



中华人民共和国国家标准

GB/T 8077—2012
代替 GB/T 8077—2000

混凝土外加剂匀质性试验方法

Methods for testing uniformity of concrete admixture

2012-12-31 发布

2013-08-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 试验的基本要求 1

5 含固量 2

6 含水率 3

7 密度 4

8 细度 7

9 pH 值 7

10 表面张力..... 8

11 氯离子含量..... 9

12 硫酸钠含量 13

13 水泥净浆流动度 15

14 水泥胶砂减水率 16

15 总碱量 17

附录 A （资料性附录） 二次微商法计算混凝土外加剂中氯离子百分含量实例 20

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 8077—2000《混凝土外加剂匀质性试验方法》。

本标准与 GB/T 8077—2000 的主要差异如下：

- 本标准范围中增加了高性能减水剂，删除了膨胀剂（见第 1 章和 2000 版第 1 章）；
- 增加了含固量测定方法和含水率测定方法，删除了固体含量测定方法（见第 5 章、第 6 章和 2000 版第 4 章）；
- 表面张力试验方法中取消了界面张力仪（见第 10 章和 2000 版第 8 章）；
- 增加了离子色谱法测定氯离子试验方法（见第 11 章）；
- 删除了还原糖含量试验方法（见 2000 版第 11 章）；
- 水泥净浆流动度试验方法中设备进行了调整（见第 13 章和 2000 版第 12 章）；
- 增加了水泥胶砂减水率试验方法，删除了水泥砂浆工作性试验方法（见第 14 章和 2000 版第 13 章）；
- 增加了总碱量空白试验（见第 15 章）。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥制品标准化技术委员会(SAC/TC 197)归口。

本标准负责起草单位：苏州混凝土水泥制品研究院有限公司、浙江五龙新材股份有限公司、上海市建筑科学研究院(集团)有限公司。

本标准参加起草单位：中国建筑材料科学研究总院、中冶建筑研究总院有限公司、浙江大东吴集团建设新材料有限公司、浙江省天和建材集团有限公司、江苏海润化工有限公司、江苏特密斯混凝土外加剂有限公司、江苏超力建材科技有限公司、江苏中凯新材料有限公司、广东瑞安科技实业有限公司、河北久强建材有限公司、四川柯帅外加剂有限公司、上海中技桩业股份有限公司、张家港市一达水泥混凝土外加剂有限公司、苏州市兴邦化学建材有限公司、安徽淮河化工股份有限公司、张家港嘉成建设材料有限公司、格雷斯中国有限公司、国家水泥混凝土制品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：郭涛、王玲、王娜、田培、宋永良、姚利君、俞伟青、郎剑雷、刘恒坤、陈国忠、徐兆桐、陈宗达、沈鑫根、韩红良、丁继英、毛荣良、付长红、袁庆元、高军峰、邓成刚。

本标准所代替的历次版本发布情况为：

- GB/T 8077—1987、GB/T 8077—2000。

混凝土外加剂匀质性试验方法

1 范围

本标准规定了用于水泥混凝土中外加剂的匀质性试验方法。

本标准适用于高性能减水剂(早强型、标准型、缓凝型)、高效减水剂(标准型、缓凝型)、普通减水剂(早强型、标准型、缓凝型)、引气减水剂、泵送剂、早强剂、缓凝剂、引气剂、防水剂、防冻剂、和速凝剂共十一类混凝土外加剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 176 水泥化学分析方法

GB/T 2419 水泥胶砂流动度测定方法

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

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。

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。

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%。

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%。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数与要求

每项测定的试验次数规定为两次。用两次试验结果的平均值表示测定结果。

4.2 水

本标准所用的水为蒸馏水或同等纯度的水(水泥净浆流动度、水泥砂浆减水率除外)。

4.3 化学试剂

本标准所用的化学试剂除特别注明外,均为分析纯化学试剂。

4.4 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。

4.5 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,为避免产生失称,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。在干燥器中冷却至室温,称量。

4.6 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,通过连续灼烧 20 min 称量的方法来检查恒定质量,当连续两次称量之差小 0.000 5 g 时,即达到恒量。

4.7 检查氯离子(Cl^-)(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴蒸馏水洗漏斗的下端,用数毫升水洗滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(5%),观察试管中溶液是否浑浊,如果有浑浊,再洗涤并检验,直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

5 含固量

5.1 方法提要

将已恒量的称量瓶内放入被测液体试样于一定的温度下烘至恒量。

5.2 仪器

要求如下:

- 天平:分度值 0.000 1 g;
- 鼓风电热恒温干燥箱:温度范围 0 °C~200 °C;
- 带盖称量瓶:65 mm×25 mm;
- 干燥器:内盛变色硅胶。

5.3 试验步骤

5.3.1 将洁净带盖称量瓶放入烘箱内,于 100 °C~105 °C 烘 30 min,取出置于干燥器内,冷却 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为 m_0 。

5.3.2 将被测液体试样装入已经恒量的称量瓶内,盖上盖称出液体试样及称量瓶的总质量为 m_1 。

液体试样称量: 3.000 0 g~5.000 0 g。

5.3.3 将盛有液体试样的称量瓶放入烘箱内,开启瓶盖,升温至 100 °C~105 °C(特殊品种除外)烘干,盖上盖置于干燥器内冷却 30 min 后称量,重复上述步骤直至恒量,其质量为 m_2 。

5.4 结果表示

含固量 $X_{\text{固}}$ 按式(1)计算:

$$X_{\text{固}} = \frac{m_g - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_{\text{固}}$ 含固量, %;

m_0 ——称量瓶的质量, 单位为克(g);

m_1 ——称量瓶加液体试样的质量, 单位为克(g);

m_2 ——称量瓶加液体试样烘干后的质量, 单位为克(g)。

5.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.30 %;

再现性限为 0.50 %。

6 含水率

6.1 方法提要

将已恒量的称量瓶内放入被测粉状试样于一定的温度下烘至恒量。

6.2 仪器

要求如下:

- a) 天平: 分度值 0.000 1 g;
- b) 鼓风电热恒温干燥箱: 温度范围 0 °C ~ 200 °C;
- c) 带盖称量瓶: 65 mm × 25 mm;
- d) 干燥器: 内盛变色硅胶。

6.3 试验步骤

6.3.1 将洁净带盖称量瓶放入烘箱内, 于 100 °C ~ 105 °C 烘 30 min, 取出置于干燥器内, 冷却 30 min 后称量, 重复上述步骤直至恒量, 其质量为 m_0 。

6.3.2 将被测粉状试样装入已经恒量的称量瓶内, 盖上盖称出粉状试样及称量瓶的总质量为 m_1 。

粉状试样称量: 1.000 0 g ~ 2.000 0 g。

6.3.3 将盛有粉状试样的称量瓶放入烘箱内, 开启瓶盖, 升温至 100 °C ~ 105 °C (特殊品种除外) 烘干, 盖上盖置于干燥器内冷却 30 min 后称量, 重复上述步骤直至恒量, 其质量为 m_2 。

6.4 结果表示

含水率 $X_{\text{水}}$ 按式(2)计算:

$$X_{\text{水}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X_{\text{水}}$ ——含水率, %;

m_0 ——称量瓶的质量, 单位为克(g);

m_1 ——称量瓶加粉状试样的质量, 单位为克(g);

m_2 ——称量瓶加粉状试样烘干后的质量, 单位为克(g)。

6.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.30%；

再现性限为 0.50%。

7 密度

7.1 比重瓶法

7.1.1 方法提要

将已校正容积(V 值)的比重瓶,灌满被测溶液,在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温,在天平上称出其质量。

7.1.2 测试条件

条件如下:

- a) 被测溶液的温度为 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 如有沉淀应滤去。

7.1.3 仪器

要求如下:

- a) 比重瓶:25 mL 或 50 mL;
- b) 天平:分度值 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。

7.1.4 试验步骤

7.1.4.1 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,称量比重瓶之质量为 m_0 ,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_1 。

比重瓶在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时容积 V 按式(3)计算。

$$V = \frac{m_1 - m_0}{0.998\ 2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- V ——比重瓶在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时容积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——干燥的比重瓶质量,单位为克(g);
- m_1 ——比重瓶盛满 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水的质量,单位为克(g);
- 0.998 2 —— $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时纯水的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

7.1.4.2 外加剂溶液密度 ρ 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 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 超级恒温器内,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_2 。

7.1.5 结果表示

外加剂溶液的密度 ρ 按式(4)计算:

$$\rho = \frac{m_2 - m_0}{V} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 0.998\ 2 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——20℃时外加剂溶液密度,单位为克每毫升(g/mL);

m_2 ——比重瓶装满20℃外加剂溶液后的质量,单位为克(g)。

7.1.6 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。

7.2 液体比重天平法

7.2.1 方法提要

在液体比重天平的一端挂有一标准体积与质量之测锤,浸没于液体之中获得浮力而使横梁失去平衡,然后在横梁的V型槽里放置各种定量骑码使横梁恢复平衡,所加骑码之读数 d ,再乘以0.998 2 g/mL即为被测溶液的密度 ρ 值。

7.2.2 测试条件

测试条件同7.1.2。

7.2.3 仪器

要求如下:

- a) 液体比重天平(构造示意图1);
- b) 超级恒温器或同等条件的恒温设备。

7.2.4 试验步骤

7.2.4.1 液体比重天平的调试

将液体比重天平安装在平稳不受震动的水泥台上,其周围不得有强力磁源及腐蚀性气体,在横梁(2)的末端钩子上挂上等重砝码(8),调节水平调节螺丝(9),使横梁上的指针与托架指针成水平线相对,天平即调成水平位置;如无法调节平衡时,可将平衡调节器(3)的定位小螺丝钉松开,然后略微轻动平衡调节(3),直至平衡为止。仍将中间定位螺丝钉旋紧,防止松动。

将等重砝码取下,换上整套测锤(6),此时天平应保持平衡,允许有 $\pm 0.000\ 5$ 的误差存在。

如果天平灵敏度过高,可将灵敏度调节(4)旋低,反之旋高。

7.2.4.2 外加剂溶液密度 ρ 的测定

将已恒温的被测溶液倒入量筒(7)内,将液体比重天平的测锤浸没在量筒中被测溶液的中央,这时横梁失去平衡,在横梁V形槽与小钩上加放各种骑码后使之恢复平衡,所加骑码之读数 d ,再乘以0.998 2 g/mL,即为被测溶液的密度 ρ 值。

7.2.5 结果表示

将测得的数值 d 代入式(5)计算出密度 ρ :

$$\rho = 0.9982 \times d \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

d ——20℃时被测溶液所加骑码的数值。

7.2.6 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。

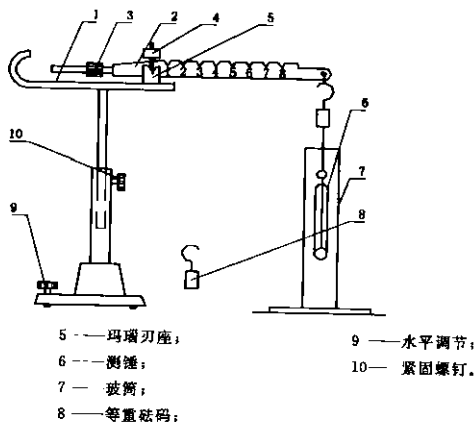


图 1 液体比重天平

7.3 精密密度计法

7.3.1 方法提要

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 ρ 值。

7.3.2 测试条件

测试条件同 7.1.2。

7.3.3 仪器

要求如下:

- 波美比重计;
- 精密密度计;
- 超级恒温器或同等条件的恒温设备。

7.3.4 试验步骤

将已恒温的外加剂倒入 500 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。

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 ρ 。

7.3.5 结果表示

测得的数据即为 20℃ 时外加剂溶液的密度。

7.3.6 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。

8 细度

8.1 方法提要

采用孔径为 0.315 mm 的试验筛,称取烘干试样倒入筛内,用人工筛样,称量筛余物质量,按式(6)计算出筛余物的百分含量。

8.2 仪器

要求如下:

a) 天平:分度值 0.001 g;

b) 试验筛:采用孔径为 0.315 mm 的铜丝网筛布。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。

8.3 试验步骤

外加剂试样应充分拌匀并经 100℃~105℃(特殊品种除外)烘干,称取烘干试样 10 g,称准至 0.001 g 倒入筛内,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,称准至 0.001 g。

8.4 结果表示

细度用筛余(%)表示按式(6)计算:

$$\text{筛余} = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——筛余物质量,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

8.5 重复性限和再现性限

重复性限为 0.40%;

再现性限为 0.60%。

9 pH 值

9.1 方法提要

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 值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℃ 时每相差一个单位 pH 值时产生 59.15 mV 的电位差,pH 值可在仪器的刻度表上直接读出。

9.2 仪器

要求如下:

- 酸度计;
- 甘汞电极;
- 玻璃电极;
- 复合电极;
- 天平:分度值 0.000 1 g。

9.3 测试条件

条件如下:

- 液体试样直接测试;
- 粉体试样溶液的浓度为 10 g/L;
- 被测溶液的温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

9.4 试验步骤

9.4.1 校正

按仪器的出厂说明书校正仪器。

9.4.2 测量

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

9.5 结果表示

酸度计测出的结果即为溶液的 pH 值。

9.6 重复性限和再现性限

重复性限为 0.2;

再现性限为 0.5。

10 表面张力

10.1 方法提要

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之大小。

10.2 测试条件

条件如下:

- 液体试样直接测试;
- 粉状试样溶液的浓度为 10 g/L;

- c) 被测溶液的温度为 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
d) 如有沉淀应滤去。

10.3 仪器

要求如下:

- a) 自动界面张力仪;
b) 天平:分度值 $0.000\text{ }1\text{ g}$ 。

10.4 试验步骤

- 10.4.1 用比重瓶或液体比重天平测定该外加剂溶液的密度。
10.4.2 在测量之前,应把铂环和玻璃器皿很好进行清洗彻底去掉油污。
10.4.3 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 。
10.4.4 被测液体倒入准备好的玻璃杯中约 $20\text{ mm} \sim 25\text{ mm}$ 高,将其放在仪器托盘的中间位置上。
10.4.5 按下操作面板的“上升”的按钮,铂环与被测溶液接触,并使铂环浸入到液体 $5\text{ mm} \sim 7\text{ mm}$ 。
10.4.6 按下“停”的按钮,再按“下降”按钮,托盘和被测液体开始下降。
10.4.7 直至铂环被拉脱离液面,记录显示器上的最大值 P 。

10.5 结果显示

溶液表面张力 σ 按式(7)计算:

$$\sigma = F \cdot P \quad (7)$$

式中:

σ —— 溶液的表面张力,单位为米牛顿每米(mN/m);
 P —— 显示器上的最大值,单位为米牛顿每米(mN/m);
 F —— 校正因子。

校正因子 F 按式(8)计算:

$$F = 0.7250 + \frac{0.6143P}{\sqrt{C^2(\rho - \rho_0)} + 0.04534} - \frac{1.679}{R/r} \quad (8)$$

式中:

C —— 铂环周长 $2\pi R$,单位为厘米(cm);
 R —— 铂环内半径和铂丝半径之和,单位为厘米(cm);
 ρ_0 —— 空气密度,单位为克每毫升(g/mL);
 ρ —— 被测溶液密度,单位为克每毫升(g/mL);
 r —— 铂丝半径,单位为厘米(cm)。

10.6 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 。

11 氯离子含量

11.1 电位滴定法

11.1.1 方法提要

用电位滴定法,以银电极或氯电极为指示电极,其电势随 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,两电极间电动势变化缓慢,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动势急剧变化,指示出滴定终点。

11.1.2 试剂

要求如下:

- 硝酸(1+1);
- 硝酸银溶液(17 g/L):准确称取约 17 g 硝酸银(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(0.100 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。

标定硝酸银溶液(17 g/L):

用移液管吸取 10 mL 0.100 0 mol/L 的氯化钠标准溶液于烧杯中,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 0.100 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} , V_{02} ,见附录 A。

体积 V_0 ,按式(9)计算:

$$V_0 = V_{02} - V_{01} \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

V_0 —— 10 mL 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_{01} ——空白试验中 200 mL 水,加 4 mL 硝酸(1+1)加 10 mL 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_{02} ——空白试验中 200 mL 水,加 4 mL 硝酸(1+1)加 20 mL 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(10)计算:

$$c = \frac{c'V'}{V_0} \quad \dots\dots\dots (10)$$

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)。

11.1.3 仪器

要求如下:

- 电位测定仪或酸度计;
- 银电极或氯电极;
- 甘汞电极;
- 电磁搅拌器;
- 滴定管(25 mL);
- 移液管(10 mL);
- 天平,分度值 0.000 1 g。

11.1.4 试验步骤

11.1.4.1 准确称取外加剂试样 0.500 0 g ~ 5.000 0 g,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,如不能完全溶解,可用快速定性滤纸过滤,并用蒸馏水洗涤残渣至无氯离子为止。

11.1.4.2 用移液管加入 10 mL 0.100 0 mol/L 的氯化钠标准溶液,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。

由于接近等当点时,电势增加很快,此时要缓慢滴加硝酸银溶液,每次定量加入 0.1 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 V_1 。

11.1.4.3 在同一溶液中,用移液管再加入 10 mL 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液(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 0.1 mol/L 硝酸银溶液消耗的体积 V_2 。

11.1.4.4 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 10 mL 0.100 0 mol/L 氯化钠标准溶液,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 0.100 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} 。

11.1.5 结果表示

用二次微商法计算结果,见附录 A。通过电压对体积二次导数(即 $\Delta^2 E/\Delta V^2$)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($\Delta^2 E/\Delta V^2$)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(11)计算:

$$V = \frac{(V_1 - V_{01}) + (V_2 - V_{02})}{2} \quad \text{.....(11)}$$

式中:

V_1 ——试样溶液加 10 mL 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_2 ——试样溶液加 20 mL 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 X_{Cl^-} 按式(12)计算:

$$X_{Cl^-} = \frac{c \times V \times 35.45}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \text{.....(12)}$$

式中:

X_{Cl^-} ——外加剂中氯离子含量, %;

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 ——外加剂样品质量,单位为克(g)。

11.1.6 重复性限和再现性限

重复性限为 0.05 %;

再现性限为 0.08 %。

11.2 离子色谱法

11.2.1 方法提要

离子色谱法是液相色谱分析方法的一种,样品溶液经阴离子色谱柱分离,溶液中的阴离子 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 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。

11.2.2 试剂和材料

要求如下:

- a) 氮气:纯度不小于99.8%。
- b) 硝酸:优级纯。
- c) 实验室用水:一级水(电导率小于 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$, $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 超滤膜过滤)。
- d) 氯离子标准溶液(1 mg/mL):准确称取预先在 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 $40\text{ min}\sim 50\text{ min}$ 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。
- e) 氯离子标准溶液($100\text{ }\mu\text{g/mL}$):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 ($100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的氯离子的标准溶液)至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此标准溶液系列浓度分别为: $1\text{ }\mu\text{g/mL}$, $5\text{ }\mu\text{g/mL}$, $10\text{ }\mu\text{g/mL}$, $15\text{ }\mu\text{g/mL}$, $20\text{ }\mu\text{g/mL}$, $25\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

11.2.3 仪器

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($25\text{ }\mu\text{L}$, $50\text{ }\mu\text{L}$, $100\text{ }\mu\text{L}$)。
- b) $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 水性针头微孔滤器。
- c) On Guard Rp柱:功能基为聚二乙烯基苯。
- d) 注射器: 1.0 mL , 2.5 mL 。
- e) 淋洗液体系选择
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。
氢氧化钾淋洗液体系:阴离子色谱柱 IonPacAs18 型分离柱($250\text{ mm}\times 4\text{ mm}$)和 IonPacAG18 型保护柱($50\text{ mm}\times 4\text{ mm}$);或性能相当的离子色谱柱。
- f) 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器或微填充床抑制器。
- g) 检出限: $0.01\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

11.2.4 试验步骤

11.2.4.1 称量和溶解

准确称取 1 g 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,采用超声和加热的方法溶解试样,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。

11.2.4.2 去除样品中的有机物

混凝土外加剂中的可溶性有机物可以用 On Guard RP 柱去除。

11.2.4.3 测定色谱图

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。

11.2.4.4 氯离子含量标准曲线的绘制

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。

11.2.5 结果表示

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(13)计算出试样中氯离子含量。

$$X_{\text{Cl}^-} = \frac{c_1 \times V_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

X_{Cl^-} ——样品中氯离子含量,%;

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($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——样品溶液的体积,单位数值为 100 毫升(mL);

m ——外加剂样品质量,单位为克(g)。

11.2.6 重复性限

表 1

Cl^- 含量范围/%	<0.01	0.01~0.1	0.1~1	1~10	>10
重复性限/%	0.001	0.02	0.10	0.20	0.25

12 硫酸钠含量

12.1 重量法

12.1.1 方法提要

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。

12.1.2 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(1 g/L)。

12.1.3 仪器

要求如下:

- 电阻高温炉:最高使用温度不低于 900 $^{\circ}\text{C}$;
- 天平:分度值 0.000 1 g;
- 电磁电热式搅拌器;
- 瓷坩埚:18 mL~30 mL;
- 烧杯:400 mL;
- 长颈漏斗;
- 慢速定量滤纸,快速定性滤纸。

12.1.4 试验步骤

12.1.4.1 准确称取试样约 0.5 g, 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, 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。

12.1.4.2 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, 用热水洗涤沉淀至无氯根为止 (用硝酸银溶液检验)。

12.1.4.3 将沉淀与滤纸移入预先灼烧恒重的坩埚中, 小火烘干, 灰化。

12.1.4.4 在 800 °C 电阻高温炉中灼烧 30 min, 然后在干燥器里冷却至室温 (约 30 min), 取出称量, 再将坩埚放回高温炉中, 灼烧 20 min, 取出冷却至室温称量, 如此反复直至恒量。

12.1.5 结果表示

外加剂中硫酸钠含量 $X_{Na_2SO_4}$ 按式 (14) 计算:

$$X_{Na_2SO_4} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.6086}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$X_{Na_2SO_4}$ —— 外加剂中硫酸钠含量, %;

m —— 试样质量, 单位为克 (g);

m_1 —— 空坩埚质量, 单位为克 (g);

m_2 —— 灼烧后滤渣加坩埚质量, 单位为克 (g);

0.6086 —— 硫酸钡换算成硫酸钠的系数。

12.1.6 重复性限和再现性限

重复性限为 0.50 %;

再现性限为 0.80 %。

12.2 离子交换重量法

12.2.1 方法提要

同 12.1.1。

12.2.2 试剂

同 12.1.2 并增加预先经活化处理过的 717-OH 型阴离子交换树脂。

12.2.3 仪器

同 12.1.3

12.2.4 试验步骤

12.2.4.1 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。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。

12.2.4.2 将烧杯取下,用快速定性滤纸于三角漏斗上过滤,弃去滤液。

12.2.4.3 然后用 50℃~60℃氯化铵溶液洗涤树脂五次,再用温水洗涤五次,将洗液收集于另一干燥的 300 mL 烧杯中,滴加盐酸(1+1)至溶液显示酸性,再加 5 滴~10 滴盐酸,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℃~60℃,静置 2 h~4 h 或常温静置 8 h。

12.2.4.4 重复 12.1.4.2~12.1.4.4 的步骤。

12.2.5 结果表示

同 12.1.5。

12.2.6 重复性限和再现性限

同 12.1.6。

13 水泥净浆流动度

13.1 方法提要

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板上自由流淌的最大直径。

13.2 仪器

要求如下:

- 反转双速水泥净浆搅拌机:符合 JC/T 729 的要求;
- 截锥圆模:上口直径 36 mm,下口直径 30 mm,高度为 60 mm,内表面光滑无接痕的金属制品;
- 玻璃板:400 mm×400 mm×5 mm;
- 秒表;
- 钢直尺:300 mm;
- 刮刀;
- 天平:分度值 0.01 g;
- 天平:分度值 1 g。

13.3 试验步骤

13.3.1 将玻璃板放置在水平位置,用湿布抹擦玻璃板、截锥圆模、搅拌机及搅拌锅,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。

13.3.2 称取水泥 300 g,倒入搅拌锅内。加入推荐掺量的外加剂及 87 g 或 105 g 水,立即搅拌(慢速 120 s,停 15 s,快速 120 s)。

13.3.3 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,同时开启秒表计时,任水泥净浆在玻璃板上流动,至 30 s,用直尺量取流淌部分互相垂直的两个方向的最大直径,取平均值作为水泥净浆流动度。

13.4 结果表示

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

13.5 重复性限和再现性限

重复性限为 5 mm;

再现性限为 10 mm。

14 水泥胶砂减水率

14.1 方法提要

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。

14.2 仪器

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、圆柱捣棒、卡尺均应符合 GB/T 2419 的规定;
- c) 抹刀;
- d) 天平:分度值 0.01 g;
- e) 天平:分度值 1 g。

14.3 材料

要求如下:

- a) 水泥;
- b) 水泥强度检验用 ISO 标准砂;
- c) 外加剂。

14.4 试验步骤

14.4.1 基准胶砂流动度用水量的测定

14.4.1.1 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砂子加入,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,在高速下继续搅拌 60 s,各个阶段搅拌时间误差应在 ± 1 s 以内。

14.4.1.2 在拌和胶砂的同时,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。

14.4.1.3 将拌好的胶砂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,接着装第二层胶砂,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。

14.4.1.4 捣好后取下模套,用抹刀将高出截锥圆模的胶砂刮去并抹平,随即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。

14.4.1.5 跳动完毕用卡尺量出胶砂底部流动直径,取互相垂直的两个直径的平均值为该用水量时的胶砂流动度,用 mm 表示。

14.4.1.6 重复上述步骤,直至流动度达到 (180 ± 5) mm。当胶砂流动度为 (180 ± 5) mm 时的用水量即为基准胶砂流动度的用水量 M_0 。

14.4.2 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 14.4.1 的操作步骤测出掺外加剂胶砂流动度达 (180 ± 5) mm 时的用水量 M_1 。

14.5 结果表示

14.5.1 胶砂减水率(%)按式(15)计算:

$$\text{胶砂减水率} = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

M_0 ——基准胶砂流动度为 (180 ± 5) mm 时的用水量,单位为克(g);

M_1 ——掺外加剂的胶砂流动度为 (180 ± 5) mm 时的用水量,单位为克(g)

14.5.2 注明所用水泥的标号、名称、型号及生产厂。

14.6 重复性限和再现性

重复性限为 1.0%;

再现性限为 1.5%。

15 总碱量

15.1 火焰光度法

15.1.1 方法提要

试样用约 80℃ 的热水溶解,以氨水分离铁、铝;以碳酸钙分离钙、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。

15.1.2 试剂与仪器

要求如下:

- 盐酸(1+1);
- 氨水(1+1);
- 碳酸铵溶液(100 g/L);
- 氧化钾、氧化钠标准溶液:精确称取已在 130℃ ~ 150℃ 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;
- 甲基红指示剂(2 g/L 乙醇溶液);
- 火焰光度计;
- 天平:分度值 0.000 1 g。

15.1.3 试验步骤

15.1.3.1 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工作曲线。

15.1.3.2 准确称取一定量的试样置于 150 mL 的瓷蒸发皿中, 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, 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 2。

15.1.3.3 同时进行空白试验。

表 2

总碱量/%	称样量/g	稀释体积/mL	稀释倍数(n)
1.00	0.20	100	1
1.00~5.00	0.10	250	2.5
5.00~10.00	0.05	250 或 500	2.5 或 5
大于 10.00	0.05	500 或 1 000	5 或 10

15.1.4 结果表示

15.1.4.1 氧化钾与氧化钠含量计量

氧化钾百分含量 X_{K_2O} 按式(16)计算:

$$X_{K_2O} = \frac{c_1 \times n}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中:

X_{K_2O} ——外加剂中氧化钾含量, %;

c_1 ——在工作曲线上查得每 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 ——试样质量, 克(g)。

氧化钠百分含量 X_{Na_2O} 按式(17)计算:

$$X_{Na_2O} = \frac{c_2 \times n}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中:

X_{Na_2O} ——外加剂中氧化钠含量, %;

c_2 ——在工作曲线上查得每 100 mL 被测溶液中氧化钠的含量, 单位为毫克(mg)。

15.1.4.2 $X_{总碱量}$ 按式(18)计算:

$$X_{总碱量} = 0.658 \times X_{K_2O} + X_{Na_2O} \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中:

$X_{总碱量}$ ——外加剂中的总碱量, %。

15.1.5 重复性限和再现性限

表 3

总碱量 / %	重复性限 / %	再现性限 / %
1.00	0.10	0.15
1.00~5.00	0.20	0.30
5.00~10.00	0.30	0.50
大于 10.00	0.50	0.80

15.2 原子吸收光谱法

见 GB/T 176—2008 中第 34 章。

附录 A

(资料性附录)

二次微商法计算混凝土外加剂中氯离子百分含量实例

A.1 空白试验及硝酸银浓度的标定

空白试验记录格式见表 A.1。

表 A.1

加 10 mL 0.100 0 mol/L 氯化钠				加 20 mL 0.100 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 ²)	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 ²)
10.30	242			20.20	240		
10.40	253	110		20.30	251	110	
10.50	267	140	300	20.40	264	130	200
10.60	280	130	-100	20.50	276	120	-100

计算:

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

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

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{10.00 \times 0.100 0}{20.37 - 10.48} = 0.101 1 (\text{mol/L})$$

A.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格式见表 A.2。

表 A.2

加 10 mL 0.100 0 mol/L 氯化钠				加 20 mL 0.100 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 ²)	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 ²)
13.20	244			23.20	241		
13.30	256	120		23.30	252	110	
13.40	269	130	100	23.40	264	120	100
13.50	280	110	-200	23.50	275	110	-100

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
混凝土外加剂匀质性试验方法
GB/T 8077—2012

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 43 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

书号: 155066·1-47238 定价 27.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

