

ICS 71.060.50
G 12
备案号:30088—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2776—2010

代替 HG/T 2776—1996

工业微细沉淀碳酸钙和 工业微细活性沉淀碳酸钙

Fine precipitated calcium carbonate and fine activated
precipitated calcium carbonate for industrial use

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2776—1996《工业超细碳酸钙和工业超细活性碳酸钙》。

本标准与 HG/T 2776—1996 的主要技术差异如下：

- 更改了原标准的名称；
- 取消了原标准中合格品指标，增加工业微细沉淀碳酸钙中优等品的指标（1996 年版的 3.2，本版的 5.2）；
- 删除了氧化钙、氧化镁、灼烧减量的指标要求和测定方法（1996 年版的 3.2、5.4、5.5、5.15）；
- 提高了盐酸不溶物、pH、105℃下挥发物含量、铁含量、白度、比表面积、密度、粒径八项指标的要求，增加了黑点、铅、铬、镉、汞五项指标项目（1996 年版的 3.2，本版的 5.2）；
- 增加了黑点、铅、铬、汞、镉五项指标的分析方法（本版的 6.11、6.15、6.16、6.17、6.18）。

本标准的附录为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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、常州碳酸钙有限公司、福建省三农碳酸钙公司、湖北科隆粉体有限公司、中海油天津化工研究设计院、建德市正发实业公司、建德市兴隆钙粉有限公司。

本标准主要起草人：周新民、章文光、张有祥、李奇洪、王莹、谢启祥、詹根松。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2776—1996。

工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙

1 范围

本标准规定了工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以石灰石为原料,沉淀法生产的工业微细沉淀碳酸钙和采用活性剂进行表面处理、特殊加工而成的工业微细活性沉淀碳酸钙。这些产品主要用于塑料、橡胶、纸张等填充剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定

GB/T 5950—2008 建筑材料与非金属矿产品白度测定方法

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(mod ISO 3696 : 1987)

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 19587—2004 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积(neq ISO 9277 : 1995)

GB/T 23769 无机化工产品水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: CaCO_3

相对分子质量: 100.09(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类

4.1 本标准分为工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙两类。

4.2 每类分为两个等级:优等品和一等品。

5 要求

5.1 外观:白色粉末,无味、无臭。

5.2 工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标			
	工业微细沉淀碳酸钙		工业微细活性沉淀碳酸钙	
	优等品	一等品	优等品	一等品
碳酸钙(CaCO_3) $w/\%$	≥ 98.0	97.0	95.0	94.0
pH 值(10%悬浮物)	$8.0 \sim 10.0$			
105℃挥发物 $w/\%$	≤ 0.4	0.6	0.3	0.5
盐酸不溶物 $w/\%$	≤ 0.1	0.2	0.1	0.2
铁(Fe) $w/\%$	0.05	0.08	0.05	0.08
白度 $w/\%$	94.0	92.0	94.0	92.0
吸油值/(g/100 g)	≤ 100		70	
黑点/(个/g)	≤ 5			
堆积密度(松密度)/(g/cm ³)	$0.3 \sim 0.5$			
比表面积/(m ² /g)	≥ 12	6	12	6
平均粒径/ μm	$0.1 \sim 1.0$	$1.0 \sim 3.0$	$0.1 \sim 1.0$	$1.0 \sim 3.0$
铅 ^a (Pb) $w/\%$	≤ 0.0010			
铬 ^a (Cr) $w/\%$	≤ 0.0005			
汞 ^a (Hg) $w/\%$	≤ 0.0001			
镉(Cd) $w/\%$	≤ 0.0002			
砷 ^a (As) $w/\%$	≤ 0.0003			
活化度 $w/\%$	\geq	—	96	

^a 在作为食品包装纸、儿童玩具和电子产品填料时需控制这些指标。

6 试验方法

6.1 安全提示

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。

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 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,以目视法判别所取样品的的外观。

6.4 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。

6.5 pH 值的测定

6.5.1 试剂

6.5.1.1 无二氧化碳的蒸馏水;

6.5.1.2 乙醇溶液:95%的中性溶液。

6.5.2 仪器、设备

6.5.2.1 酸度计:分度值为 0.02 pH 单位,配有玻璃电极和饱和甘汞电极;

6.5.2.2 磁力搅拌器和搅拌子。

6.5.3 分析步骤

称取 $10.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中(活性产品需加入 5 mL 乙醇溶液润湿),再加入 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 100 mL 无二氧化碳的蒸馏水,充分搅拌 10 min 后,以下按 GB/T 23769 的分析步骤测定 pH 值。

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 0.2 pH。

6.6 105 °C 挥发物的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.14 条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—2003 第 3.16 条规定的方法进行测定。

6.8 铁含量的测定

6.8.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.8.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.8.3 仪器、设备

分光光度计:配有 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定,使用 4 cm 或 5 cm 比色皿,绘制铁含量为 0.01 mg ~ 0.1 mg 的工作曲线。

6.8.4.2 测定

称取 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 水、5 mL 盐酸溶液,加热煮沸 2 min,取下冷却至室温。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去 20 mL 初始滤液,保留滤液。

用移液管移取 10 mL 滤液,置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.8.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,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优等品不大于 0.005 %。

6.9 白度的测定

6.9.1 方法提要

同 GB/T 5950—2008 第 4 章。

6.9.2 仪器、设备

6.9.2.1 白度仪;

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

6.9.3 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、无疵点、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。

6.9.4 结果计算

按 GB/T 23774—2009 中 6.1 条读出白度值。

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 0.5。

6.10 吸油值的测定

6.10.1 试剂

同 GB/T 19281—2003 第 3.21.1 条。

6.10.2 仪器

同 GB/T 19281—2003 第 3.21.2 条。

6.10.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于玻璃板或釉面瓷板上,用已知质量的邻苯二甲酸二辛酯(DOP)滴瓶滴加 DOP,边滴加边用调刀不断进行翻动研磨,起初试样呈分散状,后逐渐成团直至全部被 DOP 所润湿,并刚好形成一整团即为终点。称取滴瓶质量,精确至 0.01 g。整个测定要求在 20 min 内完成(DOP 的温度在整个滴定与称量过程中需保持不变)。

6.10.4 结果计算

吸油值以 w_2 计,数值以每 100 g 碳酸钙所吸收 DOP 的质量(g)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——滴加 DOP 之前滴瓶和 DOP 的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——滴加 DOP 之后滴瓶和 DOP 的质量的数值,单位为克(g);

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 1.0 g/100 g。

6.11 黑点的测定

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。每克样品中不得超过 5 个黑点。

6.12 堆积密度(松密度)的测定

6.12.1 方法提要

一定量的试料通过圆锥形漏斗,进入一已知容积的圆柱形料罐中,测定装满料罐所需试料的质量。

6.12.2 仪器、设备

堆积密度的测定:将料罐洗净、晾干,盖上玻璃片,称得料罐和玻璃片的质量。小心将水倒入料罐中,近满时用滴管加水至全满,盖上玻璃片,用滤纸吸干料罐及玻璃片外部的水,玻璃片与料罐中水之间应无气泡,再称量料罐和玻璃片的质量。装置如图 1 所示。

料罐体积 V ,数值以毫升(mL)表示,按式(3)计算:

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

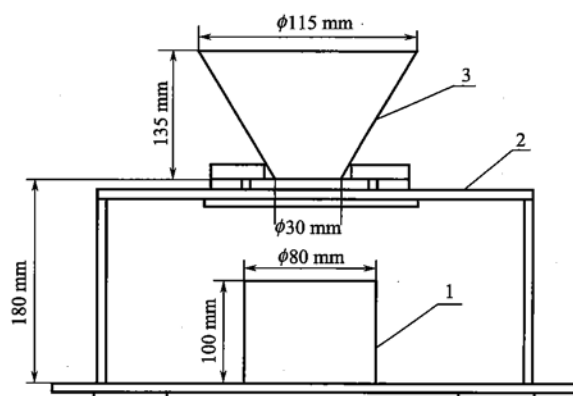
式中:

m_1 ——灌满水的料罐及玻璃片的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——未灌水的料罐及玻璃片的质量的数值,单位为克(g);

$\rho_{\text{水}}$ ——测定温度下纯水密度的数值,单位为克每毫升(g/mL),近似为 1 g/mL。

料罐体积每年至少校准一次。



- 1——料罐(500 mL 或 250 mL);
2——支架;
3——漏斗。

图 1 堆积密度测定装置图

6.12.3 分析步骤

按图 1 安装好堆积密度测定装置。

称取料罐质量,精确至 1 g。

关好漏斗下底,将试样自然倒满,用直尺刮去高出部分,放好已知质量的料罐,打开漏斗下底,使试样全部自动流入料罐中,用直尺刮去高出部分(刮平前勿移动料罐),称量试样和料罐的质量,精确至 1 g。

6.12.4 结果计算

堆积密度以单位体积的质量 ρ 计,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(4)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——料罐和试料的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——料罐的质量的数值,单位为克(g);

V ——料罐的体积的数值,单位为毫升(mL)。

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 0.02 g/mL。

6.13 比表面积的测定

按 GB/T 19587—2004 规定的方法进行测定。

6.14 平均粒径的测定

6.14.1 仪器

6.14.1.1 激光粒径分析仪:

量程:0.02 μm ~2000 μm ;

精度: $\pm 1\%$;

检测角度: $0^\circ \sim 135^\circ$ 。

6.14.1.2 超声波分散仪。

6.14.2 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。

6.15 铅含量的测定

6.15.1 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。

6.15.2 试剂和溶液

6.15.2.1 盐酸。

6.15.2.2 硝酸。

6.15.2.3 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.020 mg。

用移液管移取 2 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。

6.15.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

6.15.4 分析步骤

6.15.4.1 试验溶液的制备

称取四份约 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,分别置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸、15 mL 盐酸,小心加热溶解,蒸发至近干。冷却后,加 4 mL 盐酸、50 mL 水,加热煮沸 5 min,冷却。全部移入 4 个 100 mL 容量瓶中,用移液管分别移入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.15.4.2 测定

使用乙炔-空气火焰,以铅空心阴极灯作为光源,在 283.3 nm 波长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。以铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,用外推法查出试料溶液中铅的质量。

6.15.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{13}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铅的含量的数值,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 0.0001%。

6.16 铬含量的测定

6.16.1 方法提要

调节试验溶液为酸性,加入二苯卡巴肼与六价铬离子反应生成玫瑰红色铬合物,用分光光度计在一定波长下测定其吸光度从而求得铬含量。

6.16.2 试剂

6.16.2.1 95%乙醇。

6.16.2.2 氢氧化钠溶液:160 g/L。

6.16.2.3 高锰酸钾溶液:20 g/L。

6.16.2.4 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 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.16.2.5 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。

6.16.2.6 二苯卡巴肼溶液。

称取 0.5 g 二苯卡巴肼,溶解于 100 mL 丙酮中。

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

称取 0.283 0 g 经 100 °C~110 °C 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。

6.16.2.8 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。

6.16.3 仪器、设备

分光光度计:配有 1 cm 比色皿,可在 540 nm 处测量吸光度。

6.16.4 分析步骤

称取约 3 g 样品,精确到 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加入 15 mL 硫酸溶液(6.16.2.4),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,备用。

同时制备空白试验溶液,除不加入试样外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

6.16.5 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(6.16.2.4)、2.0 mL 二苯卡巴肼溶液,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。

6.16.6 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(6.16.2.4)和 2.0 mL 二苯卡巴肼溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min,按 6.16.5 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。

6.16.7 结果计算

铬含量以铬(Cr)的质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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_2 ——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 ——试样质量的数值,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 05 %。

6.17 汞含量的测定

6.17.1 方法提要

样品溶解在酸性溶液中,所含的汞化合物呈离子状态存在,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,在一定浓度范围内其吸收值与汞的质量成正比,在标准工作曲线上查得汞的质量。

6.17.2 试剂

6.17.2.1 硝酸溶液:1+4。

6.17.2.2 硝酸-重铬酸钾溶液。

称取 5.0 g 重铬酸钾溶于水中,加入 5 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL。

6.17.2.3 氯化亚锡溶液:100 g/L。

6.17.2.4 汞标准储备溶液:1 mL 溶液含汞(Hg)1.0 mg。

称取 0.135 4 g 预先经硫酸干燥器中干燥 24 h 的氯化汞,置于 100 mL 烧杯中。用硝酸-重铬酸钾溶液溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存,有效期一年。

6.17.2.5 汞标准溶液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg。

用移液管移取 10 mL 汞标准储备液,置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。再移取 1 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液应在使用当天配置。

6.17.3 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。

6.17.4 测定步骤

6.17.4.1 试验溶液和空白试验溶液的制备

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 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。

6.17.4.2 标准工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 汞标准溶液,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。用移液管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,以汞空心阴极灯为光源测定,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。

6.17.4.3 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 6.17.4.2 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 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。

6.17.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

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 05 %。

6.18 镉含量的测定

6.18.1 方法提要

试样经处理后,在酸性溶液中镉离子导入原子吸收仪中,原子化以后,吸收 228.8 nm 共振线,其吸收量与镉含量成正比,与标准系列比较定量。

6.18.2 试剂

6.18.2.1 盐酸溶液:1+4。

6.18.2.2 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.001 mg。

用移液管吸取 1 mL HG/T 3696.2 中所配置的镉标准溶液,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。

6.18.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有镉空心阴极灯。

6.18.4 测定步骤

6.18.4.1 试验溶液和空白试验溶液的制备

称取 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 样品置于 150 mL 烧杯中,用水润湿(盖上表面皿),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。

6.18.4.2 标准工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 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,此系列溶液为镉标准工作溶液。使用乙炔-空气火焰,在 228.8 nm 波长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。

6.18.4.3 测定

试验溶液和空白试验溶液,按 6.18.4.2 条“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。

6.18.4.4 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0)/10^3}{m} \times 100 \quad \text{..... (8)}$$

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 %。

6.19 砷含量的测定

6.19.1 方法提要

同 GB/T 5009.76—2003 第 8 条。

6.19.2 试剂

同 GB/T 5009.76—2003 第 9 条。

6.19.3 仪器

同 GB/T 5009.76—2003 第 10 条。

6.19.4 分析步骤

称取 $0.5\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于锥形瓶中,用水润湿。用移液管移取 1.5 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg]作为标准,置于另一只锥形瓶中。各加入 5 mL 盐酸溶液(1+3),使试样完全溶解。然后按照 GB/T 5009.76—2003 的第二法砷斑法中第 11 章测定进行操作。

6.20 活化度的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.20 条规定的方法进行测定。

7 检验规则

7.1 本标准分出厂检验和型式检验。

7.1.1 本标准所有项目为型式检验项目,正常生产情况下每六个月进行一次型式检验;在下列情况下必须进行型式检验:

- a) 更新关键设备和生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大的差异;
- e) 合同规定。

7.1.2 本标准规定碳酸钙含量、pH 值、105℃挥发物、盐酸不溶物、铁、白度、黑点、松密度(堆积密度)、比表面积、平均粒径、吸油值、活化度为出厂检验项目,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工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙为一批,每批产品不超过 30 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工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀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 工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀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、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 每批出厂的工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀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、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 工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙包装采用单层包装或双层包装。单层包装为覆膜包装袋。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内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。或内外袋袋口对齐,折边缝合,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。

9.2 工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀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。

9.3 工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀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。

9.4 工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀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)
处理汞废液的方法

为了防止含汞废液的污染,建议将汞测定后所得的废液进行处理。

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 试剂和溶液

A.2.1 氢氧化钠溶液:400 g/L;

A.2.2 硫化钠($\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$);

A.2.3 过氧化氢溶液:30 %。

A.3 处理步骤

将汞废液收集于约 50 L 的容器中,当汞废液达约 40 L 时,依次加入 400 mL 氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠,摇匀。10 min 后缓慢加入过氧化氢溶液 400 mL,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞的回收。

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
工业微细沉淀碳酸钙和工业微细活性沉淀碳酸钙

HG/T 2776—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数25千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0859

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:14.00元

版权所有 违者必究