

ICS 71.060.50

G 12

备案号:41805~41808—2013

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3249.1~3249.4—2013

代替 HG/T 3249.1~3249.4—2008

## 重质碳酸钙 (2013)

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 3249.1—2013	造纸工业用重质碳酸钙 .....	(1)
HG/T 3249.2—2013	涂料工业用重质碳酸钙 .....	(15)
HG/T 3249.3—2013	塑料工业用重质碳酸钙 .....	(29)
HG/T 3249.4—2013	橡胶工业用重质碳酸钙 .....	(43)

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:41805—2013

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3249.1—2013

代替 HG/T 3249.1—2008

## 造纸工业用重质碳酸钙

Heavy calcium carbonate for paper industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 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。

本标准代替 HG/T 3249.1—2008《造纸工业用重质碳酸钙》，与 HG/T 3249.1—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了四种类型的白度指标(2008 年版的 4.2, 本版的 5.2)；
- 修改了四种类型的比表面积指标(2008 年版的 4.2, 本版的 5.2)；
- 修改了四种类型的吸油值指标(2008 年版的 4.2, 本版的 5.2)；
- 修改了 I 型粒度  $D_{50}$  指标值(2008 年版的 4.2, 本版的 5.2)；
- 汞含量测定方法由原来的双硫脲比色法修改为冷原子吸收分光光度法(2008 年版的 5.14, 本版的 6.14)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、广西贺州市科隆粉体有限公司、东南新材料股份有限公司。

本标准主要起草人：王莹、李奇洪、黄华彬、巫锡海。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 3249—2001、HG/T 3249.1—2008。

# 造纸工业用重质碳酸钙

## 1 范围

本标准规定了造纸工业用重质碳酸钙的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以方解石、大理石或石灰石为原料经研磨制得的造纸工业用重质碳酸钙。该产品在造纸工业中主要作为填料。

## 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,仅所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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19281 碳酸钙分析方法

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定通用方法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分:砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

## 3 分子式和相对分子质量

分子式:CaCO<sub>3</sub>

相对分子质量:100.09(按2011年国际相对原子质量)

## 4 分型

造纸工业用重质碳酸钙分四种类型:分别为Ⅰ型1000目、Ⅱ型800目、Ⅲ型600目和Ⅳ型400目。每种类型分两个等级:一等品和合格品。

## 5 要求

5.1 外观:白色或灰白色粉末。

5.2 造纸工业用重质碳酸钙按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

指 标 项 目			I 型 1 000 目		II 型 800 目		III 型 600 目		IV 型 400 目		
			一等品	合格品	一等品	合格品	一等品	合格品	一等品	合格品	
碳酸钙(CaCO <sub>3</sub> )(以干基计) <i>w</i> /%			≥	98	96	98	96	98	96	98	96
白度			≥	95	92.5	94	92	94	91.5	93	91
比表面积/(m <sup>2</sup> /g)			≥	2.5		2.0		1.5		1.0	
盐酸不溶物 <i>w</i> /%			≤	0.25	0.50	0.25	0.50	0.25	0.50	0.25	0.50
吸油值/(g/100 g)			≤	35		33		31		29	
深色异物(尘埃)/(个/g)			≤	5							
细度	粒度	<i>D</i> <sub>50</sub> /μm	≤	4.0		4.5		—		—	
		<i>D</i> <sub>97</sub> /μm	≤	11.0		13.0		—		—	
	通过率(45 μm)/%		≥	—		—		97		97	
磨损率/(g/m <sup>2</sup> )			供需双方协商								
铅(Pb) <i>w</i> /%			≤	0.001 0							
六价铬[Cr(VI)] <i>w</i> /%			≤	0.000 5							
汞(Hg) <i>w</i> /%			≤	0.000 2							
砷(As) <i>w</i> /%			≤	0.000 1							
镉(Cd) <i>w</i> /%			≤	0.000 2							
注:铅、六价铬、汞、砷、镉五项指标只适用于食品包装纸生产。											

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者应小心谨慎,避免与皮肤接触,如接触到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水,试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 碳酸钙含量的测定

按 GB/T 19281 中规定的方法进行测定。

6.5 白度的测定

6.5.1 方法提要

当光谱反射比均为 1 的理想完全反射漫射体的白度为 100,光谱反射比均为 0 的绝对黑体白度为 0 时,采用本标准规定的条件,测定试样的三刺激值,再用所规定的公式计算白度。

6.5.2 仪器、设备

6.5.2.1 白度仪。

6.5.2.2 工作白板:符合 GB/T 23774—2009 规定的工作标准白板。

### 6.5.3 分析步骤

取一定量的试样放入压样器中,压制成表面平整、无纹理、无斑点、无污点的试样板。每批产品需压制3件试样板。

按仪器的使用说明预热、稳定仪器,调零,用工作白板调校仪器。将试样板置于仪器上测定试样的蓝反白度。按 GB/T 23774—2009 中 6.1 条规定读出白度值。

### 6.6 比表面积的测定

按 GB/T 19587 中规定的方法进行测定。

### 6.7 盐酸不溶物含量的测定

按 GB/T 19281 中规定的方法进行测定。

### 6.8 吸油值的测定

按 GB/T 19281 中规定的方法进行测定。整个测定过程要求在 20 min 内完成。

### 6.9 深色异物的测定

称取约 1 g、精确至 0.1 g 的试样,置于两片清洁干燥的 100 mm×100 mm 载玻片上,轻轻碾压至试样平铺,用 10 倍放大镜数取试样中深于白色的颗粒。每克样品中不应超过 5 个深色异物。

### 6.10 细度的测定

#### 6.10.1 粒度的测定

##### 6.10.1.1 试剂

六偏磷酸钠:10 g/L。

##### 6.10.1.2 仪器

##### 6.10.1.2.1 激光粒度分析仪

量程:0.02 μm~2 000 μm;

精度:±1 %;

检测角度:0°~135°。

##### 6.10.1.2.2 超声波分散仪。

##### 6.10.1.3 分析步骤

根据激光粒径分析仪的要求称取一定量的试样,加入 200 mL 水,加入 1.0 mL~1.5 mL 六偏磷酸钠溶液。将试样悬浮液置于超声波分散仪上进行超声分散 3 min~10 min。按激光粒度分析仪操作步骤对试样进行测定(建议折射率为 1.5)。

### 6.10.2 通过率的测定

#### 6.10.2.1 仪器、设备

##### 6.10.2.1.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C±2 °C。

##### 6.10.2.1.2 试验筛:R40/3 系列,φ200×50—0.038/0.03 和 φ200×50—0.025/0.025 GB/T 6003.1—1997。

#### 6.10.2.2 分析步骤

称取约 20.0 g 试样,精确至 0.1 g,置于 800 mL 烧杯中,先加适量的水,用带橡皮头的玻璃棒搅动助其分散,把分散的悬浮液倒至筛中,边振摇边用水冲洗,直至试样不再通过为止。将留在筛上的剩余物用水冲回至烧杯中,并再次用同样数量的水进行分散,如前所述倒至筛子中,再重复此操作两次。把筛余物全部转入到表面皿中,于 105 °C±2 °C 的电热恒温干燥箱内干燥至质量恒定。

#### 6.10.2.3 结果计算

细度以质量分数  $w_1$  计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

(7)

$m_1$ ——筛余物的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

## 6.11 磨耗率的测定

### 6.11.1 试剂

丙酮。

### 6.11.2 仪器、设备

6.11.2.1 磨耗测试仪:配有测试网、金属垫片和 PVC 软管。

6.11.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.11.2.3 超声波水浴。

6.11.2.4 铝盘。

### 6.11.3 分析步骤

#### 6.11.3.1 测试铜网的预处理

**警告:**测试过程使用丙酮时,应在通风橱内操作,并远离明火。

将测试铜网用水清洗后,再用丙酮清洗。然后将测试铜网浸入盛有丙酮的烧杯中,置于超声波水浴中,清洗约  $60\text{ s} \pm 5\text{ s}$ 。用金属镊子小心取出测试铜网,放入先前准备好的铝盘中,待测试铜网上的丙酮基本挥发后,将铝盘和测试铜网置于电热恒温干燥箱中,在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥 15 min。取出后放入干燥器中冷却 30 min,称量,精确到 0.000 2 g。

#### 6.11.3.2 样品的预处理

称取预先在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥 2 h 的样品约 100 g,精确至 1 g。置于预先盛有 300 mL 水的 1 000 mL 烧杯中。用搅拌器以大约 1 000 r/min 的转速搅拌约 5 min(或用超声波水浴分散 2 min)。将试料全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 6.11.3.3 测试

将测试仪的金属垫片(每做 25 次实验后需更换一个)放入测试容器底部,微凸一面朝上。用金属镊子小心地把预先准备好的测试铜网放在金属垫片上,确保测试网磨耗面朝上,压上圆形金属环,同时把装置固定在测试容器上。在测试容器中加入测试浆料。把磨耗测试转子安放在磨耗测试仪主动轴顶端,确保 PVC 软管正对测试网。

提升磨耗测试仪主动轴,把容器放置在其固定位置后,放低主动轴确保主动轴嵌入。将测试周期设置在 174 000 个磨耗来回(大约 2 h/周期),启动磨耗测试仪开始测试。测试完成后,卸下测试容器,用金属镊子小心取出测试铜网,并用水彻底清洗,再用丙酮洗净。然后将测试铜网浸入盛有丙酮溶液的烧杯中,置于超声波水浴中,清洗约  $60\text{ s} \pm 5\text{ s}$ 。

用金属镊子小心取出测试铜网,放入先前准备好的铝盘中,待测试铜网上的丙酮基本挥发后,将铝盘和测试铜网置于电热恒温干燥箱中,在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥 15 min。取出后放入干燥器中冷却,称量,精确到 0.000 2 g。

### 6.11.4 结果计算

磨耗率( $B$ )以测试一组 174 000 来回的每单位面积的测试网失去的质量计,数值以  $\text{g}/\text{m}^2$  表示,按公式(2)计算

$$B = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{305 \times 10^{-6}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——测试前测得铜网的质量,单位为毫克(mg);

$m_2$ ——测试后测得铜网的质量,单位为毫克(mg);

305——磨耗面积,单位为平方毫米( $\text{mm}^2$ )。



取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果的绝对差值为对于每 20 g/m<sup>2</sup> 磨耗物质不大于 3 g/m<sup>2</sup>。

6.12 铅含量的测定

6.12.1 方法提要

将样品溶解并酸化,采用原子吸收分光光度法在 283.3 nm 波长下测定铅含量。

6.12.2 试剂

6.12.2.1 硝酸。

6.12.2.2 盐酸溶液:1+1。

6.12.2.3 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.12.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,小心加热溶解,蒸发至近干。冷却后,加 4 mL 盐酸溶液、50 mL 水,加热煮沸 5 min,冷却。转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。用移液管移取 20 mL 上述溶液分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中,用移液管分别移入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.12.4.2 测定

使用乙炔-空气火焰,以铅空心阴极灯为光源,在波长 283.3 nm 处将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态,以水为参比,测量吸光度。以加入的铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,用外推法查出试验溶液中铅的质量。

6.12.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数  $w_2$  计,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 20/100} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1 %。

6.13 六价铬含量的测定

6.13.1 方法提要

调节试验溶液为酸性,加入二苯碳酰二肼与六价铬离子反应生成玫瑰红色络合物,用分光光度计在 540 nm 波长下测定其吸光度从而求得铬含量。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 95 %乙醇。

6.13.2.2 氢氧化钠溶液:160 g/L。

6.13.2.3 高锰酸钾溶液:20 g/L。

6.13.2.4 硫酸溶液:0.5 mol/L。

量取 28 mL 浓硫酸,边搅拌边滴加到约 400 mL 水中,待滴加时不发生激烈反应后,再徐徐加入,待溶液冷却至室温,全部转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

6.13.2.5 硫酸溶液:1+6。

量取 100 mL 浓硫酸,以上述方法加入到 600 mL 水中,并加入 1 滴 2 %高锰酸钾溶液,使溶液呈粉红色。

6.13.2.6 二苯碳酰二肼溶液;

称取 0.5 g 二苯碳酰二肼,溶解于 100 mL 丙酮中。

6.13.2.7 铬标准储备液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.100 mg。

称取 0.283 0 g 经 100 ℃~110 ℃烘至质量恒定的重铬酸钾,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.13.2.8 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.002 mg。

移取 1.00 mL 铬标准储备液置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

6.13.3 仪器、设备

分光光度计:配有 1 cm 比色皿。

6.13.4 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 硫酸溶液(6.13.2.4),在电炉上煮沸,加入 1.5 mL 氢氧化钠溶液,再加入 2 滴高锰酸钾溶液,加水使瓶内溶液总体积约为 60 mL~70 mL,摇匀,溶液呈紫红色,在电炉上加热煮沸 20 min(在煮沸过程中,如紫红色消退,应及时补加高锰酸钾溶液,使溶液保持紫红色),然后沿壁加入 3 mL 95 %乙醇,摇匀,趁热过滤,滤液置于 100 mL 容量瓶中,并用少量的热水洗涤锥形瓶和滤纸 3 次~4 次,洗涤液并入容量瓶中,控制溶液体积,此滤液即为试样溶液,冷却,备用。同时制备空白试验溶液。

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

6.13.5 工作曲线的绘制

移取铬标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL,分别置于 100 mL 容量瓶中,加入适量水稀释,依次加入 4 mL 硫酸溶液(6.13.2.5)、2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min,以水作为参比,用 1 cm 比色皿,在波长 540 nm 处用分光光度计测量其吸光度,从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度。以铬的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6.13.6 测定

在装有试样溶液的 100 mL 容量瓶中,依次加入 4 mL 硫酸溶液(6.13.2.5)和 2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min,按 6.13.5 条中的要求从“以水作为参比,……”开始测定。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铬的质量。

6.13.7 结果计算

铬含量以铬(Cr)的质量分数  $w_3$  计,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1 %。

6.14 汞含量的测定

6.14.1 方法提要

样品溶解在酸性溶液中,所含的汞化合物成离子状态存在,加入还原剂还原成原子态(元素汞蒸气)。通过气流带出汞,进入石英管内在波长为 253.7 nm 处测定汞,在一定浓度范围其吸收值与汞质量成正比,在工作曲线上查得汞质量。

6.14.2 试剂

6.14.2.1 硝酸溶液:1+4。

6.14.2.2 氯化亚锡溶液:100 g/L。

6.14.2.3 汞标准储备溶液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.020 mg。

移取 2.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(1+9)稀释至刻度,摇匀。此溶液使用期为一周。

6.14.2.4 汞标准溶液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg。

用移液管移取 2.5 mL 汞标准储备溶液,置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+9)稀释至刻度,摇匀。此溶液应在使用当天配制。

6.14.3 仪器、设备

测汞仪或原子吸收分光光度计:配有汞空心阴极灯、冷原子蒸气发生装置、消解器。

6.14.4 测定步骤

6.14.4.1 试验溶液和空白试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,用水润湿,滴加硝酸溶液至溶解,加热沸腾,冷却。全部移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。

6.14.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 汞标准溶液,分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中,加水稀释到刻度,摇匀。此系列溶液为汞工作曲线溶液。用移液管分别移取汞工作曲线溶液各 5.00 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,连接抽气装置,沿壁迅速加入 3 mL 氯化亚锡溶液,并立即盖紧还原瓶,通入载气,从仪器读取显示的最高吸收值。以汞质量为横坐标、吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

6.14.4.3 测定

用移液管分别移取试验溶液和空白试验溶液各 5.00 mL,以下按 6.14.4.2 条从“置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,……读取显示的最高吸收值”进行操作,测得其吸收值,从工作曲线上查出汞的质量。

注:每次测定以后用水彻底清洗粘在石英管上的氯化亚锡,必要时可用重铬酸钾溶液(5 g/L)清洗一次石英管,再用水洗净。含汞废液的处理可参见附录 A。

6.14.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数  $w_4$  计,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);
- $m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);
- $m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 02 %。

6.15 砷含量的测定

6.15.1 试剂和材料

同 GB/T 23947.2—2009 第 6 条。

6.15.2 仪器和设备

同 GB/T 23947.2—2009 第 7 条。

6.15.3 分析步骤

称取 2.00 g±0.01 g 试样,置于锥形瓶或广口瓶中。加 75 mL 水,加 5 mL 盐酸、1 mL 碘化钾溶

液、0.2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,于室温放置 10 min。然后加入 2.5 g 无砷金属锌,并立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管,于室温放置暗处 1 h。取出溴化汞试纸,所呈砷斑颜色不应深于标准。

标准是用移液管移取 2 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg],置于锥形瓶中,加水至 75 mL,从“加 5 mL 盐酸……”开始,与试样同时、同样处理。

## 6.16 镉含量的测定

### 6.16.1 方法提要

试样经处理后,使用原子吸收分光光度计,通过测定标准溶液和试验溶液所产生的原子蒸气,对镉元素的特定吸收波长 228.8 nm 处吸光度做工作曲线,从工作曲线上查出试样溶液镉的质量,以此确定试样中镉元素的含量。

### 6.16.2 试剂

#### 6.16.2.1 盐酸溶液:1+4。

#### 6.16.2.2 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.001 mg。

用移液管吸取 1 mL 按 HG/T 3696.2 中规定所配制的镉标准溶液,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管吸取 10 mL,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。使用前配制。

### 6.16.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有镉空心阴极灯。

### 6.16.4 测定步骤

#### 6.16.4.1 试验溶液和空白试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,用水润湿,滴加盐酸溶液至溶解,加热沸腾,冷却。全部移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。同时制备空白试验溶液。

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

#### 6.16.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 镉标准溶液,分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中,用移液管分别加入 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,使用乙炔-空气火焰,以镉空心阴极灯为光源,在波长 228.8 nm 处将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态,以水为参比,测量吸光度。以镉质量为横坐标、吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

### 6.16.5 测定

试验溶液和空白试验溶液按 6.16.4.2 条从“使用乙炔-空气火焰,……测量吸光度。”进行操作,测得其吸收值,从工作曲线上查出镉的质量。

### 6.16.6 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数  $w_5$  计,按公式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 02 %。

## 7 检验规则

7.1 本标准要求的指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的造纸工业用重质碳酸钙

为一批,每批产品不超过 60 t。

**7.3** 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g;将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中,密封,粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

**7.4** 生产厂应保证每批出厂的造纸工业用重质碳酸钙产品都符合本标准的要求。

**7.5** 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

**7.6** 采用 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定检验结果是否符合标准。

## 8 标志、标签

**8.1** 造纸工业用重质碳酸钙包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号和 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

**8.2** 每批出厂的造纸工业用重质碳酸钙产品都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 9 包装、运输、贮存

**9.1** 造纸工业用重质碳酸钙采用两种包装方式。

**9.1.1** 双层包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋。外包装为塑料编织袋或复合纸袋(根据用户要求包装)。每袋净含量 25 kg、50 kg、吨包装或按用户要求进行包装。

**9.1.2** 单层包装:采用复合塑料编织袋或复合纸袋(根据用户要求包装)。袋净含量 25 kg、40 kg、吨包装或按用户要求进行包装。

**9.2** 造纸工业用重质碳酸钙在包装时,将内袋中空气排出,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋用维尼龙绳线或其他质量相当的线缝口,缝线整齐、针距均匀,无漏缝或跳线现象。

**9.3** 造纸工业用重质碳酸钙在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不应与酸混运。

**9.4** 造纸工业用重质碳酸钙应贮存在干燥库房中,防止雨淋、受潮、日晒。不应与酸混贮。

**9.5** 造纸工业用重质碳酸钙在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 1 年。

**附 录 A**  
**(资料性附录)**  
**含汞废液的处理**

为了防止含汞废液的污染,分析用过的含汞废液均应进行处理后方可排放。

**A.1 方法提要**

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

**A.2 处理步骤**

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液达到约 40 L 时依次加入 400 g/L 氢氧化钠溶液 400 mL、硫化钠( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )100 g,摇匀。10 min 后缓慢加入 30 %过氧化氢溶液 400 mL,充分混合,放置 24 h 后将上层清液排放废水中,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞回收。

上述操作中所用试剂均为工业级。

---

中华人民共和国  
化工行业标准  
重质碳酸钙  
(2013)

HG/T 3249.1~3249.4—2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张3 $\frac{3}{4}$  字数95千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1668

---

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定价:48.00元

版权所有 违者必究