

ICS 71.060.50
G 12
备案号:18148—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2567—2006

代替 HG/T 2567—1994

工业活性沉淀碳酸钙

Activated precipitated calcium carbonate for industrial use

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2567—1994《工业活性沉淀碳酸钙》。

本标准与 HG/T 2567—1994 的主要技术差异如下：

——提高了 pH 值、105 °C 下挥发物含量、盐酸不溶物含量、筛余物含量、铁含量、白度、吸油量、活化度几项指标的要求(1994 年版 3.2, 本版 3.2)。

——筛余物指标中, 将 125 μm 试验筛改为了 75 μm 试验筛(1994 年版 3.2, 本版 3.2)。

——吸油量计量单位改为 mL/100 g(1994 年版 3.2, 本版 3.2)。

——主含量的酸碱滴定法改为了络合滴定法(1994 年版 4.1, 本版 4.3)。

——铁含量、锰含量的测定增加了原子吸收分光光度法(1994 年版 4.6 和 4.7, 本版 4.8 和 4.9)。

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: 天津化工研究设计院、常州碳酸钙有限公司、广西桂林金山化工有限责任公司、浙江菱化集团有限公司。

本标准主要起草人: 郭凤鑫、邵桂英、秦光福、孙学芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

——HG/T 2567—1994。

工业活性沉淀碳酸钙

1 范围

本标准规定了工业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。

本标准适用于采用干法或湿法对沉淀碳酸钙进行表面活化处理生产的工业活性沉淀碳酸钙。该产品主要用作塑料、橡胶、有机树脂等工业的填充剂。

分子式： CaCO_3

相对分子质量：100.09（按 2001 年国际相对原子质量）

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 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（eqv ISO 6685 : 1982）

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

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制剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观：白色粉末。

3.2 工业活性沉淀碳酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		一等品	合格品
碳酸钙质量分数(以干基计)/%	≥	96.0	95.0
pH 值(100 g/L 悬浮液)		8.0~10.0	8.0~11.0
105 ℃下挥发物质量分数/%	≤	0.40	0.60
盐酸不溶物质量分数/%	≤	0.15	0.30
筛余物质量分数/%	75 μm 试验筛	≤ 0.005	0.01
	45 μm 试验筛	≤ 0.2	0.3
铁(Fe)质量分数/%	≤	0.08	
锰(Mn)质量分数/%	≤	0.006	0.008
白度	≥	92.0	90.0
吸油量/(mL/100 g)	≤	60	70
活化度质量分数/%	≥	96	90

4 试验方法

4.1 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。

4.2 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。

4.3 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。

4.4 pH 值的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.19 条规定的方法进行测定。

4.5 105 ℃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。

4.6 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。

4.7 筛余物的测定

4.7.1 仪器

4.7.1.1 试验筛:R40/3 系列,φ200×50—0.075/0.05 和 φ200×50—0.045/0.032 GB/T 6003.1—1997。

4.7.1.2 软毛刷:毛长约 3 cm,刷宽约 3 cm~5 cm。

4.7.2 分析步骤

按 GB/T 19281—2003 第 3.22 条规定的干筛方法进行测定。

4.7.3 结果计算

按 GB/T 19281—2003 的公式(18)进行结果计算。

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,75 μm 试验筛不大于

0.002 %, 45 μm 试验筛不大于 0.03 %。

4.8 铁含量的测定

4.8.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

4.8.1.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.8.1.2 试剂

4.8.1.2.1 95 %乙醇。

4.8.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

其余同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.8.1.3 仪器

同 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.8.1.4 分析步骤

4.8.1.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 第 5.3 条操作,选用 1 cm 吸收池及对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.8.1.4.2 试验溶液 A 的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加 2 mL 95 %乙醇润湿试料,加少量水,盖上表面皿,滴加 9 mL 盐酸溶液(4.8.1.2.2)溶解试料,小火加热煮沸 2min。冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,保留此溶液用于铁含量、锰含量的测定(原子吸收分光光度法)。

4.8.1.4.3 测定

将试验溶液 A 进行干过滤,弃去初滤液 20 mL,用移液管移取 25 mL 过滤后的试验溶液,置于 100 mL 烧杯中,同时取 1 mL 盐酸溶液(4.8.1.2.2)置于另一烧杯中作空白试验。以下操作按 GB/T 3049—1986 第 5.4 条从“用盐酸溶液或氨水调整 pH 约为 2……”开始,至“……测定试液和试剂空白溶液的吸光度。”为止。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.8.1.5 结果计算

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

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0)/1000}{m \times 25/250} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,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 0.01 %。

4.8.2 原子吸收分光光度法

4.8.2.1 方法提要

在酸性介质中,采用原子吸收分光光度法,在 248.3 nm 波长下测定试样中的铁含量。

4.8.2.2 试剂

铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铁空心阴极灯。

4.8.2.4 分析步骤

4.8.2.4.1 工作曲线的绘制

在四个 100 mL 容量瓶中,用移液管分别移入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 248.3 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量上述溶液的吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以铁的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.8.2.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 过滤后的试验溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中,同时取 1 mL 盐酸溶液 (4.8.1.2.2) 置于另一容量瓶中作空白试验,分别用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 248.3 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量上述溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.8.2.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) / 1\,000}{m \times 25 / 250} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,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 0.01 %。

4.9 锰含量的测定

4.9.1 分光光度法(仲裁法)

4.9.1.1 方法提要

同 GB/T 19281—2003 第 3.9.1 条。

4.9.1.2 试剂

95 %乙醇。

其余同 GB/T 19281—2003 第 3.9.2 条。

4.9.1.3 仪器

同 GB/T 19281—2003 第 3.9.3 条。

4.9.1.4 分析步骤

4.9.1.4.1 工作曲线的绘制

同 GB/T 19281—2003 第 3.9.4.1 条。

4.9.1.4.2 空白试验溶液的制备

同 GB/T 19281—2003 第 3.9.4.2 条。

4.9.1.4.3 测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 高型烧杯中,加入少量 95 %乙醇润湿试样,再加少量水。滴加 7 mL 硝酸溶液溶解试料,加热煮沸 2min。用中速定量滤纸过滤,用 80 mL 热水分 5 次洗涤,滤液和洗液一并收集于 250 mL 烧杯中,作为试验溶液。

另取 6 mL 硝酸溶液于另一烧杯中,用氨水溶液调至中性后(用 pH 试纸检验),再加 1mL 硝酸溶液作为空白试验溶液。

将试验溶液和空白试验溶液同时按 GB/T 19281—2003 第 3.9.4.1 条规定进行操作,从“加入 10 mL 磷酸溶液……”开始,至“……测量其吸光度”为止。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中锰的质量。

4.9.1.5 结果计算

锰含量以锰(Mn)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)/1\,000}{m} \times 100 = \frac{0.1(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中锰的质量的数值,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 0.001 %。

4.9.2 原子吸收分光光度法

4.9.2.1 方法提要

在酸性介质中,采用原子吸收分光光度法,在 279.5 nm 波长下测定试样中的锰含量。

4.9.2.2 试剂

4.9.2.2.1 95 %乙醇。

4.9.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.9.2.2.3 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有锰空心阴极灯。

4.9.2.4 分析步骤

4.9.2.4.1 工作曲线的绘制

在四个 100 mL 容量瓶中,用移液管分别移入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 锰标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 279.5 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量上述溶液的吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以锰的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.9.2.4.2 测定

将过滤后的试验溶液 A 直接作为试验溶液,另取 1 mL 盐酸溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为空白试验溶液。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 279.5 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中锰的质量。

4.9.2.5 结果计算

锰含量以锰(Mn)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)/1\,000}{m} \times 100 = \frac{0.1(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——4.8.1.4.2 中试料质量的数值,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 0.001 %。

4.10 白度的测定

4.10.1 仪器、设备

4.10.1.1 白度仪。

4.10.1.2 工作标准白板:符合 GB/T 5950—1996 第 6 章规定的标准白板。

4.10.2 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,用工作标准白板调校仪器。将试样板置于仪器上测定试样的蓝光白度。

4.10.3 结果计算

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。

4.11 吸油量的测定

4.11.1 试剂

同 GB/T 19281—2003 第 3.21.1 条。

4.11.2 仪器

同 GB/T 19281—2003 第 3.21.2 条。

4.11.3 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。将邻苯二甲酸二辛酯(DOP)置于 50 mL 滴定管中,调零。在试料中滴加 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,等待 5min 后读取滴定管的体积数。

4.11.4 结果计算

吸油量以 w_3 计,数值以每 100 g 碳酸钙所吸收 DOP 的体积(mL)表示,按公式(5)计算:

$$w_3 = \frac{V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V ——滴加 DOP 体积的数值,单位为毫升(mL);

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 2.0 mL/100 g。

4.12 活化度的测定

按 GB/T 19281—2003 第 3.20 条规定的方法进行测定。

5 检验规则

5.1 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。

5.2 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级别的工业活性沉淀碳酸钙为一批。每批产品不超过 40 t。

5.3 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四分之三处采样。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。一瓶用于检验,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

5.4 工业活性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。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 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。

5.6 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。

6 标志、标签

6.1 工业活性沉淀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。

6.2 每批出厂的工业活性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 工业活性沉淀碳酸钙采用两种包装方式。

7.1.1 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,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净含量 25 kg 或 40 kg。

7.1.2 单层包装:采用复合塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8947 的规定。每袋净含量 25 kg 或 40 kg。

7.2 工业活性沉淀碳酸钙在包装时,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。

7.3 工业活性沉淀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。

7.4 工业活性沉淀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。

中华人民共和国
化工行业标准
工业活性沉淀碳酸钙
HG/T 2567—2006

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 $\frac{3}{4}$ 字数16千字
2007年2月北京第1版第1次印刷
书号：155025·0361

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。