

ICS 01.040.85
Y32

DB 43

湖 南 省 地 方 标 准

DB 43/T 1658—2019

碱回收白泥制填料碳酸钙计含量(以钙离子计)的测定

2019 - 09 - 16 发布

2019 - 12 - 16 实施

湖南省市场监督管理局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语及定义	1
4 原理	1
5 仪器和试剂	1
6 分析步骤	2
7 结果报告	2
8 试验报告	3

前 言

本标准按GB/T1.1给出的规则进行起草。

本标准起草单位：常德市产商品质量监督检验所（国家生活用纸产品质量监督检验中心）。本标准主要起草人：郭盛、孙华、罗云鹰、彭小悦、唐汇军、骆璐、罗华。

本标准由湖南省生活用纸标准化技术委员会归口。

本标准为首次发布。

碱回收白泥制填料碳酸钙含量（以钙离子计）的测定

1 范围

本标准规定了化学浆碱回收白泥制填料中碳酸钙含量的测定方法。
本标准适用于以化学浆碱回收白泥制成的碳酸钙填料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 19281 碳酸钙 分析方法
- HG/T 2226 普通工业沉淀碳酸钙
- HG/T 3249.1 造纸工业用重质碳酸钙

3 术语及定义

造纸填料

造纸填料是指加入纸浆内的一些基本不溶于水的固体微粒。加入的目的是为了改善纸张的不透明度、亮度、平滑度、印刷适应性（如提高吸收性、吸墨性）、柔软性、均匀性和尺寸稳定性。还可以使纸张的手感好，降低其吸湿性，减少纤维用量。加入填料的纸浆容易脱水、易干燥、可减少能源消耗，降低造纸成本。缺点是纸张的施胶度、挺度和强度都会下降，特别是通过超压的纸，下降幅度更大，此外加填料纸张容易掉粉、掉毛。这些缺点可通过加强剂和表面施胶得到弥补。

4 原理

Ca^{2+} 可以和钙指示剂发生螯合反应，生成螯合物。乙二胺四乙酸二钠(EDTA)也可以同 Ca^{2+} 发生反应，生成更稳定的螯合物。用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子，在pH大于12的介质中，以钙试剂羧酸钠盐为指示剂，用EDTA标准滴定溶液滴定 Ca^{2+} ，过量的EDTA夺取与指示剂络合的 Ca^{2+} ，游离出指示剂，根据颜色变化判断反应的终点。

5 仪器和试剂

5.1 仪器和装置

5.1.1 烘箱；

- 5.1.2 分析天平：精确到 0.1mg；
- 5.1.3 烧杯：250mL；
- 5.1.4 容量瓶：250mL；
- 5.1.5 移液管：25mL 和 5mL；
- 5.1.6 锥形瓶：250mL；
- 5.1.7 滴定管：25ml 刻度 0.1ml 的滴定管。

5.2 试剂

除非特别说明，本标准所用试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和符合GB/T 6682标准中的三级水。本标准所用标准溶液、制剂及制品、在没有注明其他规定时，均按GB/T 601、GB/T 602、和GB/T603之规定制备。

- 5.2.1 无水乙醇；
- 5.2.2 盐酸溶液：1+1；
- 5.2.3 氢氧化钠溶液：100g/L；
- 5.2.4 三乙醇胺溶液：1+3；
- 5.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c(EDTA)≈0.02mol/L；
- 5.2.6 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

6 分析步骤

6.1 试验溶液的制备

取部分试样测试水分。称取约0.6g试样，置于250mL烧杯中，用少量水润湿。盖上表面皿，沿杯口滴加盐酸溶液20mL至试样能溶解的全部溶解，用中速滤纸过滤，并用水充分洗涤，滤液和洗液一并收集于250mL容量瓶（5.1.4）中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液为试验溶液。

6.2 测定

- 6.2.1 用移液管移取 25mL 步骤 6.1 中的试验溶液，置于锥形瓶（5.1.6）中。
- 6.2.2 向锥形瓶中加入 5mL 三乙醇胺溶液（5.2.4）、25mL 水和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂（5.2.6），缓慢用氢氧化钠溶液（5.2.3）调成酒红色。
- 6.2.3 用 EDTA 标准滴定溶液（5.2.5）滴定至纯蓝色，并保持 10s 不变色，为滴定终点。
- 6.2.4 重复上述步骤做空白试验。

7 结果报告

7.1 碳酸钙含量的计算

碳酸钙含量按下式计算：

$$X = \frac{c(V-V_0) \times M}{m \times 100 \times 25 / 250} \times 100 \quad (1)$$

式中:

X——碳酸钙含量, %;

V——滴定试验溶液消耗EDTA溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验消耗EDTA溶液的体积, mL;

c——EDTA标准滴定溶液浓度的准确数值, mol/L;

m——试样质量的准确数值, g;

M——碳酸钙的摩尔质量, g/mol, 此处M=100.1。

结果的表示取两次测定的算术平均值, 所得结果应保留至一位小数, 两次平行测定结果之差不大于0.5%。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准编号;
 - b) 所用仪器类型;
 - c) 仪器操作条件;
 - d) 试验结果;
 - e) 测试中观察到的任何异常情况;
 - f) 任何与本标准的偏差;
 - g) 本标准或引用的规范性文件中未规定的并可能影响结果的任何条件。
-