



中华人民共和国国家标准

GB/T 22877—202X
代替GB/T 22877-2008

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℃）

Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials — Determination of residue (ash content) on ignition at 525℃

(ISO 1762: 2019, MOD)

（征求意见稿）

（本稿完成时间：2022 年 10 月）

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

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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 22877—2008《纸、纸板和纸浆 灼烧残余物（灰分）的测定（525℃）》，与GB/T 22877—2008相比，主要变化如下：

- a) 更改了标准名称；
- b) 调整了范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- c) 更改了术语和定义（见第3章，2008年版的第3章）；
- d) 增加了原理的描述（见第4章，2008年版的第4章）；
- d) 增加了采样、备样及灼烧方法（见6.3、7.3.3）；
- e) 增加了低灰分含量样品的测试结果描述（见第8章，2008年版的第8章）。

本文件修改采用ISO 1762:2019《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℃）》，与ISO 1762:2019相比，主要技术差异如下：

a) 关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用修改采用国际标准的GB/T 450代替ISO 186。
- 用修改采用国际标准的GB/T 462代替ISO 638,ISO 287。
- 用等同采用国际标准的GB/T 740代替ISO 7213。

b) 增加了电炉和炭化的描述（见第5章和第7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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国造纸工业标准化技术委员会（SAC/TC 141）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——2008年首次发布为GB/T 22877—2008。

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℃）

警示——本文件规定的方法中涉及到纳米材料的使用，应确保遵守纳米技术实验室安全和最优操作的相关预防措施及指南。

1 范围

本文件规定了纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料在525℃下的灼烧残余物（灰分）的测定方法，精度为0.01%或更好。

本文件适用于各种纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料。

本文件中所提及的“纤维素纳米材料”特指纤维素的、纳米尺寸的物体。这些纤维素的、纳米尺寸的物体由于具备纳米维度而表现出与纸、纸板及纸浆不同的特点、属性或功能。

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/T 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定（GB/T 450-2008，ISO 186:2002，MOD）

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定（GB/T 462-2008，ISO 287:1985，ISO 638:1978，MOD）

GB/T 740 纸浆 试样的采取（GB/T 740-2003，ISO 7213:1981，IDT）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

灼烧残余物（灰分含量） residues on ignition (ash content)

纸、纸板、纸浆或纤维素纳米材料（3.2）在525℃±25℃下，灼烧后的剩余物质的质量与原绝干试样的质量之比。

3.2

纤维素纳米材料 cellulose nanomaterial

以纤维素为主要组成，且其外部尺寸约在1nm~100nm之间，或具有纳米级的内部结构或表面结构的材料。

注：纳米纤维素、纤维素的纳米材料等同于纤维素纳米材料；一些纤维素纳米材料可由化学改性的纤维素组成；本术语包括纤维素纳米物体和纤维素纳米结构材料。

3.3

纳米物体 nano-object

一维、二维或三维外部维度处于纳米尺度（3.1）的材料。

注：二维和三维外部尺度与一维尺度相互正交。

3.4

纤维素纳米物体 cellulose nano-object

主要由纤维素组成的纳米物体。

3.5

纳米尺度 nanoscale

处于1 nm至100 nm之间的尺寸范围。

注：本尺寸范围通常，但非专有地表现出不能由较大尺寸外推得到的特性。

4 原理

将盛有试样的耐热坩锅（5.1）在温度为 $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 的高温炉（5.3）中灼烧，灼烧后残余物的净质量（已减去坩锅的质量），即为残余物的质量。残余物的质量与原绝干试样的质量之比，即为灼烧残余物的含量。

灰分中可能含有：

- (1) 纸、纸板、纸浆和纤维素纳米材料中的矿物质和生产过程中使用的化学物质的多种残余物；
- (2) 来自于制浆过程及机械装置的金属物质；
- (3) 填料、颜料、涂料或多种添加物的残余物。

注：含有碳酸钙的样品在 525°C 下灰化几乎不会发生碳酸盐的分解。其他填料和颜料，例如瓷土和二氧化钛，也不会受到 525°C 下灰化的影响。据此，在样品中不含有分解温度低于此条件的其他矿物质时，灼烧后的残余物可以较好地评估样品中的总无机物。例如，碳酸镁和硫酸钙可能至少有部分物质在低于 525°C 时分解。

5 设备和仪器

5.1 耐热坩锅：由铂、陶瓷或二氧化硅制成，容积为50 mL或100 mL，在加热情况下质量不变且不与试样或残余物发生化学反应。大容积的坩锅可用于盛放低密度材料以便获得足够的样品量。将适当材料制成的盖子半开地轻置其上以便空气燃烧，也可用于辅助阻止低密度或易飞起的物质在灼烧过程中溢出。如果预估的残余物含量较少，则推荐使用铂金坩锅。

5.2 电炉。

5.3 高温炉（马弗炉）：能保持温度在 $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 电子天平：感量为0.1mg或更优，以达到测量精度在0.01%或更优。

5.5 干燥器。

6 取样及处理

6.1 纸、纸板和纸浆

纸和纸板试样的采取按 GB/T 450 的规定进行。纸浆试样的采取按 GB/T 740 的规定进行。

从样品的不同部位取样，且试样的尺寸应不大于 1cm^2 。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。

6.2 纤维素纳米材料

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 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $525\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热时发生损失。

注：化学改性纸浆通常是通过TEMPO（2,2,6,6-四甲基哌啶-1-氧基）氧化、羧甲基化或磷酸化后再生产纤维素纳米纤维（CNF）。化学改性纸浆、由化学改性纸浆制备的CNF、以及通过硫酸水解或氧化过程从纸浆中提取的纤维素纳米晶体（CNC），可能含有各种阳离子，这些阳离子与生产过程中在表面引入的离子羧酸盐或磷酸基有关。当这些纸浆或纤维素纳米材料处于酸性形式（即只含有氢离子作为阳离子时），它们的灰分含量将非常低。在含有金属阳离子（如钠或钙）或有机阳离子（如烷基铵阳离子）的纸浆和纤维素纳米材料中，灰分含量较大。

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。

7 试验步骤

7.1 通则

需要做平行试验。允许湿态样品进行风干，或在无尘实验室环境中平衡水分后取样测试。

7.2 试样的水分

按 GB/T 462 测定试样的水分。

7.3 灼烧残余物的测定

7.3.1 空坩埚和试样的预处理

将空坩埚放入高温炉内，在 $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下灼烧 $30\text{min} \sim 60\text{min}$ 。从高温炉中将坩埚取出，在空气中自然降温约 10min ，然后移入干燥器中冷却至室温。称量空坩埚的质量 m_1 ，准确至 0.1mg 。

将试样置于预先灼烧并已称重的坩埚后，立即称取装有试样的坩埚质量，准确至 0.1mg 。低密度或易飞起的试样需按照6.2进行压实处理。按7.2测定的试样水分计算出试样的绝干质量 m 。

7.3.2 纸、纸板和纸浆的灼烧

将装有试样的坩锅放在电炉上，待试样炭化后转移入高温炉中，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，至完全灰化。炭化和灼烧过程中试样应不被火焰燃着且尽量避免试样以飞沫的形势溢出。

7.3.3 纤维素纳米材料的灼烧

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。

7.4 残余物（灰分）质量的测定

灼烧完成后，从高温炉中将坩锅取出，在空气中自然降温10min，然后移入干燥器中冷却至室温，称取坩锅和残余物的总质量 m_2 ，准确至0.1mg。

8 结果计算

按公式（1）计算燃烧后的灰分含量：

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 灰分含量，%；

m —— 灼烧后的坩锅质量，单位为克（g）；

m_2 —— 灼烧后盛有残余物的坩锅质量，单位为克（g）；

m_1 —— 试样的绝干质量，单位为克（g）。

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%的样品应报告至0.1%；灰分含量低于1%的样品应报告至0.01%；如果平均灰分含量低于0.1%，则可以报告为：“低于0.1%”。

9 试验报告

试验报告应包括以下项目：

- a) 本文件编号；
- b) 试验日期和地点；
- c) 完整鉴定试样所必要的全部资料；
- d) 结果的表示；
- e) 任何偏离本文件所述方法的情况或可能影响结果的任何其他情况。

附录A (资料性) 精密度

A.1 通则

精确度数据基于测试典型的纸浆、纸张、纸板和纤维素纳米材料样品获得。

当比较在相似测试条件下的相似材料的两个结果时，报告的重复性限和再现性限是对 20 个实例中 19 个的最大差异的估计，这些估计可能不适用于不同的材料或不同的测试条件。

注：重复性和再现性极限的计算方法是将重复性和再现性标准偏差乘以 2.77，其中 $2.77=1.96\sqrt{2}$ 。

A.2 纸、纸板和纸浆试样测定的重复性

按照本文件在同一实验室测定灰分含量，选择灰分含量差别较大的样品，包括纸浆、新闻纸、未涂布纸、涂布纸和纸板。各类样品测定结果的平均值和变异系数见表 A.1。

表 A.1 纸、纸板和纸浆灰分含量测定结果的重复性

样品名称	测定次数 ^a	平均值%	标准偏差 S_r (%)	变异系数 $C_{v,r}$ (%)	重复性限 r (%)
化学浆和机械浆	6	0.71	0.010	1.4	0.028
新闻纸	3	3.50	0.010	0.29	0.028
未涂布印刷纸	5	29.4	0.029	0.10	0.080
涂布印刷纸	13	37.3	0.090	0.24	0.25
纸板	3	3.06	0.080	2.6	0.22

^a从每种材料中抽取不同样品进行试验。

A.3 纸和纸板试样再现性

按照本标准的规定，在 15 个实验室对 5 种样品测定灰分含量，每种样品分别代表不同类型的纸和纸板。纸和纸板灰分检验实验室间的平均值和变异系数见表 A.2。

表 A.2 纸、纸板和纸浆灰分含量测定结果的再现性

样品名称	平均值%	标准偏差 S_R (%)	实验室间变异系数 $C_{v,R}$ (%)	再现性限 R (%)
复印纸 ^a	9.33	0.18	1.95	0.50
涂布纸 1 ^a	32.0	0.77	2.41	2.13
涂布纸 2 ^a	25.6	0.51	1.99	1.41
纸板 1	1.43	0.028	1.96	0.078
纸板 2 ^a	0.55	0.022	4.02	0.061

^a对于这 4 种样品，测定结果来自于另外 14 个实验室。

A.4 纤维素纳米材料试样重复性和再现性

按照本标准的规定，共计 16 个实验室对 4 种样品测定灰分含量，每个实验室对 4 种样品进行了三次重复分析。由于样品的差异，来自一到三的实验室数据被认为是离群值，并被剔除后，精确度数据见表 A.3 和 A.4。

表 A.3 纤维素纳米材料灰分含量测定结果的重复性

样品名称	实验室数量 ^a	平均值%	标准偏差 S_r (%)	变异系数 $C_{v,r}$ (%)	重复性限 r (%)
CNC1 ^a	13	1.9	0.036	2.0	0.10
CNC2 ^a	13	1.9	0.024	1.3	0.066
CNF1	14	0.20	0.012	5.7	0.032
CNF2	15	0.84	0.023	2.7	0.063
a 这两个样品是同一批的，但是分别制备的。					

表 A.4 纤维素纳米材料灰分含量测定结果的再现性

样品名称	实验室数量 ^a	平均值%	标准偏差 S_R (%)	变异系数 $C_{v,R}$ (%)	重复性限 R (%)
CNC1 ^a	13	1.9	0.066	3.5	0.18
CNC2 ^a	13	1.9	0.045	2.4	0.13
CNF1	14	0.20	0.020	9.7	0.054
CNF2	15	0.84	0.032	3.8	0.088
a 这两个样品是同一批的，但是分别制备的。					