

基于折光仪法液体速凝剂固含量检测技术

冯月娥^{1,2}, 魏永锋^{1,3}

(1. 甘肃路桥建设集团有限公司, 甘肃 兰州 730000; 2. 甘肃智通科技工程检测咨询有限公司, 甘肃 兰州 730050;
3. 兰州大学 土木工程与力学学院, 甘肃 兰州 730000)

摘要:针对速凝剂固含量测定耗时长、准确性不佳等问题, 该文提出采用折光仪浓度测试技术快速测定液体速凝剂的固含量。此外, 为研究该测定方法的准确性, 分别使用烘干称量法和折光仪法对标准固含量、不同固含量和不同型号(类型)的速凝剂样品进行固含量测试。结果表明: ① 对同一标准速凝剂使用折光仪法测试结果离散性更小、数据更稳定, 与标准固含量相关性更好; ② 对不同固含量的液体速凝剂, 折光仪法测试结果与标准固含量相关性较烘干称量法更好, 更能准确反映液体速凝剂的真实固含量; ③ 对不同固含量的液体速凝剂, 烘干称量法与折光仪法的测试结果具有良好的线性相关性; ④ 折光仪法对不同型号/类型速凝剂固含量测试有良好的适应性, 修正后结果与烘干称量法结果相对偏差均小于0.8%。

关键词: 折光仪法; 液体速凝剂; 固含量测试; 烘干称量法

中图分类号: U414 **文献标志码:** A

固含量是水泥混凝土速凝剂重要的匀质性指标, 对其进行快速、准确检测是水泥混凝土速凝剂质量判别的重要内容。GB/T 35159—2017《喷射混凝土用速凝剂》规定, 混凝土速凝剂的固含量利用直接烘干法测定^[1]。利用直接烘干法测定固含量存在以下缺陷: ① 需反复进行称量、烘干、冷却、计算清洗等步骤, 单个样品需耗时至少8 h, 不利于试样快速测试; ② 部分品牌的速凝剂随烘干时间的延长, 其重量呈持续减少, 不易确定恒重临界点; ③ 无论直接烘干称量法还是稀释烘干法, 仅仅要求对试样“充分摇匀”, 并未提出专门的预处理措施; ④ 该法对生产规模大、样品批次较多的厂家而言, 测试效率较低; ⑤ 烘干法所用设备仪器多, 占地面积大, 设备成本高。折射率是物质的一种重要光学参数。在一定的温度下, 折射率与液体中的固含量有关, 故可通过测定折射率来推算液体的固含量^[2]。折光仪在食品、饮料等行业中用于测定液体中的糖分^[3-5]。折射率是一种成熟的检测方法, 具有快速简单易操作、方便安全等特点^[6-7]。然而, 国内外鲜有报道用其测定混凝土液体速凝剂固含量的研究。

1 试验方法与设计

1.1 试验方法

(1) 试验仪器

选用TD-92折光仪, 盛样棱镜采用耐酸碱腐蚀的人造蓝宝石, 折光系数分辨率为0.01%, 测量准确度为固含量 $\pm 0.1\%$, 温度补偿为10~60℃(自动温度补偿), 样本量为0.3 mL, 仪器反应时间3 s。

(2) 烘干称量法测定速凝剂固含量

烘干称量法测定速凝剂固含量, 具体试验过程如下: 将洁净带盖培养皿放入烘箱内, 于100~105℃加热30 min, 取出置于干燥箱器内, 冷却30 min后称量, 重复上述步骤直至恒量, 其质量为 m_0 。充分摇匀被测试样, 倒入烧杯, 用小勺取被测试样8~10 g, 装入已经恒量的培养皿内, 盖上盖, 精确称出试样及培养皿的总质量为 m_1 。将盛有试样的培养皿放入烘箱内, 开启培养皿盖子, 升温至100~105℃烘干, 盖上盖, 置于干燥器内冷却30 min后称量, 重复上述步骤直至恒量, 其质量为 m_2 。然后, 按式(1)计算固含量 S :

$$S = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad (1)$$

(3) 折光仪检测速凝剂固含量

每组速凝剂样品准确量取200 mL, 采用超声波萃取仪分散1~10 min, 使样品体系均匀; 用柔软绒布将折光棱镜擦拭干净。将蒸馏水数滴, 滴在折光棱镜上, 轻轻合上进光板, 使溶液均匀分布于棱镜表面, 并将仪器进光板对准光源或明亮处, 通过接目镜观察视场, 如果视场明暗分界线不清楚, 则旋转接目镜使视场清晰,

再旋转校零螺钉,使明暗分界线置于零位。然后擦净蒸馏水,换上测试样品,此时视场所视其分界线,所处相应分划刻度值则为所测试溶液浓度值。

1.2 试验设计

(1) 标准样品固含量检测

对标准样品,分别采用烘干称量法和折光仪法进行固含量测试。烘干称量法进行 10 组平行试验,折光仪法进行 20 组平行试验;标准样品选用 YX-YSN 型液体速凝剂,其出厂标识固含量为 47%±0.2%。

(2) 不同固含量样品固含量检测

使用纯净水将标准样品进行稀释,配制固含量为 30%~47%的试验样品,然后分别采用烘干称量法和折光仪法进行固含量测试。其中,烘干称量法和折光仪法各进行 3 组平行试验,取算术平均值为其测试固含量。具体固含量样品配制如表 1 所示。

表 1 不同固含量样品配制

样品 编号	固含量/ %	样品 编号	固含量/ %	样品 编号	固含量/ %
01	30	07	36	13	42
02	31	08	37	14	43
03	32	09	38	15	44
04	33	10	39	16	45
05	34	11	40	17	46
06	35	12	41	18	47

(3) 不同型号/类型样品固含量检测

选取 13 种不同型号速凝剂(表 2),进行烘干称量法和折光仪法的对比检测。

表 2 试验涉及的不同型号速凝剂

样品 编号	制造商	样品名称	固含量/ %
01	Gansu Zhonghao	LH-10	>45
02	Shannxi Youbang	DZ-N	>45
03	Shanxi Huawei	HKSY-II	>45
04	Jiangsu Subote	SBT-N(II)	>45
05	Jiangsu Subote	SBT-N(I)	>45
06	Guizhou Tianwei	TW-SNG	>45
07	Shanxi Tieli	TL-S2	>45
08	Shanxi Sangmusi	RC-4	>45
09	Shannxi Kezhijie	PIONT-SN	>45
10	Shanxi Jindunyunan	JDY-16	>45
11	Gansu Yunxiang	YX-YSN	>45
12	Shanxi Jianhua	BR-SN	>45
13	Shanxi Jianhua	BR-S5	>45

2 结果与讨论

2.1 标准样品固含量检测

对同一标准样品分别依据烘干称量法和折光仪法对其固含量进行测试,其中,烘干称量法平行检测 10 次,折光仪法平行检测 20 次,分别对测试结果求取算术平均值和标准偏差、变异系数。具体结果见图 1。

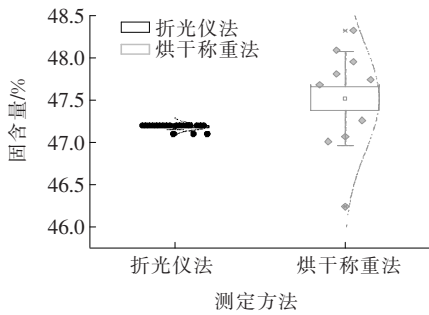


图 1 烘干称量法与折光仪法固含量测试结果

从图 1 可看出:使用烘干称重法测试标准速凝剂固含量平均值为 47.52%,较厂家标识固含量 47.0%±0.2%偏高,各平行结果较为离散,其标准偏差 $S=0.622$,变异系数 $C_v=0.013\ 09$;而使用折光仪法测试标准固含量平均值为 47.19%,更接近厂家标识固含量 47.0%±0.2%,该方法检测各平行结果离散性小、数据稳定,与标准固含量相关性好,其标准偏差 $S=0.037$,变异系数 $C_v=0.000\ 08$ 。

分析出现上述结果的原因可能是:① 烘干称重法固含量测试时,对样品烘干处理,难以达到绝对烘干状态,致使干燥物中可能存在部分水分,从而使固含量测试结果偏高;② 使用烘干称重法进行固含量测试时,设计数次烘干、冷却、称量过程,人为影响较大,所以测试结果较为离散;③ 使用折光仪法测试标准固含量时,预先对样品进行超声波分散,使溶液更为均匀,人为影响因素较少,该方法测试结果离散性更小、数据更稳定,与标准固含量相关性更好。

2.2 不同固含量样品固含量检测

对不同固含量的液体速凝剂分别采用烘干称量法和折光仪法进行固含量测试,其测试结果与标准固含量关系如图 2 所示。

从图 2 可看出:使用烘干称重法、折光仪法测试不同固含量速凝剂的固含量时,测试结果与标准固含量的线性关系分别为式(2)、(3):

$$y_0=1.026\ 88x_0-0.948\ 1,R_0^2=0.997\ 25\quad (2)$$

$$y_R=0.999\ 59x_0+0.033\ 67,R_R^2=0.999\ 32\quad (3)$$

式中: x_0 为标准固含量; y_0 为烘干称重法测试的固含量; y_R 为折光仪法测试的固含量。

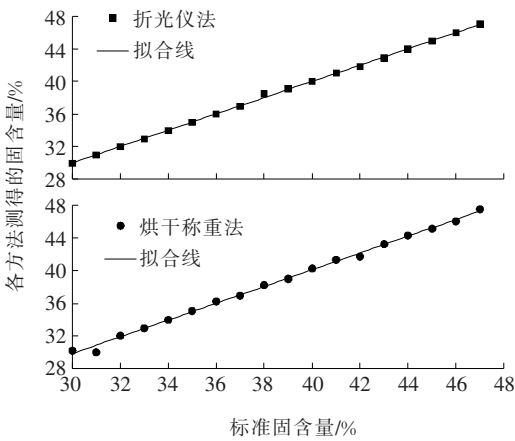


图2 不同方法测试结果和标准固含量的关系图

结果表明:折光仪法固含量测试结果与标准固含量相关性较烘干称重法更好,更能准确反映液体速凝剂的真实固含量。烘干称量法在公路工程领域认可度较高。为此建立烘干称量法和折光仪法测试结果的关系图,如图3所示。

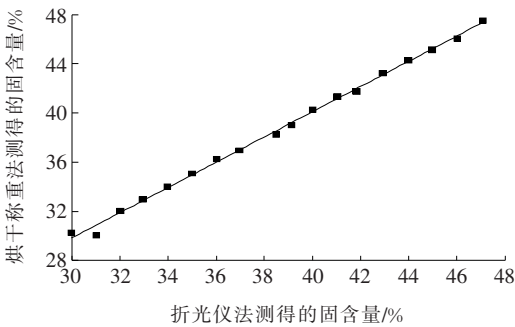


图3 烘干称量法测试结果和折光仪法测试结果的关系图

从图3可看出:烘干称量法测试固含量结果与折光仪法具有良好的线性相关性,其相关系数 $R^2=0.997\,27$,使用折光仪测试液体速凝剂固含量能准确表示速凝剂固含量,其线性方程如式(4):

$$y_R=1.026\,97x_0-0.970\,3,R^2=0.997\,27\tag{4}$$

2.3 不同型号/类型样品固含量检测

为了研究折光仪法测试与不同型号/类型速凝剂的适应性,选取13种不同型号速凝剂,进行烘干称量法和折光仪法的对比检测,测试结果如图4所示。

从图4可看出:折光仪法测试对不同型号/类型速凝剂固含量测试有良好的适应性,按照式(4)修正后结果与烘干称量法结果相对偏差均小于0.8%。

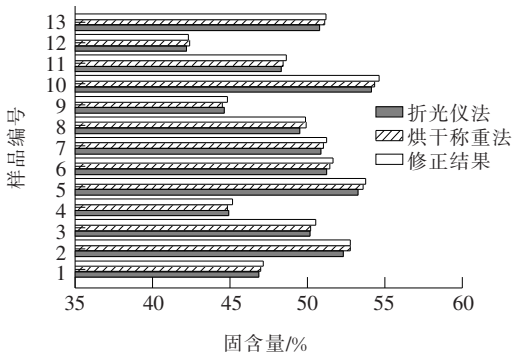


图4 不同速凝剂样品的固含量测试结果

3 结论

- (1) 对同一标准速凝剂使用折光仪法测试结果离散性更小、数据更稳定,与标准固含量相关性更好。
- (2) 不同固含量的液体速凝剂使用折光仪法固含量测试结果与标准固含量相关性较烘干称重法更好,更能准确反映液体速凝剂的真实固含量,其线性相关方程为: $y_R=0.999\,59x_0+0.033\,67,R_R^2=0.999\,32$ 。
- (3) 对不同固含量的液体速凝剂烘干称量法测试固含量结果与折光仪法测试结果具有良好的线性相关性,其线性相关方程为: $y_R=1.026\,97x_0-0.970\,3,R^2=0.997\,27$ 。
- (4) 折光仪法测试对不同型号/类型速凝剂固含量测试有良好的适应性,修正后结果与烘干称量法结果相对偏差均小于0.8%。

参考文献:

[1] 苏州混凝土水泥制品研究院有限公司. 混凝土外加剂匀质性试验方法:GB/T 8077—2012[S]. 北京:中国标准出版社,2013.

[2] 马双平,周芬,等. 折射率法快测聚羧酸系减水剂含固量[J]. 建材世界,2014,35(3):13—16.

[3] 毛文. 阿贝折射仪检定(校准)中遇到的问题及解决方法[J]. 中国计量,2010(1):11—13.

[4] 王春辉. 阿贝折射仪测量结果的不确定度评定[J]. 计量与测试技术,2008,35(1):3—4.

[5] 周丕炯. 阿贝折射仪的光学原理[J]. 标准与检测,2001(4):56—57.

[6] 王定兴,徐丽红. 阿贝折射仪的消色散原理[J]. 物理实验,1987,7(5):203—211.

[7] 王贤书,王勤,施建南. 折光率法测定薄荷醇溶液的组成[J]. 中国实用医药,2008,3(24):84—85.