

ICS 91.100.30  
CCS Q 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8077—2023

代替 GB/T 8077—2012

## 混凝土外加剂匀质性试验方法

Methods for testing uniformity of concrete admixtures

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	V
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 试验条件 .....	2
4.1 试验次数与要求 .....	2
4.2 空白试验 .....	2
4.3 灼烧 .....	2
4.4 恒量 .....	2
4.5 检查氯离子( $\text{Cl}^-$ )(硝酸银检验) .....	2
4.6 试剂要求 .....	2
4.7 数据处理要求 .....	2
5 外观 .....	3
6 稳定性 .....	3
6.1 原理 .....	3
6.2 仪器 .....	3
6.3 试验步骤 .....	3
6.4 结果的计算与表示 .....	3
6.5 试验结果的确定 .....	3
7 含固量 .....	3
7.1 干燥法 .....	3
7.2 稀释干燥法 .....	4
7.3 真空干燥法 .....	5
8 含水率 .....	6
8.1 干燥法 .....	6
8.2 真空干燥法 .....	7
9 密度 .....	7
9.1 比重瓶法 .....	7
9.2 精密密度计法 .....	9
10 细度 .....	9
10.1 手工筛析法 .....	9
10.2 负压筛析法 .....	10
11 pH .....	11

11.1	原理	11
11.2	仪器	11
11.3	测试条件	11
11.4	试验步骤	11
11.5	结果表示	11
11.6	重复性限和再现性限	11
12	表面张力	11
12.1	原理	11
12.2	仪器	12
12.3	测试条件	12
12.4	试验步骤	12
12.5	结果与计算	12
12.6	重复性限和再现性限	12
13	氯离子含量	13
13.1	电位滴定法	13
13.2	离子色谱法	15
14	硫酸钠含量	17
14.1	重量法	17
14.2	离子交换重量法	18
15	水泥净浆流动度	19
15.1	原理	19
15.2	材料与仪器	19
15.3	环境条件	19
15.4	试验步骤	19
15.5	结果表示	19
15.6	重复性限和再现性限	20
16	胶砂减水率	20
16.1	原理	20
16.2	材料与仪器	20
16.3	环境条件	20
16.4	试验步骤	20
16.5	结果与计算	21
16.6	重复性限和再现性限	21
17	碱含量	21
17.1	火焰光度法	21
17.2	原子吸收分光光度法	23
附录 A (资料性) 有效成分		26

A.1 原理 .....	26
A.2 试剂与仪器 .....	26
A.3 环境条件 .....	26
A.4 试验步骤 .....	26
附录 B (资料性) 纯水的密度和温度的对应关系 .....	27
附录 C (资料性) 二次微商法计算混凝土外加剂中氯离子百分含量示例 .....	28
C.1 空白试验及硝酸银浓度的标定 .....	28
C.2 外加剂样品的试验 .....	28
参考文献 .....	30

## 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。

本文件代替 GB/T 8077—2012《混凝土外加剂匀质性试验方法》，与 GB/T 8077—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 范围中增加了膨胀剂(见第 1 章,2012 年版的第 1 章)；
- b) 更改了试验的基本要求中试验次数与要求,更改了试验用水的要求,增加了例行生产控制分析时的要求,增加了试剂要求,增加了数据处理的要求(见第 4 章,2012 年版的第 4 章)；
- c) 增加了外观的要求(见第 5 章)；
- d) 增加了稳定性的要求(见第 6 章)；
- e) 更改了含固量的称样量以及干燥时间(见 7.1.3,2012 年版的第 5 章)；
- f) 增加了含固量的试验方法——稀释干燥法(见 7.2)；
- g) 增加了含固量的试验方法——真空干燥法(见 7.3)；
- h) 更改了含水率的称样量以及干燥时间(见 8.1.3,2012 年版的第 6 章)；
- i) 增加了含水率的试验方法——真空干燥法(见 8.2)；
- j) 删除了密度测定的液体比重天平法,更改了比重瓶法测定密度中比重瓶容积的校正(见 9.1.4.1,2012 年版的 7.1.4.1、7.2)；
- k) 增加了手工筛析法细度检验的设备,增加了细度测定中的负压筛析法(见 10.1,10.2,2012 年版的第 8 章)；
- l) 增加了表面张力的仪器(见 12.2,2012 年版的 10.3)；
- m) 更改了电位滴定测定氯离子的试验方法,增加了全自动氯离子测定仪,增加了低浓度氯离子含量的测定方法,增加了标准溶液的浓度,增加了不溶物测定氯离子的样品前处理,更改了重复性和再现性(见第 13 章,2012 年版的第 11 章)；
- n) 更改了离子色谱法测定氯离子样品的前处理,更改了重复性限,增加了再现性限(见 13.2.3.1、13.2.5,2012 年版的 11.2.4.1、11.2.6)；
- o) 更改了重量法测定硫酸钠含量的试剂以及仪器设备,更改了试验步骤(见 14.1.2、14.1.3,2012 年版的 12.1.2、12.1.3、12.1.4)；
- p) 更改了离子交换重量法测定硫酸钠含量的仪器(见 14.2.2.2,2012 年版的 12.2.3)；
- q) 更改了水泥净浆流动度中仪器,增加了的材料,增加了试验用水的温度,增加了试验环境温度,更改了试料加入的顺序,更改了测试时间(见 15.2、15.4,2012 年版的 13.2、13.3)；
- r) 增加了胶砂减水率的试验环境温度,增加了试验用水的温度(见 16.2、16.3,2012 年版的第 14 章)；
- s) 更改了碱含量的试验方法,对溶于水和不溶于水的试样分别采取不同的前处理方法(见第 17 章,2012 年版的第 15 章)。

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。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥制品标准化技术委员会(SAC/TC 197)归口。

本文件主要起草单位：苏州混凝土水泥制品研究院检测中心有限公司、苏州混凝土水泥制品研究院有限公司、中国建筑材料科学研究总院有限公司、浙江五龙新材股份有限公司、浙江龙鼎混凝土建材股



份有限公司、广东稳固检测鉴定有限公司、浙江意诚检测有限公司、山东建科建筑材料有限公司、国网江苏省电力有限公司电力科学研究院、广州市建筑科学研究院集团有限公司、广东交科检测有限公司、浙江大东吴集团建设新材料有限公司、广西交科集团有限公司、中国建材检验认证集团江苏有限公司、中铁十九局集团第六工程有限公司、广东红墙新材料股份有限公司、浙江省建筑科学设计研究院有限公司、贵州石博士科技股份有限公司、深圳市交通工程试验检测中心有限公司、贵州天威建材科技有限责任公司、中建材中岩科技有限公司、四川同舟化工科技有限公司、石家庄市长安育才建材有限公司、山西桑穆斯建材化工有限公司、苏州三佳交通工程有限公司、宁波市新铭建设工程测试有限公司、广西北海精一电力器材有限责任公司、乌鲁木齐市西北方圆建筑工程材料检测有限公司、苏州方正工程技术开发检测有限公司、广东永基电力器材厂有限公司、南京师范大学、昆山求正工程质量检测有限公司、江西省萍乡市联友建材有限公司、广东瑞安科技实业有限公司、西安市政道桥建设集团有限公司新型建材科技发展分公司、铁正检测科技有限公司、宁夏中测计量测试检验院(有限公司)、云南精一电力科技有限责任公司、广西中久电力科技有限责任公司、贵州精一电力线路器材有限责任公司、宁波东洲电力通信器材有限公司、五家渠格辉新材料有限责任公司、贵州宏盛水泥制品有限公司、山西佳维新材料股份有限公司、山西格瑞特建筑科技股份有限公司、华锦建设集团股份有限公司、江苏点石新材料科技有限公司、青岛海陆通工程质量检测有限公司、河南省科之创工程材料有限公司、广州基业长青新材料有限公司、雅安鼎耀水泥制品有限公司、南充九鼎建材有限责任公司、河南省楷澄新型材料有限公司、湖北省建筑工程质量监督检验测试中心有限公司、山西黄河新型化工有限公司、嘉善华豪建材有限公司、青岛光大集团大型构件有限公司、贵州亚泰远通电业有限公司、厦门路桥翔通建材科技有限公司、太科技术有限公司、合肥工大工程试验检测有限责任公司、光明铁道控股有限公司、江苏超力建材科技有限公司、安徽森普新型材料发展有限公司、四川铁科新型建材有限公司、湖州绿色新材股份有限公司、珠江水利委员会珠江水利科学研究所、中铁六局集团呼和浩特铁路建设有限公司、河南交院工程技术集团有限公司、中铁二十一局集团第二工程有限公司、铁科院(深圳)检测工程有限公司、华测工程检测有限公司、百盛联合集团有限公司、中交第一航务工程局有限公司、中交天津港湾工程研究院有限公司、湖北铁建工程检测有限公司、北京金隅节能科技有限公司、唐山冀东水泥外加剂有限责任公司、中交路桥建设有限公司、中铁京诚工程检测有限公司、中核混凝土股份有限公司、中大智能科技股份有限公司、云南建投高分子材料有限公司、湖北恒利建材科技有限公司、中国铁道科学研究院集团有限公司铁道建筑研究所、中钢集团郑州金属制品研究院股份有限公司、山西恒泰伟业建材有限公司、河南鼎丰检测技术有限公司、河南省建科院工程检测有限公司、河北思动环保科技有限公司、新疆宏滙建筑建材检测有限公司、华冠天诚检测认证有限公司、中德新亚建筑材料有限公司、山东高速铁建装备有限公司、辽宁省检验检测认证中心、中交第二航务工程局有限公司、河北金涛建设工程质量检测有限公司、山东高速工程建设集团有限公司、六枝特区大海水泥制品有限公司、武汉思力博轨道装备有限公司、中铁株洲桥梁有限公司、抚顺东科精细化工有限公司、天津中铁工程检测有限责任公司、中建西部建设新材料科技有限公司、苏州市兴邦化学建材有限公司、中建二局土木工程集团有限公司、中建七局国际工程建设有限公司、中建七局第一建设工程有限公司。

本文件主要起草人:王娜、卢俊、王天琪、陆冠君、赵霞、周希才、刘振华、江玉亮、丁继英、钟开红、洪建华、何泽家、李成钢、储昭杰、王奇、钟鼎、苏强、肖智仁、蔡贵生、杨少伟、温伟标、何剑锋、黎力韬、唐蕾、陈杰、黎木平、刘远、王健、舒学军、王进春、王姣峰、李金龙、顾永明、毛志勇、童勇、古芮凡、张耀、王烽琳、赵利华、陈晓绚、俞锋、王炎、周玉军、仲以林、张善鹏、李旭、包杨正昕、刘国飞、孟令强、任闻波、赵军、秦满义、樊敬涛、方昀、司兵勇、王桂敏、郑国峰、胡鉴、谢天、林维、吕军刚、王康、曹庭维、占正杰、郭忠义、金君韡、刘洪欣、邹鑫、黄永毅、廖毅坚、曾成刚、程彦、马军委、来存远、傅曹辉、李立君、张海棠、任蒙蒙、史文杰、邵杰、孙金龙、邵景干、李文凯、刘斌、薛永强、董永伯、李耀文、朱国松、戴斌朋、潘伟、曹忠露、张明、宋肖贤、任建波、应世明、张铮、田连民、马世雄、卢德华、张伟、孙圣、余永益、黄文明、关文勋、张丹丹、徐铜鑫、战兴锋、李雅楠、王新庆、李海宝、白建飞、贾建兵、霍志刚、张宏泽、黄兴启、姜大伟、

文青、张秋芬、牟江亭、孙春刚、田晓阳、胡益铭、黄文俊、宓皓、徐仕睿、杜卫军、王建涛、冯雷、毕耀、毛荣良、张亚、崔术明、田承尧、段振、李芒原、马雷、王俊锋。

本文件于1987年首次发布,2000年第一次修订,2012年第二次修订,本次为第三次修订。

# 混凝土外加剂匀质性试验方法

## 1 范围

本文件描述了混凝土外加剂匀质性的试验方法。

本文件适用于高性能减水剂、高效减水剂、普通减水剂、引气减水剂、泵送剂、早强剂、缓凝剂、引气剂、防水剂、防冻剂、速凝剂、膨胀剂等。

## 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。

GB 175 通用硅酸盐水泥

GB/T 2419 水泥胶砂流动度测定方法

GB/T 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8075—2017 混凝土外加剂术语

GB/T 17671 水泥胶砂强度检验方法(ISO 法)

JC/T 681 行星式水泥胶砂搅拌机

JC/T 729 水泥净浆搅拌机

## 3 术语和定义

GB/T 8075—2017 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 重复性条件 repeatability conditions

在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备，按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试条件。

[来源：GB/T 8075—2017, 6.7]

### 3.2

#### 再现性条件 reproducibility conditions

在不同的实验室，由不同的操作员使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行的测试条件。

[来源：GB/T 8075—2017, 6.8]

### 3.3

#### 重复性限 repeatability limit

一个数值，在重复性条件(3.1)下，两个测试结果的绝对差小于或等于此数的概率为 95%。



[来源:GB/T 3358.2—2009,3.3.9]

### 3.4

#### 再现性限 reproducibility limit

一个数值,在再现性条件(3.2)下,两个测试结果的绝对差小于或等于此数的概率为95%。

[来源:GB/T 3358.2—2009,3.3.14]

## 4 试验条件

### 4.1 试验次数与要求

4.1.1 每项测定的试验次数规定为两次,两次结果的绝对差值在重复性限内,用两次试验结果的平均值表示测定结果。如果两次结果的绝对差值超过重复性限,则需要在规定时间内进行第三次测定,剔除超出重复性限的数据,其余两个数据取平均值。如果第三次数据在两个值的中间,则取三次结果的平均值表示测定结果。如果三次测定结果的偏差均超过重复性限,则重新试验。有特殊规定的除外。

4.1.2 例行生产控制分析时,每一项测定的试验次数可为一次。

4.1.3 本文件所用的水应不低于GB/T 6682—2008规定的三级水的要求,水泥净浆流动度、水泥胶砂减水率除外。

### 4.2 空白试验

使用相同量的试剂,不加入试样,按照相同的测定步骤进行试验,对得到的测定结果进行校正。

### 4.3 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,为避免产生火焰,在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化,灰化至无黑色炭颗粒后,放入高温炉中,在规定的温度下灼烧。

### 4.4 恒量

经第一次灼烧或干燥、冷却、称量后,通过连续每次30 min的灼烧或干燥,然后冷却、称量的方法来检查恒定质量,当连续两次称量之差小于0.000 5 g时,即达到恒量。

### 4.5 检查氯离子( $\text{Cl}^-$ )(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(5 g/L),观察溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤并检验,直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

### 4.6 试剂要求

4.6.1 所有试剂应不低于分析纯(特殊说明的除外),用于标定的试剂应为基准试剂。

4.6.2 本文件中所用的酸或氨水,凡未标注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

4.6.3 用体积比表示试剂的稀释程度,例如氨水(1+3)表示1份体积的浓氨水和3份体积的水相混合。

4.6.4 标准滴定溶液的有效期密封保存时间不超过6个月,开封使用过的不超过2个月。

### 4.7 数据处理要求

密度、氯离子计算结果保留三位小数,pH和表面张力计算结果保留一位小数,净浆流动度计算结果精确到1 mm,其他计算结果均保留两位小数,有特殊规定的除外。

## 5 外观

肉眼或放大镜观察外加剂的颜色,观察液剂是否有沉淀、胀气,观察粉剂是否均匀、结块等。具体有效成分的检测方法见附录 A。

## 6 稳定性

### 6.1 原理

将一定量的液剂试样放入具塞量筒中,在一定温度下静置一段时间,测试上部清液体积或者底部沉淀物体积。

### 6.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 量入式具塞量筒:100 mL
- b) 天平:分度值为 0.000 1 g

### 6.3 试验步骤

6.3.1 充分摇匀被测试样,倒入烧杯中。将烧杯中的试样小心倒入 3 个 100 mL 具塞量筒中。每个具塞量筒液面在临近 100 mL 刻度线时,改用滴管滴加至 100 mL,精确到 1 mL,盖紧筒塞。

6.3.2 将 3 个具塞量筒置于温度为 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的环境条件下水平静置,避免太阳直射,28 d 后直接读取上部清液体积  $V_L$ (悬浮液)或者底部沉淀物体积  $V_s$ (溶液型)。

### 6.4 结果的计算与表示

当溶液型液体速凝剂静置 28 d 后,底部沉淀物太少无法直接读取时,将溶液倒至另一个 100 mL 量筒中,量出溶液体积  $V_L$ ,按照式(1)计算出底部沉淀物体积。

$$V_s = 100 - V_L \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V_s$  ——底部沉淀物体积,单位为毫升(mL);

$V_L$  ——溶液体积,单位为毫升(mL)。

### 6.5 试验结果的确定

悬浮液型液体速凝剂以读取的 3 个  $V_L$  的中间值表示,溶液型液体速凝剂以读取或计算的 3 个  $V_s$  的中间值表示。

## 7 含固量

### 7.1 干燥法

#### 7.1.1 原理

在  $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$  的温度下,使水气化,从而达到烘干的目的。

#### 7.1.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.000 1 g;
- b) 干燥箱:温度范围为室温~200 ℃;
- c) 带盖称量瓶;
- d) 干燥器:内盛变色硅胶。

### 7.1.3 试验步骤

7.1.3.1 将洁净带盖称量瓶放入干燥箱内,于 100 ℃~105 ℃烘 30 min,取出置于干燥器内,冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_0$ 。

7.1.3.2 在已恒量的称量瓶中称取约 5 g 试样,精确到 0.000 1 g,称出液体试样及称量瓶的总质量为  $m_1$ 。

7.1.3.3 将盛有液体试样的称量瓶放入干燥箱内,开启瓶盖,升温至 100 ℃~105 ℃(特殊品种除外)烘至少 2 h,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,放入烘箱内烘 30 min,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_2$ 。

### 7.1.4 结果的计算与表示

含固量  $\omega_s$  按式(2)计算:

$$\omega_s = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots (2)$$

式中:

- $\omega_s$  —— 含固量;
- $m_2$  —— 称量瓶加烘干后试样的质量,单位为克(g);
- $m_0$  —— 称量瓶的质量,单位为克(g);
- $m_1$  —— 称量瓶加试样的质量,单位为克(g)。

### 7.1.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.30%,再现性限为 0.50%。

## 7.2 稀释干燥法

### 7.2.1 原理

在已恒量的培养皿内放入稀释后的被测试样,于一定的温度下烘至恒量。测试烘干前后试样质量。

### 7.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.000 1 g;
- b) 干燥箱:温度范围为室温~200 ℃;
- c) 带盖称量瓶;
- d) 干燥器:内盛变色硅胶。

### 7.2.3 试验步骤

7.2.3.1 将洁净带盖称量瓶放入干燥箱内,于 100 ℃~105 ℃烘 30 min,取出置于干燥器内,冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_0$ 。

7.2.3.2 稀释被测试样:充分摇匀被测试样,用小勺取被测试样精确称取  $W_0$ (8.000 0 g~10.000 0 g)置

于烧杯中。加蒸馏水  $W_1$  (30.000 0 g~50.000 0 g) 稀释试样。

7.2.3.3 充分搅拌均匀稀释后的被测试样,用小勺取稀释后被测试样约 5 g,精确到 0.000 1 g,装入已经恒量的称量瓶内,盖上盖,精确称出试样及称量瓶的总质量为  $m_1$ 。

7.2.3.4 将盛有试样的称量瓶放入干燥箱内,开启称量瓶盖,升温至 100 °C~105 °C 烘干,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_2$ 。

## 7.2.4 结果的计算与表示

7.2.4.1 稀释试样的含固量按式(3)计算:

$$\omega_d = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\omega_d$  —— 稀释试样的含固量;
- $m_2$  —— 称量瓶加烘干后试样的质量,单位为克(g);
- $m_0$  —— 称量瓶的质量,单位为克(g);
- $m_1$  —— 称量瓶加试样的质量,单位为克(g)。

7.2.4.2 试样含固量按式(4)计算:

$$\omega_s = \frac{\omega_d(W_0 + W_1)}{W_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $\omega_s$  —— 含固量;
- $W_0$  —— 试样质量,单位为克(g);
- $W_1$  —— 蒸馏水质量,单位为克(g)。

同一试样须进行 3 次试验,取其算术平均值。当最大值或最小值与中间值之差超过 10% 时,去掉最大值或者最小值,取其他两个数值的平均值,当最大值和最小值与中间值之差均超过 10% 时,该组试验作废。

## 7.3 真空干燥法

### 7.3.1 原理

通过降低烘干时的气压,使水的沸点降低,从而在较低温时烘干水分。

### 7.3.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.000 1 g;
- b) 真空干燥箱:温度范围为室温~200 °C,真空度小于 0.133 kPa;
- c) 带盖称量瓶;
- d) 干燥器:内盛变色硅胶。

### 7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 将洁净带盖称量瓶放入真空干燥箱内,于 75 °C~80 °C 烘 30 min,取出置于干燥器内,冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_0$ 。

7.3.3.2 在已恒重的称量瓶中称取约 5 g 试样,精确到 0.000 1 g,称出液体试样及称量瓶的总质量为  $m_1$ 。

7.3.3.3 将盛有液体试样的称量瓶放入真空干燥箱内,开启瓶盖,升温至 75 °C~80 °C,开启真空泵,抽



真空至真空度 $\leq 32.5$  kPa,烘至少 2 h,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_2$ 。

### 7.3.4 结果的计算与表示

含固量的计算按照 7.1.4 进行。

### 7.3.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.30%,再现性限为 0.50%。

## 8 含水率

### 8.1 干燥法

#### 8.1.1 原理

粉剂外加剂含有一定的水分,在 100 °C~105 °C 的温度下,使水气化,从而达到烘干的目的。

#### 8.1.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.000 1 g;
- b) 干燥箱:温度范围为室温~200 °C;
- c) 带盖称量瓶;
- d) 干燥器:内盛变色硅胶。

#### 8.1.3 试验步骤

8.1.3.1 将洁净带盖称量瓶放入干燥箱内,于 100 °C~105 °C 烘 30 min,取出置于干燥器内,冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_3$ 。

8.1.3.2 在已恒量的称量瓶中称取约 10 g 试样,精确到 0.000 1 g,称出粉剂试样及称量瓶的总质量为  $m_4$ 。

8.1.3.3 将盛有粉剂试样的称量瓶放入干燥箱内,开启瓶盖,升温至 100 °C~105 °C 烘至少 2 h,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,放入烘箱内烘 30 min,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_5$ 。

#### 8.1.4 结果与计算

含水率  $\omega_w$  按式(5)计算:

$$\omega_w = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $\omega_w$  ——含水率;
- $m_4$  ——称量瓶加试样的质量,单位为克(g);
- $m_5$  ——称量瓶加烘干后试样的质量,单位为克(g);
- $m_3$  ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

#### 8.1.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.30%,再现性限为 0.50%。



## 8.2 真空干燥法

### 8.2.1 原理

粉剂外加剂的主要成分是水 and 外加剂,通过降低烘干时的气压,使水的沸点降低,从而在较低温时烘干水分。

### 8.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.000 1 g;
- b) 真空干燥箱:温度范围为室温~200 °C,真空度小于 0.133 kPa;
- c) 带盖称量瓶;
- d) 干燥器:内盛变色硅胶。

### 8.2.3 试验步骤

8.2.3.1 将洁净带盖称量瓶放入真空干燥箱内,于 75 °C~80 °C 烘 30 min,取出置于干燥器内,冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_3$ 。

8.2.3.2 在已恒重的称量瓶中称取约 10 g 试样,精确到 0.000 1 g,称出粉剂试样及称量瓶的总质量为  $m_4$ 。

8.2.3.3 将盛有粉剂试样的称量瓶放入真空干燥箱内,开启瓶盖,升温至 75 °C~80 °C,开启真空泵,抽真空至真空度 $\leq$ 32.5 kPa,烘至少 2 h,盖上盖置于干燥器内冷却至少 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为  $m_5$ 。

### 8.2.4 结果的计算与表示

含水率  $\omega_w$  应按式(6)计算:

$$\omega_w = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $\omega_w$  —— 含水率;
- $m_4$  —— 称量瓶加试样的质量,单位为克(g);
- $m_5$  —— 称量瓶加烘干后试样的质量,单位为克(g);
- $m_3$  —— 称量瓶的质量,单位为克(g)。

### 8.2.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.30%,再现性限为 0.50%。

## 9 密度

### 9.1 比重瓶法

#### 9.1.1 原理

将已校正容积( $V$ 值)的比重瓶,灌满被测溶液,根据密度公式,用样品的质量除以体积从而得出密度。

9.1.2 仪器

所需仪器及要求如下：

- a) 比重瓶：容积为 25 mL 或 50 mL；
- b) 天平：分度值为 0.000 1 g；
- c) 干燥器：内盛变色硅胶；
- d) 超级恒温器或同等条件的恒温设备：控温精度为 ±0.1 °C。

9.1.3 测试条件

测试条件如下：

- a) 被测溶液的温度为 (20 ± 1) °C；
- b) 被测溶液如有沉淀应滤去。

9.1.4 试验步骤

9.1.4.1 比重瓶容积的校正

比重瓶依次用水、乙醇、丙酮和乙醚洗涤并吹干，塞子连瓶一起放入干燥器内，取出，称量比重瓶的质量为  $m_6$ ，直至恒量。然后将预先煮沸并经冷却的水装入瓶内，塞上塞子，使多余的水分从塞子毛细管流出，用吸水纸吸干瓶外的水。注意不能让吸水纸吸出塞子毛细管里的水，水要保持与毛细管上口相平，立即在天平称出比重瓶装满水后的质量  $m_7$ 。

比重瓶在 (20 ± 1) °C 时容积  $V$  按式(7)计算：

$$V = \frac{m_7 - m_6}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $V$  —— 比重瓶在 (20 ± 1) °C 时的容积，单位为毫升 (mL)；
  - $m_7$  —— 比重瓶盛满 (20 ± 1) °C 水的质量，单位为克 (g)；
  - $m_6$  —— 干燥的比重瓶质量，单位为克 (g)；
  - $\rho_{\text{水}}$  —— (20 ± 1) °C 时相对应纯水的密度，单位为克每毫升 (g/mL)。
- 纯水温度和密度的对应关系见附录 B。

9.1.4.2 外加剂溶液密度的测定

将已校正  $V$  值的比重瓶洗净、干燥、灌满被测溶液，塞上塞子后浸入 (20 ± 1) °C 超级恒温水浴内，恒温 20 min 后取出，用吸水纸吸干瓶外的水及由毛细管溢出的溶液后，在天平上称出比重瓶装满外加剂溶液后的质量为  $m_8$ 。

9.1.5 结果与计算

外加剂溶液的密度  $\rho$  按式(8)计算：

$$\rho = \frac{m_8 - m_6}{V} = \frac{m_8 - m_6}{m_7 - m_6} \times \rho_{\text{水}} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- $\rho$  —— (20 ± 1) °C 时外加剂溶液密度，单位为克每毫升 (g/mL)；
- $m_8$  —— 比重瓶装满 (20 ± 1) °C 外加剂溶液后的质量，单位为克 (g)。

9.1.6 重复性限和再现性限

重复性限为 0.001 g/mL，再现性限为 0.002 g/mL。

## 9.2 精密密度计法

### 9.2.1 原理

先以波美比重计测出溶液的密度,再参考波美比重计所测的数据,以精密密度计准确测出试样的密度  $\rho$  值。

### 9.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 波美比重计:分度值为 0.001 g/mL;
- b) 精密密度计:分度值为 0.001 g/mL;
- c) 超级恒温器或同等条件的恒温设备:控温精度为  $\pm 0.1$  °C。

### 9.2.3 测试条件

测试条件如下:

- a) 被测溶液的温度为  $(20 \pm 1)$  °C;
- b) 被测溶液如有沉淀应滤去。

### 9.2.4 试验步骤

9.2.4.1 将已恒温的外加剂倒入 250 mL 玻璃量筒内,以波美比重计插入溶液中测出该溶液的密度。

9.2.4.2 参考波美比重计所测溶液的数据,选择这一刻度范围的精密密度计插入溶液中,精确读出溶液凹液面与精密密度计相齐的刻度即为该溶液的密度  $\rho$ 。

### 9.2.5 结果表示

测得的数据即为  $(20 \pm 1)$  °C 时外加剂溶液的密度。

### 9.2.6 重复性限和再现性限

重复性限为 0.001 g/mL,再现性限为 0.002 g/mL。

## 10 细度

### 10.1 手工筛析法

#### 10.1.1 原理

采用孔径为 0.315 mm 或者 1.180 mm 的试验筛,称取烘干试样倒入筛内,用人工筛样或负压筛,计算筛余占称样量的比值即为细度,其中 1.180 mm 的试验筛适用于膨胀剂。

#### 10.1.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.001 g;
- b) 试验筛:孔径为 0.315 mm、1.180 mm 的试验筛,筛网符合 GB/T 6005 要求。筛框有效直径 150 mm、高 50 mm。筛布应紧绷在筛框上,接缝应严密,并附有筛盖。

10.1.3 试验步骤

称取已于 100 ℃~105 ℃烘干的试样约 10 g( $m_g$ ),精确至 0.001 g,倒入相应孔径的筛内,用人工筛样,将近筛完时,应一手执筛往复摇动,一手拍打,摇动速度每分钟约 120 次。其间,筛子应向一定方向旋转数次,使试样分散在筛布上,直至每分钟通过质量不超过 0.005 g 时为止。称量筛余物  $m_{10}$ ,称准至 0.001 g。

10.1.4 结果与计算

细度用  $\omega_f(\%)$ 表示,按式(9)计算:

$$\omega_f = \frac{m_{10}}{m_g} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- $\omega_f$  ——细度;
- $m_{10}$  ——筛余物质量,单位为克(g)
- $m_g$  ——试样质量,单位为克(g)。

10.1.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.40%,再现性限为 0.60%。

10.2 负压筛析法

10.2.1 原理

采用孔径为 0.080 mm 的试验筛,称取烘干试样倒入筛内,用负压筛,计算筛余占称样量的比值即为细度,0.080 mm 的试验筛用于速凝剂。

10.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 天平:分度值为 0.001 g;
- b) 试验筛:孔径为 0.080 mm 的试验筛,筛网符合 GB/T 6005 要求。筛框有效直径 150 mm、高 50 mm。筛布应紧绷在筛框上,接缝应严密,并附有筛盖。

10.2.3 试验步骤

筛析试验前应把负压筛放在筛座上,盖上筛盖,接通电源,检查控制系统,调节负压至 4 000 Pa~6 000 Pa 范围内。称取试样约 10 g( $m_g$ ),精确至 0.001 g,置于洁净的负压筛中,放在筛座上,盖上筛盖,接通电源,开动筛析仪连续筛析 2 min;在此期间如有试样附着在筛盖上,可轻轻地敲击筛盖使试样落下。筛毕,用天平称量全部筛余物  $m_{10}$ 。

10.2.4 结果与计算

同 10.1.4。

10.2.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.40%,再现性限为 0.60%。

## 11 pH

### 11.1 原理

根据奈斯特(Nernst)方程  $E = E_0 + 0.059 15 \lg[H^+]$ ,  $E = E_0 - 0.059 15 \text{pH}$ , 利用一对电极在不同 pH 溶液中能产生不同电位差, 这一对电极由测试电极(玻璃电极)和参比电极(饱和甘汞电极)组成, 在 25 °C 时每相差一个单位 pH 时产生 59.15 mV 的电位差, pH 可在仪器的刻度表上直接读出。

### 11.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 酸度计: pH 测量范围为 0~14.00, 精度为  $\pm 0.01$ ;
- b) 甘汞电极;
- c) 玻璃电极;
- d) 复合电极;
- e) 天平: 分度值为 0.000 1 g;
- f) 超级恒温器或同等条件的恒温设备: 分度值为  $\pm 0.1$  °C。

### 11.3 测试条件

测试条件如下:

- a) 液体样品直接测试;
- b) 固体样品溶液的浓度为 10 g/L;
- c) 被测溶液的温度为  $(20 \pm 3)$  °C。

### 11.4 试验步骤

#### 11.4.1 校正

按仪器的出厂说明书校正仪器。

#### 11.4.2 测量

当仪器校正好后, 先用水, 再用测试溶液冲洗电极, 然后再将电极浸入被测溶液中轻轻摇动试杯, 使溶液均匀。待到酸度计的读数稳定 1 min, 记录读数。测量结束后, 用水冲洗电极, 以待下次测量。

### 11.5 结果表示

酸度计测出的结果即为溶液的 pH。

### 11.6 重复性限和再现性限

重复性限为 0.2, 再现性限为 0.5。

## 12 表面张力

### 12.1 原理

铂环与液面接触后, 在铂环内形成液膜, 提起铂环时所需的力与液体表面张力相平衡, 测定液膜脱离液面的力的大小。



## 12.2 仪器

所需仪器及要求如下：

- a) 自动界面张力仪：有自动记录铂环被拉脱离液面时值的功能或者直读式自动界面张力仪；
- b) 天平：分度值为 0.000 1 g；
- c) 超级恒温器或同等条件的恒温设备：分度值为  $\pm 0.1$  °C。

## 12.3 测试条件

测试条件如下：

- a) 液体样品直接测试；
- b) 固体样品溶液的浓度为 10 g/L；
- c) 被测溶液的温度为  $(20 \pm 1)$  °C；
- d) 被测溶液应清澈，如有沉淀应滤去。

## 12.4 试验步骤

12.4.1 外加剂的密度按照第 9 章的方法测定。

12.4.2 在测量表面张力之前，应把铂环和玻璃器皿很好地进行清洗彻底去掉油污。

12.4.3 被测液体倒入准备好的玻璃杯中约 20 mm~25 mm 高，将其放在仪器托盘的中间位置。按下操作面板的“上升”按钮，铂金环与被测溶液接触，并使铂金环浸入到液体 5 mm~7 mm 深。按下“停”的按钮，再按“下降”按钮，托盘和被测液体开始下降。直至环被拉脱离液面，记录显示器上的最大值  $P$ 。

12.4.4 空白试验用无水乙醇作标样，测定其表面张力，测定值与理论值之差不得超过 0.5 mN/m。

## 12.5 结果与计算

溶液表面张力  $\sigma$  按式(10)计算：

$$\sigma = F \cdot P \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中：

$\sigma$ ——溶液的表面张力，单位为毫牛每米(mN/m)；

$F$ ——校正因子；

$P$ ——显示器上的最大值，单位为毫牛每米(mN/m)。

校正因子  $F$  按式(11)计算：

$$F = 0.725 0 + \sqrt{\frac{0.014 52P}{C^2(\rho - \rho_0)} + 0.045 34 - \frac{1.679}{R/r}} \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中：

$C$ ——铂环周长  $2\pi R$ ，单位为厘米(cm)；

$\rho$ ——被测溶液密度，单位为克每毫升(g/mL)；

$\rho_0$ ——空气密度，单位为克每毫升(g/mL)；

$R$ ——铂环内半径和铂丝半径之和，单位为厘米(cm)；

$r$ ——铂丝半径，单位为厘米(cm)。

## 12.6 重复性限和再现性限

重复性限为 1.0 mN/m，再现性限为 1.5 mN/m。

## 13 氯离子含量

### 13.1 电位滴定法

#### 13.1.1 原理

用电位滴定法,以银电极或氯电极为指示电极,其电势随  $\text{Ag}^+$  浓度而变化。以甘汞电极为参比电极,用电位计或酸度计测定两电极在溶液中组成原电池的电动势,银离子与氯离子反应生成溶解度很小的氯化银白色沉淀。在等当点前滴入硝酸银生成氯化银沉淀,两电极间电势变化缓慢,等当点时氯离子全部生成氯化银沉淀,这时滴入少量硝酸银即引起电势急剧变化,指示出滴定终点。

#### 13.1.2 试剂与仪器

##### 13.1.2.1 试剂

所用的试剂要求如下。

- 硝酸(1+1)。
- 硝酸银溶液(1.7 g/L):准确称取约 1.7 g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ ),用水溶解,放入 1 L 棕色容量瓶中稀释至刻度,摇匀,用 0.010 0 mol/L 氯化钠标准溶液对硝酸银溶液进行标定。
- 硝酸银溶液(17 g/L):准确称取约 17 g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ ),用水溶解,放入 1 L 棕色容量瓶中稀释至刻度,摇匀,用 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液对硝酸银溶液进行标定。
- 氯化钠标准溶液(0.010 0 mol/L):称取约 5 g 氯化钠(基准试剂),盛在称量瓶中,于 130 °C ~ 150 °C 烘干 2 h,在干燥器内冷却后精确称取 0.584 4 g,用水溶解并稀释至 1 L,摇匀。
- 氯化钠标准溶液(0.100 0 mol/L):称取约 10 g 氯化钠(基准试剂),盛在称量瓶中,于 130 °C ~ 150 °C 烘干 2 h,在干燥器内冷却后精确称取 5.844 3 g,用水溶解并稀释至 1 L,摇匀。

##### 13.1.2.2 标定硝酸银溶液(1.7 g/L 或者 17 g/L)

用移液管吸取 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 的氯化钠标准溶液 10 mL 于烧杯中,加水稀释至 200 mL,加 4 mL 硝酸(1+1),在电磁搅拌下,用硝酸银溶液以电位滴定法测定终点,过等当点后,在同一溶液中再加入 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液 10 mL,继续用硝酸银溶液滴定至第二个终点,用二次微商法计算出硝酸银溶液消耗的体积  $V_{01}$  和  $V_{02}$ 。

体积  $V_0$  按式(12)计算:

$$V_0 = V_{02} - V_{01} \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

$V_0$ ——10 mL 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液消耗硝酸银溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{02}$ ——空白试验中 200 mL 水,加 4 mL 硝酸(1+1)和加 20 mL 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液所消耗硝酸银溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{01}$ ——空白试验中 200 mL 水,加 4 mL 硝酸(1+1)和加 10 mL 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液所消耗硝酸银溶液的体积,单位为毫升(mL)。

硝酸银溶液的浓度  $c$  按式(13)计算:

$$c = \frac{c'V'}{V_0} \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

$c$  ——硝酸银溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c'$  ——氯化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V'$  ——氯化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

以上计算示例见附录 C。

### 13.1.2.3 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 电位测定仪、酸度仪或者全自动氯离子测定仪;
- b) 银电极或氯电极;
- c) 甘汞电极;
- d) 电磁搅拌器;
- e) 滴定管(25 mL);
- f) 移液管(10 mL);
- g) 天平:分度值为 0.000 1 g。

### 13.1.3 试验步骤

13.1.3.1 对于可溶性试样,准确称取试样 0.500 0 g~5.000 0 g( $m_{11}$ ),放入烧杯中,加 200 mL 水和 4 mL 硝酸(1+1),使溶液呈酸性,搅拌至完全溶解。

13.1.3.2 对于不溶性试样,准确称取试样 0.500 0 g~5.000 0 g( $m_{11}$ ),放入烧杯,加入 20 mL 水,搅拌使试样分散然后在搅拌下加入 20 mL 硝酸(1+1),加水稀释至 200 mL,加入 2 mL 过氧化氢,盖上表面皿,加热煮沸 1 min~2 min,冷却至室温。

13.1.3.3 用移液管加入 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 的氯化钠标准溶液 10 mL,烧杯内加入电磁搅拌子,将烧杯放在电磁搅拌器上,开动搅拌器并插入银电极(或氯电极)及甘汞电极,两电极与电位计或酸度计相连接,用硝酸银溶液缓慢滴定,记录电势和对应的滴定管读数。

13.1.3.4 接近等当点时,应缓慢滴加硝酸银溶液,每次定量加入 0.10 mL,当电势发生突变时,表示等当点已过,此时继续滴入硝酸银溶液,直至电势趋向变化平缓。得到第一个终点时硝酸银溶液消耗的体积。

13.1.3.5 在同一溶液中,用移液管再加入 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液 10 mL(此时溶液电势降低),继续用硝酸银溶液滴定,直至第二个等当点出现,记录电势和对应的 0.01 mol/L 硝酸银溶液消耗的体积。

13.1.3.6 空白试验在干净的烧杯中加入 200 mL 水和 4 mL 硝酸(1+1)。用移液管加入 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液 10 mL,在不加入试样的情况下,在电磁搅拌下,缓慢滴加硝酸银溶液,记录电势和对应的滴定管读数,直至第一个终点出现。过等当点后,在同一溶液中,再用移液管加入 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液 10 mL,继续用硝酸银溶液滴定至第二个终点,用二次微商法计算出硝酸银溶液消耗的体积  $V_{01}$  及  $V_{02}$ 。

### 13.1.4 结果与计算

用二次微商法计算结果。通过电压对体积二次导数(即  $\Delta E^2/\Delta V^2$ )变成零的办法来求出滴定终点。假如在邻近等当点时,每次加入的硝酸银溶液是相等的,此函数( $\Delta E^2/\Delta V^2$ )必定会在正负两个符号发生变化的体积之间的某一点变成零,对应这一点的体积即为终点体积,可用内插法求得。

外加剂中氯离子所消耗的硝酸银体积  $V$  按式(14)计算:

$$V = \frac{(V_1 - V_{01}) + (V_2 - V_{02})}{2} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$V_{01}$ ——试样溶液加 10 mL 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液所消耗的硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_{02}$ ——试样溶液加 20 mL 0.010 0 mol/L 或 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液所消耗的硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL)。

外加剂中氯离子含量  $\omega_{\text{Cl}^-}$  按式(15)计算:

$$\omega_{\text{Cl}^-} = \frac{c \times V \times 35.45}{m_{11} \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

$\omega_{\text{Cl}^-}$ ——氯离子含量;

$c$ ——硝酸银溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——外加剂中氯离子所消耗硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL);

$m_{11}$ ——外加剂样品质量,单位为克(g)。

当氯离子含量不大于 0.500% 时,使用浓度为 0.010 0 mol/L 的氯化钠标准溶液和 1.7 g/L 的硝酸银溶液检测。当氯离子含量大于 0.500% 时,使用浓度为 0.100 0 mol/L 的氯化钠标准溶液和 17 g/L 的硝酸银溶液检测。

以上计算示例见附录 C。

### 13.1.5 重复性限和再现性限

外加剂中氯离子含量的重复性和再现性限见表 1。

表 1 氯离子重复性限和再现性限

Cl <sup>-</sup> 含量范围	≤0.500%	>0.500%
重复性限	0.010%	0.025%
再现性限	0.020%	0.030%

## 13.2 离子色谱法

### 13.2.1 原理

样品溶液经阴离子色谱柱分离,溶液中的阴离子 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 被分离,同时被电导池检测。测定溶液中氯离子峰面积或峰高。

### 13.2.2 试剂与仪器

#### 13.2.2.1 试剂

所需试剂及要求如下。

- 氮气:纯度不小于 99.8%。
- 硝酸:优级纯。
- 实验室用水:一级水(电阻率小于 18 mΩ·cm,0.2 μm 超滤膜过滤)。
- 氯离子标准溶液(1 mg/mL):准确称取预先在(550~600)°C 加热(40~50) min 后,并在干燥器中冷却至室温的氯化钠(标准试剂)1.648 g,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
- 氯离子标准溶液(100 μg/mL):准确移取上述标准溶液 100 mL 至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀

释至刻度。

- f) 氯离子标准溶液系列:准确移取 1 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL 氯离子标准溶液 (100 μg/mL)至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此标准溶液系列浓度分别为:1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、15 μg/mL、20 μg/mL、25 μg/mL。

13.2.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 离子色谱仪:包括电导检测器、抑制器、阴离子分离柱、进样定量环(25 μL、50 μL、100 μL)。
  - b) 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器或微填充床抑制器。
  - c) On Guard Rp 柱:功能基为聚二乙烯基苯。
  - d) 淋洗液体系选择:
    - 1) 碳酸盐淋洗液体系:阴离子柱填料为聚苯乙烯、有机硅、聚乙烯醇或聚丙烯酸酯阴离子交换树脂。
    - 2) 氢氧化钾淋洗液体系:阴离子色谱柱 IonPacAs18 型分离柱(250 mm×4 mm)和 IonPacAG18 型保护柱(50 mm×4 mm);或性能相当的离子色谱柱。
  - e) 0.22 μm 水性针头微孔滤器。
  - f) 注射器:1.0 mL、2.5 mL。
- 离子色谱仪检出限:0.01 μg/mL。

13.2.3 试验步骤

13.2.3.1 准确称取 1 g( $m_{12}$ )外加剂试样,精确至 0.1 mg。放入 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水和 5 滴硝酸溶解试样。试样能被水溶解时,直接移入 100 mL 容量瓶,稀释至刻度;当试样不能被水溶解时,加入 5 滴硝酸,加热煮沸,微沸 1 min~2 min,再用快速滤纸过滤,滤液用 100 mL 容量瓶承接,用水稀释至刻度。

13.2.3.2 混凝土外加剂中的可溶性有机物可用 On Guard RP 柱去除。

13.2.3.3 将上述处理好的溶液注入离子色谱中分离,得到色谱图,测定所得色谱峰的峰面积或峰高。

13.2.3.4 在重复性条件下进行空白试验。将氯离子标准溶液系列分别在离子色谱中分离,得到色谱图,测定所得色谱峰的峰面积或峰高。以氯离子浓度为横坐标,峰面积或峰高为纵坐标绘制标准曲线。

13.2.4 结果与计算

将样品的氯离子峰面积或峰高对照标准曲线,求出样品溶液的氯离子浓度  $c_1$ ,并按照式(16)计算出试样中氯离子含量。

$$\omega_{Cl^-} = \frac{c_1 \times V_3 \times 10^{-6}}{m_{12}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

- $\omega_{Cl^-}$  —— 氯离子含量;
- $c_1$  —— 由标准曲线求得的试样溶液中氯离子的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- $V_3$  —— 样品溶液的体积,数值为 100 mL;
- $m_{12}$  —— 外加剂样品质量,单位为克(g)。

13.2.5 重复性限和再现性限

重复性限和再现性限见表 2。



表2 氯离子重复性限和再现性限

Cl <sup>-</sup> 含量范围	$\omega_{\text{Cl}^-} \leq 0.01\%$	$0.01\% < \omega_{\text{Cl}^-} \leq 0.1\%$	$0.1\% < \omega_{\text{Cl}^-} \leq 1\%$	$1\% < \omega_{\text{Cl}^-} \leq 10\%$	$\omega_{\text{Cl}^-} > 10\%$
重复性限	0.001%	0.02%	0.10%	0.20%	0.25%
再现性限	0.002%	0.03%	0.15%	0.25%	0.30%

## 14 硫酸钠含量

### 14.1 重量法

#### 14.1.1 原理

氯化钡溶液与外加剂试样中的硫酸盐生成溶解度极小的硫酸钡沉淀,称量经高温灼烧后的沉淀来计算硫酸钠的含量。

#### 14.1.2 试剂与仪器

##### 14.1.2.1 试剂

试剂要求如下:

- 盐酸(1+1);
- 氯化铵溶液(50 g/L);
- 氯化钡溶液(100 g/L);
- 硝酸银溶液(5 g/L)。

##### 14.1.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- 高温炉:最高使用温度不低于 950 °C;
- 天平:分度值为 0.000 1 g;
- 电磁电热式搅拌器;
- 瓷坩埚:18 mL~30 mL;
- 慢速定量滤纸,快速定性滤纸。

#### 14.1.3 试验步骤

14.1.3.1 准确称取试样约 0.5 g( $m_{13}$ ),于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水搅拌溶解,再加入氯化铵溶液 50 mL,加热煮沸后,用快速定性滤纸过滤,用水洗涤数次后,将滤液浓缩至 200 mL 左右,滴加盐酸(1+1)至浓缩滤液显示酸性,再加 5 滴~10 滴盐酸(1+1),煮沸后在不断搅拌下趁热滴加氯化钡溶液 10 mL,继续煮沸 15 min,取下烧杯,置于加热板上,保持 50 °C~60 °C 静置 2 h~4 h 或常温静置 8 h。

14.1.3.2 用两张慢速定量滤纸过滤,烧杯中的沉淀用 70 °C 水洗净,使沉淀全部转移到滤纸上,用温热水洗涤沉淀至无氯根为止(用硝酸银溶液检验)。将沉淀与滤纸移入预先灼烧恒重的坩埚(质量  $m_{14}$ )中,小火烘干,灰化。在 800 °C~950 °C 电阻高温炉中灼烧 30 min,然后在干燥器里冷却至室温,取出称量,再将坩埚放回高温炉中,灼烧 30 min,取出冷却至室温称量,如此反复直至恒量(质量  $m_{15}$ )。

#### 14.1.4 结果与计算

外加剂中硫酸钠含量  $\omega_{\text{Na}_2\text{SO}_4}$  按式(17)计算:

$$\omega_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = \frac{(m_{15} - m_{14}) \times 0.6086}{m_{13}} \times 100\% \dots\dots\dots (17)$$

式中:

- $\omega_{\text{Na}_2\text{SO}_4}$  —— 硫酸钠含量;
- $m_{15}$  —— 灼烧后滤渣加坩埚质量,单位为克(g);
- $m_{14}$  —— 空坩埚质量,单位为克(g);
- $m_{13}$  —— 试样质量,单位为克(g);
- 0.6086 —— 硫酸钡换算成硫酸钠的系数。

#### 14.1.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.50%,再现性限为 0.80%。

### 14.2 离子交换重量法

#### 14.2.1 原理

采用重量法测定,试样加入氯化铵溶液沉淀处理过程中,发现絮凝物而不易过滤时改用离子交换重量法。经过前处理后,氯化钡溶液与外加剂试样中的硫酸盐生成溶解度极小的硫酸钡沉淀,称量经高温灼烧后的沉淀来计算硫酸钠的含量。

#### 14.2.2 试剂与仪器

##### 14.2.2.1 试剂

试剂要求如下:

- a) 盐酸(1+1);
- b) 氯化铵溶液(50 g/L);
- c) 氯化钡溶液(100 g/L);
- d) 硝酸银溶液(1 g/L);
- e) 预先经活化处理过的 717-OH 型阴离子交换树脂。

##### 14.2.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 高温炉:最高使用温度不低于 950 °C;
- b) 天平:分度值为 0.000 1 g;
- c) 电磁电热式搅拌器;
- d) 瓷坩埚:18 mL~30 mL;
- e) 慢速定量滤纸,快速定性滤纸。

#### 14.2.3 试验步骤

14.2.3.1 准确称取外加剂样品 0.200 0 g~0.500 0 g,置于盛有 6 g 717-OH 型阴离子交换树脂的 100 mL 烧杯中,加入 60 mL 水和电磁搅拌棒,在电磁电热式搅拌器上加热至 60 °C~65 °C,搅拌 10 min,进行离子交换。

14.2.3.2 将烧杯取下,用快速定性滤纸于三角漏斗上过滤,弃去滤液。

14.2.3.3 然后用 50 °C~60 °C 氯化铵溶液洗涤树脂 5 次,再用温水洗涤 5 次,将洗液收集于另一干净的 300 mL 烧杯中,滴加盐酸(1+1)至溶液显示酸性,再多加 5 滴~10 滴盐酸(1+1),煮沸后在不断搅拌下趁热滴加氯化钡溶液 10 mL,继续煮沸 15 min,取下烧杯,置于加热板上保持 50 °C~60 °C,静置 2 h~4 h 或常温静置 8 h。

14.2.4 重复 14.1.3 的步骤。

#### 14.2.5 结果与计算

同 14.1.4。

#### 14.2.6 重复性限和再现性限

同 14.1.5。

### 15 水泥净浆流动度

#### 15.1 原理

在水泥净浆搅拌机中,加入一定量的水泥、外加剂和水进行搅拌。将搅拌好的净浆注入截锥圆模内,提起截锥圆模,测定水泥净浆在玻璃平面上自由流淌的最大直径。

#### 15.2 材料与仪器

##### 15.2.1 材料

所需材料及要求如下:

- a) 水泥:符合 GB 175 的要求;
- b) 外加剂;
- c) 水:( $20 \pm 2$ ) $^{\circ}\text{C}$ 。

##### 15.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 双转双速水泥净浆搅拌机:符合 JC/T 729 的要求;
- b) 截锥圆模:上口直径为 36 mm,下口直径为 60 mm,高度为 60 mm,内壁光滑无缝隙的金属制品;
- c) 玻璃板:400 mm $\times$ 400 mm $\times$ 5 mm;
- d) 秒表:精度为 $\pm 0.1$  s;
- e) 钢直尺:300 mm;
- f) 刮刀;
- g) 天平:分度值为 0.01 g;
- h) 天平:分度值为 1 g。

#### 15.3 环境条件

环境温度:( $20 \pm 2$ ) $^{\circ}\text{C}$ 。

#### 15.4 试验步骤

15.4.1 将玻璃板放置在水平位置,用湿布抹擦玻璃板、截锥圆模、搅拌器及搅拌锅,使其表面湿而不带水渍。将截锥圆模放在玻璃板的中央,并用湿布覆盖待用。

15.4.2 于搅拌锅中加入推荐掺量的外加剂及 87 g 或 105 g 水,加入水泥 300 g。立即搅拌(慢速 120 s,停 15 s,快速 120 s)。

15.4.3 将拌好的净浆迅速注入截锥圆模内,用刮刀刮平,将截锥圆模按垂直方向提起,任水泥净浆在玻璃板上流动,用直尺量取流淌部分互相垂直的两个方向的最大直径,从加水开始计时至测量完毕总时间不超过 6 min,且净浆流动时间为 30 s,取平均值作为水泥净浆流动度。

#### 15.5 结果表示

表示净浆流动度时,需注明用水量,所用水泥的强度等级、名称、型号及生产厂和外加剂掺量。

## 15.6 重复性限和再现性限

重复性限为 5 mm,再现性限为 10 mm。

## 16 胶砂减水率

### 16.1 原理

先测定基准胶砂流动度的用水量,再测定掺外加剂胶砂流动度的用水量,经计算得出水泥胶砂减水率。

### 16.2 材料与仪器

#### 16.2.1 材料

所需材料及要求如下:

- a) 水泥:符合 GB 175 的要求;
- b) 水泥强度检验用 ISO 标准砂:符合 GB/T 17671 的要求;
- c) 外加剂;
- d) 水:( $20\pm 2$ ) $^{\circ}\text{C}$ 。

#### 16.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 胶砂搅拌机:符合 JC/T 681 的要求;
- b) 跳桌、截锥圆模及模套、捣棒、卡尺均应符合 GB/T 2419 的规定;
- c) 抹刀;
- d) 天平:分度值为 0.01 g;
- e) 天平:分度值为 1 g。

### 16.3 环境条件

环境温度:( $20\pm 2$ ) $^{\circ}\text{C}$

### 16.4 试验步骤

#### 16.4.1 基准砂浆流动度用水量的测定

16.4.1.1 先使搅拌机处于待工作状态,然后按以下程序进行操作:把水加入锅里,再加入水泥 450 g,把锅放在固定架上,上升至固定位置,然后立即开动机器,低速搅拌 30 s 后,在第二个 30 s 开始的同时均匀地将标准砂加入,机器转至高速再拌 30 s。停拌 90 s,在第一个 15 s 内用一抹刀将叶片和锅壁上的胶砂刮入锅中间,在高速下继续搅拌 60 s,各个阶段搅拌时间误差应在 $\pm 1$  s 以内。

16.4.1.2 在拌和砂浆的同时,用湿布抹擦跳桌的玻璃台面,捣棒、截锥圆模及模套内壁,并把它们置于玻璃台面中心,盖上湿布,备用。

16.4.1.3 将拌好的砂浆迅速地分两次装入模内,第一次装至截锥圆模的三分之二处,用抹刀在相互垂直的两个方向各划 5 次,并用捣棒自边缘向中心均匀捣 15 次,接着装第二层砂浆,装至高出截锥圆模约 20 mm,用抹刀划 10 次,同样用捣棒捣 10 次,在装胶砂与捣实时,用手将截锥圆模按住,不要使其产生移动。

16.4.1.4 捣好后取下模套,用抹刀将高出截锥圆模的砂浆刮去并抹平,随即将截锥圆模垂直向上提起



置于台上,立即开动跳桌,以每秒一次的频率使跳桌连续跳动 25 次。

16.4.1.5 跳动完毕用卡尺量出砂浆底部流动直径,取互相垂直的两个直径的平均值为该用水量时的砂浆流动度,用 mm 表示。

16.4.1.6 重复上述步骤,直至流动度达到 $(180 \pm 5)$  mm。当砂浆流动度为 $(180 \pm 5)$  mm 时的用水量即为基准砂浆流动度的用水量。

#### 16.4.2 掺外加剂胶砂流动度用水量的测定

将水和外加剂加入锅里搅拌均匀,按 16.4.1 的操作步骤测出掺外加剂砂浆流动度达 $(180 \pm 5)$  mm 时的用水量。

#### 16.5 结果与计算

胶砂减水率按式(18)计算,同时注明所用水泥的等级、名称、型号及生产厂。

$$\omega_{wr} = \frac{w_2 - w_3}{w_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中:

$\omega_{wr}$ ——胶砂减水率;

$w_2$ ——基准砂浆流动度为 $(180 \pm 5)$  mm 时的用水量,单位为克(g);

$w_3$ ——掺外加剂的砂浆流动度为 $(180 \pm 5)$  mm 时的用水量,单位为克(g)。

#### 16.6 重复性限和再现性限

重复性限为 1.00%,再现性限为 1.50%。

### 17 碱含量

#### 17.1 火焰光度法

##### 17.1.1 原理

对于易溶于水的试样用约 80 °C 的热水溶解,对于不溶于水的样品使用氢氟酸溶样,以氨水分离铁、铝;以碳酸铵分离钙、镁。滤液中的碱(钾和钠),采用相应的滤光片,用火焰光度计进行测定。

##### 17.1.2 试剂与仪器

###### 17.1.2.1 试剂

所需试剂及要求如下。

- a) 盐酸(1+1)。
- b) 氨水(1+1)。
- c) 碳酸铵溶液(100 g/L):在烧杯中称取 10 g 碳酸铵,加水溶解,转移至 100 mL 容量瓶,定容,摇匀。
- d) 氧化钾、氧化钠标准溶液:精确称取已在 130 °C~150 °C 烘过 2 h 的氯化钾(KCl 光谱纯)0.792 0 g 及氯化钠(NaCl 光谱纯)0.943 0 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,转移至干燥的带盖的塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于氧化钾及氧化钠 0.5 mg。
- e) 甲基红指示剂(2 g/L 乙醇溶液)。
- f) 氢氟酸。



17.1.2.2 仪器

所需仪器及要求如下：

- a) 火焰光度计；
- b) 天平：分度值为 0.000 1 g。

17.1.3 试验步骤

17.1.3.1 标准曲线的绘制

分别向 100 mL 容量瓶中注入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL 的氧化钾、氧化钠标准溶液（分别相当于氧化钾、氧化钠各 0.00 mg、0.50 mg、1.00 mg、2.00 mg、4.00 mg、6.00 mg），用水稀释至标线，摇匀，然后分别于火焰光度计上按仪器使用规程进行测定，根据测得的检流计读数与溶液的浓度关系，分别绘制氧化钾及氧化钠的标准曲线。

17.1.3.2 样品的测定

测定步骤如下：

- a) 对于溶于水的试样，按照表 3 于 150 mL 的瓷蒸发皿中准确称取一定量的试样  $m_{16}$ ，用 80 °C 左右的热水润湿并稀释至 30 mL，置于电热板上加热蒸发，保持微沸 5 min 后取下，冷却。
- b) 对于不溶于水的试样，按照表 3 于铂金皿（或聚四氟乙烯器皿）中准确称取一定量的试样  $m_{16}$ ，精确至 0.000 1 g，加少量水润湿。加入 10 mL 氢氟酸和 15~20 滴硫酸(1+1)，放入通风处内的电热板上低温加热，近千时摇动铂皿，以防溅失，待氢氟酸驱尽后升高温度，继续加热至三氧化硫白烟冒尽，取下冷却。加入 50 mL 热水，用胶头扫棒压碎残渣使其分散。
- c) 加 1 滴甲基红指示剂，滴加氨水(1+1)，使溶液呈黄色；加入 10 mL 碳酸铵溶液，搅拌，置于电热板上加热并保持微沸 10 min，用中速滤纸过滤，以热水充分洗涤，滤液及洗液盛于容量瓶中，冷却至室温，以盐酸(1+1)中和至溶液呈红色，然后用水稀释至标线，摇匀，以火焰光度计按仪器使用规程进行测定。称样量及稀释倍数见表 3。同时进行空白试验。在标准曲线上查得氧化钾质量  $c_2$ ，氧化钠质量  $c_3$ 。

表 3 称样量及稀释倍数

碱含量	称样量 g	稀释体积 mL	稀释倍数(n)
$\omega_s \leq 1.00\%$	0.20	100	1.0
$1.00\% < \omega_s \leq 5.00\%$	0.10	250	2.5
$5.00\% < \omega_s \leq 10.00\%$	0.05	250 或 500	2.5 或 5
$\omega_s > 10.00\%$	0.05	500 或 1 000	5 或 10

17.1.4 结果与计算

17.1.4.1 氧化钾含量

氧化钾含量  $\omega_{K_2O}$  按式(19)计算：

$$\omega_{K_2O} = \frac{c_2 \times n}{m_{16} \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (19)$$

式中:

$\omega_{K_2O}$ ——氧化钾含量;

$c_2$ ——在标准曲线上查得每 100 mL 被测定液中氧化钾的含量,单位为毫克(mg);

$n$ ——被测溶液的稀释倍数;

$m_{16}$ ——试样质量,单位为克(g)。

#### 17.1.4.2 氧化钠含量

氧化钠含量  $\omega_{Na_2O}$  按式(20)计算:

$$\omega_{Na_2O} = \frac{c_3 \times n}{m_{16} \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中:

$\omega_{Na_2O}$ ——氧化钠含量;

$c_3$ ——在标准曲线上查得每 100 mL 被测溶液中氧化钠的含量,单位为毫克(mg);

$n$ ——被测溶液的稀释倍数;

$m_{16}$ ——试样质量,单位为克(g)。

#### 17.1.4.3 碱含量 $\omega_a$ 的计算

碱含量  $\omega_a$  按式(21)计算:

$$\omega_a = 0.658 \times \omega_{K_2O} + \omega_{Na_2O} \quad \dots\dots\dots (21)$$

式中:

$\omega_a$ ——碱含量,%。

#### 17.1.5 重复性限和再现性限

重复性限和再现性限见表 4。

表 4 不同浓度碱含量的重复性限和再现性限

碱含量	重复性限	再现性限
$\leq 1.00\%$	0.10%	0.15%
$> 1.00\% \sim 5.00\%$	0.20%	0.30%
$> 5.00\% \sim 10.00\%$	0.30%	0.50%
$> 10.00\%$	0.50%	0.80%

## 17.2 原子吸收分光光度法

### 17.2.1 原理

以氢氟酸-高氯酸分解试样,制成溶液,用铈盐消除硅、铝、钛的干扰,在空气-乙炔火焰中,于相应波长处测定溶液的吸光度。

### 17.2.2 试剂与仪器

#### 17.2.2.1 试剂

所需试剂及要求如下。

- a) 氢氟酸。
- b) 高氯酸。
- c) 盐酸(1+1)。
- d) 氯化锶溶液(锶 50 g/L):称取 152 g 优级纯六水(SrCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O)氯化锶溶于水中,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中备用。
- e) 氧化钾、氧化钠混合标准溶液:分别移取 200 mL 0.5 mg/mL 氧化钾氧化钠标准溶液于 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含 0.1 mg 氧化钾、0.1 mg 氧化钠。分别移取上述混合标准溶液 0 mL、1 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL、15 mL 于 250 mL 容量瓶中,各加入 30 mL(1+1)盐酸及 20 mL 氯化锶溶液,稀释至标线,摇匀,备用。

17.2.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 原子吸收分光光度计;
- b) 天平:分度值为 0.000 1 g。

17.2.3 试验步骤

17.2.3.1 称取试样约 0.1 g(*m*<sub>17</sub>),精确到 0.000 1 g,置于铂皿中,用少量水润湿,加 1 mL 高氯酸和 10 mL 氢氟酸,置于低温电热板蒸发至冒白烟,取下放冷。加 3 mL~5 mL 氢氟酸,继续蒸发至高氯酸白烟耗尽,取下放冷。加入 15 mL 盐酸(1+1)加热溶解,放冷。转移至 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氯化锶溶液,用水稀释至标线,摇匀,此溶液用于测定氧化钾、氧化钠。

17.2.3.2 将原子吸收分光光度计调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,用各元素空心阴极灯,于下述波长处(见表 5),以水校零测定溶液的吸光度。测量标准溶液和被测溶液,测得标准溶液的吸光度作为相对应的浓度的函数,绘制标准曲线。读取被测溶液的吸光度,在标准曲线上查得相应浓度 *c*<sub>K<sub>2</sub>O</sub>、*c*<sub>Na<sub>2</sub>O</sub>。

表 5 各元素测定波长

元素	K	Na
测定波长/nm	766.5	589.0

17.2.4 结果与计算

氧化钾含量 *ω*<sub>K<sub>2</sub>O</sub>按式(22)计算:

$$\omega_{K_2O} = \frac{c_{K_2O} \times 250}{m_{17} \times 10^6} \times 100\% = \frac{c_{K_2O} \times 0.025}{m_{17}} \dots\dots\dots (22)$$

式中:

- ω*<sub>K<sub>2</sub>O</sub>——氧化钾含量;
- c*<sub>K<sub>2</sub>O</sub>——扣除空白试验值后测定的氧化钾的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- 250——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m*<sub>17</sub>——称取试样的质量,单位为克(g)。

氧化钠含量 *ω*<sub>Na<sub>2</sub>O</sub>按式(23)计算:

$$\omega_{Na_2O} = \frac{c_{Na_2O} \times 250}{m_{17} \times 10^6} \times 100\% = \frac{c_{Na_2O} \times 0.025}{m_{17}} \dots\dots\dots (23)$$

式中：

$\omega_{\text{Na}_2\text{O}}$ ——氧化钠含量；

$c_{\text{Na}_2\text{O}}$ ——扣除空白试验值后测定的氧化钠的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

250——测定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$m_{17}$ ——称取试样的质量，单位为克(g)。

碱含量的计算见 17.1.4.3。

#### 17.2.5 重复性限和再现性限

重复性限和再现性限见表 6。

表 6 原子吸收光谱法测定氧化钾或氧化钠重复性限和再现性限

成分	重复性限	再现性限
$\text{K}_2\text{O}$	0.10%	0.15%
$\text{Na}_2\text{O}$	0.05%	0.10%

## 附录 A

(资料性)

有效成分

### A.1 原理

用干燥恒重后的样品,经过红外光谱测试仪进行测试,将测试结果与企业提供的样品的红外光谱进行比较,用于定性确定样品的成分(适用于有机类添加剂)。

### A.2 试剂与仪器

#### A.2.1 试剂

所用试剂:溴化钾。

#### A.2.2 仪器

所需仪器及要求如下:

- a) 红外光谱仪:光谱范围:  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}\sim 400\ \text{cm}^{-1}$ ,最高分辨率: $0.003\ 5\ \text{cm}^{-1}$ ;
- b) 干燥箱或真空干燥箱:同 8.1.2 或 8.2.2。

### A.3 环境条件

温湿度要求:室内温度  $18\ ^\circ\text{C}\sim 25\ ^\circ\text{C}$ ,相对湿度 $\leq 70\%$ 。

### A.4 试验步骤

A.4.1 将做过含固量或者含水率后的试样取出,用溴化钾粉末进行压片,试样的质量分数为 1%。也可根据测试要求调整含量,调整范围为 0.25%~1.5%。

A.4.2 波数范围为  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}\sim 400\ \text{cm}^{-1}$ 。

A.4.3 压片后的样品放置在仪器设备相对应的支架进行测量。

A.4.4 完成测量后,查看图谱是否有相应的特征峰。



## 附录 B

(资料性)

## 纯水的密度和温度的对应关系

纯水的密度与温度的对应关系见表 B.1。

表 B.1 纯水的密度和温度的对应关系

温度/℃	水的密度/(g/cm <sup>3</sup> )
18.0	0.998 6
18.5	0.998 5
19.0	0.998 4
19.5	0.998 3
20.0	0.998 2
20.5	0.998 1
21.0	0.998 0

## 附录 C

(资料性)

## 二次微商法计算混凝土外加剂中氯离子百分含量示例

## C.1 空白试验及硝酸银浓度的标定

空白试验记录格式见表 C.1。

表 C.1 空白试验记录示例

加 10 mL 0.010 0 mol/L 氯化钠				加 20 mL 0.010 0 mol/L 氯化钠			
滴加硝酸银 体积 $V_{01}$ /mL	电势 $E$ mV	$\Delta E/\Delta V$ mV/mL	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ mV/mL <sup>2</sup>	滴加硝酸银 体积 $V_{02}$ /mL	电势 $E$ mV	$\Delta E/\Delta V$ mV/mL	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ mV/mL <sup>2</sup>
10.30	242			20.20	240		
10.40	253	110	300	20.30	251	110	200
10.50	267	140	-100	20.40	264	130	-100
10.60	280	130		20.50	276	120	

计算：

$$V_{01} = 10.40 + 0.10 \times \frac{300}{300 + 100} \approx 10.48 (\text{mL})$$

$$V_{02} = 20.30 + 0.10 \times \frac{200}{200 + 100} \approx 20.37 (\text{mL})$$

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{10.00 \times 0.010 0}{20.37 - 10.48} \approx 0.010 1 (\text{mol/L})$$

## C.2 外加剂样品的试验

称取外加剂样品 0.769 6 g, 加 200 mL 蒸馏水, 溶解后加 4 mL 硝酸(1+1), 用硝酸银溶液滴定, 外加剂样品试验记录见表 C.2。

表 C.2 样品试验记录示例

加 10 mL 0.010 0 mol/L 氯化钠				加 20 mL 0.010 0 mol/L 氯化钠			
滴加硝酸银 体积 $V_1$ /mL	电势 $E$ mV	$\Delta E/\Delta V$ mV/mL	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ mV/mL <sup>2</sup>	滴加硝酸银 体积 $V_2$ /mL	电势 $E$ mV	$\Delta E/\Delta V$ mV/mL	$\Delta^2 E/\Delta V^2$ mV/mL <sup>2</sup>
13.20	244			23.20	241		
13.30	256	120	100	23.30	252	110	100
13.40	269	130	-200	23.40	264	120	-100
13.50	280	110		23.50	275	110	

计算：

$$V_1 = 13.30 + 0.1 \times \frac{100}{100 + 200} \approx 13.33 (\text{mL})$$

$$V_2 = 23.30 + 0.1 \times \frac{100}{100 + 100} = 23.35(\text{mL})$$

$$V = \frac{(13.33 - 10.48) + (23.35 - 20.37)}{2} \approx 2.92(\text{mL})$$

$$\text{Cl}^- = \frac{35.45 \times 0.0101 \times 2.92}{0.7696 \times 1000} \times 100\% \approx 0.136\%$$



参 考 文 献

- [1] GB/T 3358.2—2009 统计学词汇及符号 第2部分:应用统计
-