



中华人民共和国国家标准

GB/T 36141—2018

建筑石膏相组成分析方法

Methods for phase composition analysis of calcined gypsum

2018-05-14 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国轻质与装饰装修建筑材料标准化技术委员会(SAC/TC 195)归口。

本标准负责起草单位：武汉理工大学、新疆建筑材料研究院、上海市建筑科学研究院(集团)有限公司。

本标准参加起草单位：北新集团建材股份有限公司、梅特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司、常州市建筑科学研究院股份有限公司、泰山石膏股份有限公司、上海每天节能环保科技股份有限公司、赛多利斯科学仪器(北京)有限公司、美巢集团股份公司、广州荔湾托普仪器有限公司、青海博川矿业开发有限公司。

本标准主要起草人：杨新亚、孙凡、刘海、叶蓓红、钱颀丽、周梦文、季忱、杨江金、张青燕、任绪连、李涛、陈翔、李永鑫、吴水祥、袁绪川。

引 言

本文件的发布机构提请注意,声明符合本文件时,可能涉及到相关专利 ZL 2011 10033606.1《一种建筑石膏的快速相组成分析方法》的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构保证,他同意本文件的使用者可免费使用该专利的相关技术内容。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得:

专利持有人姓名:上海市建筑科学研究院(集团)有限公司

地址:上海市徐汇区宛平南路 75 号

<http://www.jk.sh.cn/>

注意除上述专利外,本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

建筑石膏相组成分析方法

1 范围

本标准规定了建筑石膏相组成分析方法的烘箱法和水分测定仪法。

本标准适用于由二水石膏(天然石膏或工业副产石膏)煅烧制备的建筑石膏粉中可溶性无水石膏(AⅢ)、半水石膏(HH)、二水石膏(DH)三相含量的分析。

2 规范性引用文件

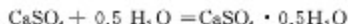
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

3.1 建筑石膏中的可溶性无水石膏(AⅢ)

可溶性无水石膏(AⅢ)具有吸湿性,其吸收空气中的水可以转化为半水石膏(HH),因此可溶性无水石膏(AⅢ)与附着水不会同时存在于样品中。可溶性无水石膏(AⅢ)在95%的乙醇水溶液中能水化成半水石膏,在同等条件下半水石膏(HH)不能水化成二水石膏(DH),因此可通过测定可溶性无水石膏(AⅢ)在95%乙醇水溶液中水化的增量来计算其含量。其水化反应式如下:

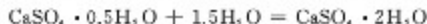


按化学反应式计算可溶性无水石膏(AⅢ)含量。

若样品中无可溶性无水石膏(AⅢ)存在时,样品烘干前质量大于烘干恒重后的质量,可算出附着水的质量分数。

3.2 建筑石膏中的半水石膏(HH)

半水石膏(HH)和可溶性无水石膏(AⅢ)在纯水中可全部水化为二水石膏(DH),测定建筑石膏在纯水中的水化增量,即测定半水石膏(HH)和可溶性无水石膏(AⅢ)形成二水石膏(DH)的总量,减去用3.1原理测得的可溶性无水石膏(AⅢ)的含量(当不含无水石膏(AⅢ)相时,应加上附着水被烘出的质量损失),即可计算出半水石膏(HH)的含量。其水化反应式如下:



3.3 建筑石膏中残留的二水石膏(DH)

将建筑石膏加热到200℃或以上,二水石膏(DH)脱水变成可溶性无水石膏(AⅢ),其脱水总量为二水石膏(DH)与半水石膏(HH)、附着水的脱水量的总和,减去半水石膏(HH)与附着水的脱水量,即可计算出残留的二水石膏(DH)的含量。其加热脱水反应式如下:





4 试剂和材料

分析过程中用水应符合 GB/T 6682 中三级或三级以上水的要求；乙醇溶液应为浓度为 95% 的分析纯试剂。

5 仪器设备

- 5.1 电子天平，分度值为 0.000 1 g。
- 5.2 电热干燥箱（烘箱），温度能达到 230 ℃，控温精度 ±3 ℃，带有温度自动控制器。
- 5.3 水分测定仪，分度值不小于 0.001 g；使用温度控制范围：50 ℃～200 ℃；控温精度：±1 ℃。
- 5.4 容器：带盖称量瓶，规格：φ50 mm×30 mm。
- 5.5 干燥器：盛有干燥的变色硅胶。

6 试验条件

实验室温度为 23 ℃±2 ℃；
相对湿度为 50%±5%。

7 取样及试样制备

试验用样品采用四分法快速取样，取样量约 150 g，装入已烘干的磨口瓶，紧密盖严，放入干燥器中，放置 24 h 后立即进行试验。

试验时每次称量时间控制在 2 min 以内，剩余样品盖好立即放回干燥器内。

8 烘箱法（A 法）

8.1 附水与可溶性无水石膏（AⅢ）含量的测定

8.1.1 试验步骤

- 8.1.1.1 称量已烘干至恒重的空称量瓶 m_1 。
- 8.1.1.2 称取约 5 g 试样放入称量瓶中，精确至 0.000 1 g，记录质量 m_2 。
- 8.1.1.3 顺着称量瓶边缘缓慢加入 95% 乙醇溶液约 5 mL，轻轻振荡使试样湿润均匀，静置 10 min。
- 8.1.1.4 将上述称量瓶敞开放入 (40±3)℃ 烘箱中（盖子同时放在烘箱中加热），加热不少于 6 h。
- 8.1.1.5 取出称量瓶立即盖上盖子，放入干燥器中于室温下冷却 15 min，称量。
- 8.1.1.6 再将称量瓶敞开放入烘箱内于同样的温度下加热 1 h，按 8.1.1.5 步骤冷却、称量；如此反复，当加热时间相隔 1 h 的两次称量之差小于 0.5 mg 即为恒重，记录质量 m_3 。

8.1.2 结果计算

- 8.1.2.1 当 $m_1 > m_2$ 时，附水含量以质量分数 w_{A1} 计，按式（1）进行计算，此时可溶性无水石膏（AⅢ）含量 $w_{A3} = 0$ 。

$$w_{\text{sl}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_{\text{sl}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_{sl} ——试样中附着水的质量分数;

m_{sl} ——空称量瓶质量,单位为克(g);

m_1 ——加入乙醇溶液前(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g);

m_2 ——加入乙醇溶液并烘干至恒重后(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g)。

8.1.2.2 当 $m_1 < m_2$ 时,可溶性无水石膏(AⅢ)含量以质量分数 w_{AI} 计,按式(2)进行计算,此时附着水含量 $w_{\text{sl}} = 0$ 。

$$w_{\text{AI}} = 15.11 \times \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m_{\text{sl}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_{AI} ——试样中可溶性无水石膏(AⅢ)的质量分数;

m_{sl} ——空称量瓶质量,单位为克(g);

m_1 ——加入乙醇溶液前(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g);

m_2 ——加入乙醇溶液并烘干至恒重后(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g)。

8.1.3 数据处理

附着水或可溶性无水石膏(AⅢ)含量测量结果以质量分数表示,单位为%;试验结果取三次平行试样的算术平均值,精确到小数点后两位。当三个数值中有一个数值超出平均值 $\pm 10\%$ 时,应剔除这个数值后取剩下两个数值的平均值作为附着水或可溶性无水石膏(AⅢ)含量测量结果;若剩下两个值中有超出其平均值 $\pm 10\%$ 时,则此组数据作废,应重新取样检测;当三个数值中有两个数值超出平均值 $\pm 10\%$ 时,则此组数据作废,应重新取样检测。

8.2 半水石膏(HH)含量的测定

8.2.1 试验步骤

8.2.1.1 称量已烘干至恒重的空称量瓶 m_{H} 。

8.2.1.2 称取约 2 g 试样放入称量瓶中,精确至 0.000 1 g,记录质量 m_1 。

8.2.1.3 顺着称量瓶边缘缓慢加入蒸馏水约 2 mL,轻轻振荡使试样湿润均匀,浸泡 2 h。

8.2.1.4 将上述称量瓶敞开放入 $(40 \pm 4)^\circ\text{C}$ 烘箱中(盖子同时放在烘箱中加热),加热不少于 6 h。

8.2.1.5 取出称量瓶立即盖上盖子,放入干燥器中于室温下冷却 15 min,称量。

8.2.1.6 恒重过程按照 8.1.1.6 方法确定,记录恒重质量 m_4 。

8.2.2 结果计算

8.2.2.1 试样水化后的质量变化量以质量分数 c_1 计,按式(3)进行计算。

$$c_1 = \frac{m_4 - m_1}{m_1 - m_{\text{H}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_1 ——试样水化后的质量变化分数;

m_{H} ——空称量瓶质量,单位为克(g);

m_1 ——加水前(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g);

m_4 ——加水并烘干至恒重后(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g)。

8.2.2.2 半水石膏(HH)含量以质量分数 w_{HH} 计,计算方法如下:

当 $m_1 > m_2$ 时:按式(4)进行计算:



$$w_{\text{BHL}} = 5.37 \times (c_j + w_{\text{sl}}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_{BHL} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数;

c_j ——试样水化后的质量变化分数;

w_{sl} ——试样中附着水的质量分数。

当 $m_j < m_i$ 时,按式(5)进行计算:

$$w_{\text{BHL}} = 5.37 \times (c_j - 0.265 \times w_{\text{sl}}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_{BHL} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数;

c_j ——试样水化后的质量变化分数;

w_{sl} ——试样中可溶性无水石膏(AⅢ)的质量分数。

8.2.3 数据处理

半水石膏(HH)含量测量结果的数据处理按照 8.1.3 进行。

8.3 二水石膏(DH)含量的测定

8.3.1 试验步骤

8.3.1.1 称量已烘干至恒重的空称量瓶 m_{11} 。

8.3.1.2 称取约 5 g 试样放入称量瓶中,精确至 0.000 1 g,记录质量 m_5 。

8.3.1.3 将上述称量瓶敞开放入 $(230 \pm 3)^\circ\text{C}$ 烘箱中(盖子同时放在烘箱中加热),加热 120 min。

8.3.1.4 取出称量瓶立即盖上盖子(但不应盖得太紧),放入干燥器中于室温下冷却 30 min,将盖子紧密盖好,称量。

8.3.1.5 再将称量瓶敞开放入烘箱内于同样的温度下加热 0.5 h,按 8.3.1.4 步骤冷却、称量;如此反复,当加热时间相隔 0.5 h 的两次称量之差不大于 0.5 mg 即为恒重,记录恒重质量 m_6 。

8.3.2 结果计算

8.3.2.1 试样在加热过程中质量的变化量以质量分数 d_j 计,按式(6)进行计算。

$$d_j = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_{11}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

d_j ——试样在加热过程中质量的变化分数;

m_{11} ——空称量瓶质量,单位为克(g);

m_5 ——加热前(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g);

m_6 ——烘干至恒重后(称量瓶+样品)的质量,单位为克(g)。

8.3.2.2 二水石膏(DH)含量以质量分数 w_{DH} 计,计算方法如下:

当 $m_j > m_i$ 时,按式(7)进行计算:

$$w_{\text{DH}} = 4.78 \times [(d_j - w_{\text{sl}}) - 0.062 \times w_{\text{BHL}}] \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

w_{DH} ——试样中二水石膏(DH)的质量分数;

d_j ——试样在加热过程中质量的变化分数;

w_{sl} ——试样中附着水的质量分数;

w_{BHL} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数。

当 $m_j < m_i$ 时,按式(8)进行计算:

$$w_{\text{DH}} = 4.78 \times (d_j - 0.062 \times w_{\text{BHL}}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

w_{DH} ——试样中二水石膏(DH)的质量分数;

d_1 ——试样在加热过程中质量的变化分数;

w_{HH} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数。

8.3.3 数据处理

二水石膏(DH)含量测量结果的数据处理按照 8.1.3 进行。

9 水分测定仪法(B法)

9.1 实验准备

9.1.1 测量条件设置

选择“手动程序”,结果显示:单位为克(g);试验恒重条件:试样在 140 s 内变化不超过 1 mg。

9.1.2 样品盘

样品盘使用水分测定仪配套的样品盘,使用前需在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干 1 h,取出放入干燥器中冷却至室温备用。

9.2 附着水与可溶性无水石膏(AⅢ)含量的测定

9.2.1 试验步骤

9.2.1.1 将水分测定仪的工作温度设置为 50°C ,清零后放入空样品盘,称量空样品盘质量 m_{t4} 。

9.2.1.2 在样品盘上称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,记录质量 m_2 。

9.2.1.3 取出样品盘,顺着样品盘边缘缓慢加入 95%乙醇溶液约 5 mL,轻轻振荡使试样湿润均匀,静置 10 min。

9.2.1.4 将样品盘放入水分测定仪中,启动仪器,加热烘干样品至恒重,记录质量 m_3 。

9.2.2 结果计算

9.2.2.1 当 $m_2 > m_3$ 时,附着水含量以质量分数 w_{AS} 计,按式(9)进行计算,此时可溶性无水石膏(AⅢ)含量 $w_{AS} = 0$ 。

$$w_{AS} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_{t4}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

w_{AS} ——试样中附着水的质量分数;

m_{t4} ——空样品盘质量,单位为克(g);

m_2 ——加入乙醇溶液前(样品盘+样品)的质量,单位为克(g);

m_3 ——加入乙醇溶液并烘干至恒重后(样品盘+样品)的质量,单位为克(g)。

9.2.2.2 当 $m_2 < m_3$ 时,可溶性无水石膏(AⅢ)含量以质量分数 w_{AS} 计,按式(10)进行计算,此时附着水含量 $w_{AS} = 0$ 。

$$w_{AS} = 15.11 \times \frac{m_3 - m_2}{m_2 - m_{t4}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

w_{AS} ——试样中可溶性无水石膏(AⅢ)的质量分数;

m_{t4} ——空样品盘质量,单位为克(g);

m_7 ——加入乙醇溶液前(样品盘+样品)的质量,单位为克(g);

m_8 ——加入乙醇溶液并烘干至恒重后(样品盘+样品)的质量,单位为克(g)。

9.2.3 数据处理

附着水或可溶性无水石膏(AⅢ)含量测量结果的数据处理按照 8.1.3 进行。

9.3 半水石膏(HH)含量的测定

9.3.1 试验步骤

9.3.1.1 将水分测定仪的工作温度设置为 50℃,清零后放入空样品盘,称量空样品盘质量 m_{18} 。

9.3.1.2 在样品盘上称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,记录质量 m_9 。

9.3.1.3 取出样品盘,顺着称量瓶边缘缓慢加入 5 mL 蒸馏水,轻轻振荡使试样湿润均匀,浸泡 2 h。

9.3.1.4 将样品盘放入仪器中,启动仪器,加热烘干样品至恒重,记录质量 m_{19} 。

9.3.2 结果计算

9.3.2.1 试样水化后的质量变化量以质量分数 c_2 计,按式(11)进行计算:

$$c_2 = \frac{m_{19} - m_9}{m_9 - m_{18}} \times 100\% \quad \text{.....(11)}$$

式中:

c_2 ——试样水化后的质量变化分数;

m_{18} ——空样品盘质量,单位为克(g);

m_9 ——加水前(样品盘+样品)的质量,单位为克(g);

m_{19} ——加水并烘干至恒重后(样品盘+样品)的质量,单位为克(g)。

9.3.2.2 半水石膏(HH)含量以质量分数 w_{HH} 计,计算方法如下:

当 $m_9 > m_{18}$ 时,按式(12)进行计算:

$$w_{\text{HH}} = 5.37 \times (c_2 + w_{\text{AS}}) \times 100\% \quad \text{.....(12)}$$

式中:

w_{HH} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数;

c_2 ——试样水化后的质量变化分数;

w_{AS} ——试样中附着水的质量分数。

当 $m_9 < m_{18}$ 时,按式(13)进行计算:

$$w_{\text{HH}} = 5.37 \times (c_2 - 0.265 \times w_{\text{AS}}) \times 100\% \quad \text{.....(13)}$$

式中:

w_{HH} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数;

c_2 ——试样水化后的质量变化分数;

w_{AS} ——试样中可溶性无水石膏(AⅢ)的质量分数。

9.3.3 数据处理

半水石膏(HH)含量测量结果的数据处理按照 8.1.3 进行。

9.4 二水石膏(DH)含量的测定

9.4.1 试验步骤

9.4.1.1 将水分测定仪的工作温度设置为 200℃,清零后放入空样品盘,称量空样品盘质量 m_{18} 。

9.4.1.2 在样品盘上称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,记录质量 m_{11} 。

9.4.1.3 启动仪器,加热烘干样品至恒重,记录质量 m_{12} 。

9.4.2 结果计算

9.4.2.1 试样在加热过程中质量的变化量以质量分数 d_2 计,按式(14)进行计算。

$$d_2 = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11} - m_{18}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

d_2 ——试样在加热过程中质量的变化分数;

m_{18} ——空样品盘质量,单位为克(g);

m_{11} ——加热前(样品盘+样品)的质量,单位为克(g);

m_{12} ——烘干至恒重后(样品盘+样品)的质量,单位为克(g)。

9.4.2.2 二水石膏(DH)含量以质量分数 w_{DH} 计,计算方法如下:

当 $m_2 > m_1$ 时,按式(15)进行计算:

$$w_{DH} = 4.78 \times [(d_2 - w_{AS}) - 0.062 \times w_{BS}] \times 100\% \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

w_{DH} ——试样中二水石膏(DH)的质量分数;

d_2 ——试样在加热过程中质量的变化分数;

w_{AS} ——试样中附着水的质量分数;

w_{BS} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数。

当 $m_2 < m_1$ 时,按式(16)进行计算:

$$w_{DH} = 4.78 \times (d_2 - 0.062 \times w_{BS}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中:

w_{DH} ——试样中二水石膏(DH)的质量分数;

d_2 ——试样在加热过程中质量的变化分数;

w_{BS} ——试样中半水石膏(HH)的质量分数。

9.4.3 数据处理

二水石膏(DH)含量测量结果的数据处理按照 8.1.3 进行。

10 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- 测试实验室名称和地址;
- 试验日期;
- 识别被测试样品所需的全部资料;
- 使用的标准,包括发布或出版年号;
- 使用的方法(A法、B法);
- 分析结果;
- 与分析步骤的差异;
- 在试验中观察到的异常现象。