
制定《混凝土和砂浆用偏高岭土粉及其试验方法》国标

试验验证报告

(报批稿)

《混凝土和砂浆用偏高岭土粉及其试验方法》国家标准制定工作小组

二〇二四年六月

一、前言

依据《混凝土和砂浆用煅烧偏高岭土粉》国家标准草案，以及起草工作第一次工作会议纪要，开展了涉及“技术要求”的验证试验工作。相关试验验证主要扬州大学（以下简称：扬大）和河南建筑材料研究设计院有限公司（以下简称：扬大）两家单位承担。

验证试验在2023年6月~2024年5月其间进行，前期首先针对几项有争议检测方法，开展可行性的试验；在获取共认可行的检验方法后，才正式进行验证试验。试验验证用的样品，主要来自山西超牌煅烧高岭土有限公司、内蒙古超牌新材料股份有限公司、巩义市优星矿产品有限公司、石家庄亿傲新材料科技有限公司、巩义市华慧耐材有限公司等单位。

二、试验验证情况

1. 偏高岭土物理性能试验验证

(1) 偏高岭土白度

该指标的验证试验仅在河南院开展。直接按 GB/T 5950-2008《建筑材料与非金属矿产品白度测量方法》规定方法进行试验，即把偏高岭土粉用专用工具“压缩”成饼状，再用专用白度仪测量读取数据。照片 1 系试验时所拍，试验结果见表 1 所示。需强调：根据以往检测白水泥白度的经验，一般粉料含水率会对白度值检测值有所影响；本次试验并没有同步检测含水率。



没有依据《高岭土及其试验方法》GB/T14563-2020 标准,对偏高岭土粉进行白度试

验，系其需对样品先在坩埚内经 1280℃ 预处理。编制组认为：试验方法不适用于采用 650℃ 左右煅烧的偏高岭土。

照片 1 偏高岭土样品白度测定时的压缩饼样

表 1 偏高岭土样品白度测定结果

样品编号	试件检测次数和白度 (%) 读数
MK1	62.31; 62.41
MK2	66.67
MK3	78.67; 78.44; 78.24
MK4	86.36; 86.40; 86.41; 86.39
MK5	80.60; 80.52; 80.41; 80.45; 80.55
MK6	87.72; 87.61; 87.77; 87.84; 87.72
MK7	81.76; 81.93; 81.90; 82.02; 82.01
MK8	81.49; 81.51; 81.68; 81.80; 81.89

(2) 偏高岭土烧失量

按 GB/T14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.2.11 条”规定的方法----控制马弗炉温度为 950~1000℃。测试了 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的烧失量，测试结果详见表 2。

表 2 偏高岭土样品烧失量测定结果

样品编号	烧失量 (%)
MK1	1.15
MK2	1.10
MK3	1.35
MK4	1.25
MK5	1.35
MK6	1.65
MK7	1.49

又在 GB/T14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.2.11 条”规定的方法的基础上，考虑到“偏高岭土是适当温度下（600~900℃）经脱水形成的”，所以将马弗炉温度由 950℃~1000℃改为 400℃~450℃----本标准征求意见稿的规定，重新对偏高岭土样品的烧失量进行测试，测试结果详见表 3。对比表 2 和表 3 的数据，说明试验马弗炉温度的高低，对测试值有明显影响；但好像与样品内在成分有关联。

表 3 偏高岭土样品烧失量测定结果（400~450℃）

样品编号	烧失量 (%)
MK1	0.95
MK2	1.00
MK3	0.75
MK4	0.85
MK5	1.80
MK6	1.60
MK7	1.54



照片 2：烧失量试验

用表 3 数据和“标准征求意见稿”进行判定，7 种偏高岭土的烧失量，MK1、MK2、

MK3 和 MK4 样品满足“ $\leq 1.0\%$ ”，MK6 和 MK7 烧失量在 1.3%~1.6%，MK5 样品烧失量 $> 1.6\%$ 。

(3) 偏高岭土水分

按 GB/T14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.3.5 条”规定中，对“粉状样品”的方法，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的水分，测试结果详见表 4。由表 4 可知，测试七种样品偏的水分范围为 0.4%-0.9%，均小于 1.0%。

表 4 偏高岭土样品水分测定结果(GB/T14563-2020)

样品编号	水分 (%)
MK1	0.6
MK2	0.6
MK3	0.8
MK4	0.4
MK5	0.8
MK6	0.6
MK7	0.9

又按照 GB/T18736-2017《高强高性能混凝土用矿物外加剂》中附录 B 的规定进行试验；相比 GB/T14563-2020 的方法，样品量由原方法 10g 改为了 50g，测试结果详见表 5。由表 5 可知，7 种偏高岭土的水分范围为 0.5%-1.0%，仍均小于 1.0%。

结合 GB/T18736-2017《高强高性能混凝土用矿物外加剂》中规定的“偏高岭土含水率 $\leq 1.0\%$ ”。考虑偏高岭土产品质量可能存在的波动性，标准征求意见稿中对偏高岭土水分含量 $\leq 1.0\%$ ，是合理规定。

表 5 偏高岭土样品水分测定结果 (GB/T8736)

样品编号	水分 (%)
MK1	0.8
MK2	0.6
MK3	0.8
MK4	0.6
MK5	0.9
MK6	0.5
MK7	1.0

(4) 偏高岭土 45 μm 筛余

按 GB/T14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.3.6 条”规定的方法测试了 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 45 μm 筛余，测试结果详见表 6。由表 6 可知，测试的 7 种偏高岭土的 45 μm 筛余范围为 0.01%~10.00%，其中 45 μm 筛余 $\leq 1.0\%$ 的有 MK2、MK3、MK4 和 MK6 样品，45 μm 筛余在 2.0%~2.5%的

有 MK1 样品，45 μm 筛余在 2.5%~10% 的有 MK5 和 MK7 样品。标准征求意见稿中将偏高岭土 45 μm 筛余，按等级分为 I 类($\leq 1.0\%$)、II 类(1.0%~2.0%)和 III 类(2.0%~2.5%)。

表 6 偏高岭土样品 45 μm 筛余 (GB/14563-2020)测定结果

样品编号	45 μm 筛余 (%)
MK1	2.17
MK2	0.02
MK3	0.82
MK4	0.01
MK5	5.99
MK6	0.04
MK7	10.00

又按照 GB/T 1345-2005 《水泥细度检验方法 筛析法》中的手工筛析法对偏高岭土样品进行 45 μm 筛余测定，测定结果如表 7 所示。由表 7 可知，7 种偏高岭土的 45 μm 筛余范围为 0.6%~9.9%，其中 45 μm 筛余 $\leq 1.0\%$ 的有 MK1、MK2 和 MK6 样品，45 μm 筛余在 1.0%~2.0% 的有 MK3 和 MK4 样品，MK5 和 MK7 样品的 45 μm 筛余 9.0%~10%，也严重超大。

表 7 偏高岭土样品 45 μm 筛余测定结果 (GB/T1345)

样品编号	45 μm 筛余 (%)
MK1	0.7
MK2	0.6
MK3	2.0
MK4	1.2
MK5	9.8
MK6	1.0
MK7	9.9

(5) 偏高岭土标准稠度用水量比

标准征求意见稿所给出的试验方法，与 GB/T 1346-2011 《水泥标准稠度用水量、凝结时间、安定性检验方法》中“7 条”规定方法，基本类似。测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的标准稠度用水量比，测试结果详见表 8。由表 8 可知，偏高岭土的标准稠度用水量比范围为 99.32%~118.77%；其中：标准稠度用水量比在 110%~120% 的有 MK3 样品，标准稠度用水量比在 105%~110% 的有 MK1、MK2、MK5 和 MK6 样品；标准稠度用水量比 $\leq 105\%$ 的有 MK4 和 MK7 样品。因此，为了便于客户选用，拟定标准中将标准稠度用水量比等级分为 I 类 (110%~120%)、II 类 (105%~110%) 和 III 类 ($\leq 105\%$)。

表 8 偏高岭土标准稠度用水量比测定结果

样品编号	偏高岭土标准稠度用水量比 (%)
MK1	106.14
MK2	105.80
MK3	118.77
MK4	99.32
MK5	106.48
MK6	109.90
MK7	103.07

2. 化学性能试验验证

(1) Al₂O₃ 含量

按 GB/T 14563-2020 中“5.2.6 条”规定的方法，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 Al₂O₃ 含量，测试结果详见表 9。由表 9 可知，7 种偏高岭土的 Al₂O₃ 含量范围为 35.63%~42.73%，其中 Al₂O₃ 含量≥40%的有 MK2、MK4 和 MK6 样品，Al₂O₃ 含量在 38%~40%的有 MK7 样品，Al₂O₃ 含量在 35%~38%的有 MK1、MK3 和 MK5 样品。故建议标准将 Al₂O₃ 含量等级分为≥40%、38%~40%和 35%~38%三种类型。

表 9 偏高岭土 Al₂O₃ 含量测定结果

样品编号	偏高岭土 Al ₂ O ₃ 含量 (%)
MK1	36.33
MK2	40.26
MK3	37.59
MK4	41.03
MK5	35.63
MK6	42.73
MK7	39.98

(2) SiO₂ 含量

标准征求意见稿未对偏高岭土的 SiO₂ 含量，给出具体技术指标值要求。但是，它提出了“Al₂O₃+SiO₂≥80%”的要求。故仍需对 SiO₂ 含量进行检测。

按 GB/T 14563-2020《高岭土及其试验方法》“5.2.3.1 条”规定方法，测试了种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 SiO₂ 含量，测试结果见表 10。由表 10 可知 7 种样品偏高岭土的 SiO₂ 含量波动范围较大，其中 SiO₂ 含量≥45%的有 MK1、MK2、MK3、MK4 和 MK6 样品，SiO₂ 含量<45%的有 MK5 和 MK7 样品。

表 10 偏高岭土 SiO₂ 含量测定结果

样品编号	偏高岭土 SiO ₂ 含量 (%)
MK1	59.87
MK2	52.73
MK3	57.46
MK4	55.92

MK5	27.04
MK6	54.65
MK7	23.80

汇总表 9 和表 10 的数据后。满足“ $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2\geq 80\%$ ”要求的偏高岭土样品仅有 MK1、MK2、MK3、MK4 和 MK6，而 MK5 和 MK7 达不到要求，仅分别为 62.65 和 63.78。

(3) Cl⁻含量

“Cl⁻含量”在 GB/T14563-2020 标准中没有检测方法。

按 GB/T176-2017《水泥化学分析方法》中“6.3.1 条”规定方法，测试了 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 Cl⁻含量，测试结果详见表 11。由表 11 可知 7 种偏高岭土的 Cl⁻含量范围为 0.00%~3.35%，其中 Cl⁻含量 $\leq 0.1\%$ 的有 MK1、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品，Cl⁻含量 $> 0.1\%$ 的有 MK2 和 MK3 样品。结合 GB/T 18736-2017《高强高性能混凝土用矿物外加剂》中对偏高岭土 Cl⁻含量的规定，拟定标准中偏高岭土中 Cl⁻含量 $\leq 0.1\%$ 。

表 11 偏高岭土 Cl⁻含量测定结果

样品编号	Cl ⁻ 含量 (%)
MK1	0.00
MK2	3.35
MK3	2.88
MK4	0.05
MK5	0.00
MK6	0.03
MK7	0.08

(4) Fe₂O₃含量

按 GB/T 14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.2.4.1 条”规定方法，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 Fe₂O₃含量，测试结果详见表 12。由表 12 可知 7 种偏高岭土的 Fe₂O₃含量范围为 0.26%~0.87%，其中 Fe₂O₃含量 $\leq 0.8\%$ 的有 MK1、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7，共六个样品，MK2 $\leq 1.1\%$ 。

对比所同步进行“白度”测试结果，发现偏高岭土的 Fe₂O₃含量之间相关性不明显。

表 12 偏高岭土 Fe₂O₃含量测定结果

样品编号	偏高岭土 Fe ₂ O ₃ 含量 (%)
MK1	0.66
MK2	0.87
MK3	0.78

MK4	0.51
MK5	0.26
MK6	0.45
MK7	0.26

(5) (CaO+MgO) 含量

按 GB/T 14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.2.7.条”规定方法，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的(CaO+MgO)含量，测试结果见表 13。由表 13 可知 7 种偏高岭土的(CaO+MgO)含量范围在 0.08%~0.67% 范围内。

表 13 偏高岭土(CaO+MgO)含量测定结果

样品编号	偏高岭土(CaO+MgO)含量 (%)
MK1	0.09
MK2	0.67
MK3	0.35
MK4	0.10
MK5	0.08
MK6	0.19
MK7	0.12

(6) SO₃ 含量

按 GB/T 14563-2020《高岭土及其试验方法》中“5.2.9.1 条”规定方法，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 SO₃ 含量，测试结果详见表 14。由表 14 可知，测试的 7 种偏高岭土的 SO₃ 含量范围为 0.16%~33.74%，其中 SO₃ 含量≤0.6%的有 MK1、MK2、MK3、MK4 和 MK6 样品；MK5 和 MK7 样品数据则严重失真（结果仍列入以用于数据的综合分析）。

结合对 MK5 和 MK7 样品“Al₂O₃+SiO₂”含量仅为 62~65%的测试结果，该两种试样有两种可能：一是它采用了含硫化物非常高的原材料烧制获取；二是可能性大的，在偏高岭土粉磨和混合生产过程中，掺入了石膏粉----后面胶砂试件的 28d 值明显偏低，也进一步印证此项可能性。

表 14 偏高岭土 SO₃ 含量测定结果

样品编号	偏高岭土 SO ₃ 含量 (%)
MK1	0.52
MK2	0.29
MK3	0.28
MK4	0.41
MK5	29.28
MK6	0.16
MK7	33.74

(7) Ca(OH)₂ 溶液 pH 降低率

这是一项全新的检测方法。按标准征求意见稿附录 C 给出方法，分别在扬大和河南院，分别测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液 pH 降低率，扬大测试结果见表 15，河南院测试结果见表 16。照片 3、4 是河南院做测试时的照片。



照片 3、4 计量和水浴箱

扬大测试 7 种偏高岭土的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液 pH 降低率范围为 19.52%~33.74%；河南院为 13.23%~29.88%。两者测试数据的趋势基本一致，河南院的样品由扬大提供。

表 15 偏高岭土 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液 pH 降低率的扬大测定结果

样品编号	偏高岭土 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液 pH 降低率 (%)
MK1	29.70
MK2	30.56
MK3	26.75
MK4	19.83
MK5	26.13
MK6	19.52
MK7	26.98

	Q	P	Q	R	S	T	U
		空白P0	P1	P2	P3	平均值	pH值降低率
		12.55					
偏高岭土MK1			8.79	8.80	8.81	8.80	29.88%
偏高岭土MK2			8.92	8.90	8.88	8.90	29.08%
偏高岭土MK3			9.55	9.61	9.51	9.56	23.82%
偏高岭土MK4			10.91	10.89	10.87	10.89	13.23%
偏高岭土MK5			9.89	9.81	9.84	9.85	21.51%
偏高岭土MK6			10.43	10.45	10.51	10.46	16.65%
偏高岭土MK7			9.76	9.74	9.83	9.78	21.67%

表 16 偏高岭土 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液 pH 降低率的河南院测定结果

(8) 用分析水泥成分方法的测定结果

河南院采用分析水泥成分的检测方法 (GB/T176), 偏高岭土样品的 Al_2O_3 含量、 SiO_2 含量、 Fe_2O_3 含量、游离 MgO 含量和游离 CaO 量, 进行试验, 结果见表 17 所示。对比

前面采用 GB/T14563-2020 标准所给出试验方法测定的数据，可以得出以下结论：两个标准的试验方法，所得到结果是有在差别；但“趋势”则基本相同，例如：MK5 和 MK7 样品的 ($Al_2O_3+SiO_2$) 含量，用 GB/T176 标准的方法测也是偏低(66%~72%)。

表 17 用 GB/T176 标准方法测定偏高岭土的部分化学成分结果

	硅	钙	镁	铁	铝
偏高岭土MK1	59.74%	0.09%	0.37%	1.72%	35.30%
偏高岭土MK2	51.7%	0.78%	检不出	1.97%	40.39%
偏高岭土MK3	48.73%	0.17%	0.39%	2.22%	33.09%
偏高岭土MK4	50.95%	0.26%	0.34%	0.86%	41.66%
偏高岭土MK5	37.76%	1.02%	未检出	0.62%	33.72%
偏高岭土MK6	57.51%	0.69%	0.06%	0.98%	41.35%
偏高岭土MK7	34.09%	0.38%	0.09%	0.37%	32.07%

3. 偏高岭土胶砂试件性能试验验证

(1) 偏高岭土活性指数 (3d 和 28d)

按本标准征求意见稿附录 C 给出的检测方法，分测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的活性指数 (3d 和 28d)，测试结果见表 18 和表 19。表 18 是 7 种偏高岭土 3d 活性指数，范围为 96.28%~115.03%，其中活性指数(3d)均 $\geq 95\%$ ；其中五个试样 $\geq 100\%$ 。表 19 是 7 种偏高岭土的活性指数 (28d)，范围为 90.16%~121.72%，其中活性指数 (28d) $\geq 110\%$ 的只有 MK1 样品，活性指数 (28d) 在 $\geq 95\%$ ~ $<110\%$ 的有 MK2 和 MK3 样品，活性指数 (28d) 在 95%~105%的有 MK6 样品，活性指数 (28d) 在 90%~95%的有 MK4、MK5 和 MK7 样品

编制起草小组还收集到公开发表文章上的相关数据，见表 20 和表 21。由于本标准征求意见稿附录 C，与 GB/T18736 标准规定的检测方法，在操作细节上存在一些差别，故数据仅放在此供参考。但也说明：不同偏高岭土粉的活性指数值，相差非常明显，间接证明制定本标准的必要性。

表 18 偏高岭土活性指数 (3d) 测定结果 (本标准附录 C)

样品编号	偏高岭土活性指数 (3d) (%)
MK1	104.68
MK2	112.86
MK3	115.03
MK4	101.50
MK5	99.00

MK6	96.28
MK7	100.61

表 19 偏高岭土活性指数（28d）测定结果（本标准附录 C）

样品编号	偏高岭土活性指数（28d）（%）
MK1	121.72
MK2	106.82
MK3	106.91
MK4	90.36
MK5	93.64
MK6	95.16
MK7	90.16

表 20 偏高岭土活性指数（3d）（文献结果）

编号	活性指数（3d）（%）	参考文献
N5	102.3	魏华北. 偏高岭土和钢纤维对混凝土力学及水理性能的影响[D].塔里木大学,2023.
MK10	109.3	
MK15	105.8	
M5	118.11	董豫东.偏高岭土的掺加及养护方式对水泥砂浆性能的影响[D].河北工业大学,2022.
M10	149.44	
M15	129.30	
M20	116.12	

注：N5 的数据，偏高岭土对水泥用量的取代率为5%，不是 GB18736 的规定。

表 21 偏高岭土活性指数（28d）（文献结果）

编号	活性指数（28d）（%）	参考文献
N5	104.6	魏华北. 偏高岭土和钢纤维对混凝土力学及水理性能的影响[D].塔里木大学,2023.
MK10	106.8	
MK15	102.3	
C1-m	101.94	陈建国,吴光军,张春玲,等.偏高岭土掺量对水泥净浆、砂浆性能的影响试验[J].混凝土,2023,(07):136-139+144.
C2-m	99.19	
C3-m	102.10	
C4-m	103.87	
C5-m	93.71	
C6-m	90.65	
C7-m	104.52	
C8-m	97.58	
C9-m	92.90	

注：N5 表示偏高岭土对水泥用量的取代率为5%。

(3) 偏高岭土初凝时间差

按 GB/T 1346-2011《水泥标准稠度用水量、凝结时间、安定性检验方法》规定方法，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的初凝时间差，测试结果见表 22。由表 20 可知 7 种偏高岭土的初凝时间差范围为 1.85%~16.67%，均能满足“小于 25%”的规定。考虑到偏高岭土产品质量可能存在的波动性，标准征求意见稿中偏高岭土初凝时间差规定为“ $\leq 25\%$ ”。

表 22 偏高岭土初凝时间差测定结果

样品编号	偏高岭土初凝时间差 (%)
MK1	1.85
MK2	11.11
MK3	1.85
MK4	1.85
MK5	9.26
MK6	16.67
MK7	7.41

(4) 偏高岭土膨胀率

按 GB/T 23439-2017《混凝土膨胀剂》标准，测试 7 种偏高岭土(MK1、MK2、MK3、MK4、MK5、MK6 和 MK7 样品)的膨胀率，测试结果见表 23。7 种掺偏高岭土试件的膨胀率为-0.044%~-0.019%。

表 23 偏高岭土膨胀率测定结果

样品编号	偏高岭土膨胀率 (%)
MK1	-0.019
MK2	-0.025
MK3	-0.031
MK4	-0.044
MK5	-0.031
MK6	-0.038
MK7	-0.044

四、结束语

由于目前国内缺乏混凝土和砂浆用煅烧偏高岭土粉的相关行业标准或国家标准，现行 GB/T18736 标准对偏高岭土所提出“技术要求”存在明显缺项。所以生产企业提供、或市场采购，宣传可用于混凝土的“偏高岭土”，品质和性能，有点鱼龙混杂。这也导致标准验证试验工作开较艰难。

如果根据本标准征求意见稿给出的“技术要求”项目，对 7 个偏高岭土样品的测试数据，按“型式检验”方式（忽略包装的“净含量”要求）进行判定，结果如下：

-
- 1) MK 5 和 MK 7 试样，可判定为不符合标准要求。主要是“SO₃含量”超标，“Al₂O₃+SiO₂≥80%”项不符合要求。肯定是制备过程掺加其它成分的原料，例如掺入石膏粉所致。
 - 2) 暂未发现所用技术指标均符合标准征求意见稿要求的 CMP— I 型偏高岭土粉。性能离最近的是 MK 1 样品----“白度”不符合要求。
相关验证试验仍在继续进行中，有关数据将在“标准审查稿”中补充进去。