

李氏比重瓶測比重程序

在李氏比重瓶中加入無水煤油恒溫 30min 後，加入試樣 45g 左右時，液面上升至李氏瓶上部細頸刻度部分，由於液面與瓶口有高度差，此時加試樣操作要格外小心，速度要慢，稍有不慎就會使煤油和試樣飛濺起來，濺起的煤油和試樣的混合物黏附在李氏瓶內壁液面以上的部分，在排除氣泡時無論怎樣搖動李氏瓶，也不能將黏附的試樣沖到液面以下，造成實測試樣體積不準及密度結果偏差大，放慢加樣速度，減少每次加樣量，飛濺黏附現象有所改善，但耗時較長。為此，我們試驗嘗試將操作方法稍加改進，結果測定誤差較小，降低了操作難度，縮短了試驗時間，提高了效率。

一、漏斗導流法：

1.1 試驗前的準備

- (1) 李氏瓶/天平和試樣等依 CNS 12451 要求；
- (2) 無水煤油應符合 CNS 1470 要求，要定期用生石灰等乾燥物質進行處理，排除水分；
- (3) 恒溫水槽:可用水泥強度試體養護水槽代替，外形尺寸 420mm*305mm*265mm，底部有約 10mm 深的網格；
- (4) 李氏瓶和水泥試樣烘乾、冷卻後備用；
- (5) 直徑 60mm 的樹脂漏斗 1 只，洗淨烘乾備用。

1.2 加樣過程

將已裝入無水煤油恒溫 30min 的李氏瓶放在漏斗架下，調整漏斗架高度使漏斗下口與李氏瓶內液面距離為 3-5mm 緩慢加入試樣，並逐漸提高漏斗高度以保持其下口與液面有 3-5mm 距離。如有試樣堵在漏斗下口，可用塑料棒輕輕振打漏斗，直至試樣全部加入李氏瓶內。

二、移液法：

2.1 試驗前的準備

同 1.1 另備 250ml 定量瓶和 50ml 量筒各 1 只，洗淨烘乾備用。

2.2 測定步驟：

- (1) 將無水煤油注入李氏瓶中至 0-1ml 刻度線後(以彎月面下部為準)，蓋上瓶塞放入恒溫水槽內，使刻度部分浸入水中，恒溫 30min，記下初始(第一次)讀數。同時在定量瓶中加入約 205ml 無水煤油一同放入恒溫水槽內恒溫 30min。
- (2) 從恒溫水槽中取出李氏瓶和定量瓶，戴手套，將定量瓶內無水煤油注入量筒至約 50ml 左右，然後將量筒內無水煤油倒入其它容器，筒口向下靜置 15sec。
- (3) 將李氏瓶內無水煤油注入量筒至約 50ml 左右，放好李氏瓶靜置約 5sec 後，用濾紙將李氏瓶細長頸內部分至瓶口迅速擦淨。
- (4) 將已稱好的 60g(精確至 0.01g)試樣迅速裝入李氏瓶內，輕輕振動李氏瓶底部，使試樣沉入無水煤油中，搖動李氏瓶初步排除氣泡。
- (5) 將量筒內無水煤油倒回李氏瓶，順勢將瓶口和瓶頸吸附的試樣微粉沖至瓶內及筒口向下對準李氏瓶口靜置 15sec。
- (6) 蓋上瓶塞搖動數次排除氣泡，再次將李氏瓶放入恒溫水槽內恒溫 30min 後，記下第二次讀數。

三、測定結果和驗證：

3.1 準確度和重複性驗證

以標準水泥，分別對 2 種試樣方法測定結果的準確度和重複性進行了驗證。