

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:34590—2012

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4204—2011

---

### 低砷碳酸钙

Little arsenic calcium carbonate

2011-12-20 发布

2012-07-01 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:建德市天石碳酸钙有限责任公司、中海油天津化工研究设计院、建德市双超钙业有限公司。

本标准主要起草人:周新民、王莹、陈春玉、王彦、洪宇锋。

# 低砷碳酸钙

## 1 范围

本标准规定了低砷碳酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以石灰石为原料,用碳化法生产,并且用于水松纸、卷烟纸或特殊用纸的填充料的低砷碳酸钙。

## 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 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—2003 碳酸钙分析方法

GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定通用方法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷含量的测定 砷斑法

HG/T 3249.1—2008 造纸工业用重质碳酸钙

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

## 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2007年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:白色粉末。

4.2 低砷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

| 项 目   | 指 标              |
|---|------------------|
| 碳酸钙(以 $\text{CaCO}_3$ 计)(以干基计) $w/\%$         | $\geq 97.0$      |
| 105℃下挥发物 $w/\%$                               | $\leq 2.0$       |
| 盐酸不溶物 $w/\%$                                  | $\leq 0.2$       |
| 游离碱(以 $\text{CaO}$ 计) $w/\%$                  | $\leq 0.1$       |
| 沉降体积/( $\text{mL}/\text{g}$ )                 | $\geq 2.8$       |
| 白度/度  | $\geq 94.0$      |
| 平均粒径/ $\mu\text{m}$                           | $\leq 2.0$       |
| 深色异物(尘埃)/(个/ $\text{g}$ )                     | $\leq 5$         |
| 砷(As) $w/\%$                                  | $\leq 0.000\ 08$ |
| 镉(Cd) $w/\%$                                  | $\leq 0.000\ 1$  |
| 铅(Pb) $w/\%$                                  | $\leq 0.000\ 2$  |
| 镍(Ni) $w/\%$                                  | $\leq 0.000\ 5$  |
| 六价铬(Cr) $w/\%$                                | $\leq 0.000\ 5$  |
| 汞(Hg) $w/\%$                                  | $\leq 0.000\ 1$  |
| 注:香烟装袋纸或直接与食品接触的包装纸用低砷碳酸钙对镉、铅、镍、六价铬和汞有毒物质有要求。 |                  |

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

5.2 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。试验中所需标准滴定溶液、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 之规定制备。

5.3 外观的检验

在自然光下,以目视法判别所取样品的的外观。

5.4 碳酸钙含量的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.4 条规定的方法进行测定。

5.5 105℃下挥发物含量的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.14 条规定的方法进行测定。

5.6 盐酸不溶物含量的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.16 条规定的方法进行测定。

5.7 游离碱含量的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.18 条规定的方法进行测定。

5.8 沉降体积的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.23 条规定的方法进行测定。

5.9 白度的测定

5.9.1 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。

## 5.9.2 仪器、设备

### 5.9.2.1 白度仪;

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

## 5.9.3 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。

## 5.9.4 结果计算

按 GB/T 23774—2009 第 6.1 条中规定读出白度值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 1。

## 5.10 平均粒径的测定

### 5.10.1 试剂

六偏磷酸钠溶液:10 g/L。

### 5.10.2 仪器

#### 5.10.2.1 激光粒径分析仪

量程:0.02  $\mu\text{m}$  ~ 2 000  $\mu\text{m}$ ;

精度: $\pm 1\%$ ;

检测角度: $0^\circ \sim 135^\circ$ 。

#### 5.10.2.2 超声波分散仪。

## 5.10.3 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 100 mL 水,加入 1.0 mL ~ 1.5 mL 六偏磷酸钠溶液。将试样溶液置于超声波分散仪上进行超声分散 15 min。按激光粒径分析仪操作步骤测定试样的平均粒径。

## 5.11 深色异物(尘埃)的测定

称取 1 g 试样,置于两片清洁干燥的 100 mm × 100 mm 载玻片上,轻轻碾压至试料平铺,用 10 倍放大镜数取试料中深于白色的颗粒。

## 5.12 砷含量的测定

### 5.12.1 方法提要

按 GB/T 23947.2—2009 第 3 章的规定。

### 5.12.2 试剂

按 GB/T 23947.2—2009 第 6 章的规定。

### 5.12.3 仪器、设备

按 GB/T 23947.2—2009 第 7 章的规定。

## 5.12.4 分析步骤

称取 3.00 g  $\pm 0.01$  g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加水润湿,加盖表面皿后滴加盐酸溶液(1+1)至试样完全溶解,以下操作按 GB/T 23947.2—2009 第 8.2 条的规定“加 6 mL 盐酸溶液……”进行测定。溴化汞试纸所呈砷斑颜色不得深于标准。

标准是准确移取 2.4 mL 砷标准溶液(0.001 mg/mL)置于测砷瓶中,与同体积试液同时、同样处理。

## 5.13 镉含量的测定

### 5.13.1 试剂

#### 5.13.1.1 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3) \approx 0.3 \text{ mol/L}$ ;

用量筒量取 20 mL 硝酸,边搅拌边缓慢加入到 1 L 水中。

5.13.1.2 磷酸二氢铵溶液:50 g/L。

5.13.1.3 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd) $1\times10^{-4}$  mg;

移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。移取 1 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,即配即用。

5.13.1.4 一级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

5.13.2 仪器、设备

石墨炉原子吸收分光光度计;配有镉空心阴极灯。

5.13.3 分析步骤

5.13.3.1 工作曲线的绘制

按照表 2 分别移取镉标准溶液,加入 20 mL 磷酸二氢铵溶液(或作为基体改进剂测定时在线加入),用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。于波长 228.8 nm 处将仪器调至最佳工作状态,以一级水为参比,测量吸光度。以镉的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

表 2 镉工作曲线溶液移取体积

| 溶液体积/mL   | 编 号 |      |      |      |
|-----------|-----|------|------|------|
|           | 1   | 2    | 3    | 4    |
| 镉(Cd)标准溶液 | 0   | 1.00 | 2.00 | 3.00 |

5.13.3.2 试样溶液的配制和测定

称取 0.2 g 试样,精确至 0.002 g,置于烧杯中,用水润湿,加硝酸溶液溶解试样,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 磷酸二氢铵溶液(或作为基体改进剂测定时在线加入),用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀(必要时过滤)。与 5.13.3.1 相同仪器条件下测定试样溶液的吸光度,并在工作曲线查出对应镉的质量(mg)。

5.13.4 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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);

$m$  ——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 02 %。

5.14 铅含量和镍含量的测定

5.14.1 试剂

5.14.1.1 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3) \approx 0.3$  mol/L;

用量筒量取 20 mL 硝酸,边搅拌边缓慢加入到 1 L 水中。

5.14.1.2 磷酸二氢铵溶液:50 g/L。

5.14.1.3 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.001 mg;

移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,即配即用。

5.14.1.4 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.001 mg;

移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,即配即用。

5.14.1.5 一级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

5.14.2 仪器、设备

石墨炉原子吸收分光光度计:配有铅和镍空心阴极灯。

5.14.3 分析步骤

5.14.3.1 工作曲线的绘制

按照表 3 分别移取铅标准溶液和镍标准溶液,加入 20 mL 磷酸二氢铵溶液(或作为基体改进剂测定时在线加入),用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。于波长 283.3 nm(Pb)和 232.0 nm(Ni)处将仪器调至最佳工作状态,以一级水为参比,测量吸光度。以铅的质量(mg)或镍的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

表 3 铅工作曲线和镍工作曲线溶液移取体积

| 溶液体积/mL   | 编 号 |      |      |      |
|-----------|-----|------|------|------|
|           | 1   | 2    | 3    | 4    |
| 铅(Pb)标准溶液 | 0   | 1.50 | 3.00 | 4.50 |
| 镍(Ni)标准溶液 | 0   | 1.20 | 2.40 | 3.60 |

5.14.3.2 试样溶液的配制和测定

称取 0.5 g 试样,精确至 0.002 g,置于烧杯中,加硝酸溶液溶解试样,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 磷酸二氢铵溶液(或作为基体改进剂测定时在线加入),用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀(必要时过滤)。与 5.14.3.1 相同仪器条件下测定试样溶液的吸光度,并在工作曲线查出对应铅或镍的质量(mg)。

5.14.4 结果计算

铅含量以铅(Pb)的或镍含量以镍(Ni)质量分数  $w_2$  计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$  ——从工作曲线上查出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 04 %。

5.15 六价铬含量的测定

按 HG/T 3249.1—2008 第 5.13 条规定的方法进行测定。

5.16 汞含量的测定

5.16.1 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。

5.16.2 试剂

同 GB/T 21058—2007 第 3.4 条。

5.16.3 仪器、设备

同 GB/T 21058—2007 第 3.5 条。

5.16.4 分析步骤

5.16.4.1 试验溶液和空白试验溶液的制备

称取 1.00 g±0.01 g 样品置于 150 mL 烧杯中,用水润湿,(盖上表面皿)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。

**5.16.4.2 工作曲线的绘制**

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 汞标准溶液(1 mL 溶液含汞 0.001 mg),分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中,此系列溶液为汞标准工作溶液。分别移取汞标准工作溶液各 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(mg)为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

**5.16.4.3 测定**

分别移取试验溶液和空白试验溶液各 5.00 mL,以下按第 5.16.4.2 条从“置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,……”开始进行操作,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  $\text{SnCl}_2$ ,必要时可用  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  溶液(5 g/L)清洗一次石英管,再用水洗净。含汞废液按照附录 A 处理。

**5.16.5 结果计算**

汞含量以汞(Hg)的质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

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 检验规则**

**6.1** 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

**6.2** 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低砷碳酸钙为一批,每批产品不超过 40 t。

**6.3** 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、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。

**6.4** 生产厂应保证每批出厂的低砷碳酸钙产品都符合本标准的要求。

**6.5** 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。

**6.6** 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。

**7 标志、标签**

**7.1** 低砷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、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。

**7.2** 每批出厂的低砷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、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。

**8 包装、运输、贮存**

**8.1** 低砷碳酸钙包装采用单层包装或双层包装。单层包装为复膜包装袋。双层包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用



塑料编织袋,外袋用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或根据用户要求协商决定。每袋净含量为 25 kg 或根据用户要求协商决定。

**8.2** 低砷碳酸钙在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运。

**8.3** 低砷碳酸钙应贮存在干燥库房中,防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。

**8.4** 低砷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至少为 2 年。

---

中华人民共和国

化工行业标准

低砷碳酸钙

HG/T 4204 2011

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 $\frac{3}{4}$  字数16千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1212

---

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:12.00元

版权所有 违者必究