

中华人民共和国国家标准

GB/T 30190—2013

石灰石粉混凝土

Concrete with ground limestone

购买标准规范请联系

刘洁: 13383185061

赵华: www.hntc30

小代: hntbiaozhun

2013-12-31 发布

2014-09-01 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 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 2

4 原材料和配合比 2

5 质量要求 3

6 制备 5

7 试验方法 5

8 检验规则 6

9 订货与交货 7

附录 A（规范性附录） 石灰石粉细度试验方法 8

附录 B（规范性附录） 石灰石粉流动度比与活性指数试验方法 11

附录 C（规范性附录） 石灰石粉含水量试验方法 13

附录 D（规范性附录） 石灰石粉亚甲蓝 MB 值测试方法 14

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国住房和城乡建设部提出。

本标准由全国混凝土标准化技术委员会(SAC/TC 458)归口。

本标准负责起草单位：中国建筑科学研究院。

本标准参加起草单位：宁波市大自然新型墙材有限公司、江苏铸本混凝土工程有限公司、杭州市市政工程集团有限公司、临沂市建设安全工程质量检测中心、深圳市安托山混凝土有限公司、金华市建筑材料试验所有限公司、深圳市为海建材有限公司、上海城建物资有限公司、北京金隅股份有限公司、中国水利水电第三工程局有限公司、重庆市建筑科学研究院、中建商品混凝土有限公司、济宁汇能商品混凝土有限公司、上海中技桩业股份有限公司、华新混凝土(武汉)有限公司、唐山冀东水泥混凝土投资发展有限公司、浙江省舟山市大昌预拌混凝土有限公司。

本标准主要起草人：丁威、周永祥、王永海、仇心金、龙宇、周松国、陈新、何更新、孙栋、梁锡武、季宏、罗季英、韦庆东、杨根宏、徐亚玲、姜长禄、陈文耀、杨再富、杨文、王辉、张后禅、黄劲、赵雪静、李锋。

石灰石粉混凝土

1 范围

本标准规定了石灰石粉混凝土的术语和定义、原材料和配合比、质量要求、制备、试验方法、检验规则、订货与交货。

本标准适用于除水工外的建设工程的石灰石粉混凝土。

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 175 通用硅酸盐水泥
- GB/T 176 水泥化学分析方法
- GB/T 1345 水泥细度检验方法
- GB/T 1596 用于水泥和混凝土中的粉煤灰
- GB/T 5762 建材用石灰石化学分析方法
- GB 6566 建筑材料放射性核素限量
- GB 8076 混凝土外加剂
- GB 10171 混凝土搅拌站(楼)
- GB/T 12573 水泥取样方法
- GB/T 14684 建设用砂
- GB/T 14685 建设用卵石、碎石
- GB/T 14902 预拌混凝土
- GB/T 17671 水泥胶砂强度检验方法(ISO 法)
- GB/T 18046 用于水泥和混凝土中的粒化高炉矿渣粉
- GB/T 20491 用于水泥和混凝土中的钢渣粉
- GB 23439 混凝土膨胀剂
- GB/T 27690 砂浆和混凝土用硅灰
- GB/T 28293 钢铁渣粉
- GB/T 50080 普通混凝土拌合物性能试验方法标准
- GB/T 50081 普通混凝土力学性能试验方法标准
- GB/T 50082 普通混凝土长期性能和耐久性能试验方法标准
- GB/T 50107 混凝土强度检验评定标准
- GB 50119 混凝土外加剂应用技术规范
- GB 50164 混凝土质量控制标准
- JC 475 混凝土防冻剂
- JG/T 317 混凝土用粒化电炉磷渣粉
- JG/T 351 水泥砂浆和混凝土用天然火山灰质材料
- JGJ 52 普通混凝土用砂、石质量及检验方法标准
- JGJ 55—2011 普通混凝土配合比设计规程

JGJ 63 混凝土用水标准
JGJ/T 193 混凝土耐久性检验评定标准
JGJ 206 海砂混凝土应用技术规范
JTJ 270 水运工程混凝土试验规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石灰石粉 **ground limestone**
以一定纯度的石灰石为原料,经粉磨至规定细度的粉状材料。

3.2

石灰石粉混凝土 **concrete with ground limestone**
采用含有一定比例石灰石粉的胶凝材料配制的混凝土。

4 原材料和配合比

4.1 石灰石粉

4.1.1 石灰石粉的碳酸钙含量、细度、活性指数、流动度比、含水量和 MB 值应符合表 1 的规定。

表 1 石灰石粉技术要求

项 目		技术指标
碳酸钙含量/%		≥75
细度(45 μm 方孔筛筛余)/%		≤15
活性指数/%	7 d	≥60
	28 d	≥60
流动度比/%		≥100
含水量/%		≤1.0
MB 值		≤1.4

4.1.2 石灰石粉放射性核素限量应符合 GB 6566 的规定。

4.1.3 石灰石粉中的碱含量应按 $\text{Na}_2\text{O}+0.658\text{K}_2\text{O}$ 计算值表示;当石灰石粉用于碱活性骨料配制的混凝土而需要限制碱含量时,可由供需双方协商确定。

4.2 其他原材料

4.2.1 水泥应采用硅酸盐水泥、普通硅酸盐水泥。
4.2.2 骨料应符合 GB/T 14684、GB/T 14685 和 JGJ 52 的规定,海砂应符合 JGJ 206 的规定。
4.2.3 混凝土用水应符合 JGJ 63 的规定。
4.2.4 外加剂应符合 GB 8076、GB 23439、GB 50119 和 JC 475 的规定。
4.2.5 粉煤灰应符合 GB/T 1596 的规定,粒化高炉矿渣粉应符合 GB/T 18046 的规定,硅灰应符合 GB/T 27690 的规定,钢铁渣粉应符合 GB/T 28293 的规定,钢渣粉应符合 GB/T 20491 的规定,粒化电炉磷渣粉应符合 JG/T 317 的规定,天然火山灰质材料应符合 JG/T 351 的规定。

4.3 混凝土配合比

4.3.1 石灰石粉混凝土配合比设计应按 JGJ 55 的规定执行。

4.3.2 石灰石粉在混凝土中的掺量应通过试验确定。采用硅酸盐水泥或普通硅酸盐水泥时,钢筋混凝土中石灰石粉最大掺量应符合表 2 的规定,预应力钢筋混凝土中石灰石粉最大掺量应符合表 3 的规定。复合掺合料中石灰石粉组分的掺量不应超过在混凝土中单掺时的最大掺量。

表 2 钢筋混凝土中石灰石粉最大掺量

掺合料种类	水胶比	最大掺量(占胶凝材料用量的质量百分比)/%	
		采用硅酸盐水泥时	采用普通硅酸盐水泥时
石灰石粉	≤ 0.40	35	25
	> 0.40	30	20

表 3 预应力钢筋混凝土中石灰石粉最大掺量

掺合料种类	水胶比	最大掺量(占胶凝材料用量的质量百分比)/%	
		采用硅酸盐水泥时	采用普通硅酸盐水泥时
石灰石粉	≤ 0.40	30	20
	> 0.40	25	15

4.3.3 石灰石粉用量应计入胶凝材料用量。

4.3.4 配合比计算时,28 d 胶砂抗压强度宜根据试验确定。当无 28 d 胶砂抗压强度实测值而按 JGJ 55—2011 5.1 计算胶凝材料 28 d 胶砂强度,采用普通硅酸盐水泥并掺加石灰石粉时,石灰石粉影响系数可按表 4 取值。

表 4 普通硅酸盐水泥掺加石灰石粉的影响系数

石灰石粉掺量/%	石灰石粉影响系数
10	0.90
15	0.85
20	0.80
25	0.75

4.3.5 应根据工程要求对设计配合比进行施工适应性调整,然后确定施工配合比。

5 质量要求

5.1 强度

5.1.1 石灰石粉混凝土强度等级应划分为:C10、C15、C20、C25、C30、C35、C40、C45、C50、C55、C60、C65、C70、C75 和 C80。

5.1.2 石灰石粉混凝土强度应满足设计要求,强度的检验评定应符合 GB/T 50107 的规定。

5.2 坍落度和扩展度

5.2.1 石灰石粉混凝土拌合物坍落度和扩展度的等级划分应符合表 5 和表 6 的规定。

表 5 混凝土拌合物的坍落度等级划分

单位为毫米

等级	坍落度
S1	10~40
S2	50~90
S3	100~150
S4	160~210
S5	≥220

表 6 混凝土拌合物的扩展度等级划分

单位为毫米

等级	扩展直径
F1	≤340
F2	350~410
F3	420~480
F4	490~550
F5	560~620
F6	≥630

5.2.2 石灰石粉混凝土拌合物坍落度和扩展度的实测值与控制目标值的允许偏差应符合表 7 的规定，并应满足施工要求。

表 7 混凝土拌合物稠度允许偏差

单位为毫米

项目	设计值	允许偏差
坍落度	≤40	±10
	50~90	±20
	≥100	±30
扩展度	≥350	±30

5.3 凝结时间

石灰石粉混凝土的凝结时间应满足施工技术要求。

5.4 含气量

石灰石粉混凝土含气量实测值不宜大于 7%。

5.5 水溶性氯离子含量

石灰石粉混凝土拌合物中水溶性氯离子最大含量实测值应符合表 8 的规定。

表 8 混凝土拌合物中水溶性氯离子最大含量

环境条件	水溶性氯离子最大含量(占水泥用量的质量百分比)/%		
	钢筋混凝土	预应力混凝土	素混凝土
干燥环境	0.3	0.06	1.0
潮湿但不含氯离子的环境	0.2		
潮湿且含有氯离子的环境、盐渍土环境	0.1		
除冰盐等侵蚀性物质的腐蚀环境	0.06		

5.6 耐久性能

石灰石粉混凝土的耐久性能应满足设计要求,检验评定应符合 JGJ/T 193 的规定。

5.7 其他

当需方提出石灰石粉混凝土其他的性能要求时,应按国家现行有关标准规定进行试验。当无相应标准时,应由供需双方协商确定。

6 制备

6.1 混凝土搅拌站(楼)应符合 GB 10171 的规定;石灰石粉混凝土的制备应符合 GB/T 14902 的规定。

6.2 石灰石粉贮存时,不应与其他矿物掺合料和水泥混杂,并应避免受潮。

6.3 石灰石粉和其他原材料的计量允许偏差应符合表 9 的规定。

表 9 混凝土原材料计量允许偏差

单位为百分比

原材料品种	水泥	骨料	水	外加剂	石灰石粉	其他矿物掺合料
每盘计量允许偏差	±2	±3	±1	±1	±2	±2
累计计量允许偏差	±1	±2	±1	±1	±1	±1

注:累计计量允许偏差是指每一运输车中各盘混凝土的每种材料计量和的偏差。

6.4 石灰石粉混凝土拌合物应搅拌均匀;同一盘混凝土拌合物的匀质性应符合 GB 50164 的规定。

6.5 运输过程中不应向石灰石粉混凝土拌合物中加水。

7 试验方法

7.1 石灰石粉性能

7.1.1 细度应按附录 A 的方法测定。

7.1.2 流动度比和活性指数应按附录 B 的方法测定。

7.1.3 含水量应按附录 C 的方法测定。

7.1.4 碳酸钙含量可按 1.786CaO 计算值表示;CaO 含量应按 GB/T 5762 的方法测定。

7.1.5 MB 值应按附录 D 的方法测定。

7.1.6 放射性应按 GB 6566 的方法测定。

7.1.7 碱含量应按 GB/T 176 的方法测定。

7.2 混凝土强度

石灰石粉混凝土强度应按 GB/T 50081 的方法测定。

7.3 混凝土拌合物性能

石灰石粉混凝土拌合物的坍落度、扩展度、含气量等试验方法应符合 GB/T 50080 的规定。

7.4 混凝土耐久性能

石灰石粉混凝土耐久性能试验方法应符合 GB/T 50082 的规定。

7.5 水溶性氯离子含量

混凝土拌合物中水溶性氯离子含量应按 JTJ 270 中混凝土拌合物氯离子含量快速测定方法或其他准确度更好的方法进行测定。

7.6 特殊要求项目

供需双方供需双方协商确定的其他检验项目,其试验方法应符合国家现行有关标准的规定。当缺乏标准时,应由供需双方协商确定。

8 检验规则

8.1 石灰石粉的检验

8.1.1 检验批量

石灰石粉应以每 200 t 为一个检验批,每个批次的石灰石粉应来自同一厂家、同一矿源;非连续供应不足 200 t 应作为一个检验批。

8.1.2 取样

取样按 GB/T 12573 进行。可连续取样,亦可从 10 个以上不同部位取等量样品,总量不应少于 5 kg。

8.1.3 型式检验

型式检验项目包括碳酸钙含量、细度、活性指数、流动度比、含水量、MB 值、放射性。同一原材料来源的石灰石粉可进行一次放射性检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 原料、生产工艺发生较大变化时;
- b) 正常生产时,每半年一次;
- c) 长期停产后恢复生产时。

8.1.4 出厂检验

出厂检验项目包括碳酸钙含量、细度、流动度比、含水量、MB 值。其他检验项目可由供需双方协商确定。

8.1.5 进场检验

石灰石粉用于混凝土生产前应进行进场检验,首次进场检验应包括碳酸钙含量、细度、活性指数、流

动度比、含水量、MB 值。采用碱活性骨料的混凝土,进场检验项目应包括碱含量。同一厂家生产的矿源稳定的石灰石粉在首次进场检验合格后,后续的进场检验项目可与出厂检验项目相同。

8.1.6 评定

检验结果的评定应符合以下规定:

- a) 型式检验结果满足 4.1 相关的技术要求时为型式检验合格;
- b) 出厂检验结果满足 4.1 相关的技术要求时为出厂检验合格;
- c) 进场检验结果满足 4.1 相关的技术要求时为进场检验合格;当流动度比、含水量和 MB 值检验结果不满足技术要求时,允许在同一个检验批中重新取样,对不满足技术要求的项目进行复检,复检结果合格应评定合格。

8.2 其他原材料检验

8.2.1 水泥进场应提供出厂检验报告等质量证明文件,并应进行检验。检验项目及检验批量应符合 GB 50164 的规定。

8.2.2 骨料进场时应进行检验。普通混凝土用骨料检验项目及检验批量应符合 GB 50164 的规定。

8.2.3 混凝土用水检验项目应符合 JGJ 63 的规定,检验批应符合 GB 50164 的规定。

8.2.4 外加剂进场应提供出厂检验报告等质量证明文件,并应进行检验。检验项目及检验批量应符合 GB 50164 的规定。

8.2.5 矿物掺合料应提供出厂检验报告等质量证明文件,并应进行检验。检验项目及检验批量应符合 GB 50164 的规定。

8.3 石灰石粉混凝土检验

石灰石粉混凝土检验应符合 GB 50164 的规定。

9 订货与交货

石灰石粉混凝土的订货与交货应符合 GB/T 14902 的规定。

附 录 A
(规范性附录)
石灰石粉细度试验方法

A.1 原理

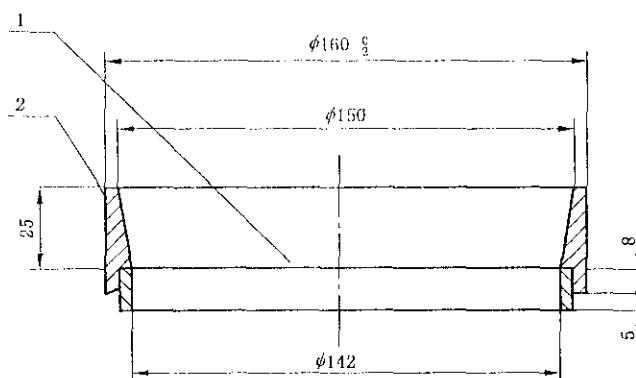
利用气流作为筛分的动力和介质,通过旋转的喷嘴喷出的气流作用使筛网里的待测粉状物料呈流态化,并在整个系统负压的作用下,将细颗粒通过筛网抽走,从而达到筛分的目的。

A.2 仪器设备

A.2.1 负压筛析仪

负压筛析仪主要由 45 μm 方孔筛、筛座、真空源和收尘器等组成,其中 45 μm 方孔筛内径为 $\phi 150\text{ mm}$,高度为 25 mm,45 μm 方孔筛及负压筛析仪筛座结构示意图如图 A.1 所示。

单位为毫米



说明:

- 1—筛网;
- 2—筛框。

图 A.1 45 μm 方孔筛示意图

A.2.2 天平

天平量程不小于 50 g,最小分度值不大于 0.01 g。

A.3 试验步骤

A.3.1 将测试用石灰石粉样品置于温度为 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干箱内烘至恒重,取出放在干燥器中冷却至室温。

A.3.2 称取试样约 10 g,准确至 0.01 g,倒入 45 μm 方孔筛筛网上,将筛子置于筛座上,盖上筛盖。

A.3.3 接通电源,将定时开关固定在 3 min,开始筛析。

A.3.4 开始工作后,观察负压表,使负压稳定在 4 000 Pa~6 000 Pa。若负压小于 4 000 Pa,则应停机,

清理收尘器中的积灰后再进行筛析。

A.3.5 在筛析过程中,可用轻质木棒或硬橡胶棒轻轻敲打筛盖,以防吸附。

A.3.6 3 min 后筛析自动停止,停机后观察筛余物,如出现颗粒成球、粘筛或有细颗粒沉积在筛框边缘,用毛刷将细颗粒轻轻刷开,将定时开关固定在手动位置,再筛析 1 min~3 min 直至筛分彻底为止。将筛网内的筛余物收集并称量,准确至 0.01 g。

单位为毫米

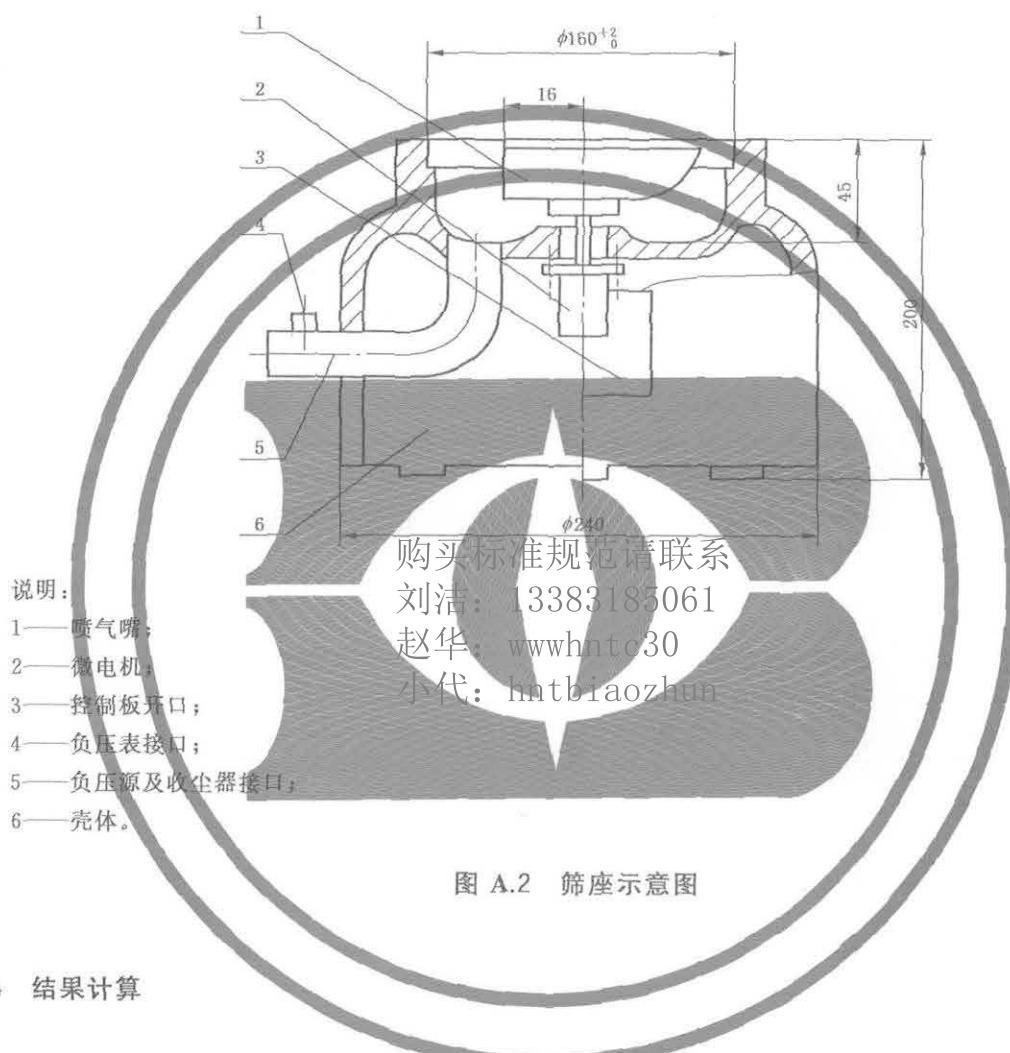


图 A.2 筛座示意图

A.4 结果计算

45 μm 方孔筛筛余按式(A.1)计算,计算至 0.1%:

$$F = (G_1/G) \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

F ——45 μm 方孔筛筛余,单位为百分数(%);

G_1 ——筛余物的质量,单位为克(g);

G ——称取试样的质量,单位为克(g)。

A.5 筛网的校正

A.5.1 筛网的校正采用石灰石粉细度标准样品或其他同等级标准样品,按 A.4 步骤测定标准样品的细度,筛网校正系数按式(A.2)计算,计算至 0.1%:

$$K = m_0 / m \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

K ——筛网校正系数,筛网校正系数范围为 0.8~1.2;

m_0 ——标准样品筛余标准值,单位为百分数(%);

m ——标准样品筛余实测值,单位为百分数(%)。

A.5.2 筛析 150 个样品后应进行筛网的校正。

附录 B

(规范性附录)

石灰石粉流动度比与活性指数试验方法

B.1 主要仪器设备及材料

B.1.1 试验用仪器应采用 GB/T 17671 中所规定的试验用仪器。

B.1.2 试验用水泥应采用基准水泥或符合 GB 175 规定的硅酸盐水泥。当有争议或仲裁检验时,应采用基准水泥。

B.1.3 试验用砂应符合 GB/T 17671 规定的标准砂。

B.1.4 试验用水应采用自来水或蒸馏水。

B.1.5 石灰石粉应采用符合本标准取样规则的样品。

B.2 试验条件及方法

B.2.1 试验室应符合 GB/T 17671 的规定。

B.2.2 确定流动度比及活性指数时的胶砂配合比应符合表 B.1 的规定。

表 B.1 胶砂配合比

胶砂种类	水泥/g	石灰石粉/g	标准砂/g	加水量/mL
对比胶砂	450±2	—	1 350±5	225±1
试验胶砂	315±1	135±1	1 350±5	225±1

B.2.3 按照 GB/T 17671 的规定进行胶砂的搅拌。

B.2.4 石灰石粉的流动度比试验与计算应按如下要求进行:

- 按照表 B.1 的胶砂配合比和 GB/T 2419 规定的方法进行试验,分别测定对比胶砂和试验胶砂的流动度。
- 石灰石粉的流动度比按式(B.1)计算,结果保留至整数。

$$F = \frac{L}{L_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

F ——石灰石粉的流动度比,单位为百分数(%);

L ——试验胶砂的流动度,单位为毫米(mm);

L_0 ——对比胶砂的流动度,单位为毫米(mm)。

B.2.5 石灰石粉的活性指数试验与计算应按如下要求进行:

B.2.5.1 按照 GB/T 17671 的规定,分别测试 7 d、28 d 龄期的对比胶砂和试验胶砂抗压强度。

B.2.5.2 石灰石粉 7 d、28 d 活性指数应分别按式(B.2)和式(B.3)计算,结果保留至整数。

$$A_7 = \frac{R_7}{R_{0,7}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

A_7 ——石灰石粉 7 d 活性指数,单位为百分数(%);

R_7 —— 试验胶砂 7 d 抗压强度,单位为兆帕(MPa);

$R_{0,7}$ —— 对比胶砂 7 d 抗压强度,单位为兆帕(MPa)。

$$A_{28} = \frac{R_{28}}{R_{0,28}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

A_{28} —— 石灰石粉 28 d 活性指数,单位为百分数(%);

R_{28} —— 试验胶砂 28 d 抗压强度,单位为兆帕(MPa);

$R_{0,28}$ —— 对比胶砂 28 d 抗压强度,单位为兆帕(MPa)。

附 录 C
(规范性附录)
石灰石粉含水量试验方法

C.1 仪器设备

C.1.1 烘干箱,可控温度不低于 110℃,最小分度值不大于 2℃。

C.1.2 天平,量程不小于 50 g,准确至 0.01 g。

C.2 试验步骤

C.2.1 称取石灰石粉试样约 50 g,准确至 0.01 g,倒入蒸发皿中。

C.2.2 将烘干箱温度调整并控制在 105℃~110℃。

C.2.3 将石灰石粉试样放入烘干箱内烘干,取出放在干燥器中冷却至室温后称量,准确至 0.01 g,直至质量恒定。

C.3 试验结果处理

C.3.1 含水量按式(C.1)计算,精确至 0.1%。

$$p_w = \frac{m_{w0} - m_{w1}}{m_{w0}} \quad \text{..... (C.1)}$$

式中:

p_w ——含水量,单位为百分数(%);

m_{w0} ——烘干前试样的质量,单位为克(g);

m_{w1} ——烘干后试样的质量,单位为克(g)。

C.3.2 每个样品应称取两个试样进行试验,取两个试样含水量的算术平均值为试验结果。当两个试样含水量的绝对差值大于 0.2%时,应重新试验。

附 录 D

(规范性附录)

石灰石粉亚甲蓝 MB 值测试方法

D.1 原理

本测试方法通过测试石灰石粉试样消耗亚甲蓝溶液中的亚甲蓝量来计算石灰石粉亚甲蓝 MB 值,用于判断石灰石粉中泥粉含量水平。

D.2 仪器设备

D.2.1 烘箱,温度控制范围为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

D.2.2 天平,称量 $1\ 000\text{ g}$,感量 1 g ;称量 100 g ,感量 0.01 g 。

D.2.3 移液管, 5 mL 、 2 mL 移液管各一个。

D.2.4 三片或四片式叶轮搅拌器,转速可调(最高达 $600\text{ r/min}\pm 60\text{ r/min}$),直径 $75\text{ mm}\pm 10\text{ mm}$ 。

D.2.5 定时装置,精度 1 s 。

D.2.6 玻璃容量瓶,容量 1 L 。

D.2.7 温度计,精度 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

D.2.8 玻璃棒,2 支,直径 8 mm ,长 300 mm 。

D.2.9 定量滤纸,快速。

D.2.10 容量为 $1\ 000\text{ mL}$ 的烧杯等。

D.3 试样制备

D.3.1 将石灰石粉样品缩分至 200 g ,放在烘箱中于 $(105\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重,冷却至室温;另准备 500 g 的 $0.5\text{ mm}\sim 1.0\text{ mm}$ 的标准砂。

D.3.2 称取 50 g 石灰石粉和 150 g 的 $0.5\text{ mm}\sim 1.0\text{ mm}$ 的标准砂,分别精确至 0.1 g ;将称取的石灰石粉和标准砂拌合均匀,作为试样备用。

D.4 亚甲蓝溶液的配制

将含量 $\geq 95\%$ 的亚甲蓝($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{C}_1\text{N}_3\text{S}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$)粉末在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重,称取烘干亚甲蓝粉末 10 g ,精确至 0.01 g ,倒入盛有约 600 mL 蒸馏水(水温加热至 $35\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$)的烧杯中,用玻璃棒持续搅拌 40 min ,直至亚甲蓝粉末完全溶解,冷却至 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将溶液倒入 1 L 容量瓶中,用蒸馏水淋洗烧杯等,使所有亚甲蓝溶液全部移入容量瓶,容量瓶和溶液的温度应保持在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,加蒸馏水至容量瓶 1 L 刻度。振荡容量瓶以保证亚甲蓝粉末完全溶解。将容量瓶中溶液移入深色储藏瓶中,标明制备日期、失效日期(亚甲蓝溶液保质期不应超过 28 d),并置于阴暗处保存。

D.5 试验步骤

D.5.1 将试样倒入盛有 $500\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$ 蒸馏水的烧杯中用叶轮搅拌机以 $600\text{ r/min}\pm 60\text{ r/min}$ 转速搅

拌 5 min,形成悬浮液,然后以 400 r/min±40 r/min 转速持续搅拌,直至试验结束。

D.5.2 悬浮液中加入 5 mL 亚甲蓝溶液,以 400 r/min±40 r/min 转速搅拌至少 1 min 后,用玻璃棒蘸取一滴悬浮液(所取悬浮液滴应使沉淀物直径在 8 mm~12 mm 内),滴于滤纸(置于空烧杯或其他合适的支撑物上,以使滤纸表面不与任何固体或液体接触)上。若沉淀物周围未出现色晕,再加入 5 mL 亚甲蓝溶液,继续搅拌 1 min,再用玻璃棒蘸取一滴悬浮液,滴于滤纸上,若沉淀物周围仍未出现色晕,重复上述步骤,直至沉淀物周围出现约 1 mm 宽的稳定浅蓝色晕。此时,应继续搅拌,不加亚甲蓝溶液,每 1 min 进行一次蘸染试验。若色晕在 4 min 内消失,再加入 5 mL 亚甲蓝溶液;若色晕在第 5 min 消失,再加入 2 mL 亚甲蓝溶液。两种情况下,均应继续进行搅拌和蘸染试验,直至色晕可持续 5 min。

D.5.3 记录色晕持续 5 min 时所加入的亚甲蓝溶液总体积,精确至 1 mL。

D.5.4 亚甲蓝 MB 值按式(D.1)计算,结果精确至 0.01:

$$MB = V/G \times 10 \quad \text{.....(D.1)}$$

式中:

MB —— 亚甲蓝值,单位为克每千克(g/kg);

V —— 所加入的亚甲蓝溶液的总量,单位为毫升(mL)。

G —— 试样质量,单位为克(g);

注:公式中的系数 10 用于将每千克试样消耗的亚甲蓝溶液体积换算成亚甲蓝质量。