

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

# 团 体 标 准

T/GDPPA XXXX—XXXX

## 改性水泥的微纳米纤维素

Micro-nano cellulose of modified cement based composite materials

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省造纸行业协会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件与 ISO 相关标准的技术差异及其原因如下：

——用规范性引用的 GB/T 30544.1 替换了 ISO/TS 80004-1，以适应我国的技术条件；

——用规范性引用的 GB/T30544.6 替换了 ISO/TS 80004-6，以适应我国的技术条件。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东松恒科技有限公司提出。

本文件由广东省造纸行业协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 改性水泥的微纳米纤维素

## 1 范围

本文件规定了改性水泥的微纳米纤维素的分类和标记、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、储存、运输、质保期。

本文件适用于以植物纤维的天然纤维素为原料，经过化学、物理、生物处理生产的改性水泥基混合物的微纳米纤维素。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

- GBJ82 普通混凝土长期性能及耐久性试验方法
- GB/T 462 纸、纸板和纸浆分析试样水分的测定
- GB 8077-1987 混凝土外加剂匀质性试验方法
- GB/T 14684 建设用砂
- GB/T 14685 建设用石、碎石
- GB/T 30544.1 纳米科技 术语 第1部分：核心术语
- GB/T 30544.6 纳米科技 术语 第6部分：纳米物体表征
- GB/T 32269 纳米科技 纳米物体的术语和定义 纳米颗粒、纳米纤维和纳米片
- GB/T 50080 普通混凝土拌合物性能试验方法标准
- GB/T 50081 普通混凝土力学性能试验方法标准
- GB 50460-2008 水泥土工程验收规范
- JGJ 55 普通混凝土配合比设计规程
- JGJ 63 混凝土用水标准
- JGJ/T 70-2009 建筑砂浆基本性能试验方法标准
- JG/T 512-2017 建筑外墙涂料通用技术要求

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 纳米尺度 Nanoscale

处于1nm至100nm之间的尺寸范围。

### 3.2 纳米纤维 Nano-fiber

一维、二维或三维外部维度处于纳米尺度的纤维材料。

### 3.3 纤维素纳米纤丝 Cellulose Nanofibers

纳米纤维素产品的一种，其纤维直径一般在几纳米到几十纳米之间，长度为几微米，长径比通常在100-400之间，保留了纤维素中的结晶区和非结晶区。

### 3.4 纤维素纤丝 Cellulose Filaments

纳米纤维素产品的一种，最小直径在1-500nm范围内，最大长度在毫米级，长径比达到500以上，甚至上万，保留有主纤维和主纤维上的分叉纤维。

### 3.5 微纤维化纤维素(MFC) MicrofibrillatedCellulose

纳米纤维素产品的一种，直径在几十纳米至几百纳米之间，长径比一般为100以下的小长径比纳米纤维素。

### 3.6 基准水泥基混合物 Reference cement based composite materials

符合标准GB 807附录A要求的、专门用于检验混凝土中添加微纳米纤维素的性能的水泥。

### 3.7 受检水泥基混合物 Test cement based composite materials

按照本标准规定的试验条件配制的掺有微纳米纤维素的水泥基混合物。

### 3.8 分散性 Dispersivity

微纳米纤维素在水泥土、混凝土或砂浆中均匀分散、不结团的性能。

### 3.9 推荐掺量范围 Recommended range of dosage

由微纳米纤维素生产或销售企业根据试验结果确定的，推荐给使用方的掺量范围。

### 3.10 适宜掺量 Compliance dosage

能满足相应标准要求，具有较好的使用性和经济性的掺量。

## 4 代号和分类

### 4.1 代号

微纳米纤维素烘干前的重量： $m_1$

微纳米纤维素烘干后的重量： $m_2$

微纳米纤维素含水量： $X$

微纳米纤维素的直径： $d$

微纳米纤维素的宽度： $w$

微纳米纤维素的长度： $l$

微纳米纤维素的长径比： $l/d$

微纳米纤维素的长宽比： $l/w$

微纤维素纳米纤丝Cellulose Nanofibers: CNF

微纤维素纤丝Cellulose Filaments: CF

微纤维化纤维素MicrofibrillatedCellulose: MFC

### 4.2 分类

4.2.1 按照宏观外形可以分为：微纳米纤维素悬浮液 L、微纳米纤维素束 S 和微纳米纤维素粉 F；

4.2.2 按照用途可分为：用于水泥土（T）、水泥砂浆（J）和混凝土（N）的抗裂纤维（代号 HF）和增韧纤维（代号 HZ），用于砂浆的防裂抗裂纤维（代号 SF）。

### 4.3 规格

表1 微纳米纤维素的规格

外形分类	配方体系的主体微纳米纤维素		
	用于水泥土	用于水泥砂浆	用于混凝土
微纳米纤维素液	CF或CNF	CF或CNF	CNF或CF
微纳米纤维素束	CF或CNF或MFC	CF或CNF或MFC	CF或CNF或MFC

外形分类	配方体系的主体微纳米纤维素		
	用于水泥土	用于水泥砂浆	用于混凝土
微纳米纤维素粉	MFC或CNF	MFC或CNF	MFC或CNF

#### 4.4 产品标记

产品标记应该由材料组成、用途、公称长度、当量直径、外形和标准号组成。表示方法如下：

举例：微纳米纤维素粉F,用于混凝土的增韧和抗裂HZ/HF,长径比(最小值/最大值)和最大长度(um)和标准号：F-N-HZ/HF-100/200-200 GB/T-xxxx。

### 5 技术要求

#### 5.1 外观颜色

5.1.1 纤维素纳米纤丝 CNF 浓度为 2%左右的时候为白色或者浅褐色糊状；或者通过板框压滤后，浓度在 30%以上的白色或者浅褐色块状结构。

5.1.2 纤维素纤丝 CF 在浓度为 30%—50%范围内的时候为结构较为松散的固态纤维束，或者纤维团，颜色为白色或者浅褐色；也可以为 1-2%的白色或者浅褐色纤维悬浮液。

5.1.3 微纤维化纤维素 MFC 在浓度为 30%以上的时候为结构较为松散的白色或者浅褐色固态纤维束；也可以为 1-2%的白色或者浅褐色纤维悬浮液。

#### 5.2 长径比的计算

按照GB/T30544.6 纳米科技 术语 第6部分：纳米尺度测量和仪器对纳米纤维素的纳米纤维素的直径d（或者宽度w）和长度L进行测量，其中直径d（或者宽度w）和长度L的分布均为正态分布的范围，按照平均值进行取值，根据平均值计算得到长径比d/L(w/L)。

#### 5.3 微纳米纤维素含水量的测量

含水量 x (%) 按照 GB/T462 的纸、纸板和纸浆分析试样水分的测定方法进行，公式如下：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：m<sub>1</sub>——纳米纤维素烘干前的重量，单位为克（g）；

m<sub>2</sub>——纳米纤维素烘干后的重量单位为克（g）；

X——纳米纤维素含水量，单位为百分比。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。测定结果应该修为至小数点后第一位，两次测定值筒的绝对误差应该不超过0.4。

#### 5.4 掺入微纳米纤维素的水泥基混合物的用水量

用水量包括液态外加剂、液体微纳米纤维素、水泥土、砂、石等水泥基混合物中所含的水量。

#### 5.5 制备方法

改性水泥基混合物的微纳米纤维素的制备过程及其产品应该是环保可降解的，制备的得率在90%以上。

### 6 试验方法

#### 6.1 材料

##### 6.1.1 水泥

本标准附录A规定的水泥。

### 6.1.2 土料

符合GB50460-2008 水泥土工程验收规范的土料的要求，其中粘土的含量不宜过高，一般要求在10%以下。

### 6.1.3 砂

符合GB/T 14684 中Ⅱ区要求的中砂，但细度模数为2.6~2.9, 含泥量小于1%。

### 6.1.4 石子

符合GB/T14685要求的公称粒径为5 mm~20 mm 的碎石或卵石，采用二级配，其中5mm~10mm占40%，10mm~20mm占60%，满足连续级配要求，针片状物质含量小于10%，空隙率小于47%，含泥量小于0.5%。如有争议，以碎石结果为准。

### 6.1.5 水

符合JGJ63混凝土拌和用水的技术要求。

### 6.1.6 外加剂

需要检测的外加剂。

## 6.2 微纳米纤维素

需要检测的微纳米纤维素。

## 6.3 水泥土的配合比

指水泥重量和被拌和的粘土重量之比，在工程实践中，水泥掺入比一般控制在7%-15%之间，以确保水泥土的抗压强度随水泥掺入比的提高而显著提高，微纳米纤维素的添加量按照水泥掺入量的1%以下。

## 6.4 水泥砂浆的配合比

按照GB/T14684-2011《建筑砂浆》中配合比试验方法标准，以及JGJ/T 70-2009《建筑砂浆配合比设计规范》进行。

## 6.5 混凝土的配合比

基准混凝土配合比按JGJ 55进行设计。配合比设计应符合以下规定：

- a) 水泥用量：掺微纳米纤维素的基准混凝土和受检混凝土单位水泥用量为 330 kg/m<sup>3</sup>。
- b) 砂率：掺微纳米纤维素的基准混凝土和受检混凝土的砂率为 36%~40%。
- c) 微纳米纤维素的掺量：微纳米纤维素的掺量根据不同的应用场景按研究机构指定掺量。
- d) 用水量：掺微纳米纤维素的基准混凝土和受检混凝土的塌落度控制在（80±10）mm。

## 6.6 水泥搅拌

采用符合GB/T17671-2021的砂浆用搅拌机按以下程序进行搅拌，可以采用自动控制，也可以采用手动控制。

微纳米纤维素为粉状时，水泥、土、微纳米纤维素一次投入搅拌机，开动机器后先低速搅拌60s±1s，干拌均匀，再加入水，把搅拌机调至高速再搅拌30s±1s；停拌90s，在停拌开始的15±1s内，将搅拌锅放下，用刮刀将叶片、锅壁和锅底上的胶砂刮入锅中；再在低速下继续搅拌60s±1s和高速下搅拌30s±1s。

微纳米纤维素为液态时，水泥和土一次投入搅拌机，开动机器后先低速搅拌30s±1s，干拌均匀，在第二个30s±1s开始的同时均匀的将微纳米纤维素加入，把搅拌机调至高速，加入水再搅拌30s±1s；停拌90s，在停拌开始的15±1s内，将搅拌锅放下，用刮刀将叶片、锅壁和锅底上的胶砂刮入锅中。

## 6.7 砂浆搅拌

采用符合GB/T17671-2021的砂浆用搅拌机按以下程序进行搅拌，可以采用自动控制，也可以采用手动控制。

微纳米纤维素为粉状时，水泥、砂、微纳米纤维素一次投入搅拌机，开动机器后先低速搅拌 $60s \pm 1s$ ，干拌均匀，再加入水，把搅拌机调至高速再搅拌 $30s \pm 1s$ ；停拌90s，在停拌开始的 $15 \pm 1s$ 内，将搅拌锅放下，用刮刀将叶片、锅壁和锅底上的胶砂刮入锅中；再在低速下继续搅拌 $60s \pm 1s$ 和高速下搅拌 $30s \pm 1s$ 。

微纳米纤维素为液态时，水泥和砂一次投入搅拌机，开动机器后先低速搅拌 $30s \pm 1s$ ，干拌均匀，在第二个 $30s \pm 1s$ 开始的同时均匀的将微纳米纤维素加入，把搅拌机调至高速，加入水再搅拌 $30s \pm 1s$ ；停拌90s，在停拌开始的 $15 \pm 1s$ 内，将搅拌锅放下，用刮刀将叶片、锅壁和锅底上的胶砂刮入锅中。

## 6.8 混凝土搅拌

采用符合JG3036要求的公称容量为60L的单卧轴式强制搅拌机，搅拌机的拌合量应该在20-45L。

微纳米纤维素为固体时，与其他外加剂一样，与水泥、砂、石、外加剂一次投入搅拌机，干拌均匀，再加入拌合水，一起搅拌2min，微纳米纤维素为液态时，与水泥、砂、石、其他外加剂一次投入搅拌机，干拌均匀，再加入掺有微纳米纤维素和其他添加剂的拌合水一起搅拌2分钟。出料后，在铁板上用人工翻拌至均匀，再行实验。各种混凝土试验材料及环境温度均应保持再 $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。

6.9 试件制作及试验所需试件数量按照 GB8076 混凝土外加剂进行。

6.10 混凝土拌合物性能试验方法按照 GB8076 混凝土外加剂进行。

6.11 硬化混凝土性能试验方法和匀质性试验方法均按照 GB8076 混凝土外加剂进行。

6.12 掺入微纳米纤维素的水泥基混合物的裂缝降低系数和分散性能均按照 GB/T21120-2018 进行。

## 7 检验规则

### 7.1 取样及批号

#### 7.1.1 点样和混合样

点样是在一次生产产品时所取得的一个试样。混合样是三个或更多的点样按照一定的比例均匀混合而取得的试样。

#### 7.1.2 批号

生产厂应根据产量和生产设备条件，将产品分批编号。掺量大于1%(含1%)同品种的微纳米纤维素每一批号为1t, 掺量小于1%的微纳米纤维素每一批号为0.5t。不足1t或0.5t的也应按一个批量计，同一批号的产品必须混合均匀。

#### 7.1.3 取样数量

每一批号取样量不少于0.1t水泥所需用的微纳米纤维素量。

### 7.2 试样及留样

每一批号取样应充分混匀，分为两等份，其中一份按表1和表2规定的项目进行试验，另一份密封保存半年，以备有疑问时，提交国家指定的检验机关进行复验或仲裁。

### 7.3 检验分类

#### 7.3.1 出厂检验

每批号微纳米纤维素的出厂检验项目，根据其品种不同按表1规定的项目进行检验。

表2 微纳米纤维素产品的测定项目

测定项目	纳米纤维素 CNF	纳米纤维素 MFC	纳米纤维素 CF	纳米纤维素 CNF+MFC	纳米纤维素 CNF+CF	纳米纤维素 MFC+CF	纳米纤维素 CNF+MFC+CF
含固量							
含水率							
密度							
纤维长度							
纤维直径							
纤维长径比							
外观形貌							
组分比例							

表3 微纳米纤维素的测定项目

测定项目	纳米纤维素 CNF	纳米纤维素 MFC	纳米纤维素 CF	纳米纤维素 CNF+MFC	纳米纤维素 CNF+CF	纳米纤维素 MFC+CF	纳米纤维素 CNF+MFC+CF
颜色							
气味							
是否粘乎							
浓度							
氯离子含量的测定							

## 7.4 判定规则

### 7.4.1 出厂检验判定

型式检验报告在有效期内。且出厂检验结果符合表2的要求，可判定这批产品是否合格。

### 7.4.2 型式检验判定

如不符合表3的要求则判断不合格，其余项目可作为参考指标。

## 7.5 复验

以封存样进行，如使用单位要求现场取样，应该事先在供货合同中规定，并在生产和使用单位人员在场的情况下现场取混合样，复验按照型式检验项目检验。

## 8 产品说明书、包装、贮存及退货

### 8.1 产品出厂时应该提供产品说明书，产品说明书至少应包括下列内容：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称及类型；
- c) 产品性能特点、主要成分及技术指标；
- d) 适用范围；
- e) 推荐参量；
- f) 贮存条件及有效期，有效期从生产日期算起，企业根据产品性能自行规定
- g) 使用方法、注意事项、安全防护提示等。

### 8.2 包装

固态纳米纤维素可采用有塑料袋衬里的编织袋包装；液体纳米纤维素可采用塑料桶、金属桶包装。包装净质量误差不超过1%。液体纳米纤维素也可采用槽车散装。

所有包装容器上均应在明显位置注明以下内容：产品名称及类型、代号、执行标准、商标、净质量或体积、生产厂名及有效期限。生产日期和产品批号应在产品合格证上予以说明。

### 8.3 产品出厂

凡有下列情况之一者，不得出厂：技术文件（产品说明书、合格证、检验报告等）不全、包装不符、质量不足、产品受潮变质，以及超过有效期限。

生产厂随货提供技术文件的内容应包括：产品名称及型号、出厂日期、特性及主要成分、适用范围及推荐掺量、安全防护提示、储存条件及有效期等。其应用及有关事项可参见下面的表格。

### 8.4 贮存

微纳米纤维素应存放在专用仓库或固定的场所妥善保管，以易于识别，便于检查和提货为原则。搬运时应轻拿轻放，防止破损。

### 8.5 退货

使用单位在规定的存放条件和有效期内，经复验发现微纳米纤维素的性能与本标准不符时，则应予以退回或更换。净质量和体积误差超过2-3%时，可以要求退货或补足。固体纳米纤维素可取5包，液体的纳米纤维素可取3桶（其他包装形式由双方协商），称量取平均值计算。凡无出厂文件或出厂技术文件不全，以及发现实物质量与出厂技术文件不符合，可退货。

另外，微纳米纤维素的性能检验中用到的基准水泥参照GB8076-2008混凝土外加剂国家标准，参见附录A规范性目录；微纳米纤维素的氯离子含量的测定方法参照GB/T22904-2023纸浆、纸和纸板总氯和有机氯的测定，参见附录B规范性目录。微纳米纤维素在水泥土、水泥砂浆和混凝土中的信息可以参照附录C资料性目录。

## 附录 A (规范性)

### 检验混凝土中添加微纳米纤维素的性能的水泥

基准水泥是检验混凝土外加剂性能的专用水泥，是由符合下列品质指标的硅酸盐水泥熟料与二水石膏共同粉磨而成的42.5强度等级的P. I型硅酸盐水泥。基准水泥必须由经中国建材联合会混凝土外加剂分会与有关单位共同确认具备生产条件的工厂供给。

#### A.1 品质指标（除满足42.5强度等级硅酸盐水泥技术要求外）

- A.1.1 熟料中铝酸三钙（ $C_3A$ ）含量6%~8%。  
 A.1.2 熟料中硅酸三钙（ $C_3S$ ）含量55%~60%。  
 A.1.3 熟料中游离氧化钙（fCaO）含量不得超过1.2%。  
 A.1.4 水泥中碱（ $Na_2O+0.658K_2O$ ）含量不得超过1.0%。  
 A.1.5 水泥比表面积（ $350\pm 10$ ） $m^2/kg$ 。

#### A.2 试验方法

- A.2.1 游离氧化钙、氧化钾和氧化钠的测定，按GB/T176进行。  
 A.2.2 水泥比表面积的测定，按GB/T8074进行。  
 A.2.3 铝酸三钙和硅酸三钙含量由熟料中氧化钙、二氧化硅、三氧化二铝和三氧化二铁含量，按下式计算得：

$$C_3S = 3.8 \times SiO_2(3KH - 2) \dots\dots\dots (A.1)$$

$$C_3A = 2.65 \times (Al_2O_3 - 0.64Fe_2O_3) \dots\dots\dots (A.2)$$

$$KH = \frac{CaO - fCaO - 1.65Al_2O_3 - 0.35Fe_2O_3}{2.8SiO_2} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$C_3S$ 、 $C_3A$ 、 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Fe_2O_3$ 和fCaO分别表示该成分在熟料中所占的质量分数，数值以%表示；KH表示石灰饱和系数。

#### A.3 验收规则

- A.3.1 基准水泥出厂15 t为一批号。每一批号应取三个有代表性的样品，分别测定比表面积，测定结果均须符合规定。  
 A.3.2 凡不符合本技术条件A.1中任何一项规定时，均不得出厂。

#### A.4 包装及贮运

采用结实牢固和密封良好的塑料桶包装。每桶净重（ $25\pm 0.5$ ）kg、（ $100\pm 1$ ）kg、（ $500\pm 1$ ）kg和（ $1000\pm 2$ ）kg均可，桶上应该表明合格证，注明生产日期、批号。有效储存期为自生产之日起半年。

**附录 B**  
(规范性)  
**微纳米纤维素的氯离子含量的测定方法**

采用微库伦法，其原理是：样品放在石英管中，在控制温度的高温炉中燃烧，燃烧产生的氯化氢气体进入电解液中并被吸收，用微库伦计测定电解液中的氯含量。在燃烧前，用稀释的 HNO<sub>3</sub> 溶液分离样品中的无机氯化物后测定有机氯的含量。

### B.1 试剂和材料

除非另有说明，在试验中应使用确认为分析纯的试剂，试验用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

B.1.1 硝酸钠储备溶液：称取17g硝酸钠溶于水中，加入1.4mL密度为140g/mL的硝酸，再加水定容至1 L，此溶液仅用于有机氯的测定，

B.1.2 硝酸钠工作溶液：量取50ml. 硝酸钠储备溶液(5.1)，加水定容至11.，此溶液仅用于有机氯的测定。

B.1.3 硫酸： $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

B.1.4 活性炭：在测定有机氯时，用于吸附水溶性的有机物。活性炭应由生产燃烧仪(6.5)的厂家提供。

B.1.5 电解液：量取98%冰乙酸75mL，加水定容至100 mL。

B.1.6 盐酸溶液：0.0100mol/L，量取0.307 mol/L盐酸( $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ )32.57mL，加水定容至1 000 mL。

B.1.7 2-氯苯甲酸参比溶液：有机氯含量为250mg/L，称取2-氯苯甲酸110.3mg，加水定容至100mL。使用前应根据需要进行稀释。

B.1.8 压缩气体：燃烧时需要用惰性气体（如氮气，氩气）稀释氧气来控制燃烧。试验中用到的所有气体都不应含有任何形态的氯和溴。

警告：几乎所有地方都有少量氯化物存在，如：化学药品中、设备表面、皮肤上、实验室空气中，因此每次测定都应注意避免污染样品和溶液，特别是来自实验室空气的污染。测定前，应用稀硝酸溶液清洗所有容器，然后再用水冲洗。

### B.2 仪器

在以下条款中，2.1~2.4 仅用于有机氯的测定，2.7 仅用于总氯的测定。

#### B.2.1 锥形瓶

250mL，带有标准磨口玻璃塞或内衬聚四氟乙烯的螺旋帽。

#### B.2.2 振荡器

其搅拌力度应可调，应在保持搅拌试样的同时，确保试样不会溢出锥形瓶(6.1)。

#### B.2.3 过滤装置

用于真空过滤。

#### B.2.4 过滤器

聚碳酸酯滤膜，直径约为 25mm，且直径应与过滤装置(6.3)配套。孔径为 0.4 μm，最大氯含量为 0.5 μg。此外，专门设计的耐热玻璃或陶瓷滤杯也可使用。

注：若空白值高，可能是过滤器被污染，使用前应使用硝酸钠储备溶液(5.1)洗涤，然后用水冲洗。

#### B.2.5 燃烧仪

包括连接着微库仑计(6.6)滴定池的石英管，多区控温炉的中间部分可控温在 950℃~1000℃。石英船型碟或其他耐热材料应与燃烧管配套，并可从管冷区移动到加热区。管的尺寸足以装载带有过滤器的石英船型碟。仪器备有氧气源和保持通入石英管的氧气流，一些燃烧仪中恒定的氧气流可用氩气或氮气等惰性气体来稀释。燃烧气体通入微库仑计滴定池，以便滴定氯离子。如需要，可在燃烧管出口和微库仑计滴定池之间安装一个含有硫酸(5.3)的加热洗涤装置，用于清洁和干燥燃烧产生的气流。

#### B.2.6 微库仑计

能够检测 2 μg 的氯离子，重复测定氯离子含量的变异系数应小于 10%。

#### B.2.7 试样杯

可选用容量约 1mL，用石英或其他耐热材料制成，尺寸应与石英船型碟相匹配。

### B.3 取样及处理

B.3.1 纸和纸板试样的采取按GB/T450的规定进行。

B.3.2 纸、纸板和纸浆试样的水分测定按GB/T462的规定进行。

B.3.3 纸浆试样的采取按GB/T740的规定进行，风干湿浆的温度应不超过40℃。

B.3.4 试样制备：用镊子或剪刀将样品撕开或剪成小片，其大小应使试样与燃烧仪相适应。试样采取和制备过程应戴防护手套，并检查确认手套上没有氯化物，不会污染试样。试样应装入聚四氟乙烯袋中，或用铝箔包起来，防止试样接触周围大气。

注：涂布或多层的纸或纸板可用一个小的磨粉机磨碎，这种设备不应再做他用，以防污染试，每次使用后应认真清洗设备。

### B.4 试验步骤

#### B.4.1 试样的称取

每个样品称取 4 份 10mg~60mg 的风干试样，其中 2 份试样用于测定总氯，2 份试样用于测定有机氯。每份试样的质量应相近，应准确至 0.1mg。

#### B.4.2 硝酸钠溶液萃取（用于有机氯含量的测定）

B.4.2.1 取 2 个已准确称量的平行试样，分别放入 250mL 带磨口塞的锥形瓶(6.1)中，各加入 100mL 硝酸钠工作溶液(5.2)和 15mg 活性炭(5.4)，同时做两个空白试验。盖紧瓶塞并用力振摇锥形瓶，使试样充分润湿，然后置于振荡器(6.2)上，至少振荡 1h。

B.4.2.2 分析涂布或含有大量碳酸盐颜料填料的试样时，需检查锥形瓶内的试样是否仍为酸性。否则，应可加入更多的硝酸钠工作溶液(5.2)，将试样酸化。

B. 4. 2. 3 使用过滤装置(6. 3), 将锥形瓶内容物过滤到一个聚碳酸酯滤膜上或滤杯(见 6. 4)中。用少量硝酸钠工作溶液(5. 2)(总量约为 25mL)漂洗锥形瓶和过滤器壁, 最后用少量水洗涤。用真空泵抽吸, 直至试样中的多余液体被完全除去。

注: 应避免使大量空气通过过滤器, 因为这样会导致周围环境中存在的卤素化合物污染试样。另一方面, 过滤器中存在任何过量洗涤液体都有可能导致燃烧管中水的凝结。凝结水在燃烧管中会干扰燃烧(步骤 8. 3)。如果过滤器太干, 则在燃烧炉的干燥区就会被点燃, 这样将会导致试验结果偏低。

#### B. 4. 3 燃烧(用于总和有机氯含量的测定)

B. 4. 3. 1 测定试样中总氯含量的试验步骤和有机氯含量的试验步骤是相同的。硝酸钠溶液萃取过的试样用于测定有机氯含量, 试样是湿的; 而测定总氯的试样通常是干的。

B. 4. 3. 2 如果试样是在聚碳酸酯滤膜上湿的纤维片, 用镊子将其折叠, 然后放置在石英船型碟中, 再送入燃烧管。

B. 4. 3. 3 如果试样是干的, 将其放在试样杯(6. 7)中, 然后将试样杯放置在石英船型碟中, 再送入燃烧管。

B. 4. 3. 4 移动装有试样的石英船型碟到燃烧炉的干燥区, 以使其水分蒸发。所需时间不仅与发水量有关, 还与仪器设计有关。在燃烧管的低温部分不应有水凝结。

B. 4. 3. 5 燃烧应控制在低速下进行, 以使燃烧炉的蒸发部分不应有烟或凝结水的存在。如有此情况发生, 应在读数前采取必要措施, 将所有的烟或凝结水从燃烧炉的后部除去。

B. 4. 3. 6 将石英船型碟移入燃烧管的高温部分, 在仪器的记录装置上跟踪燃烧过程。

B. 4. 3. 7 如果在燃烧炉的后部发现有烟, 说明燃烧是不完全的, 所得数据应作废。

B. 4. 3. 8 燃烧仪(6. 5)中被加热的洗涤装置内的浓硫酸不应有发烟现象。如果发烟, 应清洗洗涤装置, 加入新配置的硫酸(5. 3), 重新试验。

注: 市场上有几种不同类型的燃烧仪(6. 5), 它们在细节上和操作步骤上有所不同。

#### B. 4. 4 仪器的定期检查

定期检查仪器的操作步骤与分析试样的操作步骤是一样的, 但不加试样。

#### B. 4. 5 测定前的准备

开始测定试样前, 应先检查燃烧仪(6. 5)和微库伦计(6. 6), 并至少做两个空白试验, 其空白值不应超过 2  $\mu\text{g}$ 。

#### B. 5 检验

B. 5. 1 用一个与试样类型相同, 已知氯含量的纸浆作为参比样品, 来确定试样的氯含量。

B. 5. 2 参比样品的总氯和有机氯的测定值与参比样品的已知值之比应在 91%~110%之间。如果超出范围, 应测定第二份参比样品。如果偏差依然存在, 应检查装置有无渗漏及其他缺陷。该检查的操作简介应在仪器手册中给出。

#### B. 6 结果计算

B. 6. 1 按微库伦计规定的方法, 计算试样中总氯和有机氯的含量, 见仪器公司的仪器手册。

B. 6. 2 计算时应确保空白试验的测定值在允许范围内, 同时应对试样的含水量进行修正。

B. 6. 3 取两次测定值的平均值作为测定结果，单位为毫克每千克 (mg/kg)，结果保留两位有效数字。每次测定值与平均值的偏差应不大于10%，如果平均值小于50mg/kg，偏差应最大为5mg/kg。若超过，则应测定第三份试样，取三次测定值的平均值作为测定结果。

## 附录 C (规范性附录)

### 微纳米纤维素在水泥土、水泥砂浆和混凝土中应用的信息分析

#### C.1 应用微纳米纤维素的主要注意事项

- C.1.1 微纳米纤维素的品种应根据工程设计和施工要求选择。
- C.1.2 几种微纳米纤维素复合使用时,应注意不同品种的微纳米纤维素之间对水泥基材料性能的影响。使用前应进行试验,满足要求后,方可使用。
- C.1.3 严禁使用采用对环境产生污染的化学法生产的微纳米纤维素。
- C.1.4 应按有关标准规定严格控制微纳米纤维素中的氯离子含量和碱的数量。
- C.1.5 微纳米纤维素在水泥基材料中的主要功能
  - a) 改善水泥基拌合物施工时的和易性;
  - b) 提高水泥基混合物的强度及其他物理力学性能;
  - c) 节约水泥或代替特种水泥;
  - d) 加速水泥基混合物的早期强度发展;
  - e) 调节水泥基混合物的凝结硬化速度;
  - f) 降低水泥初期水化热或延缓水化放热;
  - g) 改善拌合物的泌水性;
  - h) 提高混凝土或砂浆耐各种侵蚀性盐类的腐蚀性;
  - i) 改善混凝土或砂浆的毛细孔结构;
  - j) 提高钢筋的抗锈蚀能力;
  - k) 提高集料与砂浆界面的粘结力,提高钢筋与混水泥基混合物的握裹力;
  - l) 提高新老混凝土界面的粘结力等。

#### C.2 微纳米纤维素添加形态

- C.2.1 液态添加:将液态微纳米纤维素直接加入水泥基材料的搅拌水中,并充分搅拌均匀,其液态形态可保证在混合过程中充分分散。
  - C.2.2 粉末添加:将微纳米纤维素粉末和水泥、砂、骨料一起混合后再加水进行搅拌。
  - C.2.3 微粒添加:将微纳米纤维素的微粒通过气流、高速喷射等方式加入到搅拌过程中。
  - C.2.4 颗粒添加:将微纳米纤维素的颗粒在搅拌过程中均匀撒布到水泥基材料的表面。
- C.3 微纳米纤维素加入水泥基混合物以后,关于混凝土弯曲韧性试验方法,以及裂缝降低系数试验方法按照国家标准 GB/T21120-2018 中附录 E 和 F 进行。
-