

《纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料 灼烧残余物（灰分含量）的测定（525℃）》国家标准编制说明 （征求意见稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

2021 年国家标准化管理委员会批准下达的该标准修订计划项目，计划号：20214616-T-607，计划要求修订 GB/T 22877—2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》国家标准，计划完成年限为 2023 年。

1.2 工作过程及所做工作

2022 年 3 月，成立标准起草小组。

2022 年 4 月~5 月，起草小组仔细分析了 GB/T 22877—2008 标准，查阅了相关文献资料 and 标准，并且翻译了国际最新先进的方法标准：ISO 1762:2019《Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials -- Determination of residue (ash content) on ignition at 525℃》。经过分析，确定了以修改采用国际标准 ISO 1762:2018 来修订 GB/T 22877-2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》，并按照该思路进行标准修订工作。

2022 年 6 月，形成工作组讨论稿。

2022 年 7 月-9 月收集样品进行试验验证工作。

2022 年 10 月形成标准征求意见稿，并公开征求意见。

二、国家标准编制原则和确定国家标准主要内容

2.1 编制原则

本标准按照 GB/T 1.1-2020 要求编制而成。

GB/T 22877-2008 当年修改采用的是 ISO 1762:2001 标准，但是 GB/T 22877-2008 至今发布实施了近 14 年，ISO 1762 先后在 2015 年发布了标准文本 ISO 1762:2015，和在 2019 年发布了最新的标准文本 ISO 1762: 2019，鉴于 ISO 标准的权威性、先进性和严谨性，因此本次修订 GB/T 22877-2008 标准采用国际最新先进标准 ISO 1762:2019《Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials

-- Determination of residue (ash content) on ignition at 525℃》《纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料 灼烧残余物（灰分含量）的测定（525℃）》作为新标准修改的编制原则。

2.2 本标准与 GB/T 22877—2008（原标准）的主要差异和水平对比

2.2.1 标准名称和标准范围进行了修改

按照我国现在要求国家标准标准制（修）订应该尽量等同采用或修改采用国际标准的原则，我们本次修订标准 GB/T 22877-2008 工作是修改采用国际最新标准 ISO 1762:2019 标准作为本标准的编制原则。ISO 1762:2019 标准中已经将标准范围增加到“纤维素纳米材料”，因此本标准名称也从 GB/T 22877-2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》修改为 GB/T 22877-XXXX《纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料 灼烧残余物（灰分含量）的测定（525℃）》，通过本标准的修订，本标准名称保持与 ISO 1762:2019 标准名称一致。同时，标准范围也由原来的“纸、纸板和纸浆”改为“纸、纸板、纸浆和纤维素纳米纤维”。

2.2.2 增加了术语和定义

原标准只有 3.1 灼烧残余物的术语和定义。本标准修订采用了 ISO 1762:2019 标准有关术语和定义，增加了纤维素纳米材料、纳米物体、纤维素纳米物体、纳米级的术语和定义。与 ISO 1762: 2019 保持了一致。

2.2.3 增加了原理的描述

本标准修订采用了 ISO 1762:2019 标准有关原理描述，在 GB/T 22877—2008 标准的原理基础上增加了本标准的原理描述，以及灰分的来源和分析，与 ISO 1762:2019 标准原理一致。

2.2.4 试验步骤中增加了样品要求

ISO 1762:2019 标准为了使试样和试验结果具有代表性，对试验采用的样品有明确的要求，即“从样品的不同部位取样，且试样的尺寸应不大于 1cm²。所取试样的绝干质量至少应为 1g，且该试样的灼烧残余物应不少于 10mg，最好超过 20mg。按照同样的取样方法测定水分。若样品的灼烧残余物含量很低（如所谓的无灰纸），有必要将测试样品分成两个或多个较小的部分，在同一个坩埚中连续灼烧，以获得至少 10mg 的灼烧残余物。”本次标准修订采用 ISO 1762:2019 标准对样品的要求。同时增加了样品数量的要求，即：获取足够数量的样品用于平行实验和水分测定，与 ISO 1762: 2019 保持了一致。

增加了纤维素纳米材料试样的采取，与ISO 1762：2019中的描述保持一致，即：对纤维素纳米材料而言，需注意采样方式应适用于试样。当纤维素纳米材料试样为湿态或悬浮液（稀释或浓缩）时，则试样需经过合适的干燥方式如105℃下烘干、冷冻干燥或喷雾干燥，以使试样呈片状、粉状或其他均质固体形态。灼烧试样应取自预先干燥的样品。同样的，测量水分的试样也取自预先干燥的样品。不建议在干燥前进行过滤以浓缩稀释的样品，因为这或许会导致部分产生灰分的可溶物在525℃加热时发生损失。

待测试样的质量至少应为1g绝干物质。对于纤维素纳米材料，尤其是稀悬浮液状态的试样，和/或那些灰分含量极低的材料，如酸性形式的纤维素纳米材料，通常不能收集到足够的测试试样能够在灼烧后产生至少10mg的灰分，但仍然可以接受，且符合本标准的要求。如果试样材料的密度非常低或容易飞起（如冻干的纤维素纳米晶体），可以增加堆积密度的方式进行压实，以使坩埚内装入足够的试样。然而，这种处理方式将降低灼烧速度。

2.2.5 增加了纤维素纳米材料的灼烧步骤

本标准把GB/T 22877—2008中的7.1纸和纸板试样的水分和7.2纸浆试样的水分合并为本标准的7.2试样的水分，同时修改了7.1，即7.1通则，本标准需要做平行试验。允许湿态样品风干，或在无尘实验室环境中平衡水分后取样测试。与ISO 1762：2019保持一致。

将原标准GB/T 22877-2008中的7.3.2试样的绝干质量应不少于1g，且该试样的残余物应大于10mg的描述，调整至本标准中的取样及处理6.2条款中。

修改了原标准GB/T 22877-2008中7.3.3中慢慢升温至525℃，在此温度下至少灼烧3h的描述，修改采用了ISO 1762：2019中关于灼烧时间的描述，即：慢慢升温至525℃（升温速率约为200℃/h），纸浆和纸板样品应在此温度下至少灼烧2h，纸张样品至少灼烧3h。

本标准增加了纤维素纳米材料的灼烧步骤，即：纤维素纳米材料试样在525℃±25℃温度下至少灼烧5h。对于纤维素纳米晶体试样，灼烧5h后可能会有典型的黑色颗粒存在于残余物中，建议向灼烧残余物中加入几滴去离子水，再于525℃下进一步灰化直至其中无黑色颗粒残存。

2.2.6 修改了结果表述

在原标准中的数据报告以两次测定的算术平均值报告结果，每次测定的误差

应不大于平均值的 5%。为了提高标准的适用性和可操作性，并与 ISO 国际标准保持一致，减少国际贸易摩擦，本次标准修订采用了 ISO 1762:2019 标准中规定“以两次测定的算术平均值报告结果，每次测定的误差应不大于平均值的 10%。灰分含量高于 1%的结果精确至 0.1%；灰分含量低于 1%的，测定结果精确至 0.01%；如果平均灰分含量低于 0.1%，则可以报告为：“低于 0.1%。”作为计算结果规定。

2.2.7 精密度调整为附录 A

原标准的第 9 章精确度调整为本标准的附录 A，同时附录 A 中增加了纤维素纳米材料的重复性和再现性数据结果。

与原标准相比，本标准编写基本保持与 ISO 1762:2019 标准一致，达到国内先进水平。

2.3 本标准与 ISO 1762:2019 的主要差异

2.3.1 没有序和引言，增加了前言

ISO 1762:2019 标准在目录和正文中包括了序和引言两部分内容，本标准没有采用 ISO 1762:2019 标准的序和引言条款。

本标准增加了前言，前言内容主要是本次标准修订的依据、修订的内容、与旧版本和国际标准的比较。

2.3.2 实验仪器增加了电炉

本标准在试验步骤规定样品先采用电炉炭化再移入高温炉灼烧，而 ISO 1762:2019 标准规定样品直接移入高温炉灼烧，因此本标准的实验仪器包含了电炉。

2.3.3 试验步骤增加了试样炭化过程

GB/T 22877-2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》规定的试验步骤是“将装有试样的坩埚先在电炉碳化，然后将坩埚移入高温炉中”。然而 ISO 1762:2019 标准规定“将装有样品的坩埚移入高温炉中，缓慢加热，试样升温时不起火燃烧，确保样品不飞溅而损失。”

对于两个标准不同的试验步骤要求，我们做了不同样品、不同灼烧温度验证试验，具体测试结果见表 1，从表 1 可以看出，使用高温炉直接碳化后灼烧残余物都比先电炉碳化后再高温炉灼烧的灼烧残余物数值高，灼烧残余物相对值增加 0.13-8.70%，幅度变化很大，没有规律性，因此本次修订标准仍然采用样品

先电炉碳化后再高温炉灼烧的试验步骤。

表 1 同一样品灼烧温度 525℃不同试验步骤测试结果

序号	样品名称	灼烧时间 (h)	灼烧温度 525℃残余物 (%)		高温炉直接碳化与电炉碳化灼烧残余物比较(%)(相对值)
			电炉碳化后再高温炉灼烧	高温炉直接碳化后灼烧	
1	竹浆板	2	0.23	0.25	增加 8.70
2	麦草浆	2	16.0	16.1	增加 0.62
3	胶版纸	3	31.31	31.35	增加 0.13
4	成型纸	3	0.18	0.20	增加 11.11
5	纤维素纳米材料	5	3.40	3.41	增加 0.29

三、主要试验（或验证）情况的分析

由于本次修订 GB/T 22877—2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》标准修改采用 ISO 1762:2019 标准，起草小组做了不同样品的验证实验，实验测定结果见表 2。从这些数据可以看出，随着灼烧温度的升高和灼烧时间的延长，灼烧残余物都有不同程度的减少，尤其是通过加填过程添加了矿物质的涂布白纸板、复印纸等产品，随着灼烧温度的升高和灼烧时间的延长，矿物质失去很多，其灼烧残余物下降明显。

表 2 不同样品不同灼烧时间灼烧残余物 (%) 测试结果

样品名称	灼烧残余物 (%)				
	试验条件（先电炉碳化后 525℃灼烧）				
	1h	2h	3h	4h	5h
竹浆板	0.25	0.23	0.23	0.23	-----
白纸板	32.0	31.8	30.3	29.7	-----
涂布白纸板	24.4	24.2	23.3	22.3	-----
草浆纸巾纸	2.2	2.2	2.1	2.2	-----
木浆纸巾纸	0.24	0.22	0.21	0.21	-----
复印纸	9.6	9.4	9.0	8.1	-----
电容器纸	0.34	0.21	0.19	0.20	-----
胶版纸	32.5	32.0	31.3	31.1	-----
成型纸	0.21	0.19	0.18	0.17	-----
纤维素纳米材料	-----	-----	-----	-----	3.40

表 3 不同样品不同灼烧温度灼烧残余物（%）测试结果

样品名称	灼烧残余物（%）		
	525℃	575℃	900℃
竹浆板	0.23	0.23	0.22
涂布白纸板	24.2	22.3	16.2
白纸板	31.8	29.7	19.7
草浆纸巾纸	2.2	2.2	2.2
木浆纸巾纸	0.22	0.21	0.20
复印纸	9.0	8.1	6.0
电容器纸	0.19	0.20	0.19
胶版纸	31.3	31.1	24.8
成型纸	0.18	0.17	----
纤维素纳米材料	3.40	3.02	2.65

四、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准未涉及专利。

五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

本标准提供了纸浆、纸、纸板和纤维素纳米材料 灼烧残余物（灰分）的测定的国家方法标准，适合我国造纸行业使用，由于大部分纸和纸制品标准中都有灼烧残余物（灰分）的规定，因此，采用国际先进水平的标准 ISO 1762:2019 对 GB/T 22877-2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》国家方法标准修订是很有必要，也是可行的，通过本次标准修订，使本标准保持与国际先进标准基本一致。

六、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准修改采用国际标准 ISO 1762:2019 标准，本标准内容与 ISO 1762:2019 标准无明显差别，本次标准修订后，GB/T 22877-XXXX《纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料 灼烧残余物（灰分含量）的测定（525℃）》达到了国际标准先进水平。

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准为国家方法标准，未涉及现行法律、法规和强制性国家标准，也与现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中未遇到重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

本标准为国家方法标准，建议作为推荐性国家标准发布实施。

十、贯彻国家标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

本标准发布后，可通过检验技术机构和企业使用、实验室间比对、能力验证等方式推广实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准实施后，建议废止 GB/T 22877—2008。

十二、其他应予说明的事项

无

标准起草小组

2022 年 10 月