

ICS 71.060.50
G 12
备案号:23755—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3249.1—2008

代替 HG/T 3249—2001

造纸工业用重质碳酸钙

Heavy calcium carbonate for paper industrial use

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

HG/T 3249.1—2008

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准代替 HG/T 3249—2001《工业重质碳酸钙》。

本标准与 HG/T 3249—2001 的主要技术差异如下：

——取消了原标准中的等级，根据产品用途分为四个分标准；

——根据造纸工业的需求，按产品细度分为四种型号。取消了 pH 值、105℃下挥发物、铁含量、锰含量、活化度、筛余物、铜七项指标；增设了比表面积、深色异物、细度、磨耗率、铅、六价铬、汞、砷、镉九项指标要求（2001 年版 4.2，本版 4.2）；

——分析方法中删去了取消的技术要求的检测方法，增加了新增项目的检验方法（2001 年版 5.2，5.3，5.5，5.6，5.9，5.10 和 5.12，本版 5.6，5.9，5.10，5.11，5.12，5.13，5.14，5.15 和 5.16）。

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：建德市钦堂精细钙业有限公司、广西贺州市科隆粉体有限公司、建德市天石碳酸钙有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：吴康孟、邵振宏、李齐洪、张小燕、周新民、王莹、刘幽若。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：HG/T 3249—2001。

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类要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输、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底涂原料。

2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准中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)或修订版本均不适用于本标准,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—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 5950—1996 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1 : 1990)

GB/T 6678 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(eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 8946 塑料编织袋

GB/T 8947 复合塑料编织袋

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)

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

分子式: CaCO_3

相对分子质量: 100.09(按 2005 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观: 白色或灰白色粉末。

4.2 造纸用重质碳酸钙应符合表 1 要求。

HG/T 3249.1—2008

表 1 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 ₃)(以干基计)w/%			≥	98	96	98	96	98	96	98	96
白度/度			≥	96	93.5	95	93	95	92.5	94	92
比表面积/(cm ² /g)			≥	12 500		11 500		10 000		9 000	
盐酸不溶物/%			≤	0.25	0.50	0.25	0.50	0.25	0.50	0.25	0.50
吸油值/(mL/100 g)			≤	25		23		20		20	
深色异物(尘埃)/(个/g)			≤	5							
细度	粒径	D50/μm	≤	3.5		4.5		—		—	
		D97/μm	≤	11		13		—		—	
	通过率/%		≥	—		—		97		97	
磨耗率/(g/m ²)				供需双方协商							
铅(Pb)w/%			≤	0.001 0							
六价铬(Cr ⁶⁺)w/%			≤	0.000 5							
汞(Hg)w/%			≤	0.000 2							
砷(As)w/%			≤	0.000 1							
镉(Cd)w/%			≤	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。											

5 试验方法

5.1 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。

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—1992 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 外观的判别

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 白度的测定

5.5.1 方法提要

同 GB/T 5950—1996 第 4 章。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 白度仪。

5.5.2.2 工作白板:符合 GB/T 5950—1996 第 6 章规定的工作白板。

5.5.3 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光白度。

5.5.4 结果计算

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,三次平行测定结果的绝对差值不大于 1。

5.6 比表面积的测定

按 GB/T 19587—2004 规定的方法进行测定。

5.7 吸油量的测定

5.7.1 试剂

同 GB/T 19281—2003 第 3.21.1 条。

5.7.2 仪器

同 GB/T 19281—2003 第 3.21.2 条。

5.7.3 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)(恒温)的滴瓶滴加 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。

5.7.4 结果计算

吸油量以 w_1 计,数值以每 100 g 碳酸钙所吸收 DOP 的质量(g)表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (1)$$

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。

5.8 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。

5.9 深色异物的测定

称取(1.0±0.1) 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 个深色异物。

5.10 细度的测定

5.10.1 粒径的测定

5.10.1.1 试剂

聚丙烯酸钠溶液:称取 50 g 聚丙烯酸钠,溶于 100 mL 水中,用 1+1 氨水溶液调节 pH 值为 9.0~9.5。

5.10.1.2 仪器

5.10.1.2.1 激光粒径分析仪:

量程:0.02 μm~2 000 μm;

精度:±1 %;

检测角度:0°~135°。

HG/T 3249.1—2008

5.10.1.2.2 超声波分散仪。

5.10.1.3 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 100 mL 水(表面改性的试样先加入少量乙醇润湿),加入 1.0 mL~1.5 mL 聚丙烯酸钠溶液。将试样悬浮液置于超声波分散仪上进行超声分散 20 min。按激光粒径分析仪操作步骤对试样进行测定(建议折射率为 1.5)。

5.10.2 通过率的测定

5.10.2.1 仪器

试验筛:R40/3 系列, $\phi 200 \times 50-0.038/0.03$ 和 $\phi 200 \times 50-0.025/0.025$ GB/T 6003.1—1997。

5.10.2.2 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,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,如前所述倒至筛中,再重复此操作两次。把筛余物全部转入到培养皿中,于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥至质量恒定。

5.10.2.3 结果计算

细度以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

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

式中:

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 %。

5.11 磨耗率的测定

5.11.1 试剂

丙酮。

5.11.2 仪器、设备

5.11.2.1 磨耗测试仪:配套测试网、金属垫片和 PVC 软管部分。

5.11.2.2 最大称量值:3 500 g,称量感量 1 g。

5.11.2.3 最大称量值:300 g,称量感量 0.000 1 g。

5.11.2.4 温度设定在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的烘箱。

5.11.2.5 超声波水浴。

5.11.2.6 铝盘。

5.11.2.7 金属镊子、坩埚钳。

5.11.2.8 搅拌器。

5.11.2.9 干燥器。

5.11.3 测试网的预处理

把测试铜网放入铝盘中,倒入丙酮将铜网浸没,并置于超声波水浴中。打开超声波水浴处理 (60 ± 5) s。关闭超声波水浴,将铝盘和测试铜网放入烘箱中烘干大约 15 min。取出,放在干燥器中冷却 30 min。称量,精确到 0.000 1 g(w_1)。与铜网一起称重过的铝盘放一边备用(5.11.5.5)。

注意:测试铜网只能一面研磨。供应商在不做研磨的一面已用彩色线条做记号,必须面朝下置于磨耗仪上。每一次取放测试网都必须用金属镊子。

5.11.4 样品的预处理

5.11.4.1 粉末样品

5.11.4.1.1 称取 (100 ± 1) g 在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 温度下干燥 2 h 的样品,置于预先盛有 300 mL 蒸馏水的 1 000 mL 烧杯中。

HG/T 3249.1—2008

- 5.11.4.1.2 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。
- 5.11.4.1.3 将试料全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,彻底洗净烧杯和筛子,确保悬浮液已完全转移。将容量瓶稀释至 1 000 mL 刻度线,充分摇匀。
- 5.11.4.2 浆液样品
- 5.11.4.2.1 用搅拌器搅拌或用力摇动容器,充分混匀样品。并测出浆液的固含量。
- 5.11.4.2.2 称取固含量(100±1) g 的浆料,置于盛有约 300 mL 蒸馏水的干净的 1 000 mL 烧杯中,以下按 5.11.4.1.2 和 5.11.4.1.3 操作。
- 5.11.5 测定步骤
- 5.11.5.1 把金属垫片(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。把预先准备好的测试铜网放在金属垫片上,确保测试网磨损面朝上,压上圆形金属环,同时把装置固定在测试容器上。
- 5.11.5.2 在测试容器中加入测试浆料。把磨损测试转子安置在磨损测试仪主动轴顶端,确保 PVC 软管未磨损部分朝下,正对测试网。
- 5.11.5.3 提升磨损测试仪主动轴,把容器放置在其固定位置。放低主动轴确保主动轴嵌入。将测试周期开关设置在 5 的位置即 174 000 个磨损来回(大约 2 个小时/周期)。启动磨损测试仪,测试仪完成所设置的转数后会自动关闭。
- 5.11.5.4 测试完成后,抬升磨损测试仪主动轴并把它上面的料浆在测试皿中洗净,拆除测试容器,用金属镊子取出网并用蒸馏水彻底清洗。用丙酮洗净网,然后把它浸入装有丙酮溶液的小烧杯中,并置于超声波水浴中,处理约(60±5) s。
- 5.11.5.5 用金属镊子把网从烧杯中取出,放入先前准备好的铝盘(5.11.3)中,先滤清过量丙酮,然后把盘和网放入烘箱中烘干约 15 min。取出放入干燥器中冷却,称量,精确到 0.000 1 g(w_2)。
- 5.11.5.6 每次实验之后抬升主动轴,洗净并擦干测试容器及其部件(主动轴和黄铜套管等)。

注:在烘干和称量过程中必须使用镊子或坩埚钳,以保证测试准确性和防止烫伤。

5.11.6 结果计算

磨损率(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 g/m² 表示,按公式(3)计算

$$B = \frac{(W_1 - W_2) \times 1.029}{0.305 \times 10^{-3}} \quad (3)$$

式中:

W_1 ——5.11.3 中测试铜网的质量,单位为毫克(mg);

W_2 ——5.11.5.5 中铜网的质量,单位为毫克(mg);

0.305——磨损面积,单位为平方毫米(m²);

1.029——磨损测试系数。

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/m² 磨损物质不大于 3。

5.12 铅含量的测定

5.12.1 方法提要

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

5.12.2 试剂和溶液

5.12.2.1 盐酸。

5.12.2.2 硝酸。

5.12.2.3 铅标准溶液: 1 mL 溶液含铅(Pb)0.020 g。

配制: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(此溶液仅使用一个星期)。

HG/T 3249.1—2008

5.12.2.4 水:GB/T 6682—1992 中规定的二级水。

5.12.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

5.12.4 分析步骤

5.12.4.1 试验溶液的制备

称取四份(2.00±0.01) 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、6.00 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.12.4.2 空白试验溶液的配制

在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。此溶液为空白试验溶液 B,用于铅含量的测定。

5.12.4.3 测定

使用乙炔-空气火焰,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。从每个标准参比液的吸光度中减去试剂空白试验的吸光度,以铅的质量(mg)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。

5.12.4.4 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (4)$$

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(mg);

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铅的含量的数值,单位为(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%。

5.13 六价铬的测定

5.13.1 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。

5.13.2 试剂和溶液

5.13.2.1 95%乙醇。

5.13.2.2 氢氧化钠溶液:160 g/L。

5.13.2.3 高锰酸钾溶液:20 g/L。

5.13.2.4 硫酸溶液:0.5 mol/L;

量取 28 mL 浓硫酸(GB 625),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。

5.13.2.5 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。

5.13.2.6 二苯卡巴肼溶液

称取 0.5 g 二苯卡巴肼,溶解于 100 mL 丙酮(GB 686)中。

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

称取 0.2830 g 经 100℃~110℃烘至质量恒定的重铬酸钾(GB 642)用水溶解,移入 1 000 mL 容

量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.13.2.8 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。

5.13.3 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。

5.13.4 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,加入 15 mL 硫酸溶液(5.11.2.4),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,如紫红色消褪,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 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三角瓶和滤纸 3~4 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。

5.13.5 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(1+6)硫酸溶液,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。

5.13.6 测定

在装有试样溶液的 100 mL 容量瓶中,依次加入 4 mL(1+6)硫酸溶液和 2.0 mL 二苯卡巴肼溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min,按 5.10.5 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。

5.13.7 结果计算

铬含量以铬(Cr^{3+})的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按公式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铬的质量的数值,单位为(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(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 %。

5.14 汞含量的测定

5.14.1 方法提要

试样中的汞离子在酸性溶液中与双硫腙生成橙红色络合物,溶于三氯甲烷,与标准系列比较定量。

5.14.2 试剂和溶液

5.14.2.1 硝酸。

5.14.2.2 氨水。

5.14.2.3 高锰酸钾溶液:50 g/L。

5.14.2.4 三氯甲烷:不应含有氧化物。

5.14.2.5 硫酸溶液:1+35。

5.14.2.6 硫酸溶液:1+19。

5.14.2.7 盐酸羟胺溶液 200 g/L;吹清洁空气,除去溶液中含有的微量汞。

5.14.2.8 溴麝香草酚蓝-乙醇指示液 1 g/L。

HG/T 3249.1—2008

5.14.2.9 双硫脲-三氯甲烷溶液(0.5 g/L),保存冰箱中,必要时用下述方法纯化。

称取 0.5 g 研细的双硫脲,溶于 50 mL 三氯甲烷中,如不全溶,可用滤纸过滤于 250 mL 分液漏斗中,用氨水(1+99)提取三次,每次 100 mL,将提取液用棉花过滤至 500 mL 分液漏斗中,用盐酸(1+1)调至酸性,将沉淀出的双硫脲用三氯甲烷提取 2~3 次,每次 20 mL,合并三氯甲烷层,用等量水洗涤两次,弃去洗涤液,在 50 °C 水浴上蒸去三氯甲烷。精制的双硫脲置硫酸干燥器中,干燥备用,或将沉淀出的双硫脲用 200 mL、200 mL、100 mL 三氯甲烷提取三次,合并三氯甲烷层为双硫脲溶液。

5.14.2.10 双硫脲使用液:吸取 1.0 mL 双硫脲溶液,加三氯甲烷至 10 mL,混匀。用 1 cm 比色皿,以三氯甲烷调节零点,于波长 510 nm 处测吸光度(A),用式(6)算出配制 100 mL 双硫脲使用液(70 %透光率)所需双硫脲溶液的毫升数(V)。

$$V = \frac{10(2 - \lg 70)}{A} = \frac{1.55}{A} \dots\dots\dots (6)$$

5.14.2.11 汞标准使用液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.010 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,加硫酸(1+35)稀释至刻度。此溶液使用期为一个月。

5.14.2.12 汞标准使用液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg;

移取上述汞标准使用液 2.5 mL 置于 50 mL 容量瓶中,加硫酸(1+35)稀释至刻度,此溶液即配即用。

5.14.3 仪器、设备

可见分光光度计。

5.14.4 分析步骤

5.14.4.1 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 1 g,加入少量盐酸使其溶解,再加 20 mL 水,在电炉上煮沸 10 min,除去二氧化碳等,冷却至室温。

5.14.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,加入试剂的量与制备试验溶液时完全相同,并与试验溶液同时进行同样的处理。

5.14.4.3 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 汞标准溶液(5.12.2.12)分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 10 mL 硫酸(1+19),再加水至 40 mL,混匀。再各加 1 mL 盐酸羟胺溶液,放置 20 min,并时时振摇。

于分液漏斗中各加 5.0 mL 双硫脲-三氯甲烷溶液,剧烈振摇 2 min,静置分层后,经脱脂棉将三氯甲烷层滤入 1 cm 比色皿中,以三氯甲烷调节零点,在波长 490 nm 处测吸光度,从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以汞的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.14.4.4 测定

于试验溶液及空白试验溶液中各加高锰酸钾溶液(50 g/L)至溶液呈紫色,然后再加盐酸羟胺溶液使紫色褪去,加 2 滴麝香草酚蓝指示液,用氨水调节 pH,使橙红色变为橙黄色(pH=1~2)。定量转移至 125 mL 分液漏斗中。以下按工作曲线绘制“于分液漏斗中加 5.0 mL 双硫脲-三氯甲烷溶液……”开始操作。测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,在工作曲线上查出汞的含量。

5.14.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_{Hg} 计,数值以 % 表示,按公式(7)计算:

$$w_{\text{Hg}} = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

(12)

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中汞的质量的数值,单位为(mg);

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中汞的质量的数值,单位为(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 05 %。

5.15 砷含量的测定

5.15.1 方法提要

同GB/T 5009.76—2003第8条。

5.15.2 试剂

同GB/T 5009.76—2003第3条。

5.15.3 仪器

同GB/T 5009.76—2003第10条。

5.15.4 分析步骤

称取(1.00±0.01)g研磨后的试样,置于锥形瓶或广口瓶中。加75 mL水,加5 mL盐酸、1 g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25℃放置暗处1 h。取出溴化汞试纸,所呈砷斑颜色不得深于标准。

移取2 mL(1 mL含砷0.001 mg)的砷标准溶液,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。

5.16 镉含量的测定

5.16.1 方法提要

通过测定试验溶液和标准溶液所产生的原子蒸汽对镉元素的特定吸收波长辐射的吸光度来确定试样中镉元素的含量。

5.16.2 试剂

5.16.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.16.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.16.2.3 镉标准溶液:1 mL溶液含有镉(Cd)0.010 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的镉标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

5.16.2.4 水:GB/T 6682—1992中规定的二级水。

5.16.3 仪器、设备

5.16.3.1 原子吸收分光光度计。

5.16.3.2 镉空心阴极灯。

5.16.4 仪器工作条件

5.16.4.1 波长:228.8 nm。

5.16.4.2 火焰:空气-乙炔。

5.16.5 分析步骤

5.16.5.1 工作曲线的绘制

取5只100 mL容量瓶,用移液管分别加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL镉标准溶液,加入10 mL盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白试验的吸

HG/T 3249.1—2008

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。

5.16.5.2 测定

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入硝酸溶液溶解,加热蒸发至无 NO_2 为止,冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。空白试验应与测定平行进行,并采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂,但空白试验不加试样。

将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白溶液中镉的质量。

5.16.6 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

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_2 ——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 1%。

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同一规格的工业重质碳酸钙为一批,每批产品不超过 60 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、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。

6.4 造纸工业用重质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。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 检验结果中如有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,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.6 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。对有毒有害物质应采用全数值比较法。

7 标志、标签

7.1 造纸工业用碳酸钙包装袋上要有牢固清晰的标志,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/T 191—2000 规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的造纸工业用重质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。

8 包装、运输、贮存

8.1 造纸工业用重质碳酸钙采用两种包装方式。

8.1.1 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

HG/T 3249.1—2008

装),其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净含量 25 kg、50 kg 或吨包装。

8.1.2 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),其性能和检验方法应符合 GB/T 8947 的规定。每袋净含量 25 kg、40 kg 或吨包装。

8.2 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。

8.3 造纸工业用重质碳酸钙在运输中应有遮盖物,防止包装损坏,防止雨淋、受潮、曝晒。不得与酸混运。

8.4 造纸工业用重质碳酸钙应贮存于阴凉、通风、干燥处,防止雨淋、受潮。不得与酸混贮。