

ICS 91.100.10
Q 13
备案号:40951—2013

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2190—2013

建筑干混砂浆用纤维素醚

Cellulose ether for dry-mixed mortar

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：北京建筑材料科学研究总院有限公司。

本标准参加起草单位：北京理工大学、泰安瑞泰纤维素醚有限公司、北京市建筑材料质量监督检验站、赫克力士天普化工有限公司、美巢集团股份公司、山东一滕化工有限公司、浙江海申化工有限公司、龙湖科技有限公司、河北志诚精细化工有限公司、浙江科泓化工有限公司、河南天盛化学工业有限公司、山东赫达股份有限公司、河北天伟化工有限公司。

本标准主要起草人：段鹏选、邵自强、孙建刚、李莹、孙玉丽、徐海涛、张晔、罗斌、张经甫、滕鸿儒、高书芳、张琳、张吉秀、罗庚望、苏春生、刘晓清、钟兴国、张建伟、杨秉强、李青。

本标准为首次发布。

建筑干混砂浆用纤维素醚

1 范围

本标准规定了建筑干混砂浆用纤维素醚的术语和定义、分类、代号和标记、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存、产品随行文件等。

本标准适用于以水泥为主要胶凝材料的建筑干混砂浆中所用的纤维素醚，包括甲基纤维素醚、羟乙基纤维素醚、羟丙基甲基纤维素醚和羟乙基甲基纤维素醚。建筑干混砂浆用其他纤维素醚、湿拌砂浆及其他干混砂浆用纤维素醚可以参照本标准。

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 625 化学试剂 硫酸
- GB/T 1346 水泥标准稠度用水量、凝结时间、安定性检测方法
- GB/T 2419 水泥胶砂流动度测定方法
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8076—2008 混凝土外加剂
- GB/T 8077 混凝土外加剂匀质性试验方法
- GB/T 17671 水泥胶砂强度检验方法(ISO法)
- JC/T 517—2004 粉刷石膏
- JC/T 547—2005 陶瓷墙地砖粘结剂
- JC/T 992—2006 墙体保温用聚苯乙烯板胶粘剂
- JGJ 63 混凝土用水标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

干混砂浆 **dry-mixed mortar**

在专业生产厂将干燥的原材料按比例混和，运至使用地点，交付后再加水(或配套组分)拌和使用的砂浆。

3.2

纤维素醚 **cellulose ether**

以天然纤维素为原料，在一定条件下经过碱化、醚化反应生成的一系列纤维素衍生物的总称，是纤维素分子链上羟基被醚基团取代的产品。

3.3

粘度 viscosity

指纤维素醚水溶液流动或受外力作用移动时分子间产生的内摩擦力的量度,与纤维素醚的聚合度直接相关。

3.4

标注粘度 marking viscosity

纤维素醚产品所标注的名义粘度值。

3.5

保水率 water retention rate

在规定的吸水性基材上,新拌制的湿砂浆中的水分不易被基材吸收或者向空气蒸发的能力。以原始含水量的百分数表示。

4 分类、代号和标记

4.1 分类和代号

4.1.1 表1给出了常用的纤维素醚的分类和代号。

表1 纤维素醚的分类和代号

| 分类 | 代号 |
|-----------|------|
| 甲基纤维素醚 | MC |
| 羟乙基纤维素醚 | HEC |
| 羟丙基甲基纤维素醚 | HPMC |
| 羟乙基甲基纤维素醚 | HEMC |

4.1.2 表2给出了羟丙基甲基纤维素醚基团含量、凝胶温度和代号。

表2 羟丙基甲基纤维素醚基团含量、凝胶温度和代号

| 基团含量 ^a | | 凝胶温度 ℃ | 代号 |
|-------------------|-------------|-----------|----|
| 甲氧基含量 % | 羟丙氧基含量 % | | |
| 28.0~30.0 | 7.5~12.0 | 58.0~64.0 | E |
| 27.0~30.0 | 4.0~7.5 | 62.0~68.0 | F |
| 16.5~20.0 | 23.0~32.0 | 68.0~75.0 | J |
| 19.0~24.0 | 4.0~12.0 | 70.0~90.0 | K |

^a 基团含量的测定参照附录D进行。

4.2 标记

纤维素醚产品按产品名称代号、粘度值、基团含量及凝胶温度代号、标准号的顺序标记。

示例1: 粘度为 10 000 mPa·s 的甲基纤维素醚标记如下:

MC 10000 JC/T 2190—2013

示例 2：粘度为 40 000 mPa·s、甲氧基含量为 27.0%~30.0%、羟丙氧基含量为 4.0%~7.5%、凝胶温度为 62℃~68℃的羟丙基甲基纤维素醚标记如下：

HPMC 40000 F JC/T 2190—2013

5 要求

5.1 一般要求

本标准包括的产品不对人体、生物与环境造成有害的影响，所涉及与使用有关的安全与环保要求，应符合我国相关标准和规范的规定。

5.2 技术要求

5.2.1 纤维素醚的技术要求应符合表 3 的规定。

表3 纤维素醚的技术要求

| 项目 | 技术要求 | | | | | | |
|---|--------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------|-----|
| | MC | HPMC | | | | HEMC | HEC |
| | | E | F | J | K | | |
| 外观 | 白色或微黄色粉末，无明显粗颗粒、杂质 | | | | | | |
| 细度/% ≤ | 8.0 | | | | | | |
| 干燥失重率/% ≤ | 6.0 | | | | | | |
| 硫酸盐灰分/% ≤ | 2.5 | | | | | 10.0 | |
| 粘度 ^a /mPa·s | 标注粘度值(-10%，+20%) | | | | | | |
| pH 值 | 5.0~9.0 | | | | | | |
| 透光率/% ≥ | 80 | | | | | | |
| 凝胶温度/℃ | 50.0~55.0 | 58.0~64.0 | 62.0~68.0 | 68.0~75.0 | 70.0~90.0 | ≥75.0 | — |
| ^a 本标准规定的粘度值适用于粘度范围在 1 000 mPa·s~100 000 mPa·s 之间的纤维素醚。 | | | | | | | |

5.2.2 纤维素醚改性干混砂浆的技术要求应符合表 4 的规定。

表4 纤维素醚改性干混砂浆的技术要求

| 项目 | 技术要求 | | | |
|-------------|------|------|------|-----|
| | MC | HPMC | HEMC | HEC |
| 保水率/% ≥ | 90.0 | | | |
| 滑移值/mm ≤ | 0.5 | | | |
| 终凝时间差/min ≤ | 360 | | | — |
| 拉伸粘结强度比/% ≥ | 100 | | | |

6 试验方法

6.1 试验条件

试验室温度(23±2)℃,相对湿度(50±5)%,试验区的循环风速小于0.2 m/s。

6.2 试验材料及状态调节

6.2.1 试验材料

基准水泥:符合GB 8076—2008附录A的要求。

标准砂:符合GB/T 17671的要求。

砂浆拌和用水:符合JGJ 63的要求。

蒸馏水:符合GB/T 6682—2008中4.3的要求。

混凝土板:符合JC/T 547—2005附录A的要求。

6.2.2 状态调节

试验材料及所用器具应在试验条件下放置24 h。

6.3 外观

用玻璃棒将试样薄而均匀的覆盖在干净的玻璃板表面上,且玻璃板放置于白纸上,目测颜色、粗粒和杂质。

6.4 细度

按GB/T 8077规定的细度测定方法进行,筛孔孔径为0.212 mm。

6.5 干燥失重率

按附录A的规定进行。

6.6 硫酸盐灰分

按附录A的规定进行。

6.7 粘度

按附录B的规定进行。

6.8 pH值

按附录B的规定进行。

6.9 透光率

按附录B的规定进行。

6.10 凝胶温度

按附录C的规定进行。

6.11 基准砂浆与试验砂浆的制备

6.11.1 标准筛分砂的制备

将一袋(1350±5)g标准砂倒入1.0mm方孔筛内,进行筛分,结束后将筛下物摊平再进行下一袋的筛分。筛下物混合均匀后为标准筛分砂,备用。

6.11.2 砂浆搅拌方法

称取一定量的水倒入符合GB/T 17671规定的搅拌锅中,随后加入基准砂浆或试验砂浆,把搅拌锅放在固定架上的固定位置;立即开动搅拌机,低速搅拌1min后停拌90s,用铲刀刮掉粘附在搅拌叶和搅拌锅内壁上的砂浆,并用铲刀手动搅拌3次,将其堆积于搅拌锅中间,然后再低速搅拌1min停止。停机以后,将搅拌锅从搅拌机上拿下,砂浆用铲刀搅拌10次,备用。

6.11.3 标准流动度需水量

按本标准6.11.2规定的方法搅拌基准砂浆和试验砂浆。

按GB/T 2419规定的方法检验砂浆流动度,砂浆流动度达到(170±5)mm的用水量分别为基准砂浆和试验砂浆的标准流动度需水量。

6.11.4 基准砂浆和试验砂浆的制备

6.11.4.1 基准砂浆的配制

称量基准水泥(450±2)g、标准筛分砂(1350±5)g,预混均匀成干混基准砂浆,备用。

按本标准6.11.3确定基准砂浆的标准流动度需水量。

将按标准流动度需水量称量的水加至搅拌锅内,随后加入预混均匀的干混基准砂浆,搅拌方法按本标准6.11.2进行,制得的基准砂浆备用。

6.11.4.2 试验砂浆的配制

称量基准水泥(450±2)g、标准筛分砂(1350±5)g、纤维素醚(2.7±0.1)g,预混均匀成干混试验砂浆,备用。

按本标准6.11.3确定试验砂浆的标准流动度需水量。

将按标准流动度需水量称量的水加至搅拌锅内,随后加入预混均匀的干混试验砂浆,搅拌方法按本标准6.11.2进行,制得的试验砂浆备用。

6.12 保水率

按JC/T 517—2004中6.4.4规定的方法,测定按本标准6.11.4制备的试验砂浆的保水率。

6.13 滑移值

按JC/T 547—2005附录C中抗滑移试验方法,测定按本标准6.11.4制备的试验砂浆的滑移值。

6.14 终凝时间差

按GB/T 1346中规定的凝结时间测定方法,测定按本标准6.11.4制备的基准砂浆和试验砂浆的终凝时间。

终凝时间差按公式(1)计算:

$$\Delta T = T_t - T_c \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ΔT ——终凝时间差的数值，单位为分钟(min)；
- T_c ——基准砂浆的终凝时间的数值，单位为分钟(min)；
- T_t ——试验砂浆的终凝时间的数值，单位为分钟(min)。

6.15 拉伸粘结强度比(与混凝土板)

按 JC/T 992—2006 附录 A 中的规定方法，用符合本标准 6.2.1 的混凝土板作为试板，分别测定按本标准 6.11.4 制备的基准砂浆和试验砂浆的拉伸粘结强度。

试件养护按照本标准 6.1 规定进行。强度比按公式(2)计算：

$$I = \frac{R_t}{R_c} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- I ——拉伸粘结强度比的数值，%；
- R_c ——基准砂浆拉伸粘结原强度的数值，单位为兆帕(MPa)；
- R_t ——试验砂浆拉伸粘结原强度的数值，单位为兆帕(MPa)。

7 检验规则

7.1 组批与取样

7.1.1 组批

同一型号产品以 10 t 为一批，不足 10 t 时亦按一批计。日产量小于 10 t 时，以每日的产量为一批。

7.1.2 取样

每一批为一个取样单位，按 GB/T 6679 中规定的采样方法进行取样。使用取样器从包装袋上部插入 200 mm~300 mm 深，每袋等量取样，取样总量不少于 1 000 g。

7.1.3 留样

每一批取得的试样应充分拌匀，分为两等份，分别保存在干燥、密封的容器中。一份试样按本标准规定的项目和方法进行检验；另一份留样，以备复检和仲裁。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为：外观、细度、干燥失重率、硫酸盐灰分、粘度和保水率。

7.3 型式检验

型式检验项目包括表 3 和表 4 规定的全部技术要求。在下列情况下进行型式检验：

- a) 新产品投产或老产品转厂生产的试制定型鉴定时；
- b) 原材料、配方或工艺发生变化时；
- c) 正常生产时，每年进行一次；
- d) 产品停产三个月以上恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

7.4 判定规则

7.4.1 出厂检验

经检验，全部检验项目合格，则判定该批产品为合格品。若有指标不合格时，则判定该批产品为不合格品。

7.4.2 型式检验

经检验，全部检验项目合格，则判定该产品为合格品。若有指标不合格时，应对同一批产品的不合格项目加倍取样进行复检，如该项指标仍不合格，则判定该产品为不合格品。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品外包装上应该包括：

- a) 生产厂名、地址；
- b) 商标；
- c) 产品标记；
- d) 产品净重；
- e) 生产日期与批号；
- f) 贮存与运输注意事项；
- g) 贮存期。

8.2 包装

产品宜采用带有塑料内衬的防潮型复合袋包装。

8.3 运输

在运输、装卸时，应避免不同批号的产品混装，不得扔摔、挤压，保持包装完好无损。运输过程中应避免日晒雨淋。

8.4 贮存

应按生产批号分类贮存，贮存场地应干燥、通风、防潮、防雨、防晒。贮存期从生产日期算起，企业根据产品性能自行规定，并在包装标志上明示。

9 产品随行文件

9.1 产品合格证

产品合格证应于产品交付时提供，产品合格证应包括以下内容：

- a) 产品名称、标准号；
- b) 产品生产日期；
- c) 产品标记；
- d) 检验部门印章、检验人员代号；
- e) 生产商名称。

9.2 产品使用说明书

产品使用说明书应于产品交付时提供，产品使用说明书应包括以下内容：

- a) 产品用途及使用范围；
- b) 产品性能特点；
- c) 产品使用方法及注意事项；
- d) 产品贮存要求及贮存期；
- e) 安全及其他注意事项。

附录 A

(规范性附录)

纤维素醚干燥失重率、硫酸盐灰分试验方法

A.1 范围

本附录规定了甲基纤维素醚 MC、羟乙基纤维素醚 HEC、羟丙基甲基纤维素醚 HPMC、羟乙基甲基纤维素醚 HEMC 干燥失重率、硫酸盐灰分的试验方法。

A.2 干燥失重率的测定

A.2.1 仪器设备

A.2.1.1 分析天平：精确至 0.000 1 g。

A.2.1.2 称量瓶：直径 60 mm，高度 30 mm。

A.2.1.3 烘箱：温度范围 0℃~200℃，精度±2℃。

A.2.2 测试方法

称取约 5 g (m) (精确至 0.000 1 g) 样品，平铺在称量瓶中，厚度不可超过 5 mm。放入烘箱中将瓶盖取下，置于称量瓶旁，或将瓶盖半开，于 (105±2)℃ 下干燥 2 h。将称量瓶盖好，取出放在干燥器中冷却至室温，称重。再放入烘箱中干燥 30 min，取出，冷却至室温，称重。如此反复，直至恒重 (m_1)。

A.2.3 计算结果表示

纤维素醚干燥失重率按公式 (A.1) 计算：

$$M = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

M ——样品中水分含量的数值，%；

m ——样品质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 ——干燥后样品质量的数值，单位为克 (g)。

每份试样平行测定两个结果，平行结果的差值应不大于 0.20%，取其算术平均值。

A.3 硫酸盐灰分的测定

A.3.1 仪器设备

A.3.1.1 瓷坩锅：50 mL。

A.3.1.2 马弗炉：温度范围 0℃~1 000℃。

A.3.1.3 分析天平：精确至 0.000 1 g。

A.3.1.4 烘箱：温度范围 0℃~200℃，精度±2℃。

A. 3. 2 试剂

浓硫酸：符合 GB/T 625 标准要求。

A. 3. 3 测试方法

A. 3. 3. 1 将样品在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h，冷却备用。称取约 2 g (m_2) 样品 (精确至 0.000 1 g)，放入已灼烧至恒重 (m_3) 的坩埚中，将坩埚放在加热板 (或电炉) 上，坩埚盖半开，缓缓加热使样品完全碳化 (不再冒白烟)，直到挥发成分全部离去。

A. 3. 3. 2 冷却坩埚，加入 2 mL 浓硫酸，使残留物润湿，缓慢加热至冒出白色烟雾，待白色烟雾消失后将坩埚 (半盖坩埚盖) 放入马弗炉中，设定温度为 $(750 \pm 50)^\circ\text{C}$ ，燃烧到所有的碳化物烧尽 (燃烧时间为 1 h)；关掉电源，先在马弗炉中冷却后，再放入干燥器冷却至室温，然后称重 (m_4)。

A. 3. 4 计算结果表示

硫酸盐灰分的质量百分数按公式 (A. 2) 计算：

$$N = \frac{m_4 - m_3}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中：

N ——样品的灰分含量数值，%；

m_2 ——样品的质量的数值，单位为克 (g)；

m_3 ——空坩埚质量的数值，单位为克 (g)；

m_4 ——残渣和坩埚的质量的数值，单位为克 (g)。

每份试样平行测定两个结果，平行试验允许差不超过 0.05%，取其算术平均值。

附 录 B
(规范性附录)

纤维素醚溶液粘度、pH 值和透光率的试验方法

B.1 范围

本附录规定了甲基纤维素醚 MC、羟乙基纤维素醚 HEC、羟丙基甲基纤维素醚 HPMC、羟乙基甲基纤维素醚 HEMC 溶液的粘度、pH 值和透光率的试验方法。

B.2 粘度的测定

B.2.1 仪器设备

- B.2.1.1 NDJ-1 型旋转式粘度计。
- B.2.1.2 分析天平：精确至 0.000 1 g。
- B.2.1.3 高型烧杯：400 mL。
- B.2.1.4 恒温槽：温控范围 0℃~100℃。
- B.2.1.5 温度计：分度为 0.1℃，量程 0℃~50℃。
- B.2.1.6 烘箱：温度范围 0℃~200℃，精度±2℃。

B.2.2 测试方法

B.2.2.1 HPMC、MC、HEMC 试样溶液粘度的测定

取干燥至恒重的样品约 8 g(精确至 0.000 1 g)加入到高型烧杯中，加 90℃左右的蒸馏水 392 g，用玻璃棒充分搅拌约 10min 形成均匀体系，然后放入到 0℃~5℃的冰浴中冷却 40min，冷却过程中继续搅匀至产生粘度为止。补水，将试样溶液调到试样的质量分数为 2%，除去气泡。将溶液放入恒温槽中，恒温至(20±0.1)℃，用粘度计测定其粘度。

B.2.2.2 HEC 试样溶液粘度的测定

取干燥至恒重的样品约 8 g(精确至 0.000 1 g)加入到高型烧杯中，加蒸馏水 392 g，用玻璃棒充分搅拌约 10min 形成均匀体系，待溶解完全除去气泡。将溶液放入恒温槽中，恒温至(25±0.1)℃，用粘度计测定其粘度。

测试时粘度计转子号数与转速按表 B.1 所示对应关系选择。

表B.1 粘度计转子与转速对应关系

| 转子号 | 量程 mPa·S | | | |
|-----|-------------|----------|----------|---------|
| | 60 r/min | 30 r/min | 12 r/min | 6 r/min |
| 0 | 10 | 20 | 50 | 100 |
| 1 | 100 | 200 | 500 | 1 000 |
| 2 | 500 | 1 000 | 2 500 | 5 000 |
| 3 | 2 000 | 4 000 | 10 000 | 20 000 |
| 4 | 10 000 | 20 000 | 50 000 | 100 000 |

B.2.2.3 粘度计算

粘度按公式(B.1)计算:

$$\eta = k\alpha \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

η ——试样溶液粘度的数值,单位为毫帕·秒(mPa·s);

α ——指针读数;

k ——转子系数。

平行试验允许相差不超过结果的2%,取两次试验的平均值作为最后结果。

B.3 pH值的测定

B.3.1 仪器设备

B.3.1.1 酸度计。

B.3.1.2 烘箱:温度范围0℃~200℃,精度±2℃。

B.3.1.3 磁力搅拌器。

B.3.2 试剂配制

除另有规定外,水溶液的pH值应以玻璃电极为指示电极,用酸度计进行测定。酸度计应定期检定,使精密度和准确度符合要求。仪器校正用的标准缓冲液应使用标准缓冲物质配制,配制方法如下:

B.3.2.1 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液(pH=4.01)精确称量在(115±5)℃下干燥2h~3h后的邻苯二甲酸氢钾[KHC₈H₄O₄] 10.12 g,加水使其溶解并稀释至1000 mL。

B.3.2.2 磷酸盐标准缓冲溶液(pH=6.86)精确称量在(115±5)℃下干燥2h~3h后的无水磷酸氢二钠3.533 g与磷酸二氢钾3.387 g,加水使其溶解并稀释至1000 mL。

B.3.2.3 硼砂标准缓冲液(pH=9.18)精密称取硼砂(Na₂B₄O₇·10H₂O) 3.80 g(注意避免风化),加水使溶解并稀释至100 mL,置聚乙烯塑料瓶中,密塞,避免与空气中二氧化碳接触。

B.3.3 分析步骤

测定前用以上三种标准缓冲溶液对酸度计进行校正(定位),在25℃下进行测定。

B.3.3.1 HPMC、MC、HEMC、HEC 试样 pH 值的测定

取已经干燥好的样品1.0 g,精确至0.0001 g,置于250 mL已知质量的干燥烧杯中,向其中加90℃左右的蒸馏水(HEC试样可以用常温水)约99 g。用玻璃棒充分搅拌使其溶胀,然后将烧杯置于冰水浴中冷却溶解,冷却过程中不断搅拌溶液直至产生粘度(向HEC水溶液加入转子,放置在磁力搅拌器上充分搅拌溶解)。补水,将试样溶液调到试样的质量分数为1%,搅拌均匀,调温到25℃,转入到50 mL的烧杯中,用酸度计测定pH值。

B.3.3.2 分析结果

酸度计上直接读数即为测定结果。每份试样平行测定两个结果,平行结果的差值不大于0.3 pH单位,取其算术平均值。

B.4 透光率

B.4.1 仪器设备

分光光度计。

B.4.2 试样准备

如 B.2.2 所述制备 2% 浓度的溶液。

B.4.3 分析测试

B.4.3.1 将分光光度计预热 15 min。

B.4.3.2 调波长选择钮，置所需波长 590 nm。

B.4.3.3 开启试样室盖，调零，使数值显示为 000.0。

B.4.3.4 将浓度为 2% 除去气泡的试样溶液，注入 10 mm×30 mm×40 mm 比色皿中，然后将比色皿插入试样槽，盖上试样室盖，将空白试样(蒸馏水)移入光路，空白数值为 100.0%，反复 3 次。

B.4.3.5 数值测量，将被测试样移入光路，读取测量值，反复 2~3 次，允许光度精度跳动±0.5%。取其平均值为透光率值。

附 录 C
(规范性附录)
纤维素醚凝胶温度的试验方法

C.1 范围

本附录规定了甲基纤维素醚 MC、羟丙基甲基纤维素醚 HPMC、羟乙基甲基纤维素醚 HEMC 的凝胶温度的试验方法。

C.2 凝胶温度的测定

C.2.1 仪器设备

C.2.1.1 比色管：纳氏 100 mL。

C.2.1.2 温度计：分度为 0.1℃，量程范围 50℃~100℃。

C.2.1.3 分析天平：精确至 0.000 1 g。

C.2.2 试验用水

符合 GB/T 6682—2008 中 4.3 要求的蒸馏水。

C.2.3 测定步骤

C.2.3.1 称取干燥样品 0.5 g(精确至 0.000 1 g)倒入烧杯中，加入 90℃左右的蒸馏水约 50 mL，充分搅拌使其溶胀，然后将烧杯置于 0℃~5℃的冰水浴中冷却溶解(冷却过程不断搅拌)后，将溶液移至 250 mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀备用。

C.2.3.2 取上述溶液 50 mL 于 100 mL 比色管中，插入温度计，将比色管置于 500 mL 烧杯水浴中加热，缓慢升温并轻轻搅拌试样。当温度升至 40℃时，控制升温速度每分钟上升 0.5℃~1.0℃，仔细观察溶液变化，当溶液出现乳白色丝状凝胶时，记下此时温度为凝胶温度下限，继续升温至溶液刚完全变成乳白色时，记下此时温度即为凝胶温度上限。

附 录 D
(资料性附录)
纤维素醚基团含量的试验方法

D.1 范围

本附录规定了甲基纤维素醚 MC、羟乙基纤维素醚 HEC、羟丙基甲基纤维素醚 HPMC、羟乙基甲基纤维素醚 HEMC 的基团含量的试验方法。

D.2 基团含量的测定(气相色谱法)

D.2.1 原理

将试样在密闭的反应器中加热反应,在己二酸催化作用下(HEC 不需催化),经过氢碘酸定量裂解取代烷氧基基团,生成相应的碘代烷,用邻二甲苯萃取反应生成物,将萃取液注射到气相色谱仪内进行组分的分离,用内标法进行定量,计算试样中待测组分的含量。

D.2.2 试剂药品

- D.2.2.1 氢碘酸(分析纯, 57%)经蒸馏精制。
- D.2.2.2 己二酸(Q/C5411196—9)。
- D.2.2.3 邻二甲苯(Q/12NK4024—2003)。
- D.2.2.4 甲苯(GB/T 684—1999)。
- D.2.2.5 碘甲烷(Q/CYDZ—561—99)。
- D.2.2.6 碘乙烷(Q/CYDZ—760—99)。
- D.2.2.7 碘代异丙烷(Q/CYDZ—1608—2000)。

D.2.3 仪器设备

- D.2.3.1 气相色谱仪:带有热导检测器和数据处理机。
- D.2.3.2 色谱柱:不锈钢色谱柱(3 m×Φ3 mm 或者按照实际情况选择柱子的内径和长度)。
- D.2.3.3 注射器:10 μL, 100 μL。
- D.2.3.4 容量瓶:100 mL。
- D.2.3.5 移液管:2 mL, 5 mL。
- D.2.3.6 厚壁反应瓶或带塞小瓶:自制,能够承受一定的压力,5 mL。
- D.2.3.7 金属浴恒温器:控制精度为±0.2℃,温场均匀性(水平方向)为±0.4℃,使用范围为150℃~180℃。

D.2.4 试验准备

D.2.4.1 内标溶液的配制

准确称取 2.5 g 甲苯(精确至 0.000 1 g),加入到 100 mL 的容量瓶,用邻二甲苯定容稀释到刻度,混匀。计算甲苯溶液的准确浓度。

D.2.4.2 标准溶液的配制

D. 2. 4. 2. 1 HPMC 标准溶液的配制

约 5 mL 的带塞小瓶(密封性好)中加入 60 mg~70 mg 己二酸,用移液管准确滴入 2.0 mL 内标溶液和 2.0 mL 氢碘酸于反应小瓶内,盖严后准确称量小瓶的质量。然后用微量注射器向瓶中注入 45 μ L 碘甲烷,准确称量小瓶的质量。再用微量注射器向瓶中注入 15 μ L 的碘代异丙烷,准确称量小瓶的质量。摇混均匀,暗处放置 30 min~45 min 后备用。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

D. 2. 4. 2. 2 MC 标准溶液的配制

约 5 mL 的带塞小瓶(密封性好)中加入 60 mg~70 mg 己二酸,用移液管准确滴入 2.0 mL 内标溶液和 2.0 mL 氢碘酸于反应小瓶内,盖严后准确称量小瓶的质量。然后用微量注射器向瓶中注入 45 μ L 碘甲烷,准确称量小瓶的质量。摇混均匀,暗处放置 30 min~45 min 后备用。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

D. 2. 4. 2. 3 HEC 标准溶液的配制

用移液管向约 5 mL 的带塞小瓶(密封性好)中准确滴入 2.0 mL 内标溶液和 2.0 mL 氢碘酸,盖严后准确称量小瓶的质量。然后用微量注射器向瓶中注入 50 μ L 碘乙烷,准确称量小瓶的质量。摇混均匀,暗处放置 30 min~45 min 后备用。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

D. 2. 4. 2. 4 HEMC 标准溶液的配制

约 5 mL 的带塞小瓶(密封性好)中加入 60 mg~70 mg 己二酸,用移液管准确滴入 2.0 mL 内标溶液和 2.0 mL 氢碘酸于反应小瓶内,盖严后准确称量小瓶的质量。用微量注射器向瓶中注入 45 μ L 碘甲烷,准确称量小瓶的质量。然后用微量注射器向瓶中注入 50 μ L 碘乙烷,准确称量小瓶的质量。摇混均匀,暗处放置 30 min~45 min 后备用。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

D. 2. 4. 3 样品溶液的制备

D. 2. 4. 3. 1 HPMC 样品溶液的制备(MC 样品溶液的制备同)

称取 65 mg 样品[在(105 \pm 2) $^{\circ}$ C干燥过 2 h]于反应瓶中,加入 65 mg 己二酸,用移液管吸取 2.0 mL 内标液和 2.0 mL 氢碘酸,滴入到反应瓶中,盖严后准确称重。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

用手振荡反应瓶 30 s,将反应瓶置于温度已调节为(150 \pm 2) $^{\circ}$ C的金属浴恒温器中反应 20 min,取出反应瓶用手振荡 30 s,再放入恒温器中继续反应 40 min。冷却至室温,称重,要求失重不大于 10 mg,否则需重新制备样品溶液。

D. 2. 4. 3. 2 HEC 样品溶液的制备

称取 65 mg 样品[在(105 \pm 2) $^{\circ}$ C干燥过 2 h]于反应瓶中,用移液管吸取 2.0 mL 内标液和 2.0 mL 氢碘酸,滴入到反应瓶中,盖严后准确称重。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

用手振荡反应瓶 30 s,将反应瓶置于温度已调节为(150 \pm 2) $^{\circ}$ C的金属浴恒温器中反应 2 h。冷却至室温,称重,要求失重不大于 10 mg,否则需重新制备样品溶液。

D. 2. 4. 3. 3 HEMC 样品溶液的制备

称取 65 mg 样品[在(105 \pm 2) $^{\circ}$ C干燥过 2 h]于反应瓶中,加入 65 mg 己二酸,用移液管吸取 2.0 mL 内标液和 2.0 mL 氢碘酸,滴入到反应瓶中,盖严后准确称重。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

用手振荡反应瓶 30 s,将反应瓶置于温度已调节为(150 \pm 2) $^{\circ}$ C的金属浴恒温器中反应 20 min,取出反应瓶用手振荡 30 s,再放入恒温器中继续反应 40 min。冷却至室温,称重,要求失重不大于 10 mg,否则需重新制备样品溶液。

D.2.4.4 色谱系统

按仪器说明书启动仪器，并满足表 D.1 推荐的色谱条件。

在实际工作中可以根据所使用的仪器和色谱柱的性能、组分等情况将色谱条件作适当的调整，确保各组分良好的分离和快速的测定。

表 D.1 推荐色谱条件

| | |
|---------------|-------------|
| 不锈钢色谱 | 3 m × Φ3 mm |
| 柱箱温度/℃ | 120~150 |
| 汽化室温度/℃ | 150~200 |
| 检测室温度/℃ | 150~200 |
| 检测器 | TCD |
| 载气流速/(mL/min) | 50~100 |
| 进样量/μL | 1~5 |
| 定量方法 | 内标法 |

D.2.5 试验方法

D.2.5.1 仪器稳定之后，取 2 μL 标准液的上层液体注入气相色谱仪中，并重复做 5 次，记录色谱图。碘甲烷、碘乙烷、碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比的相对标准偏差(RSD)不得大于 5%。

D.2.5.2 取 2 μL 样品溶液的上层液体注入气相色谱仪中，重复做 2 次，记录色谱图，按内标法计算甲氧基、羟丙氧基、羟乙氧基的含量。

D.2.6 计算

D.2.6.1 甲氧基含量计算

以百分比含量计，甲氧基含量(K_1)按公式(D.1)计算：

$$K_1 = \zeta_1 \times \frac{Q_1}{A_1} \times A_2 \times \frac{W}{W_1} \times 100 \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

K_1 ——甲氧基含量的百分含量的数值，%；

ζ ——甲氧基分子量与碘甲烷分子量之比的数值($\zeta=0.2183$)；

Q_1 ——标准溶液中碘甲烷与甲苯(2 mL 内标液)的质量之比的数值；

A_1 ——标准溶液中碘甲烷与甲苯的峰面积之比的数值；

A_2 ——样品溶液中碘甲烷与甲苯的峰面积之比的数值；

W ——2 mL 内标液中甲苯质量的数值，单位为克(g)；

W_1 ——样品制备液中 HPMC、MC 或者 HEMC 的干品质量的数值，单位为克(g)。

D.2.6.2 羟丙氧基含量的计算

以百分比含量计，羟丙氧基含量(K_2)按公式(D.2)计算：

$$K_2 = \zeta_2 \times \frac{Q_2}{A_3} \times A_4 \times \frac{W}{W_2} \times 100 \dots\dots\dots (D. 2)$$

式中:

- K_2 ——羟丙氧基含量的百分含量的数值, %;
- ζ_2 ——羟丙氧基分子量与碘代异丙烷分子量之比的数值 ($\zeta_2=0.4412$);
- Q_2 ——标准溶液中碘代异丙烷与甲苯(2 mL 内标液)质量之比的数值;
- A_3 ——标准溶液中碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比的数值;
- A_4 ——样品溶液中碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比的数值;
- W ——2 mL 内标液中甲苯质量的数值, 单位为克(g);
- W_2 ——样品溶液中 HPMC 的干品质量的数值, 单位为克(g)。

D. 2. 6. 3 羟乙氧基含量的计算

以百分比含量计, 羟乙氧基含量(K_3)按公式(D. 3)计算:

$$K_3 = \zeta_3 \times \frac{Q_3}{A_5} \times A_6 \times \frac{W}{W_3} \times 100 \dots\dots\dots (D. 3)$$

式中:

- K_3 ——羟乙氧基含量的百分含量的数值, %;
- ζ_3 ——羟乙氧基分子量与碘乙烷分子量之比的数值 ($\zeta_3=0.3910$);
- Q_3 ——标准溶液中碘乙烷与甲苯(2 mL 内标液)质量之比的数值;
- A_5 ——标准溶液中碘乙烷与甲苯的峰面积之比的数值;
- A_6 ——样品溶液中碘乙烷与甲苯的峰面积之比的数值;
- W ——2 mL 内标液中甲苯质量的数值, 单位为克(g);
- W_3 ——样品制备液中 HEC 或者 HEMC 的干品质量的数值, 单位为克(g)。

中华人民共和国
建材行业标准
建筑干混砂浆用纤维素醚
JC/T 2190—2013

*

中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿经研院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

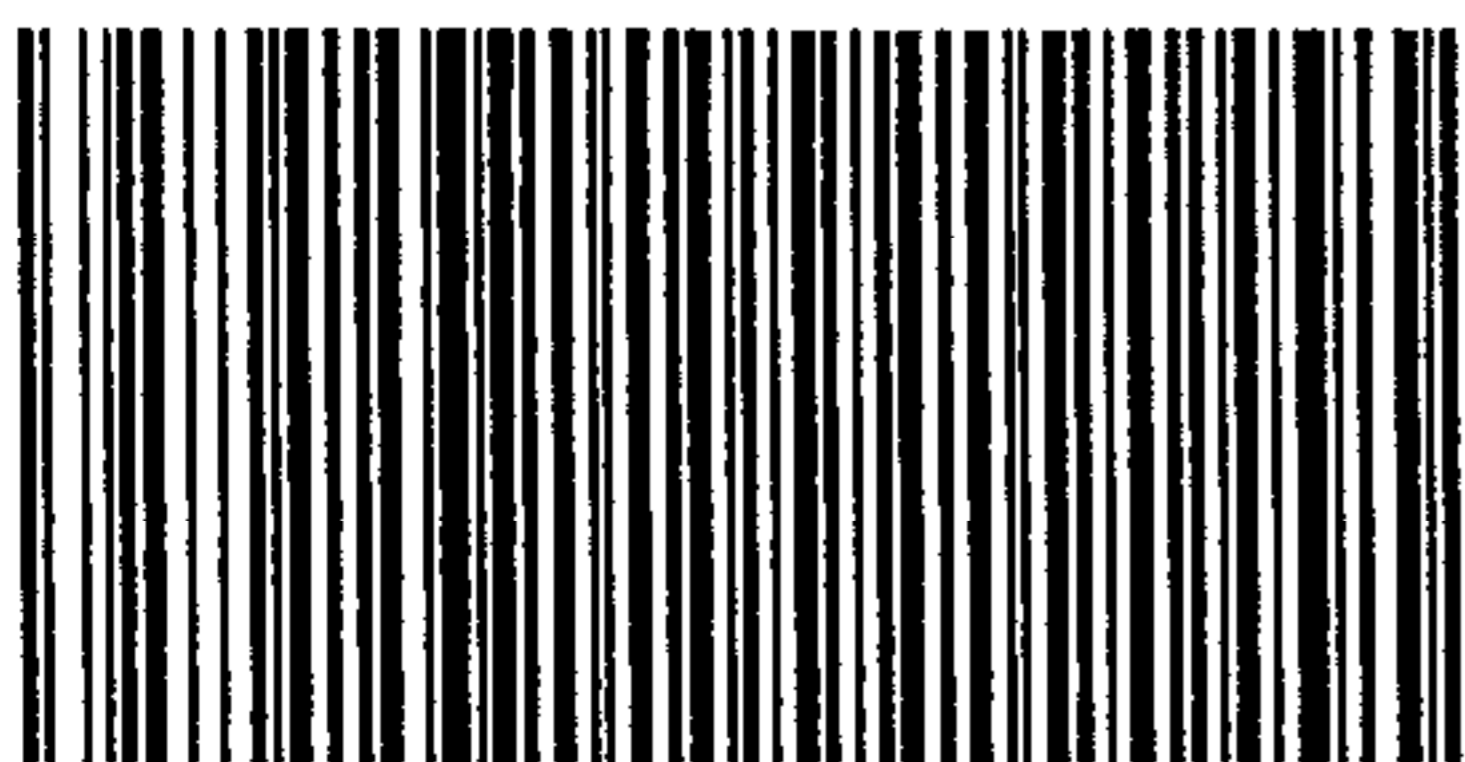
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 40 千字
2013 年 8 月第一版 2013 年 8 月第一次印刷
印数 1—800

书号:155160·277

*

编号:0918



JC/T 2190—2013

网址:www.standardcnjc.com 电话:(010)51164708
地址:北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编:100024
本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。