

◆分析与检测◆

一种快速检测建筑石膏相组成的方法

龚颖, 陈雨, 韦井秀

(瓮福(集团)有限责任公司, 贵州 贵阳 550002)

[摘要] 对采用烘箱干燥法和石膏相组成分析仪法测定建筑石膏粉相组成的结果进行对比分析, 确定石膏相组成分析仪的测定条件。结果表明: 半水相水化时间为0.5 h, 测试温度、恒质量时间设置为可溶性无水石膏(AⅢ) 45℃、30 s, 半水石膏(HH) 50℃、90 s, 二水石膏(DH) 140℃、40 s时, 石膏相组成分析仪法与标准烘箱干燥法的检测结果具有良好的一致性。该方法大幅度缩短了检测时间, 降低了人工分析成本, 同时测定步骤简单易操作, 能够满足生产所需, 可进一步助力磷石膏资源综合利用。

[关键词] 磷石膏; 无水相; 半水相; 二水相; 烘箱干燥法; 石膏相组成分析仪

[中图分类号] TQ177.3; TQ075 [文献标志码] A [文章编号] 2097-4566 (2025) 03-0118-05

A rapid method for detecting the phase composition of building gypsum

GONG Ying, CHEN Yu, WEI Jingxiu

(Wengfu (Group) Co., Ltd. Guiyang 550002, China)

Abstract: The determination results of phase composition of building gypsum powder by oven method and gypsum phase composition analyzer method are compared and analyzed, and the determination conditions of gypsum phase composition analyzer are determined. The results show that when the hydration time of hemihydrate phase is 0.5 h, and the test temperature, constant weight time are set to soluble anhydrous gypsum (AⅢ) 45℃, 30 s, hemihydrate gypsum (HH) 50℃, 90 s and dihydrate gypsum (DH) 140℃, 40 s, there is a good agreement in results with gypsum phase composition analyzer method and the standard oven method. This method significantly reduces detection time and manual analysis costs, while the measurement steps are simple and easy to operate, which can meet production needs and further assist in the comprehensive utilization of phosphogypsum resources.

Key words: phosphogypsum; anhydrous gypsum; hemihydrate gypsum; dihydrate gypsum; oven method; gypsum phase composition analyzer

0 引言

建筑石膏粉是以天然石膏、脱硫石膏、磷石膏等为原材料, 经过煅烧得到的以 β -半水石膏为主要成分, 在建筑工程中广泛应用的建筑材料^[1-3]。建筑石膏粉中的无水相、半水相、二水相含量直接影响其凝结时间、力学性能和标准稠度用水量等指标^[4]。因此, 在石膏煅烧和应用过程中快速、准确分析建筑石膏粉中三相组成的含量, 对指导生产具有重要意义^[5-6]。

GB/T 36141—2018《建筑石膏相组成分析方法》^[7]提供了2种测定建筑石膏相组成的方法。烘箱干燥法测定时同一样品取3个试样, 分别进行可溶性无水石膏(AⅢ)、半水石膏(HH)、二水石膏(DH)含量的测定, 测定过程中需要对试样

进行反复烘干、冷却、称量, 操作步骤烦琐, 每项指标测定时间 ≥ 6 h^[8-9]。因此, 采用烘箱干燥法测定建筑石膏中的无水石膏、半水石膏、二水石膏含量不利于快速有效指导生产^[10]。

为充分利用现有资源, 提高工作效率, 笔者以磷建筑石膏粉为原料, 采用石膏相组成分析仪对磷建筑石膏粉中相组成进行分析测定, 并与标准烘箱干燥法结果进行对比, 确定快速测定的等效方法并进行可行性研究^[11]。该方法检测数据能及时准确指导生产及满足客户对检测结果的及时性、稳定性要求, 为磷石膏综合利用提供技术支持。

[收稿日期] 2023-08-18; [修回日期] 2024-11-15

[作者简介] 龚颖(1984-), 女, 贵州福泉人, 从事磷石膏综合利用分析研究。

1 实验部分

1.1 检测方法

1.1.1 烘箱干燥法

根据GB/T 36141—2018《建筑石膏相组成分析方法》烘箱A法对磷建筑石膏粉三相组成进行测定。

1.1.2 石膏相组成分析法

采用LXT-310型石膏相组成分析仪(深圳市莱希特科技有限公司),根据二水石膏、半水石膏与无水石膏在水、95%乙醇中的溶解度差异,分别单独使用上述2种溶剂对建筑石膏样品进行溶解、烘干及烧损率计算处理,实现对建筑石膏不同相成分含量的单独测算,从而分析建筑石膏的相组成。

1) 试样制备

(1) 无水石膏(AⅢ)试样制备:设置实验条件后,点击下一步进入无水相取样界面,根据仪器屏幕指引“置零”后放入烘干后试样盘,点击“记录盘重”。称取约5g试样,点击“记录样重”。加入95%乙醇约5mL均匀浸润后,放置于仪器旁标记为1号试样,将仪器上定时器设置为10min,点击“下一步”仪器开启浸润计时并跳转至半水相取样界面。

(2) 半水石膏(HH)试样制备:根据仪器屏幕指引“置零”后放入烘干后试样盘,点击“记录盘重”。称取约5g试样,点击“记录样重”。加入蒸馏水约5mL均匀浸润后,放置于仪器旁标记为2号试样,将仪器上定时器设置为120min,点击“下一步”,仪器开启浸润计时并跳转至“无水相检测”界面。

2) 试样测定

(1) 可溶性无水石膏(AⅢ)含量测定:进入“无水相检测”,根据仪器屏幕指引“置零”后放入1号试样,合上加热罩,点击“自动测试”,计时结束后仪器自动开启加热,烘干至恒质量后结束,仪器自动计算可溶性无水石膏(AⅢ)含量。点击“下一步”进入“半水相检测”界面。

(2) 半水石膏(HH)含量测定:进入“半水相检测”,根据仪器屏幕指引“置零”后放入2号试样,合上加热罩,点击“自动测试”,计时结束后仪器自动开启加热,烘干至恒质量后结束,仪器自动计算半水石膏含量。点击“下一步”进入“二水相检测”界面。

(3) 二水石膏(DH)含量测定:进入“二水相检测”,根据仪器屏幕指引放入另一烘干后试样

盘,“置零”后称取约5g试样,平铺均匀。合上加热罩,点击“自动测试”,计时结束后仪器自动开启加热,烘干至恒质量后结束,仪器自动计算二水石膏含量。点击“下一步”,进入测定数据汇总界面。

1.2 实验方法

以GB/T 36141—2018《建筑石膏相组成分析方法》中烘箱A法测定的磷建筑石膏三相指标为参考值,分析确定石膏相组成分析仪测定磷建筑石膏三相过程中水化时间、温度和恒质量时间的设定值。

2 结果与讨论

2.1 水化时间设定对磷建筑石膏半水相测定的影响

分别采用上述两种分析方法对建筑石膏样品开展相组成分析,实验结果见表1。

表1 不同水化时间半水相检测结果对比

Table 1 Results comparison of hemihydrate gypsum under different hydration time

样品编号	测定方法	不同水化时间(min)下 w (半水石膏)/%				
		20	25	30	60	120
1#	烘箱A法					79.29
	石膏相组成分析法	70.13	76.34	79.18	79.12	79.34
2#	烘箱A法					76.47
	石膏相组成分析法	60.12	74.99	76.51	76.21	76.20
3#	烘箱A法					80.12
	石膏相组成分析法	72.24	77.34	80.46	80.21	80.17
4#	烘箱A法					72.45
	石膏相组成分析法	65.12	70.90	72.39	73.05	72.18
5#	烘箱A法					81.51
	石膏相组成分析法	74.12	78.87	80.98	81.54	81.56

由表1可知,石膏相组成分析仪法水化20min时,1#至5#样品半水相测定结果较烘箱A法偏低超过10%;水化25min时,1#至5#样品半水相测定结果较烘箱A法偏低<5%,达到GB/T 36141—2018《建筑石膏相组成分析方法》测定结果为 $\pm 10\%$ 的要求;当水化时间 ≥ 30 min,相组成分析仪测定结果同烘箱A法测定结果误差<1%。因此在生产过程中,为快速获取真实有效半水相测定结果,石膏相组成分析仪半水相最佳水化时间为30min。

2.2 最佳检测参数设置

2.2.1 无水相测定温度、恒质量时间设置

同一样品不同设定温度下无水相的测定结果见表2。

由表2可知,通过对同一建筑石膏样品在不同温度调试时检测结果对比,在温度45℃时,石膏相

组成分析法与标准烘箱 A 法检测结果绝对误差最小, 为 0.04%, 故选择无水相最佳检测温度为 45 ℃。

表 2 无水相设定温度调试测定结果

Table 2 Measurement results of anhydrous gypsum under different set temperatures

测定温度/℃	w(无水相)/%	与烘箱 A 法绝对误差/%
30	1.92	2.25
35	2.44	1.73
40	3.43	0.74
45	4.21	0.04
50	5.21	1.04
55	6.40	2.23

注:烘箱 A 法 w(无水相)为 4.17%;表中数据均为 7 次测定平均值,下同。

无水相恒质量时间调试实验结果见表 3。由表 3 可知, 在无水相恒质量时间为 30 s 时, 石膏相组成分析法与烘箱 A 法检测值绝对误差最小, 为 0.08%, 因此石膏相组成分析法测定无水相最佳恒质量时间为 30 s。

表 3 无水相恒质量时间调试检测结果

Table 3 Test results of constant weight time debugging for anhydrous gypsum

测定方法	测定时间/s	w(无水相)/%	与烘箱 A 法绝对误差/%
烘箱 A 法		5.83	
石膏相组成分析法	10	4.40	1.43
	20	4.40	1.43
	30	5.91	0.08
	40	6.39	0.56
	50	7.18	1.35
	60	7.99	2.16

2.2.2 半水相测定温度、恒质量时间设置

半水相测定温度调试实验结果见表 4。由表 4 可知, 半水相在温度 50 ℃ 时, 石膏相组成分析法与烘箱 A 法检测结果绝对误差最小, 为 0.41%, 故选择石膏相组成分析法半水相最佳检测温度为 50 ℃。

检测温度为 50 ℃ 时, 半水相恒质量时间调试

表 4 半水相测定温度调试实验结果

Table 4 Test results of temperature debugging for hemihydrate gypsum

测定方法	测定温度/℃	w(半水相)/%	与烘箱 A 法绝对误差/%
烘箱 A 法		75.77	
石膏相组成分析法	30	69.66	6.11
	35	71.60	4.17
	40	72.34	3.43
	45	73.71	2.06
	50	75.36	0.41
	55	77.34	1.57

实验结果见表 5。从表 5 可知, 半水相在恒质量时间为 90 s 时, 石膏相组成分析法与标准烘箱法检测值绝对误差值最小, 为 0.18%, 因此石膏相组成分析法选择半水相最佳恒质量时间为 90 s。

表 5 半水相恒质量时间调试检测结果

Table 5 Test results of constant weight time debugging for hemihydrate gypsum

测定方法	测定时间/s	w(半水相)/%	与烘箱 A 法绝对误差/%
烘箱 A 法		76.21	
石膏相组成分析法	70	74.07	2.14
	80	75.31	0.90
	90	76.03	0.18
	100	77.49	1.28
	110	79.21	3.00
	120	80.89	4.68

2.2.3 二水相测定温度、恒质量时间设置

二水相测定温度调试实验结果见表 6。从表 6 可知, 通过对同一建筑石膏样品不同测定温度下检测结果比对, 二水相在温度 140 ℃ 时, 石膏相组成分析法与烘箱 A 法检测结果绝对误差最小, 为 0.04%, 故石膏相组成分析法选择二水相最佳检测温度为 140 ℃。

二水相恒质量时间调试结果见表 7。从表 7 可知, 二水相在恒质量时间为 40 s 时, 石膏相组成分析法与烘箱 A 法检测值绝对误差最小, 为

表 6 二水相温度调试实验结果

Table 6 Test results of temperature debugging for dihydrate gypsum

测定方法	测定温度/℃	w(二水相)/%							w(二水相)平均值/%	与烘箱 A 法绝对误差/%
		1	2	3	4	5	6	7		
烘箱 A 法									4.23	
石膏相组成分析法	100	2.95	3.08	2.76	2.65	3.71	2.49	3.10	2.96	1.27
	120	3.88	4.09	3.65	3.77	4.19	3.24	3.41	3.75	0.48
	140	4.17	4.09	4.20	4.71	4.32	4.18	3.99	4.24	0.01
	160	5.01	4.93	4.31	4.75	5.19	5.33	5.47	5.00	0.77
	180	5.72	6.05	5.16	5.64	4.87	6.45	6.13	5.72	1.49
	200	6.74	5.97	7.31	7.02	6.19	7.41	6.52	6.74	2.51

表7 二水相恒质量时间调试检测结果

Table 7 Test results of constant weight time debugging for dihydrate gypsum

测定方法	测定时间/s	$w(\text{二水相})/\%$							$w(\text{二水相})$ 平均值/%	与烘箱A法绝对误差/%
		1	2	3	4	5	6	7		
烘箱A法									4.98	
石膏相组成分析仪法	20	3.76	4.06	2.85	3.64	3.66	4.31	3.21	3.64	1.34
	30	5.09	5.31	4.29	3.97	4.16	4.65	4.00	4.50	0.48
	40	4.02	4.76	5.21	4.88	4.51	4.96	5.11	4.78	0.20
	50	4.98	5.71	5.37	5.06	4.69	5.21	5.96	5.28	0.30
	60	6.62	6.01	6.75	5.62	6.09	6.31	5.91	6.19	1.21
	70	6.59	7.12	7.39	5.76	7.49	6.97	7.83	7.02	2.04

0.2%，所以石膏相组成分析仪法选择二水相最佳恒质量时间为40 s。

综上所述，确定了石膏相组成分析仪三相检测的最佳温度和恒质量时间分别为可溶性无水石膏(AⅢ) 45℃、30 s，半水石膏(HH) 50℃、90 s，

二水石膏(DH) 140℃、40 s。

2.3 实验验证

选取陈化24 h后的不同建筑石膏样品，按GB/T 36141—2018与石膏相组成分析仪法在2.2节所得最佳条件下做验证实验，结果见表8。

表8 烘箱A法与石膏相组成分析仪法三相检测结果对比

Table 8 Comparison of three-phase results of oven method and gypsum phase composition analyzer method

日期	烘箱A法(水化2 h)				石膏相组成分析仪法(水化30 min)			
	$w(\text{无水相})/\%$	$w(\text{半水相})/\%$	$w(\text{二水相})/\%$	$w(\text{三相})/\%$	$w(\text{无水相})/\%$	$w(\text{半水相})/\%$	$w(\text{二水相})/\%$	$w(\text{三相})/\%$
5月18日	7.90	76.73	3.94	88.57	8.66	76.81	4.23	89.70
5月19日	6.22	77.50	4.02	87.74	5.98	77.82	4.32	88.12
5月23日	6.18	75.48	5.41	87.07	6.32	76.62	5.98	88.92
5月25日	6.82	76.14	4.85	87.81	7.42	76.85	5.04	89.31
5月26日	7.21	78.74	4.60	90.55	7.61	78.25	4.98	90.84
5月30日	5.62	79.18	4.66	89.46	5.96	79.11	4.93	90.00
5月31日	6.04	76.44	4.30	86.78	4.95	78.12	3.41	86.48
6月2日	5.69	78.73	4.48	88.90	6.02	78.46	4.92	89.40
6月6日	5.89	76.14	4.67	86.70	4.02	78.49	4.62	87.13
6月8日	5.72	76.39	5.33	87.44	6.88	76.96	5.65	89.49
6月9日	5.86	78.09	4.87	88.82	6.01	77.63	6.01	89.65
6月12日	5.83	78.26	5.53	89.62	5.14	77.09	5.71	87.94
6月14日	8.60	74.08	6.97	89.65	8.14	74.52	7.52	90.18
6月16日	7.48	72.96	6.99	87.43	6.63	73.97	6.56	87.16
6月20日	11.01	73.18	5.75	89.94	10.21	72.66	6.44	89.31
6月23日	4.17	75.77	4.84	84.78	3.32	75.44	5.75	84.51
6月27日	3.71	76.59	4.50	84.80	2.87	76.05	5.12	84.04
6月29日	2.90	77.21	4.31	84.42	3.02	76.33	5.27	84.62

由表8可知，当半水相水化时间为30 min，石膏相组成分析仪温度和恒质量时间设置为无水石膏(AⅢ) 45℃、30 s，半水石膏(HH) 50℃、90 s，二水石膏(DH) 140℃、40 s时，所得无水相、半水相、二水相测定结果与烘箱A法结果具有良好的一致性。

3 结语

通过石膏相组成分析仪检测建筑石膏三相值，

半水相最佳水化时间为30 min，最佳测定温度和恒质量时间分别为可溶性无水石膏(AⅢ) 45℃、30 s，半水石膏(HH) 50℃、90 s，二水石膏(DH) 140℃、40 s。最佳条件下所测石膏三相结果与国标烘箱A法所测结果具有良好的一致性，可以替代烘箱A法应用于建筑石膏粉中相组成的快速测定，该方法大幅缩短了检测时间和人工分析成本，同时测定步骤简单易操作，能够满足生产所

需,进一步助力磷石膏资源综合利用。

[参考文献]

- [1] 李宏毅.磷石膏在建筑材料领域的应用研究进展[J].化工矿物与加工,2024,53(10):46-52.
LI H Y. Research progress on the application of phosphogypsum in the field of building materials[J]. Industrial Minerals & Processing, 2024,53(10):46-52.
- [2] 令狐燕,刘治年,陈雨.磷石膏中SO₃含量不同检测方法的研究[J].化工设计通讯,2024,50(9):21-25.
LING H Y, LIU Z N, CHEN Y. Research on different detection methods for SO₃ content in phosphogypsum[J]. Chemical Engineering Design Communications, 2024,50(9):21-25.
- [3] 陈汉昭,李德高,黄迪,等.磷石膏综合利用的研究进展[J].云南化工,2024,51(9):11-15.
CHEN H Z, LI D G, HUANG D, et al. Research Progress on Comprehensive Utilization of Phosphogypsum[J]. Yunnan Chemical Technology, 2024,51(9):11-15.
- [4] 谈晓青,曹禹,叶蓓红,等.脱硫建筑石膏三相分析方法研究及应用[J].粉煤灰,2011,23(6):15-17,37.
TAN X Q, CAO Y, YE B H, et al. Three-Phase Analytical Method for FGD Gypsum and Its Application[J]. Coal Ash, 2011, 23(6):15-17,37.
- [5] 齐富有,张美菊,廖开明,等.磷石膏制备α型半水石膏晶型调控及生长机制研究[J].应用化工,2024,53(9):2011-2017,2023.
QI F Y, ZHANG M J, LIAO K M, et al. Research on crystal regulation and growth mechanism of α-hemihydrate gypsum prepared by phosphogypsum[J]. Applied Chemical Industry, 2024, 53(9): 2011-2017,2023.
- [6] 陈攀,李梦迪,胡磊,等.磷石膏资源化利用的现状、方法、趋势和挑战[J].广东化工,2024,51(14):68-70.
CHEN P, LI M D, HU L, et al. The Current Situation, Methods, Trends, and Challenges of Resource Utilization of Phosphogypsum [J]. Guangdong Chemical Industry, 2024,51(14):68-70.
- [7] 国家市场监督管理总局,中国国家标准化管理委员会.建筑石膏相组成分析方法:GB/T 36141—2018[S].北京:中国标准出版社,2018.
- [8] 周明清,周洲.磷石膏组成分析及无害化处理方法[J].化纤与纺织技术,2024,53(6):41-43.
ZHOU M Q, ZHOU Z. Composition analysis and harmless treatment method of phosphogypsum[J]. Chemical Fiber & Textile Technology, 2024,53(6):41-43.
- [9] 陈鑫.磷石膏中附着水、结晶水快速测定方法[J].磷肥与复肥, 2024,39(5):38-40.
CHEN X. Rapid Determination Method for Attached and Crystalline Water in Phosphogypsum[J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2024,39(5):38-40.
- [10] 杨希凡,李源,王珺婷,等.磷石膏制备α半水石膏的工艺及其应用研究进展[J].新型建筑材料,2024,51(7):32-38.
YANG X F, LI Y, WANG J T, et al. Progress in preparation of α semi-aqueous gypsum from phosphogypsum and its application [J]. New Building Materials, 2024, 51(7):32-38.
- [11] 曹涌钢,张子龙,李泽皓,等.工业副产石膏制备α型半水石膏的研究进展[J/OL].化工进展. <https://doi.org/10.16085/j.issn.1000-6613.2024-0456>.
CAO Y G, ZHANG Z L, LI Z H, et al. Research progress in preparation of α-hemihydrate gypsum from industrial by-product gypsum [J/OL]. Chemical Industry and Engineering Progress. <https://doi.org/10.16085/j.issn.1000-6613.2024-0456>.

(上接第117页)

器技术、自动化控制技术和通信技术等关键技术的协同应用,袋式除尘器的自动化应用已取得阶段性成果。展望未来,随着智能化、技术融合和绿色环保等不断推进,袋式除尘器的自动化将迎来更加广阔的发展空间,为工业领域的粉尘污染治理和可持续发展做出更大贡献。

[参考文献]

- [1] 李文郁.除尘器在化工行业中的应用分析[J].化工管理,2020(13):161-162.
LI W Y. Application analysis of dust collector in chemical industry [J]. Chemical Engineering Management, 2020(13): 161-162.
- [2] 方露露,沈耀鹏.袋式除尘器的优化与创新策略研究[J].设备管理与维修,2024(18):190-193.
FANG L L, SHEN Y P. Research on optimization and innovation strategy of bag dust collector[J]. Plant Maintenance Engineering, 2024(18):190-193.
- [3] 张航.电气自动控制技术在除尘器系统中的应用[J].科技风,2017(6):190.
- [4] 黄麟.袋式除尘设备的电气自动化控制研究[J].科技资讯,2023,21(24):63-65.
HUANG L. Research on electrical automatic control of bag dust removal equipment [J]. Science & Technology Information, 2023, 21(24): 63-65.
- [5] 王惠恩,张珉,王明明.袋式除尘设备的电气自动化控制研究[J].自动化应用,2019(8):42-43.
WANG H E, ZHANG M, WANG M M. Research on electrical automatic control of bag dust removal equipment [J]. Automation Application, 2019(8): 42-43.