

备案号:10095—2002

HG/T 3249—2001

前 言

本标准是非等效采用国际标准 ISO 5796:1990《橡胶配合材料 天然碳酸钙 试验方法》对推荐性化工行业标准 HG/T 3249—1988《工业天然碳酸钙》进行修订而成。

本标准与 ISO 5796:1990 的主要技术差异为:

——本标准分重质碳酸钙和活性重质碳酸钙两类。

——取消了游离碱度指标,增设了 pH 值指标,实际上这也是控制了游离碱度指标。

——增设了盐酸不溶物和白度指标。

本标准与 HG/T 3249—1988 主要技术差异为:

——增加了活性重质碳酸钙一类。

——重质碳酸钙增设了灼烧减量、铁、白度、筛余物指标,取消了水溶物指标;活性重质碳酸钙增设了活化度、吸油量指标而不控制灼烧减量指标。

——对 105℃挥发物含量、盐酸不溶物含量和 pH 值指标进行调整。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3249—1988。

本标准由原国家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、四川都江堰华夏钙品股份有限公司、四川宝兴县碳酸钙工业协会。

本标准主要起草人:姚锦娟、王甫全、裴文清。

本标准于 1988 年首次发布,1999 年由专业标准转化为化工行业标准。

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 3249—2001

工业重质碳酸钙

代替 HG/T 3249—1988

Heavy calcium carbonate for industrial use

1 范围

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

本标准适用于以方解石、大理石或石灰石为原料经研磨制得的工业重质碳酸钙和经表面处理制得的工业活性重质碳酸钙。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： CaCO_3

相对分子质量：100.09(按 1999 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 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

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(eqv ISO 3696:1987)

3 产品分类

工业重质碳酸钙分为两类：I类为工业重质碳酸钙，II类为工业活性重质碳酸钙。

4 技术要求

4.1 外观：白色或灰白色粉末。

4.2 工业重质碳酸钙应符合表 1 要求

表 1 要求

项 目	指 标				
	重质碳酸钙			活性重质碳酸钙	
	优等品	一等品	合格品	一等品	合格品
碳酸钙(CaCO ₃ ,干基计)含量/% \geq	98.0	96.0	94.0	96.0	94.0
pH 值	8.0~10.0	8.0~10.5		8.0~10.0	8.0~10.0
105℃挥发物含量/% \leq	0.4	0.5	1.0	0.5	0.7
盐酸不溶物含量/% \leq	0.5	0.7	1.0	0.5	0.7
铁含量/% \leq	0.025	0.10		0.10	0.10
锰含量/% \leq	0.006			0.006	0.008
筛余物含量/%,45 μ m \leq	0.5	0.5		0.5	
125 μ m \leq	0.005	0.010		0.010	
白度/度 \geq	92.0	90.0		90.0	
灼烧减量/%	43.0~44.5	42.0~44.5	41.0~44.5		
活化度/% \geq				95	90
吸油量/(g/100 g) \leq				80	
铜含量/% \leq	0.001				

5 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 之规定制备。

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。

5.1 碳酸钙含量的测定

5.1.1 方法提要

在 pH 大于 12 的介质中,用三乙醇胺掩蔽少量的 Al³⁺、Fe³⁺、Mn²⁺ 等离子,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。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.2 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.1.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

5.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:c(EDTA)约为 0.02 mol/L。

5.1.2.5 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

称取 10 g 于(105±5)℃下烘干 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。

5.1.3 分析步骤

称取 0.6 g 预先在(105±5)℃下干燥至恒重的试样(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,用中速滤纸过滤,滤液和洗液一并收集于 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 水和水量钙试剂羧酸钠盐指示剂,用氢氧化钠溶液调成酒红色,并过量 0.5 mL,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。

同时做空白试验。

5.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的碳酸钙(CaCO_3)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.1001}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{100.1 \times c(V - V_0)}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

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

V_0 ——滴定空白试验溶液所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;

0.1001——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。

5.1.5 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%。

5.2 pH 值的测定

5.2.1 试剂和材料

5.2.1.1 不含二氧化碳的水。

5.2.1.2 95%乙醇中性溶液。

以酚酞作指示剂,用氢氧化钠溶液调成浅粉色。

5.2.2 仪器、设备

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

5.2.2.2 参比电极:甘汞电极,内充氯化钾饱和溶液。

5.2.2.3 测量电极:玻璃电极。

5.2.3 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。

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于 150 mL 烧杯中,活性重质碳酸钙样品要加入 5 mL 乙醇润湿。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。

5.2.4 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 0.3 pH。

5.3 105℃ 下挥发物含量的测定

5.3.1 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 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.3.2 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。

5.3.3 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 0.04%。

5.4 盐酸不溶物含量的测定

5.4.1 方法提要

用盐酸溶解试样,过滤酸不溶物,灼烧,称量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 95%乙醇。

5.4.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

5.4.3 仪器、设备

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

5.4.4 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.01 g),置于烧杯中,加少量水润湿,活性重质碳酸钙样品要先加入 4 mL 乙醇润湿。滴加 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 $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重。

5.4.5 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。

5.4.6 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%。

5.5 铁含量的测定

5.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 1 章。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 95%乙醇。

5.5.2.2 硝酸溶液:1+1。

其余同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

5.5.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 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,活性重质碳酸钙要先加入 20 mL 乙醇润湿。盖上表面皿,缓缓加入 65 mL 硝酸溶液,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、锰含量和铜含量的测定。

5.5.4.2 空白试验溶液的制备

量取 1 mL 硝酸溶液,置于烧杯中,加入 10 mL 水,备用。

5.5.4.3 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。

5.5.4.4 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, 和空白试验溶液同时按照 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 规定测量吸光度, 根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.5.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铁(Fe)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{25}{250} \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{10 \times (m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——试验溶液中的铁的质量, mg;

m_0 ——空白试验溶液中的铁的质量, mg;

m ——试验溶液 A 中试样的质量, g。

5.5.6 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: 优等品为 0.005%, 一等品、合格品为 0.01%。

5.6 锰含量的测定

5.6.1 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。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 高碘酸钾。

5.6.2.2 磷酸溶液: 1+1。

5.6.2.3 硝酸溶液: 1+6。

5.6.2.4 氨水溶液: 2+3。

5.6.2.5 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。

5.6.3 仪器、设备

分光光度计: 带有厚度为 3 cm 的吸收池。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 和 25.00 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、10 mL 磷酸溶液和 0.3 g 高碘酸钾, 盖上表面皿, 加热至沸, 煮沸 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, 以水为对照将分光光度计的吸光度调整为零, 测量其吸光度。

以锰含量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.6.4.2 空白试验溶液的制备

量取 5 mL 硝酸溶液(5.5.2.2), 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(5.6.2.3)。

5.6.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 烧杯中, 和空白试验溶液同时按照 5.6.4.1 规定进

行操作,自“加入 10 mL 磷酸溶液”开始,直到“测量其吸光度”止。

由工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中锰的质量。

5.6.5 分析结果的表述

以质量分数表示的锰(Mn)含量(X_5)按式(5)计算:

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

式中: m_1 ——试验溶液中锰的质量,mg;

m_0 ——空白试验溶液中锰的质量,mg;

m ——试验溶液 A 中试样的质量,g。

5.6.6 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 0.001%。

5.7 筛余物的测定

5.7.1 仪器、设备

5.7.1.1 试验筛:符合 GB/T 6003.1 规定的 R40/3 系列,φ200 mm×50 mm/0.125 mm 和 φ200 mm×50 mm/0.045 mm。

5.7.1.2 毛刷:1 号羊毛画笔。

5.7.2 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,用毛刷在筛网上轻轻刷试样,使其通过筛网,直至筛下所垫黑纸没有试样痕迹。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±5)℃下干燥后,将筛余物全部转移至已知质量的表面皿或硫酸纸中称量(精确至 0.000 2 g)。

5.7.3 分析结果的表述

以质量分数表示的筛余物(X_6)按式(6)计算:

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

式中: m_1 ——筛余物的质量,g;

m ——试样的质量,g。

5.7.4 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:45 μm 为 0.05%;125 μm 为优等品 0.000 8%,一等品 0.003%。

5.8 白度的测定

5.8.1 仪器、设备

5.8.1.1 光谱测色仪

应满足下列规定:

- a. 波长范围一般为 380 nm~780 nm,不能小于 400 nm~700 nm。
- b. 光谱光度计出射狭缝发出的波长半宽度应在 10 nm 以内。
- c. 测光精度应在测光范围满刻度的 0.5%以内。
- d. 标称波长与实际仪器波长的偏离不超过 0.5 nm。

5.8.1.2 简易型光谱测色仪

应满足下列规定:

- a. 波长范围为 400 nm~700 nm。
- b. 光谱光度计出射狭缝发出的波长半宽度应在 20 nm 以内。
- c. 测光精度应在测光范围满刻度的 0.5%以内。

d. 标称波长与实际仪器波长的偏离不超过 0.5 nm。

5.8.1.3 光电积分测色仪

应满足下列规定：

- a. 全系统的光谱灵敏度满足标准色度系统的色匹配函数，并能直接测量物体的三刺激值和色品坐标。
- b. 准确度应满足 $\Delta Y_{10} \leq 1.5, \Delta x_{10} \leq 0.015, \Delta y_{10} \leq 0.015$ 。
- c. 重复性应满足 $\sigma_u(Y_{10}) \leq 0.3$ 。
- d. 同型号仪器 Y_{10} 值的台间差不大于 1。

5.8.1.4 粉体压样器：仪器应配有。

5.8.2 分析步骤

5.8.2.1 制样

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。每批产品需压制三块试样板。

5.8.2.2 仪器的调校

用传递标准白板标定工作标准白板，按仪器使用说明预热稳定仪器，调零，用工作标准白板调校仪器。

5.8.2.3 测量

分别将三块试样板置于测量孔上测量每块试样板的三刺激值。取三块试样板测量结果的平均值。

5.8.3 测量结果的计算

5.8.3.1 试样的色品坐标计算

$$\begin{aligned}x_{10} &= X_{10} / (X_{10} + Y_{10} + Z_{10}) \\y_{10} &= Y_{10} / (X_{10} + Y_{10} + Z_{10}) \\z_{10} &= 1 - x_{10} - y_{10} = Z_{10} / (X_{10} + Y_{10} + Z_{10})\end{aligned}$$

5.8.3.2 白度的计算

白度 (X_7) 按式(7)计算：

$$X_7 = Y_{10} + 400x_{10} - 1000y_{10} + 205.5 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中： X_{10}, Y_{10}, Z_{10} ——分别为 10° 视场的三刺激值；

x_{10}, y_{10}, z_{10} ——试样的色品坐标。

5.8.4 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 0.5 度。

5.9 灼烧减量的测定

5.9.1 仪器、设备

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

5.9.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于预先于 $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重的瓷坩埚中，于 $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重。

5.9.3 分析结果的表述

以质量分数表示的灼烧减量 (X_8) 按式(8)计算：

$$X_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中： m_1 ——灼烧前坩埚和试样的质量，g；

m_2 ——灼烧后坩埚和试样的质量，g；

m ——试样的质量，g。

5.9.4 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%。

5.10 活化度的测定

5.10.1 方法提要

利用碳酸钙表面处理后疏水性之特征测定碳酸钙表面包覆程度。

5.10.2 仪器、设备

5.10.2.1 梨形分液漏斗:250 mL。

5.10.2.2 玻璃砂坩埚:孔径5 μm~15 μm。

5.10.3 分析步骤

称取5 g试样(精确至0.01 g),置于250 mL分液漏斗中,加200 mL水,以120次/min的速度往返振摇1 min。轻放于漏斗架上。静置20 min~30 min,待明显分层后一次性将下沉碳酸钙放入预先于(105±5)℃下恒重的(精确至0.001 g)玻璃砂坩埚中,抽滤除去水,置于恒温箱中,于(105±5)℃下干燥至恒重,称量(精确至0.001 g)。

5.10.4 分析结果的表述

以质量分数表示的活化度(X_9)按式(9)计算:

$$X_9 = \left(1 - \frac{m_2 - m_1}{m}\right) \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: m_2 ——干燥后坩埚和未包覆碳酸钙的质量,g;

m_1 ——坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

5.10.5 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2%。

5.11 吸油量的测定

5.11.1 试剂和材料

邻苯二甲酸二辛酯(DOP)。

5.11.2 仪器、设备

5.11.2.1 调刀:长178 mm,宽7 mm~8 mm。

5.11.2.2 玻璃板或釉面瓷板:20 cm×20 cm。

5.11.2.3 滴瓶:60 mL。

5.11.3 分析步骤

称取5 g试样(精确至0.01 g),置于玻璃板或釉面瓷板上,用已知质量的盛有邻苯二甲酸二辛酯的滴瓶滴加DOP,在滴加时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)。

5.11.4 分析结果的表述

以每100 g活性碳酸钙所吸收DOP的质量(g)表示的吸油量(X_{10})按式(10)计算:

$$X_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中: m_1 ——滴加DOP之前滴瓶和DOP的质量,g;

m_2 ——滴加DOP之后滴瓶和DOP的质量,g;

m ——试样的质量,g。

5.11.5 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1.0 g/100 g。

5.12 铜含量的测定

5.12.1 方法提要

用抗坏血酸将二价铜还原为一价铜,一价铜和 α,α' -联喹啉生成紫红色络合物,用戊醇萃取,以分光光度计测量其吸光度。

5.12.2 试剂和溶液

5.12.2.1 无水硫酸钠。

5.12.2.2 戊醇。

5.12.2.3 酒石酸溶液:500 g/L。

5.12.2.4 抗坏血酸溶液:100 g/L。

5.12.2.5 氢氧化钠溶液:200 g/L。

5.12.2.6 α,α' -联喹啉戊醇溶液:0.5 g/L。

5.12.2.7 铜标准溶液:1 mL 溶液含 0.01 mg Cu。

用移液管移取 25 mL 按 GB/T 602 配制的铜标准溶液,置于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。稀溶液现用现配。

5.12.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和:

5.12.3.1 分液漏斗:250 mL。

5.12.3.2 分光光度计:带有 3 cm 吸收池。

5.12.4 分析步骤

5.12.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个分液漏斗,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 铜标准溶液,各加入约 150 mL 水,用氢氧化钠溶液调节 pH 值约为 3(用 pH 试纸检验)。加入 5 mL 酒石酸溶液和 5 mL 抗坏血酸溶液,再用氢氧化钠溶液调节 pH 值约为 6(用 pH 试纸检验),充分摇动 5 min,加入 10 mL α,α' -联喹啉溶液,再充分摇动 2 min,静置分层,将水相放到另一分液漏斗中并加入 2 mL 抗坏血酸溶液,2 mL α,α' -联喹啉溶液和 20 mL 戊醇,充分摇动 2 min,静置,分层,弃去水相,将两次萃取的有机相收集于 100 mL 烧杯中,各加入 2 g 无水硫酸钠,充分搅拌除去微量水分,过滤,用戊醇洗涤二次,每次用 2 mL,洗液和滤液一并收集于 50 mL 容量瓶中,加戊醇至刻度,摇匀。

在 540 nm 波长下用 3 cm 吸收池,以水为对照将分光光度计的吸光度调整为零,测量吸光度。

从标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以铜含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.12.4.2 测定

移取 50.00 mL 试验溶液 A,置于分液漏斗中,加入约 50 mL 水,以下操作按照 5.12.4.1 自“……用氢氧化钠溶液调节 pH 约为 3……”开始,直到测量其吸光度。

同时做空白试验。

由工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中的铜的含量。

5.12.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铜(Cu)含量(X_{11})按式(11)计算:

$$X_{11} = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{50}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{0.5 \times (m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots(11)$$

式中: m_1 ——试验溶液中铜的质量,mg;

m_0 ——空白试验溶液中铜的质量,mg;

m ——试验溶液 A 中含试样的质量,g。

5.12.6 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0.0004%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。表1中的所有指标为型式检验项目。正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。碳酸钙含量、pH值、105℃挥发物含量、盐酸不溶物含量、铁含量、锰含量、筛余物含量、白度、灼烧减量、活化度、吸油量指标为出厂检验项目。

6.2 每批产品不超过60t。

6.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时,应将采样器垂直插入包装袋中心料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀后,按四分法缩分至不少于500g,分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中或聚乙烯塑料袋中,密封,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。

6.4 工业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,生产厂应保证所有出厂的工业重质碳酸钙都符合本标准的要求。

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

6.6 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。

6.7 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。

7 标志、标签

7.1 工业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、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。

7.2 每批出厂的工业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 工业重质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50kg、40kg或25kg。

8.2 工业重质碳酸钙在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混运。

8.3 工业重质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。