

备案号:7257—2000

HG/T 2226—2000

## 前 言

本标准是非等效采用德国标准 DIN 55918:1984《填料用碳酸钙》对化工行业标准 HG/T 2226—1991《工业沉淀碳酸钙》进行修订而成。

本标准与德国标准的主要技术差异如下:

——根据我国实际情况分为三个等级。

——取消了标准中铜含量指标,增设了用户特别要求的铁和沉降体积指标。

——锰含量和 105℃下挥发物指标优于德国标准。

本标准与 HG/T 2226—1991 主要技术差异为:

——根据用户要求,增设了水溶物项目指标,其指标参数和试验方法等同于德国标准。

——主含量和 pH 值指标等同于德国标准。

——对铁含量的合格品指标进行调整,使之更符合国情。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2226—1991。

本标准由国家和石油化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、浙江菱化集团有限公司、四川都江堰钙品股份有限公司。

本标准主要起草人:姚锦娟、阮士祥、王良金。

本标准于 1984 年首次发布,1991 年第一次修订。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2226—2000

## 工业沉淀碳酸钙

代替 HG/T 2226—1991

Calcium carbonate precipitated for industrial use

### 1 范围

本标准规定了工业沉淀碳酸钙的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以石灰石为原料,用碳化法制得的工业沉淀碳酸钙。本产品主要用于橡胶、塑料、造纸和涂料等工业中作填充剂。

分子式:  $\text{CaCO}_3$

相对分子质量: 100.09(按 1997 年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 9087—1988 用于色度和光度测量的粉体标准白板

### 3 技术要求

3.1 外观:白色粉末。

3.2 工业沉淀碳酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ )含量(干基计)/% $\geq$	98.0	97.0	96.0
pH 值(10%悬浮液)	9.0~10.0	9.0~10.5	9.0~11.0
105℃下挥发物含量/% $\leq$	0.40	0.70	1.00
盐酸不溶物含量/% $\leq$	0.10	0.20	0.30

国家石油和化学工业局 2000-05-23 批准

2000-12-01 实施

表 1(完)

项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
沉降体积/(mL/g)	≥	2.8	2.6	2.4
铁(Fe)含量/%	≤	0.08	0.10	0.12
锰(Mn)含量/%	≤	0.006	0.008	0.010
筛余物:125 μm 试验筛/%	≤	0.005	0.010	0.015
45 μm 试验筛/%	≤	0.30	0.40	0.50
白度/度	≥	90.0	90.0	
水溶物/%	≤	0.2		

#### 4 试验方法

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 中规定的三级水。

本标准所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

**安全提示:**本标准所用强酸强碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作,如果溅到皮肤上,立即用大量水冲洗。严重者,立即治疗。

##### 4.1 碳酸钙含量的测定

###### 4.1.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的  $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$  等离子,在 pH 值大于 12 的介质中,以钙试剂羧酸钠盐为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。

###### 4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.2 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.1.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

4.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$  约为 0.02 mol/L。

4.1.2.5 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

称取 10 g 于 105℃~110℃ 烘干 2 h 的氯化钠,置于研钵内研细,加入 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐,研细,混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。

###### 4.1.3 分析步骤

称取 0.6 g 预先在 105℃~110℃ 干燥至恒重的试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加少许水润湿,盖上表面皿,滴加盐酸溶液至试样全部溶解,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于锥形瓶中,加入 5 mL 三乙醇胺溶液、25 mL 水和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂,用氢氧化钠溶液调成酒红色,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。

同时作空白试验。

###### 4.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ )含量( $X_1$ )按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.1001}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $V$ ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样的质量, g;

0.100 1——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的碳酸钙的质量。

#### 4.1.5 允许差

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 0.2%。

#### 4.2 pH 值的测定

##### 4.2.1 仪器、设备

4.2.1.1 酸度计: 测量范围 pH 为 0~14, 最小分度值为 0.02 pH。

4.2.1.2 参比电极: 甘汞电极, 内充氯化钾饱和溶液。

4.2.1.3 测量电极: 玻璃电极。

##### 4.2.2 分析步骤

将参比电极和测量电极与酸度计连接好, 预热, 调零, 定位。

称取  $(10 \pm 0.01) \text{ g}$  试样, 置于 150 mL 烧杯中, 加入 100 mL 不含二氧化碳水, 充分搅拌, 静置 10 min, 用酸度计测量悬浮液的 pH 值。

##### 4.2.3 允许差

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 0.3 pH。

#### 4.3 105℃下挥发物含量的测定

##### 4.3.1 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于已恒重的称量瓶中, 移入恒温干燥箱内, 在 105~110℃ 干燥至恒重。

##### 4.3.2 分析结果的表述

以质量分数表示的 105℃ 下挥发物含量( $X_2$ )按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $m_1$ ——干燥前称量瓶和试样的质量, g;

$m_2$ ——干燥后称量瓶和试样的质量, g;

$m$ ——试样的质量, g。

##### 4.3.3 允许差

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 0.02%。

#### 4.4 盐酸不溶物含量的测定

##### 4.4.1 方法提要

用盐酸溶解试样, 过滤酸不溶物, 灼烧, 称量。

##### 4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶解: 1+1。

4.4.2.2 硝酸银溶液: 10 g/L。

##### 4.4.3 仪器、设备

高温炉: 能控制温度在  $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 。

##### 4.4.4 分析步骤

称取约 4 g(合格品 2 g) 试样(精确至 0.01 g)。置于烧杯中, 加少量水润湿, 滴加 20 mL(合格品 10 mL) 盐酸溶液, 加热至沸, 趁热用中速定量滤纸过滤, 用热水洗涤至滤液中无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将滤纸连同不溶物一并移入已恒重的瓷坩埚内, 低温灰化后移入高温炉内, 在  $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$  灼烧

至恒重。

#### 4.4.5 分析结果的表述

以质量分数表示的盐酸不溶物含量( $X_3$ )按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $m_1$ ——灼烧后瓷坩埚和不溶物的质量, g;

$m_2$ ——瓷坩埚的质量, g;

$m$ ——试样的质量, g。

#### 4.4.6 允许差

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 0.03%。

### 4.5 沉降体积的测定

#### 4.5.1 仪器、设备

带磨口塞的刻度量筒: 100 mL。

#### 4.5.2 分析步骤

称取(10±0.01) g 试样, 置于盛有 30 mL 水的带磨口塞的刻度量筒中, 加水至刻度, 上下振摇 3 min(100 次/min~110 次/min), 在室温下静置 3 h, 记录沉降物所占的体积(mL)。

#### 4.5.3 分析结果的表述

以每克沉降物所占体积表示的沉降体积( $X_4$ )按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{V}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $V$ ——沉降物所占体积, mL;

$m$ ——试样的质量, g。

#### 4.5.4 允许差

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 0.1 mL/g。

### 4.6 铁含量的测定

#### 4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 1 章。

#### 4.6.2 试剂和材料

##### 4.6.2.1 硝酸溶液: 1+1。

##### 4.6.2.2 硝酸溶液: 1+6。

其余同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

#### 4.6.3 仪器、设备

分光光度计: 带有厚度为 1 cm 吸收池。

#### 4.6.4 分析步骤

##### 4.6.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 20 g 试样(精确至 0.01 g), 置于高型烧杯中, 加入 10 mL 水润湿, 盖上表面皿, 缓缓加入 65 mL 硝酸溶液(4.6.2.1), 加热至沸, 用中速定量滤纸过滤, 洗涤, 滤液和洗液一并收集于 250 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。此溶液为试验溶液 A, 用于铁含量和锰含量的测定。

##### 4.6.4.2 空白试验溶液的制备

量取 1 mL 硝酸溶液(4.6.2.2), 置于烧杯中, 加入 10 mL 水, 备用。

##### 4.6.4.3 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 的规定, 选择厚度为 1 cm 的吸收池及其对应的铁标准溶液用量, 绘制工作曲线。

## 4.6.4.4 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。用移液管移取 25 mL, 置于 100 mL 烧杯中, 和空白溶液同时按照 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定, 从“必要时, 加水至 60 mL……”开始进行操作。

选用 1 cm 吸收池, 按 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定测量吸光度, 根据工作曲线查出试验溶液和空白溶液中铁的质量。

## 4.6.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铁(Fe)含量( $X_5$ )按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{25}{250} \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{10(m_1 - m_0)}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线中查出的试验溶液中铁的质量, mg;

$m_0$ ——从工作曲线中查出的空白溶液中铁的质量, mg;

$m$ ——试样的质量, g。

## 4.6.6 允许差

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 0.01%。

## 4.7 锰含量的测定

## 4.7.1 方法提要

在磷酸存在下的强酸性介质中, 高碘酸钾在加热煮沸时将二价锰离子氧化成紫红色的高锰酸根离子, 用分光光度计测量其吸光度。

## 4.7.2 试剂和材料

## 4.7.2.1 高碘酸钾。

## 4.7.2.2 磷酸溶液: 1+1。

## 4.7.2.3 氨水溶液: 2+3。

## 4.7.2.4 锰标准溶液: 1 mL 溶液含 0.01 mg Mn。

用移液管移取 25 mL 按 GB/T 602 配制的锰标准溶液, 置于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 稀释液现用现配。

## 4.7.3 仪器、设备

分光光度计: 带有厚度为 3 cm 的吸收池。

## 4.7.4 分析步骤

## 4.7.4.1 工作曲线绘制

用移液管移取: 0 mL、1 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL 锰标准溶液, 分别置于 250 mL 烧杯中, 各加入 40 mL 水、1.5 mL 硝酸溶液(4.6.2.2), 10 mL 磷酸溶液和 0.3 g 高碘酸钾, 盖上表面皿, 加热至沸, 沸腾 3 min, 冷却后全部移入 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。

在 525 nm 波长下, 用 3 cm 吸收池, 以水为参比, 将分光光度计的吸光度调整为零, 进行吸光度测定。

以锰含量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

## 4.7.4.2 空白溶液的制备

量取 5 mL 硝酸溶液(4.6.2.1), 置于烧杯中, 用氨水溶液调节 pH 值为 7(用 pH 试纸检验), 再加入 1.5 mL 硝酸溶液(4.6.2.2)。

## 4.7.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 烧杯中, 和空白溶液同时按照 4.7.4.1 的规定进行操作, 自“加入 10 mL 磷酸溶液”开始, 直到“进行吸光度测定”止。



以试样的吸光度减去空白溶液的吸光度后,由工作曲线上查出试样中锰的含量。

#### 4.7.5 分析结果的表述

以质量分数表示的锰(Mn)含量( $X_6$ )按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100 = \frac{0.1 m_1}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:  $m_1$ ——试验溶液中锰的质量,mg;

$m$ ——移取试验溶液 A 中含试样的质量,g。

#### 4.7.6 允许差

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 0.001%。

### 4.8 筛余物的测定

#### 4.8.1 仪器、设备

4.8.1.1 试验筛:R40/3 系列  $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}/0.125 \text{ mm}$  和  $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}/0.045 \text{ mm}$ 。

4.8.1.2 毛刷:1 号羊毛画笔。

#### 4.8.2 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),一次或数次移入试验筛内,用水润湿后一边振摇筛子,一边用自来水轻轻地冲洗至试样不再通过时,用毛刷在筛网上轻轻刷之,用水冲洗毛刷和筛子,直至冲洗水中不含试样为止,再用 95%乙醇冲洗试验筛,将筛子连同筛余物一并移入恒温干燥箱内,在  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$  干燥后,将筛余物移至已知质量的表面皿或硫酸纸中称量(精确至 0.000 2 g)。

#### 4.8.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的筛余物含量( $X_7$ )按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $m_1$ ——筛余物的质量,g;

$m$ ——试样的质量,g。

#### 4.8.4 允许差

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:125  $\mu\text{m}$  试验筛为 0.003%;45  $\mu\text{m}$  试验筛为 0.03%。

### 4.9 白度的测定

#### 4.9.1 仪器、设备

4.9.1.1 白度计:带有标准白度板和工作白度板,分度值 0.2 度。

4.9.1.2 标准白度板:必须定期校正。

#### 4.9.2 分析步骤

用定期标定过的标准白度板校正工作白度板。标准白度板每半年送专业单位校正一次。将白度仪调整至工作状态,将试样均匀地置于粉末皿中,使试样面超过粉末皿约 2 cm,用光洁的玻璃板覆盖在试样的表面上,压紧试样,并稍加旋转,移去玻璃板。沿水平方向观察试样表面,应无凹凸不平、斑点和斑痕等异常情况。

将试样皿置于仪器台上,测定白度值,读准至 0.1 度;将试样皿在仪器台上旋转 90 度,测定白度值,读准至 0.1 度;再旋转 90 度,测定白度值,读准至 0.1 度。三次读数结果极差不得大于 0.4 度。

#### 4.9.3 允许差

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 度。

### 4.10 水溶物的测定

#### 4.10.1 分析步骤

称取 50 g 试样(精确至 0.1 g),置于 500 mL 容量瓶中,加入去二氧化碳水至刻度,摇动 15 min。干

过滤,弃去 20 mL 前滤液,取 100 mL 滤液置于已于  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  恒重过的(精确至 0.001 g)蒸发皿中,在水浴上蒸干,将蒸发皿置于烘箱中,于  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  干燥至恒重,称量(精确至 0.001 g)。

#### 4.10.2 分析结果的表述

以质量分数表示的水溶物含量( $X_8$ )按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{5m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:  $m_1$  ——水溶物的质量, g;

$m$  ——试样的质量, g。

#### 4.10.3 允许差

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 0.02%。

### 5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 60 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,应将采样器自包装袋上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中,密封,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为试验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业沉淀碳酸钙由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业沉淀碳酸钙都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业沉淀碳酸钙进行验收,验收应在到货之日算起的两个月内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

### 6 标志、标签

6.1 工业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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业沉淀碳酸钙都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、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。

### 7 包装、运输、贮存

7.1 工业沉淀碳酸钙采用聚丙烯塑料复合编织袋包装或其他包装,每袋净含量 50 kg、40 kg 和 25 kg。

7.2 工业沉淀碳酸钙在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混运。

7.3 工业沉淀碳酸钙应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混贮。