_L \leq 1.0$)。

④碱含量: 粉煤灰中的碱含量按 $Na_2O + 0.658K_2O$ 计算值表示, 当粉煤灰应用中有碱含量要求时, 由供需双方协商确定。

⑤半水亚硫酸钙含量: 采用干法或半干法脱硫工艺排出的粉煤灰应检测半水亚硫酸钙($CaSO_3 \cdot 1/2H_2O$)

⑥均匀性: 以细度表征, 单一样品的细度不应超过前 10 个样品细度平均值(如样品少于 10 个时, 则为所有前述样品试验的平均值)的最大偏差, 最大偏差范围由买卖双方协商确定。

三、取样及制备要求

样品制备

所取(或所送)样品, 应充分搅拌均匀, 放入干净、干燥、不易受污染的容器中, 供进行各项技术指标的检验用。

四、试验方法

1 细度试验

(1) 仪器设备

负压筛析仪; 方孔筛 孔径 45 μ m, 内径为 Φ 150mm, 高度 25mm; 天平 量程不小于 50g, 最小分度值不大于 0.01g。

(2) 试验步骤

①将测试用粉煤灰样品置于温度为 105℃~110℃烘干箱内烘至恒重, 取出放在干燥器中冷却至室温。

注: 恒重——系指相邻两次称量时间不大于 3h 的情况下, 前后两次称量之差小于该项试验所要求的称量精度。(下同)

②称取试样约 10g (G), 准确至 0.01g, 倒入 45 μ m 方孔筛筛网上, 将筛子置于筛座上, 盖上筛盖。

③接通电源, 将定时开关固定在 3min, 开始筛析。

④开始工作后, 观察负压表, 使负压稳定在 4000Pa~6000Pa。若负压小于 4000Pa, 则应停机, 清理收尘器中的积灰后再进行筛析。

⑤在筛析过程中, 可用轻质木棒或硬橡胶棒轻轻敲打筛盖, 以防吸附。

⑥3min 后筛析自动停止, 将筛网内的筛余物收集并称量 (G₁), 准确至 0.01g。

(3) 数据处理

45 μ m 方孔筛筛余按 30 式计算 (计算至 0.1%):

$$F = K \times \left(\frac{G_1}{G} \right) \times 100 \quad 30$$

式中: F——45 μ m 方孔筛筛余 (%)

G₁——筛余物的质量 (g);

G——称取试样的质量 (g);

K——筛网校正系数[见四.1.(4)]。

(4) 筛网的校正

筛网的校正采用粉煤灰细度标准样品或其他同等级标准样品, 按四.1.(2)步骤测定标准样品的细度, 筛网校正系数按 31 式计算 (计算至 0.1):

$$K = \frac{m_0}{m} \quad 31$$

式中: K——筛网校正系数;

m₀——标准样品筛余标准值 (%);

m——标准样品筛余实测值 (%).

注: ① 筛网校正系数范围为 0.8~1.2, 若超出此范围, 则该筛网报废。

② 筛析 100 个样品后进行筛网的校正。

2 需水量比试验

(1) 仪器设备

天平 量程不小于 1000g, 最小分度值不大于 1g; 搅拌机 符合 GB/T17671-1999 规定的行星式水泥胶砂搅拌机; 流动度跳桌 符合 GB/T2419 规定。

(2) 试验步骤

① 胶砂配比按表 8

表 8 粉煤灰需水量比试验胶砂配比

胶砂种类	对比水泥/g	试验样品		标准砂/g
		对比水泥/g	粉煤灰/g	
对比胶砂	250	——	——	750
试验胶砂	——	175	75	750

注: a 水泥: 采用 GSB14-1510 强度检验用水泥标准样品, 或符合 GB175 规定的强度等级 42.5 的硅酸盐水泥或普通硅酸盐水泥且按照表 8 配制的对比胶砂流动度 (L_0) 在 145mm~155mm 内 (试验结果有矛盾或需要仲裁检验时, 对比水泥宜采用 GSB14-1510 强度检验用水泥标准样品)。

b 试验样品: 对比水泥和被检验粉煤灰按质量比 7:3 混合。

c 标准砂: 采用符合 GB/T17671-1999 规定的 0.5mm~1.0mm 的中级砂。

d 水: 洁净的淡水。

②对比胶砂和试验胶砂的搅拌

对比胶砂和试验胶砂用搅拌机进行机械搅拌。先使搅拌机处于待工作状态, 然后按以下的程序进行操作:

把水加入锅里, 再加入对比水泥或试验样品, 把锅放在固定架上, 上升至固定位置。

然后立即开动机器, 低速搅拌 30s 后, 在第二个 30s 开始的同时均匀地将砂子加入。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 $\pm 1s$ 以内。

③搅拌后的对比胶砂和试验胶砂分别按 4.2.4 测定流动度, 当试验胶砂流动度达到对比胶砂流动度 (L_0) 的 $\pm 2mm$ 时, 记录此时的加水量 (m); 当试验胶砂流动度超出对比胶砂流动度 (L_0) 的 $\pm 2mm$ 时, 重新调整加水量, 直至试验胶砂流动度达到对比胶砂流动度 (L_0) 的 $\pm 2mm$ 为止。

④ 流动度的测定

在制备胶砂的同时, 用潮湿棉布擦拭跳桌台面、试模内壁、捣棒以及与胶砂接触的用具, 将试模放在跳桌台面中央并用潮湿棉布覆盖。

将拌好的胶砂分两层迅速装入试模, 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; 随后, 装第二层胶砂, 装至高出截锥圆模约 20mm, 用小刀在相互垂直两个方向各划 5 次, 再用捣棒由边缘至中心均匀捣压 10 次。捣压后胶砂应略高于试模。捣压深度, 第一层捣至胶砂高度的二分之一, 第二层捣至不超过已捣实底层表面。装胶砂和捣压时, 用手扶稳试模, 不要使其移动。

捣压完毕, 取下模套, 将小刀倾斜, 从中间向边缘分两次以近水平的角度抹去高出截锥圆模的胶砂, 并擦去落在桌面上的胶砂。将截锥圆模向上轻轻提起。立刻开动跳桌, 以每秒钟一次的频率, 在 $25\text{s}\pm 1\text{s}$ 内完成 25 次跳动。

流动度试验, 从胶砂加水开始到测量扩散直径结束, 应在 6min 内完成。

跳动完毕, 用卡尺测量胶砂底面互相垂直的两个方向直径, 计算平均值, 取整数, 单位为毫米 (该平均值即为该加水量的胶砂流动度)。

(3) 数据处理

需水量比按 32 式计算(计算至 1%):

$$X = \left(\frac{m}{125} \right) \times 100 \quad 32$$

式中: X—需水量比, 单位为百分数 (%);

m—试验胶砂流动度达到对比胶砂流动度 (L_0) 的 $\pm 2\text{mm}$ 的加水量 (g);

125—对比胶砂的加水量 (g)。

3 烧失量试验

(1) 仪器设备

天平: 不应低于四级, 精确至 0.0001g; 高温炉; 其它: 瓷坩埚、干燥器。

(2) 试验步骤

称取约 1g 试样 (m_1), 精确至 0.0001g, 放入已灼烧 (950 ± 25) °C 恒量的瓷坩埚中, 盖上坩埚盖, 并留有缝隙, 放在高温炉内, 从低温开始逐渐升高温度, 在 (950 ± 25) °C 下灼烧 15~20min, 取出坩埚, 置于干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧直至恒量或者在 (950 ± 25) °C 下灼烧 1h (有争议时, 以反复灼烧直至恒量的结果为准), 至于干燥器内冷却至室温后称量 (m_2)。

注: 恒量: 经第一次灼烧、冷却、称量后, 通过连续对每次 15min 的灼烧, 然后冷却、称量的方法来检查恒定质量, 当连续两次称量之差小于 0.0005g 时, 即达到恒量。(下同)

(3) 数据处理

烧失量的质量百分数按 33 式计算:

$$X_{LO_1} = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad 33$$

式中:

X_{LO_1} —烧失量的质量分数 (%);

m_1 —试料的质量 (g) ;

m_2 —灼烧后试料的质量 (g) 。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (0.15%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。

4 三氧化硫试验 (硫酸钡重量法, 基准法)

(1) 仪器设备

天平: 不应低于四级, 精确至 0.0001g; 高温炉; 其它: 瓷坩埚、干燥器。

(2) 试验步骤

称取 0.5g 试样 (m_1), 精确至 0.0001g, 置于 200mL 烧杯中, 放入 40mL 水, 搅拌使试样完全分散, 在搅拌下加入 10mL 盐酸 (1+1), 用平头玻璃棒压碎块状物, 加热煮沸并保持微沸 5min~10min。用中速滤纸过滤, 用热水洗涤 10 次~12 次, 滤液及洗液收集于 400mL 烧杯中。加水稀释至约 250mL, 玻璃棒底部压一小片定量滤纸, 盖上表面皿, 加热煮沸, 在微沸下从杯口缓慢逐滴加入 10mL 热的氯化钡溶液 (100g/L), 继续微沸数分钟使沉淀良好地形成, 然后在常温下静置 12h~24h 或温热处静置至少 4h (有争议时, 以常温下静置 12h~24h 的结果为准), 溶液的体积应保持在约 200mL。用慢速定量滤纸过滤, 用热水洗涤, 用胶头擦棒和定量滤纸片擦洗烧杯及玻璃棒, 洗涤至检验无氯离子为止。

将沉淀及滤纸一并移入已灼烧恒量的瓷坩埚中, 灰化完全后, 放入 800°C~950°C 的高温炉内灼烧 30min 以上, 取出坩埚, 置于干燥器中冷却至室温, 称量, 反复灼烧直至恒量或者在 800°C~950°C 下灼烧约 30min (有争议时, 以反复灼烧直至恒量的结果为准), 置于干燥器内冷却至室温后称量 (m_2)

注: 检查氯离子 (硝酸银检验): 按规定沉淀洗涤数次后, 用水冲洗一下漏斗的下端, 继续用水洗涤滤纸和沉淀, 将滤液收集于试管中, 加几滴硝酸银溶液 (5g/L), 观察试管中的溶液是否浑浊。如果浑浊, 继续洗涤并检验, 直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

(3) 数据处理

三氧化硫的质量分数按 34 式计算:

$$\omega_{SO_3} = \frac{(m_2 - m_0) \times 0.343}{m_1} \times 100 \quad 34$$

式中:

ω_{SO_3} —三氧化硫的质量分数 (%);

m_2 —灼烧后沉淀的质量 (g) 。

m_0 —空白试验灼烧后沉淀的质量 (g);

m_1 —试料的质量 (g);

0.343—硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (三氧化硫含量 $\leq 1\%$ 时, 重复性限为 0.10%;

三氧化硫含量>1%时, 重复性限为 0.15%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。同时应同时进行空白试验 (不加入试样, 按照相同的测定步骤进行试验并使用相同量的试剂, 对得到的测定结果进行校正)。

5 游离氧化钙试验 (乙二醇法, 代用法)

(1) 仪器设备

天平: 不应低于四级, 精确至 0.0001g; 游离氧化钙测定仪; 其它: 滴定管, 锥形瓶。

(2) 试验步骤

称取约 0.5g 试样 (m), 精确至 0.0001g, 置于 250mL 干燥的锥形瓶中, 加入 30mL 甘油-无水乙醇溶液 (1+2), 加入 1g 硝酸锶, 放入一根干燥的搅拌子, 装入冷凝管, 置于游离氧化钙测定仪上, 以适当的速度搅拌溶液, 同时升温并加热煮沸, 在搅拌下微沸 10min 后, 取下锥形瓶, 立即用苯甲酸-无水乙醇标准滴定溶液 (按照 GB/T176-2017 中 6.1.92 配置标定) 滴定至微红色消失。再装上冷凝管, 继续在搅拌下煮沸至红色出现, 再取下滴定。如此反复操作, 直至在加热 10min 后不出现红色为止 (V)。

(3) 数据处理

游离氧化钙的质量分数按 35 式计算:

$$\omega_{fCaO} = \frac{T_{CaO}'' \times V}{m \times 1000} \times 100 = \frac{T_{CaO}'' \times V \times 0.1}{m} \quad 35$$

式中:

ω_{fCaO} —游离氧化钙的质量分数 (%);

T_{CaO}'' —苯甲酸-无水乙醇标准滴定溶液对氧化钙的滴定度 (mg/mL)。

V—滴定时消耗苯甲酸-无水乙醇标准滴定溶液的总体积 (mL);

m—试料的质量 (g)。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (游离氧化钙含量≤2%时, 重复性限为 0.15%; 游离氧化钙含量>2%时, 重复性限为 0.20%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。

6 二氧化硅、三氧化二铝和三氧化二铁试验

根据 GB/T1596-2017, 二氧化硅、三氧化二铝和三氧化二铁试验按 GB/T176-2017 进行, 其中三氧化二铝的测定按照硫酸铜返滴定法或 X 射线荧光分析方法, 有争议时以硫酸铜返滴定法为准。

GB/T176-2017 中二氧化硅含量测定包括: 氯化铵重量法 (基准法)、氟硅酸钾容量法 (代用法), 以及 X 射线荧光分析方法; 三氧化二铁含量测定包括邻菲罗啉分光光度法 (基准法)、EDTA 直接滴定法 (代用法)、原子吸收分光光度法 (代用法), 以及 X 射线荧光分析方法, 本讲义中主要介绍氯化铵重量法 (基准法) 测定二氧化硅、EDTA 直接滴定法 (代

用法) 测定三氧化二铁以及硫酸铜返滴定法测定三氧化二铝的检测步骤, 其余详见 GB/T176-2017。

(1) 二氧化硅的测定 (氯化铵重量法, 基准法)

a 仪器设备

天平: 不应低于四级, 精确至 0.0001g; 高温炉; 其它: 铂坩埚, 瓷蒸发皿, 干燥器。

b 试验步骤

称取约 0.5g 试样 (m_1), 精确至 0.0001g, 置于铂坩埚中, 盖上坩埚盖, 并留有缝隙, 在 950°C~1000°C 下灼烧 5min, 取出坩埚冷却。加入 0.30g~0.32g 已磨细的无水碳酸钠, 用细玻璃棒仔细压碎块状物并搅拌均匀, 把黏附在玻璃棒上的试料全部刷回坩埚内, 再将坩埚置于 950°C~1000°C 下灼烧 10min, 取出坩埚冷却。

将烧结块移入 150mL~200mL 瓷蒸发皿中, 加入少量水润湿, 盖上表面皿, 从皿口慢慢加入 5mL 盐酸及 2~3 滴硝酸, 待反应停止后取下表面皿, 用平头玻璃棒压碎块状物使其充分分解, 用热盐酸 (1+1) 清洗坩埚数次, 洗液合并于蒸发皿中。将蒸发皿置于蒸汽水浴上, 皿上放一玻璃三角架, 再盖上表面皿。蒸发至糊状后, 加入 1g 氯化铵, 搅匀, 在蒸汽水浴上蒸发至干后继续蒸发 10min~15min, 期间仔细搅拌并压碎大颗粒。

取下蒸发皿, 加入 10mL~20mL 热盐酸 (3+97), 搅拌使可溶性盐类溶解。立即用中速定量滤纸过滤, 用胶头擦棒和滤纸片擦洗玻璃棒及蒸发皿, 用热的盐酸 (3+97) 洗涤沉淀 3 次, 然后用热水洗涤沉淀 10~12 次, 滤液及洗液收集于 250mL 容量瓶中。

在沉淀上加入 3 滴硫酸 (1+4), 然后将沉淀连同滤纸一并移入铂坩埚中, 盖上坩埚盖, 并留有缝隙, 在电炉上灰化完全后, 放入 (1175±25)°C 或 950°C~1000°C 的高温炉内灼烧 1h [有争议时, 以 (1175±25)°C 灼烧的结果为准], 取出坩埚, 置于干燥器中冷却至室温, 称量, 反复灼烧直至恒量 (m_2)。

向坩埚中慢慢加入数滴水润湿沉淀, 加入 3 滴硫酸 (1+4) 和 10mL 氢氟酸, 放入通风橱内的电炉上低温加热, 蒸发至干, 升高温度继续加热至三氧化硫白烟冒尽。将坩埚放入 950°C~1000°C 的高温炉内灼烧 30min 以上, 取出坩埚, 置于干燥器中冷却至室温, 称量, 反复灼烧直至恒量 (m_3)。

向经过氢氟酸处理后得到的残渣中加入 0.5g~1g 焦硫酸钾, 加热至暗红, 熔融至杂质被分解。熔块用热水喝 3mL~5mL 盐酸 (1+1) 转移到 150mL 烧杯中, 加热煮沸使熔块全部溶解, 冷却后, 将溶液合并入分离二氧化硅后得到的滤液和洗液中, 用水稀释至容量瓶刻度, 摇匀。此溶液 A 用于测定滤液中残留的可溶性二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝用。

可溶性二氧化硅的测定——硅钼蓝分光光度法: 从溶液 A 中吸取 25.00mL 溶液放入容量瓶中, 加水稀释至 40mL, 依次加入 5mL 盐酸 (1+10)、8mL 乙醇、6mL 钼酸铵溶液 (50g/L), 摇匀。放置 30min 后, 加入 20mL 盐酸 (1+1)、5mL 抗坏血酸溶液 (5g/L, 用时现配), 用水稀释至刻度, 摇匀。常温下放置 1h 后, 用分光光度计, 10mm 比色皿, 以水作参比,

于波长 660nm 处测定溶液的吸光度, 在工作曲线 (GB/T176-2017 6.1.72.2) 上求出二氧化硅的含量 (m_4)。

c 数据处理

胶凝性二氧化硅质量分数的计算按式 36 计算

$$\omega_{SiO_2,P} = \frac{(m_2 - m_3) - (m_{02} - m_{03})}{m_1} \times 100 \quad 36$$

式中:

$\omega_{SiO_2,P}$ — 胶凝性二氧化硅的质量分数 (%) ;

m_2 — 灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量 (g) ;

m_3 — 用氢氟酸处理并经灼烧后的残渣及坩埚的质量 (g) ;

m_{02} — 空白试验灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量 (g) ;

m_{03} — 空白试验用氢氟酸处理并经灼烧后的残渣及坩埚的质量 (g) ;

m_1 — 试料的重量 (g) 。

可溶性二氧化硅质量分数的计算按式 37 计算

$$\omega_{SiO_2,Sol} = \frac{m_4 \times 10}{m_1 \times 1000} \times 100 = \frac{m_4}{m_1} \quad 37$$

式中:

$\omega_{SiO_2,Sol}$ — 可溶性二氧化硅的质量分数 (%) ;

m_4 — 按照硅钼蓝分光光度法测定的扣除空白值后 100mL 溶液中二氧化硅的含量 (mg) ;

m_1 — 试料的重量 (g) 。

二氧化硅质量分数的计算按式 38 计算

$$\omega_{SiO_2} = \omega_{SiO_2,P} + \omega_{SiO_2,Sol} \quad 38$$

式中:

ω_{SiO_2} — 二氧化硅的质量分数 (%) ;

$\omega_{SiO_2,P}$ — 胶凝性二氧化硅的质量分数 (%) ;

$\omega_{SiO_2,Sol}$ — 可溶性二氧化硅的质量分数 (%) 。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (0.15%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。同时应同时进行空白试验 (不加入试样, 按照相同的测定步骤进行试验并使用相同量的试剂, 对得到的测定结果进行校正) 。

(2) 三氧化二铁的测定 (EDTA 直接滴定法, 代用法)

a 试验步骤

从上述溶液 A 中吸取 25.00mL 溶液, 放入 300mL 烧杯中, 加水稀释至约 100mL, 用氨水 (1+1) 和盐酸 (1+1) 调节溶液 pH 值 (用精密 pH 试纸)。将溶液加热至约 70℃, 加入 10 滴磺基水杨酸指示剂溶液, 用 EDTA 标准滴定溶液缓慢地滴定至亮黄色 (V_1 , 终点时溶液温度应不低于 60℃, 如终点前溶液温度降至近 60℃时, 应再加热至 65℃~70℃)。保留次溶液供测定三氧化二铝用。

b 数据处理

$$\omega_{Fe_2O_3} = \frac{T_{Fe_2O_3} \times (V_1 - V_{01}) \times 10}{m_1 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{Fe_2O_3} \times (V_1 - V_{01})}{m_1} \quad 39$$

式中:

$\omega_{Fe_2O_3}$ —三氧化二铁的质量分数 (%) ;

$T_{Fe_2O_3}$ —EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度 (mg/mL) ;

V_1 —滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积 (mL) ;

V_{01} —空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积 (mL) ;

m_1 —试料的重量 (g) ;

10—全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (三氧化二铁含量 $\leq 0.50\%$ 时, 重复性限为 0.10%; $0.50\% <$ 三氧化二铁含量 $\leq 5\%$ 时, 重复性限为 0.15%; 三氧化二铁含量 $> 5\%$ 时, 重复性限为 0.2%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。同时应同时进行空白试验 (不加入试样, 按照相同的测定步骤进行试验并使用相同量的试剂, 对得到的测定结果进行校正)。

(3) 三氧化二铝的测定 (硫酸铜返滴定法, 代用法)

a 试验步骤

将上述滴定铁后的溶液加入 EDTA 标准滴定溶液至过量的 10.00mL~15.00mL (V_2 , 对铝、钛含量而言), 加水稀释至约 150mL~200mL。将溶液加热至 70℃~80℃后, 在搅拌下滴加氨水 (1+1) 至溶液的 pH 值在 3.0~3.5 之间 (用精密 pH 试纸检验), 加入 15mL pH4.3 的缓冲溶液, 加热煮沸并保持微沸 1min~2min, 取下稍冷, 加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液, 用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色 (V_3)。如果 V_3 小于 10mL, 增加 EDTA 标准滴定溶液的加入量重新试验。

b 数据处理

$$\begin{aligned}\omega_{Al_2O_3} &= \frac{T_{Al_2O_3} \times (V_2 - K \times V_3) \times 10}{m_1 \times 1000} \times 100 - 0.64 \times \omega_{TiO_2} \\ &= \frac{T_{Al_2O_3} \times (V_2 - K \times V_3)}{m_1} - 0.64 \times \omega_{TiO_2}\end{aligned}\quad 40$$

式中:

$\omega_{Al_2O_3}$ —三氧化二铝的质量分数(%) ;

$T_{Al_2O_3}$ —EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度 (mg/mL) ;

V_2 —加入 EDTA 标准滴定溶液的体积 (mL) ;

V_3 —滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积 (mL) ;

K —EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比;

m_1 —试料的质量 (g) ;

ω_{TiO_2} —测得的二氧化钛的质量分数(%) ;

10—全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

0.64—二氧化钛对三氧化二铝的换算系数。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (0.15%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。同时应同时进行空白试验 (不加入试样, 按照相同的测定步骤进行试验并使用相同量的试剂, 对得到的测定结果进行校正)。

7 碱含量的测定 (火焰光度法, 基准法)

GB/T176-2017 中氧化钾、氧化钠的测定方法有火焰光度法 (基准法)、原子吸收分光光度法 (代用法), 以及 X 射线荧光分析方法。本讲义中主要介绍火焰光度法 (基准法)。

(1) 仪器设备

天平: 不应低于四级, 精确至 0.0001g; 火焰光度计; 其它: 滴定管, 锥形瓶。

(2) 试验步骤

称取约 0.2g 试样 (m_1), 精确至 0.0001g, 置于铂皿 (或聚四氟乙烯容器) 中, 加入少量水润湿, 加入 5mL~7mL 氢氟酸和 15~20 滴硫酸 (1+1), 放入通风橱内的电热板上低温加热, 近干时摇动铂皿, 以防溅失, 待氢氟酸驱尽后逐渐升高温度, 继续加热至三氧化硫白烟冒尽, 取下冷却。加入 40mL~50mL 热水, 用胶头擦棒压碎残渣使其分散, 加入 1 滴甲基红指示剂溶液, 用氨水 (1+1) 中和至黄色, 再加入 10mL 碳酸铵溶液搅拌, 然后放入通风橱内电热板上加热至沸并继续微沸 20min~30min。用快速滤纸过滤, 以热水充分洗涤, 用胶头擦棒擦洗铂皿, 滤液及洗液收集于 100mL 容量瓶中, 冷却至室温。用盐酸 (1+1) 中和至溶液呈微红色, 用水稀释至刻度, 摇匀。在火焰光度计上, 按仪器使用规程, 在与

(GB/T176-2017 6.1.76.2.1) 相同的仪器条件下进行测定。在工作曲线 (GB/T176-2017 6.1.76.2.1) 上分别求出氧化钾 (m) 和氧化钠的含量 (m)。

(3) 数据处理

$$\omega_{K_2O} = \frac{m_{K_2O}}{m_1 \times 1000} \times 100 = \frac{m_{K_2O} \times 0.1}{m_1}$$

$$\omega_{Na_2O} = \frac{m_{Na_2O}}{m_1 \times 1000} \times 100 = \frac{m_{Na_2O} \times 0.1}{m_1}$$

$$\omega_{\text{碱含量}} = \omega_{Na_2O} + 0.658\omega_{K_2O} \quad 41$$

式中:

$\omega_{\text{碱含量}}$ — 碱含量 (%) ;

ω_{Na_2O} — 氧化钠的质量分数 (%) ;

ω_{K_2O} — 氧化钾的质量分数 (%) ;

m_{Na_2O} — 扣除空白试验值后 100mL 测定溶液中氧化钠的含量 (mg) ;

m_{K_2O} — 扣除空白试验值后 100mL 测定溶液中氧化钾的含量 (mg) ;

m_1 — 试料的质量 (g) 。

测定两次, 两次结果的绝对差值在重复性限 (该方法中氧化钾的重复性限为 0.10%, 氧化钠的为 0.05%) 内, 用两次试验结果的平均值表示测定结果。同时应同时进行空白试验 (不加入试样, 按照相同的测定步骤进行试验并使用相同量的试剂, 对得到的测定结果进行校正)。

8 含水量试验

(1) 仪器设备

烘箱 可控制温度 105°C~110°C, 最小分度值不大于 2°C; 天平 量程不小于 50g, 最小分度值不大于 0.01g。

(2) 试验步骤

称取粉煤灰试样约 50g, 准确至 0.01g, 倒入已烘干至恒量的蒸发皿中称量 (m_1), 精确至 0.01g; 将粉煤灰试样放入 105°C~110°C 烘干箱内烘至恒重, 取出放在干燥器中冷却至室温后称量 (m_0), 准确至 0.01g。

(3) 数据处理

含水量按 42 式计算 (计算至 0.1%) :

$$\omega = \frac{(m_1 - m_0)}{m_1} \times 100 \quad 42$$

式中: ω —含水量 (%);

m_1 —烘干前试样的质量 (g);

m_0 —烘干后试样的质量 (g)。

9 半水亚硫酸钙试验

当采用干法或半干法脱硫工艺排出的粉煤灰需要检测此项目, 试验按 GB/T5484 进行。

10 密度试验

按 GB/T208 进行, 同水泥密度检测。

(1) 仪器设备

李氏瓶: 恒温水槽 足够大的容积, 使水温可以稳定控制在 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$; 天平 量程不小于 100g, 分度值不大于 0.01g; 温度计 量程包含 $0^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$, 分度值不大于 0.1°C 。

(2) 试验步骤

粉煤灰试样应预先通过 0.90mm 方孔筛, 在 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 温度下烘干 1h, 并在干燥器内冷却至室温 (室温应控制在 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$)。称取粉煤灰 60g (m), 精确至 0.01g (可按实际情况增减称量材料质量, 以便读取刻度值)。将无水煤油注入李氏瓶中至 “0mL” 到 “1mL” 之间刻度线后 (选用磁力搅拌此时应加入磁力棒), 盖上瓶塞放入恒温水槽内, 使刻度部分浸入水中 (水温应控制在 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$), 恒温至少 30min, 记下无水煤油的初始 (第一次) 读书 (V_1)。从恒温水槽中取出李氏瓶, 用滤纸将李氏瓶细长颈内没有有的部分仔细擦干。用小匙将样品一点点地装入李氏瓶中, 反复摇动 (亦可用超声波震动或磁力搅拌等)。直至没有气泡排出, 再将李氏瓶静置于恒温水槽, 使刻度部分浸入水中, 恒温至少 30min, 记下第二次读书 (V_2)。第一次读数和第二次读数时, 恒温水槽的温度差不大于 0.2°C 。

(3) 数据处理

粉煤灰密度按式 43 计算, 结果精确至 $0.01\text{g}/\text{cm}^3$, 试验结果取两次测定结果的算术平均值, 两次测定结果之差不大于 $0.02\text{g}/\text{cm}^3$ 。

$$\rho = m / (V_2 - V_1) \quad 43$$

式中: ρ —密度 (g/cm^3);

m —试样的质量 (g);

V_2 —李氏瓶第二次读数 (mL);

V_1 —李氏瓶第一次读数 (mL)。

11 安定性试验

试验样品 将对比样品和被检验粉煤灰按 7:3 质量比混合而成。

试验操作步骤和判定同水泥安定性试验。

12 强度活性指数试验

(1) 仪器设备

天平 最大称量不小于 1000g, 分度值不大于 1g; 行星式搅拌机; 振实台或振动台; 抗

压强度试验机 (精度 $\pm 1\%$, 加荷速率 $2400\text{N/S} \pm 200\text{N/S}$)

(2) 试验步骤

① 胶砂配比按表 9

表 9 强度活性指数试验胶砂配比

胶砂种类	对比水泥/g	试验样品		标准砂/g	水/mL
		对比水泥/g	粉煤灰/g		
对比胶砂	450	——	——	1350	225
试验胶砂	——	315	135	1350	225

注: 水泥——符合 GSB14-1510 规定, 或符合 GB175 规定的强度等级 42.5 的硅酸盐水泥或普通硅酸盐水泥 (试验结果又矛盾或需要仲裁检验时, 对比水泥宜采用 GSB14-1510 强度检验用水泥标准样品)。

试验样品——对比水泥和被检验粉煤灰按质量比 7:3 混合。

标准砂——符合 GSB08-1337。

水——洁净的淡水。

② 将对比胶砂, 试验胶砂分别按下列规定进行搅拌、试件成型和养护。

配料 水泥、砂、水和试验用具的温度与试验室相同, 称量用的天平精度应为 $\pm 1\text{g}$ 。当用自动滴管加 225mL 水时, 滴管精度应达到 $\pm 1\text{mL}$ 。

搅拌 每锅胶砂用搅拌机进行机械搅拌。先使搅拌机处于待工作状态, 然后按以下的程序进行操作: 把水加入锅里, 再加入水泥 (和粉煤灰), 把锅放在固定架上, 上升至固定位置。然后立即开动机器, 低速搅拌 30s 后, 在第二个 30s 开始的同时均匀地将砂子加入。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 $\pm 1\text{s}$ 以内。

成型 胶砂制备后立即进行成型。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成二层装入试模, 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, 接着振实 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, 并用同一直尺以近乎水平的情况下将试体表面抹平。在试模上作标记或加字条标明试件编号。

试件的养护 脱模前的处理和养护, 去掉留在模子四周的胶砂。立即将作好标记的试模放入雾室或湿箱的水平架子上养护, 湿空气应能与试模各边接触。养护时不应将试模放在其他试模上。一直养护到规定的脱模时间取出脱模。脱模前, 用防水墨汁或颜料对试体进行编号和做其他标记。二个龄期以上的试体, 在编号时应将同一试模中的三条试体分在二个以上龄期限内。

脱模 脱模应非常小心。对于 24h 以上龄期的, 应在成型后 $20\sim 24\text{h}$ 之间脱模。

注: 如经 24h 养护, 会因脱模对强度造成损害时, 可以延迟至 24h 以后脱模, 但在试验报告中应说明。

水中养护 将做好标记的试件立即水平或竖直放在 $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 水中养护, 水平放置时刮平面应朝上。试件放在不易腐烂的篦子上, 并彼此间保持一定间距, 以让水与试件的六个面接触。养护期间试件之间间隔或试体上表面的水深不得小于 5mm。最初用自来水装满养护池, 随后随时加水保持适当的恒定水位, 不允许在养护期间全部换水。到龄期的试体应在试验(破型)前 15min 从水中取出。揩去试体表面沉积物, 并用湿布覆盖至试验为止。

强度试验试体的龄期 试体龄期是从加水搅拌开始试验时算起。28d 龄期强度试验在 $28\text{d}\pm 8\text{h}$ 时间里进行。

抗压强度测定 在折断后的棱柱体上进行抗压强度试验, 受压面是半截棱柱体的两个侧面。半截棱柱体中心与压力机压板受压中心差应在 $\pm 0.5\text{mm}$ 内, 棱柱体露在压板外的部分约有 10mm。在整个加荷过程中以 $2400\text{N/S}\pm 200\text{N/S}$ 的速率均匀加荷直至破坏。

(3) 数据处理

① 对比胶砂、试验胶砂抗压强度均按下列方法计算(精确至 0.1MPa):

抗压强度 R_c 按 44 式计算

$$R_c = \frac{F_c}{A} \quad 44$$

式中: R_c —胶砂抗压强度(MPa);

F_c —破坏时的最大荷载(N);

A —受压部分面积(mm^2) ($40\text{mm}\times 40\text{mm}=1600\text{mm}^2$)。

以一组三个棱柱体上得到的六个抗压强度测定值的算术平均值为试验结果。如六个测定值中有一个超出六个平均值的 $\pm 10\%$, 就应剔除这个结果, 而以剩下五个的平均数为结果。如果五个测定值中再有超过它们平均数 $\pm 10\%$ 的, 则此组结果作废。

② 强度活性指数计算

强度活性指数按 45 式计算(计算至 1%):

$$H_{28} = \frac{R}{R_0} \times 100 \quad 45$$

式中: H_{28} —活性指数(%);

R —试验胶砂 28d 抗压强度(MPa);

R_0 —对比胶砂 28d 抗压强度(MPa)。

13 放射性试验

将粉煤灰与符合 GB175 要求的硅酸盐水泥按质量比 1:1 混合均匀, 并按 GB6566 检测。

五、检验规则:

1、编号及取样:

(1)以同种类、同等级编号和取样。不超过 500t 为一编号, 每一编号为一取样单位。

(2)取样方法按 GB 12573 进行。取样应有代表性, 可连续取, 也可从 10 个不同部位取等量样品, 总量至少 3kg。

2、判定规则:

出厂检验判定: 拌制混凝土和砂浆用粉煤灰出厂检验项目符合 GB/T1596-2017 标准中 6.1 表 1 和 6.4 中全部技术要求; 水泥活性混合材料用粉煤灰的出厂检验项目符合 GB/T1596-2017 标准中 6.1 表 2 和 6.4 中全部技术要求; 判为出厂检验合格。若其中任何一项不符合要求, 允许在同一编号中重新取样进行全部项目的复检, 以复检结果判定。

型式检验判定: 拌制混凝土和砂浆用粉煤灰型式检验项目符合 GB/T1596-2017 标准中 6.1 表 1、6.2 和 6.4 中全部技术要求; 水泥活性混合材料用粉煤灰的型式检验项目符合 GB/T1596-2017 标准中 6.1 表 2、6.2 和 6.4 中全部技术要求; 判为型式检验合格。若其中任何一项不符合要求, 允许在本批留样中取样进行复检, 以复检结果判定。

3、检验报告: 检验报告内容应包括出厂编号、出厂检验项目、分类、等级。当用户需要时, 生产者应在粉煤灰发出日起 7d 内寄发除强度活性指数以外的各项检验结果, 32d 内补报强度活性指数检验结果。

六、例题:

1、称烘干至恒重用于拌制混凝土的I级粉煤灰 9.86g,按标准方法进行细度检验, 筛网内筛余物为 1.29g, 筛网修正系数为 1.1, 计算该粉煤灰细度。

$$\text{解: 粉煤灰细度 } F = K \times \frac{G_1}{G} \times 100 = 1.1 \times \frac{1.29}{9.86} \times 100 = 14.4\%$$

根据计算结果细度不符合I级粉煤灰的要求, 应重新在同一编号的样品中重新取样进行包括细度在内的全部项目的复检, 以复检结果判定。

2、三氧化硫检验。称取用于拌制混凝土的I级粉煤灰 0.5013g, 按标准方法试验, 灼烧后扣除空白后沉淀的质量为 0.0248g, 计算三氧化硫含量。

$$\text{解: } X_{SO_3} = \frac{0.0248 \times 0.343}{0.5013} \times 100 = 1.70\%$$

即粉煤灰三氧化硫含量符合标准要求。

七、思考题

1、粉煤灰细度检验用筛, 一般情况下多少次试验后应校正?

八、参考文献

1、韩怀强, 蒋挺大. 《粉煤灰利用技术》. 化学工业出版社, 2001 年出版

2、周广信, 黄世新等. 《粉煤灰综合利用》. 1997, ④

矿渣粉

一、概念

矿渣粉是粒化高炉矿渣粉的简称, 是一种优质的混凝土掺合料, 由符合 GB/T203 标准的粒化高炉矿渣, 可掺加少量石膏, 经干燥、粉磨, 达到一定细度且符合相当活性指数的粉体。共分为 S105、S95、S75 三个级别。

主要用途是在水泥中掺和以及在商品混凝土中添加, 其利用方式各有所不同, 归结起来, 主要表现为三种利用形式: 外加剂形式、掺合料形式、主掺形式。主要作用是可以提高水泥、混凝土的早强和改善混凝土的某些特性 (如易和性、提高早强、减少水化热等)。

二、检测依据

1 标准名称及代号

《用于水泥、砂浆和混凝土中的粒化高炉矿渣粉》GB/T 18046-2017

《水泥化学分析方法》GB/T176-2017

《水泥胶砂强度检验方法 (ISO 法)》GB/T17671-1999

《水泥胶砂流动度检验方法》GB/T2419-2005

《水泥密度测定方法》GB/T 208-2014

《建筑材料放射性核素限量》GB 6566-2010

《水泥比表面积测定方法 勃氏法》GB/T 8074-2008

2 技术指标

矿渣粉应符合表 10 技术要求。

表 10 矿渣粉的技术要求

项目		级别		
		S105	S95	S75
密度/(g/cm ³)		≥2.8		
比表面积/(m ² /kg)		≥500	≥400	≥300
活性指数/%	7d	≥95	≥75	≥55
	28d	≥105	≥95	≥75
流动度比/%		≥95		
初凝时间比/%		≤200		
含水量 (质量分数) /%		≤1.0		
三氧化硫 (质量分数) /%		≤4.0		
氯离子 (质量分数) /%		≤0.06		
烧失量 (质量分数) /%		≤1.0		
不溶物 (质量分数) /%		≤3.0		
玻璃体含量 (质量分数) /%		≥85		
放射性		I _{Ra} ≤1.0 且 I _I ≤1.0		

三、试验方法

1 密度试验

按照 GB/T208 进行。

2 比表面积试验

按照 GB/T8074 进行，勃氏透气仪的校准采用 GSB08-3387 粒化高炉矿渣粉细度和比表面积标准样品或者相同等级的其他标准物质，有争议时以前者为准。

3 活性指数、流动度比及初凝时间比试验

(1) 样品

①对比水泥：符合 GB175 规定的强度等级为 42.5 的硅酸盐水泥或普通硅酸盐水泥，且 3d 抗压强度 25MPa~35MPa，7d 抗压强度 35MPa~45MPa，28d 抗压强度 50MPa~60MPa，比表面积 350m²/kg~400m²/kg,SO₃ 含量（质量分数）2.3%~2.8%，碱含量（Na₂O+0.658K₂O）（质量分数）0.5%~0.9%。

②试验样品：由对比水泥和矿渣粉按质量比 1:1 组成。

(2) 试验步骤

① 对比胶砂和试验胶砂配比按表 11

表 11 水泥胶砂配比

水泥胶砂种类	对比水泥/g	矿渣粉/g	中国 ISO 标准砂/g	水/mL
对比胶砂	450	——	1350	225
试验胶砂	225	225	1350	225

②水泥胶砂搅拌程序按照 GB/T 17671 进行。

③水泥胶砂流动度试验按照 GB/T2419 进行对比胶砂和试验胶砂的流动度试验。

④水泥胶砂强度试验按照 GB/T 17671 进行对比胶砂和试验胶砂的 7d、28d 水泥胶砂抗压强度试验。

⑤矿渣粉活性指数和流动度比计算

矿渣粉 7d 活性指数按 46 式计算，计算结果保留至整数：

$$A_7 = \frac{R_7 \times 100}{R_{07}}$$

46

式中： A₇—矿渣粉 7d 活性指数（%）；

R₇ —试验胶砂 7d 抗压强度（MPa）；

R₀₇—对比胶砂 7d 抗压强度（MPa）。

28d 活性指数按 47 式计算，计算结果保留至整数：

$$A_{28} = \frac{R_{28} \times 100}{R_{028}}$$

47

式中： A₂₈—矿渣粉 28d 活性指数（%）；

R₂₈ —试验胶砂 28d 抗压强度（MPa）；

R₀₂₈—对比胶砂 28d 抗压强度（MPa）。

矿渣粉的流动度比按式 48 计算，计算结果保留至整数。

$$F = \frac{L \times 100}{L_m} \tag{48}$$

式中： F—矿渣粉流动度比（%）；

L_m—对比样品胶砂流动度（mm）；

L—试验样品胶砂流动度（mm）。

⑥矿渣粉初凝时间比试验步骤及结果计算

水泥净浆配比按表 12

表 12 水泥净浆配比

水泥净浆种类	对比水泥/g	矿渣粉/g	水/mL
对比净浆	500	——	标准稠度用水量
试验净浆	250	250	标准稠度用水量

按照 GB/T1346 进行对比净浆和试验净浆初凝时间的测定。

矿渣粉初凝时间比按式 49 计算，计算结果保留至整数。

$$T = \frac{I \times 100}{I_m} \tag{49}$$

式中： T—矿渣粉初凝时间比（%）；

I_m—对比净浆流动度（min）；

I—试验净浆流动度（min）。

4 含水量试验

(1) 仪器设备

烘箱 可控制温度不低于 110℃，最小分度值不大于 2℃；

天平 量程不小于 50g，最小分度值不大于 0.01g。

(2) 试验步骤

将蒸发皿在烘箱中烘干至恒量，放入干燥器中冷却至室温称重（m₀）；将约 50g 的矿渣粉样品倒入蒸发皿中称重（m₁），准确至 0.01g；将矿渣粉样品与蒸发皿一起放入 105℃~110℃烘干箱内烘至恒重，取出放在干燥器中冷却至室温后称重（m₂），准确至 0.01g。

(3) 数据处理

含水量按 50 式计算（结果保留至 0.1%）：

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_1 - m_0} \tag{50}$$

式中： W—矿渣粉含水量（%）；

m_0 —蒸发皿的质量 (g)

m_1 —烘干前样品与蒸发皿的质量 (g) ;

m_2 —烘干后样品与蒸发皿的质量 (g) 。

5 三氧化硫试验

按 GB/T 176 《水泥化学分析方法》进行。

6 氯离子试验

按 GB/T 176 《水泥化学分析方法》进行。

7 不溶物试验

按 GB/T 176 《水泥化学分析方法》进行。

8 烧失量试验

按照 GB/T176-2017 《水泥化学分析方法》检测。

在灼烧过程中由于硫化物的氧化引起的误差, 通过标准中的校正公式 51 进行校正:

$$\omega_{O_2} = 0.8 \times (\omega_{\text{灼}SO_3} - \omega_{\text{未灼}SO_3}) \quad 51$$

式中:

ω_{O_2} ——矿渣粉灼烧过程中吸收空气中氧的质量分数 (%)

$\omega_{\text{灼}SO_3}$ ——矿渣粉灼烧后测得的三氧化硫质量分数 (%)

$\omega_{\text{未灼}SO_3}$ ——矿渣粉未经灼烧测得的三氧化硫质量分数 (%)

$$X_{\text{校正}} = X_{\text{测}} + \omega_{O_2} \quad 38$$

式中:

$X_{\text{校正}}$ ——矿渣粉校正后的烧失量 (%)

$X_{\text{测}}$ ——矿渣粉试验测得的烧失量 (%)

9 玻璃体含量试验

详见 GB/T 18046-2017 中附录 C。

10 放射性试验

按 GB6566 进行, 其中放射性试验样品为矿渣粉和硅酸盐水泥按质量比 1:1 混合制成。

四、检验规则:

1、组批及取样:

(1)矿渣粉出厂前按照同级别进行组批和取样, 每一个批号为一个取样单位。矿渣粉出厂批号按矿渣粉单线年生产能力规定为: $60 \times 10^4\text{t}$ 以上, 不超过 2000t 为一编号; $30 \times 10^4\text{t} \sim 60 \times 10^4\text{t}$, 不超过 1000t 为一编号; $10 \times 10^4\text{t} \sim 30 \times 10^4\text{t}$, 不超过 600t 为一编号; $10 \times 10^4\text{t}$ 以下, 不超过 200t 为一编号。

(2)取样方法按 GB 12573 进行。取样应有代表性，可连续取，也可以在 20 个以上部位取等量样品，总量至少 20kg。试样应混合均匀，按四分法缩取出比试验所需要量大一倍的试样。

2、判定规则：

出厂检验：出厂检验项目为密度、比表面积、活性指数、流动度比、含水量、三氧化硫、烧失量、不溶物。

型式检验：表 11 中全部检测项目。

判定规则：符合表 11 中密度、比表面积、活性指数、流动度比、初凝时间比、含水量、三氧化硫、烧失量、不溶物技术要求为合格品。不符合以上参数任一项技术要求的为不合格品。

3、检验报告

检验报告内容应包括批号、检验项目、石膏和助磨剂的品种和掺量及合同约定的其他技术要求，还应包括对比水泥物理性能检验结果。当用户需要时，生产厂应在矿渣粉发出之日起 11d 内寄发除 28d 活性指数以外的各项试验结果。28d 活性指数应在矿渣粉发出之日起 32d 内补报。

肩负行业责任，为检测人员素质保驾护航！



 025-8545 8161

<http://jkpx.jsgcjc.com>

江苏建科建筑技术培训中心