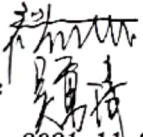
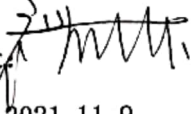
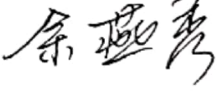
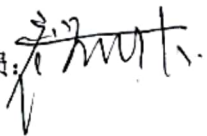




## 不符合项报告

审核领域及 类型	<input checked="" type="checkbox"/> QMS <input type="checkbox"/> 50430 <input checked="" type="checkbox"/> EMS <input checked="" type="checkbox"/> OHSMS <input type="checkbox"/> FSMS <input type="checkbox"/> HACCP <input type="checkbox"/> 初审 <input type="checkbox"/> 第( )阶段审核 <input checked="" type="checkbox"/> 再认证 <input checked="" type="checkbox"/> 监督(一)次 <input type="checkbox"/> 证书转换 <input type="checkbox"/> 特殊审核 <input type="checkbox"/> 其他		
受审核方	江西省高峰碳酸钙有限公司	陪同人员	吴常青
受审核部门	质检部	预计整改 完成日期	2021. 11. 28
<p>不符合事实描述:</p> <p>查见公司策划的“成品分析规程”执行标准为GB/T19281-2014 碳酸钙分析方法、HG/2226-2010, 最新标准应为HG/2226-2019。</p> <p>上述事实不符合: <input checked="" type="checkbox"/>GB/T 19001:2016 idt ISO 9001:2015 标准 8.1 条款  <input type="checkbox"/> GB/T 24001-2016 idt ISO 14001:2015 标准 条款  <input type="checkbox"/>GB/T 45001-2020 idt ISO45001: 2018 标准 条款相关要求</p> <p>不符合性质: <input type="checkbox"/>严重    <input checked="" type="checkbox"/>一般</p> <p>审核员:  日期: 2021. 11. 9            审核组长:  日期: 2021. 11. 9            受审核方代表:  日期: 2021. 11. 9</p>			
<p>纠正措施验证 (包括验证的主要内容和结果)</p> <p>经验证, 纠正措施有效, 予以关闭</p> <p>审核员:  日期: 2021. 11. 12</p>			





### 不符合项纠正措施表

**不符合项事实摘要:**

公司策划的“成品分析规程”执行标准为 GB/T19281-2014 碳酸钙分析方法、HG/2226-2010，最新标准应为 HG/2226-2019。

**纠正情况:**

立即安排人员依据最新执行标准对“成品分析规程”进行重新策划、更新。

**原因分析:**

公司员工对执行的相关标准不够熟练，导致有新标准出现，却未能及时依据新发布的标准策划新的文件。

**纠正措施:**

- 1、安排员工立即依据最新标准对“成品分析规程”进行重新策划。
- 2、组织员工对 HG/2226-2019、GB/T 19001:2016 标准和新策划的成品检验规程及相关记录进行培训。


**预定完成日期:**

**举一反三检查情况:**

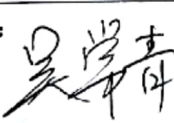
检查管理体系其他环节是否有类似事件发生，经检查，原检验报告中检验项目也不符合新标准的要求，此次同时进行了整改。

**受审核方纠正措施有效性的验证:**

纠正措施有效

验证人: 

日期: 2021.11.11

受审核方代表: 

日期: 2021.11.11

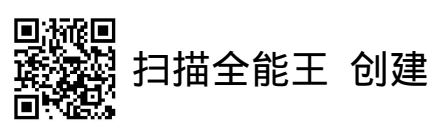


# 江西省高峰碳酸钙有限公司

GF-QEO/EOP-19/02

## 培训记录及培训效果评价表

培训项目	HG/2226-2019、GB/T 19001:2016 标准、成品检验规程及相关记录												
培训时间	2021.11.11												
地 点	公司会议室												
培训讲师	钟老师												
考核及评价记录													
姓名	考评成绩			操作技能			标准内容理解			效果评价			评价人
	好	中	差	好	中	差	好	中	差	好	中	差	
吴常青	★			★			★			★			钟老师
余燕秀	★			★			★			★			
<p>综合评价：</p> <p>以上人员经培训后，以口头问答的方式对其进行了考核，基本能明白标准的相关要求，培训达到预期的目的。</p> <p style="text-align: right;">评价人：钟老师</p>													
编 制	办公室						审 核	吴春林					





# 江西省高峰碳酸钙有限公司

## 检验报告单

产品名称: 轻质碳酸钙  
 生产日期: \_\_\_\_\_  
 检测时间: \_\_\_\_\_  
 检测依据: HG/2226-2019

产品型号: \_\_\_\_\_  
 产品批号: \_\_\_\_\_  
 代表数量: \_\_\_\_\_

检验项目	标准要求	客户要求	实测结果		测试方法
外观	白色粉末				
碳酸钙含量 (%)	≥97.0				络合滴定法
碳酸镁含量 (%)	≤2				络合滴定法
PH值 (10%悬浮液)	9.0-10.5				电位法
游离碱 (以CaO计)	≤0.10				滴定法
水份 (%)	≤0.50-1.0				105℃干燥2小时
盐酸不溶物 (%)	≤0.20				灼烧失重法
沉降体积/ (ml/g)	≥2.4-2.8				沉降法
吸油值 (g/100g)	≤80				滴定法
吸水量 (g/100g)	/				/
筛余物: 45 μ m试验筛, %	≤0.4				/
筛余物: 125 μ m试验筛, %	≤0.005				
白度	≥92-93				蓝光白度
黑点/ (个/g)	≤5				发大镜
铁 (Fe) 含量%	≤0.08				分光光度法
锰 (Mn) 含量%	≤0.008				分光光度法
数量 (T)					/
用途					/
备注:					

检测人员: \_\_\_\_\_

审核人员: \_\_\_\_\_

# 江西省高峰碳酸钙有限公司

## 成品分析规程

### 一、成品取样方法

根据产品产量来决定取样的实际需要，每班取保通样一次，作为全分析样品。轻质  $\text{CaCO}_3$ ，用取样钎取出少量的样品；活性  $\text{CaCO}_3$  拆包后取样，一般按 10 包为一个取样点，一个取样点随意取出 3-4 包，取完毕充分摇匀，作全分析样品，样品一般应保存一周左右。

### 二、钙含量的测定

#### 1、方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的  $\text{Fe}^{+}$ 、 $\text{Al}^{+}$ 、 $\text{Mn}$  中等离子，在 pH 大于 12 的介质中，以钙试剂羧酸钠盐指示剂为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定  $\text{Ca}^{*}$ ，过量的乙二胺四乙酸二钠夺取与指示剂络合的  $\text{Ca}$ ，游离出指示剂，根据颜色变化判断反应的终点。

#### 2、试剂

无水乙醇。

盐酸溶液:1+1。

氢氧化钠溶液:100 g/L。

三乙醇胺溶液:1+3。

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

钙试剂羧酸钠盐指示剂。

#### 3、分析步骤

##### 试验溶液的制备

称取 0.6 g 预先在  $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加少许水(活性碳酸钙产品加少许无水乙醇)润湿。盖上表面皿，沿杯口滴加盐酸溶液至试料全部溶解，用中速滤纸过滤，用水充分洗涤，滤液和洗涤液一并收集于 250

mL( $V_0$ );容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试验溶液 A。用于钙含量、镁含量的测定。

#### 4、测定

用移液管移取 25 mL( $V$ )试验溶液 A(见 3.3.3.1),置于 250 mL 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,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、结果计算

钙含量以碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ )的质量分数  $w_1$  计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) cM_1 \times 10^{-3}}{m \times V_2/V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

钙含量以氧化钙( $\text{CaO}$ )的质量分数  $w_2$  计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0) cM_2 \times 10^{-3}}{m \times V_2/V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

钙含量以钙( $\text{Ca}$ )的质量分数  $w_3$  计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0) cM_3 \times 10^{-3}}{m \times V_2/V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

$V$ ——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的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——3.3.3.1 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——3.3.3.2 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——3.3.3.1 中试验溶液 A 所含试料的质量的数值,单位为克(g);

$M_1$ ——碳酸钙的摩尔质量的数值( $M=100.1$ ),单位为克每摩尔(g/mol);

$M_2$ ——氧化钙的摩尔质量的数值( $M=56.08$ ),单位为克每摩尔(g/mol);

$M_3$ ——钙的摩尔质量的数值( $M_3=40.08$ ),单位为克每摩尔(g/mol)。

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符合产品标准规定。

### 三、PH 值的检测

将电极用水冲洗，再用试验溶液洗涤，调节试验溶液的温度至  $25\text{C} \pm 1\text{C}$ ，并将酸度计的温度补偿旋钮调至  $25\text{C}$ ，将电极插入试验溶液，加入搅拌子，在搅拌状态下(或按产品标准具体要求)测定试验溶液的 pH 值，测得的 pH 值读数至少稳定 1min。将溶液分成 2 份，分别测定，两次测定的 pH 值的差值不得大于  $\pm 0.02$ 。

### 四、盐酸不溶物含水量的测量

#### 1、方法

用盐酸溶解试样，过滤酸不溶物，灼烧，称量。

#### 2、试剂

无水乙醇

盐酸溶液：1+1

硝酸银溶液：10g/L

#### 3、仪器

高温炉：能控制在  $875\text{C} \pm 25\text{C}$

#### 4、分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.0002 g，置于烧杯中，加少量水(活性碳酸钙样品加入 4 mL 无水乙醇)润湿。滴加 10mL 盐酸溶液，在电炉上加热至沸，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于  $875\text{C} \pm 25\text{C}$  下灼烧至恒重的瓷坩埚内，低温灰化后移入高温炉内，在  $875\text{C} \pm 25\text{C}$  下灼烧至质量恒定。

#### 5、计算结果

盐酸不溶物含量以质量分数  $w_{13}$  计，按式(13)计算：

$$w_{13} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

M<sub>1</sub>--灼烧后瓷坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

M<sub>2</sub>--瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

M<sub>3</sub>--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,平行测定结果的绝对差值符合产品标准规定。

## 五、沉降体积的测定

### 1、仪器

具塞量筒:100 mL,结构类型和规格尺寸应符合 GB/T 12804- 2011 第 5 章的要求。

### 2、分析 步骤

称取约 10g 试样,精确至 0.01 g,置于盛有 30 mL 水的具塞量筒中,加水至 100 mL,上下振 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。

### 3、结 果计算

沉降体积以 P 计,数值以每克沉降物所占体积表示,按式(19)计算:

$$P = \frac{V}{m}$$

式中:

V 一沉降物所占体积的数值,单位为毫升(mL);

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,平行测定结果的绝对差值符合产品标准规定。

## 六、筛余物的测定

### 1、试剂

无水乙醇。

### 2、仪器

试验筛 :R40/3 系列。

毛刷:1 号羊毛画笔。

电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 C 士 2 C。

### 3、分 析步骤

#### 干筛 法

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料,使其通过筛网,直至筛下所垫黑纸没有试料痕迹。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.

#### 湿筛法

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(活性碳酸钙产品加少量无水乙醇)润湿后一边振摇筛子,一边用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,直到冲洗水中不含试样为止。再用无水乙醇冲洗试验筛,待无水乙醇完全挥发后将筛子连同筛余物一并移入恒温干燥箱内,在 105C 士 2C 下干燥后,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、结果计算

筛余物以质量分数  $w_1$  计,按式(18)计算:

$$w_{18} = \frac{m_1}{m} \times 100\%$$

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)。

## 七、白度的测度

### 1、开机预热

接好电源线,将后盖板下部的电源开关按上,仪器面板的显示屏上好显示“P”,预热 15—20 分钟。

### 2、安置好滤光器插件

1号滤光器插件插到1号光道孔到底，2号滤光器插件插到2号光道孔到底(要注意插件刻有两条槽的朝上)面板上的“uv”和“R457”指示灯都亮。

### 3、核零

用左手按下“滑筒”，用右手将“黑筒”放在“试样座”上，让滑筒至“测量口”，将“键盘”上的[核零]键按一下。显示屏即显示00.0(第一个零为“核零”提示符)。再按[回车]键，显示0.00校零完毕。

### 4、输入工作标准白板的标准值

按[标准]键，显示bxx.x(“b”为送标标值的提示符)，按数字键输入标算值，再按[回车]键，即显示bxx.x值。

### 5、标准

按下仪器的滑筒，取出黑筒，换上工作标准白板，把工作标准白板升至测量口，按[标准]键，显示Jxx.x，再按[回车]键，显示屏显示Jxx.x值，标准完毕。

### 6、测试样品

按下滑筒，取出工作标准白板，将样品放在试样座上，把滑筒升至测量口，按一下“工作键”显示屏即显示出该试样的R457白度值。

### 7、关机

样品测试完毕后，关断仪器电源，最好将仪器套上防尘罩。

### 8、保养

1) 仪器应放置在干燥、无振动、无强电磁干扰、无强电流干扰、无灰尘的室内环境中。

2) 室内不得有酸、碱等腐蚀性气体积存。

3) 仪器接地应良好。

4) 仪器每次使用前应用酒精棉花将试样座和测量口擦干净，以免污染标准白度板和被测样品。

5) 仪器使用前, 必须熟练本使用说明书, 正确掌握使用方法。

## 八、游离碱含量的测定

### 1、试剂

无水乙醇。

无二氧化碳的水。

盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ ,按 HG/T 3696.1 配制和标定  $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$  后,用移液管准确移取 50 mL 该标准滴定溶液,置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。酚酞指示液:10 g/L.

### 2、分析步骤.

#### 试验溶液的制备

称取约 10g 试样,精确至 0.01g,置于 250mL 烧杯中,加 150mL 无二氧化碳的水(活性碳酸钙产品加少许无水乙醇润湿),在电炉上煮沸 5 min,冷却至室温。全部移入 250 mL(V<sub>1</sub>)容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。用慢速滤纸干过滤,弃去初滤液约 20 mL。

#### 测定

用移液管移取 100mL(V<sub>2</sub>)试验溶液,置于锥形瓶中,加 1 滴酚酞指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至红色刚刚褪去即为终点。

#### 结果计算

游离碱以氧化钙(CaO)的质量分数  $w_{\text{is}}$  计,按式(15)计算:

$$w_{\text{is}} = \frac{V_c M / 2}{m \times (V_2 / V_1) \times 10^3} \times 100\%$$

式中:

V<sub>c</sub>---滴定所消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V<sub>1</sub>-----试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V<sub>2</sub>----移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c---盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m---试料的质量的数值,单位为克(g);

M---氧化钙的摩尔质量的数值(M=56.08),单位为克每摩尔(g/mol)。

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符合产品标准规定。

## 九、活化度的测定

### 1、仪器

分液漏斗:250 mL。

玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm.

电热恒温干燥箱 :温度能控制在 105 C ± 2 C。

### 2、分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g.置于分液漏斗中,加 200 mL 水,以 120 次/min 的速度往复振摇

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 C ± 2 C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚中,抽滤除去水。置于电热恒温干燥箱中,于 105 C ±

2C 下干燥至质量恒定。

### 3、结果计算

活化度以质量分数  $w_{16}$  计,按式(16)计算:

$$w_{16} = \left(1 - \frac{m_2 - m_1}{m}\right) \times 100\%$$

式中:

m<sub>2</sub>----干燥后坩埚和未包覆碳酸钙的质量的数值,单位为克(g);

m<sub>1</sub>----坩埚的质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值符合产品标准规定。

## 十、吸油值的测试(活性钙)

### 1. 分析步骤:

称取 5g 试样置于玻璃板或釉面瓷板上,用已知重量的盛有 DOP,同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 润湿,并形成一整团即为终点,称取滴瓶质量,精确至 0.01g。

### 2、分析结果的表述

$$X = \frac{M_2 - M_1}{M} * 100\%$$

式中:  $M_1$  一滴加 DOP 之前滴瓶和 DOP 的质量 g

$M_2$  一滴加 DOP 之后滴瓶和 DOP 的质量 g

M—试样质量 g

### 2、允许误差

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 / 100g。

## 十一、煤的工业分析操作规程

[GB212-77(代替 GB212-63)]

### 1、水份测定方法

用预先烘干和称出重量(准确 0.0002 克)的称量瓶称取粒度为 0.2mm 以下的分析煤样 1+0.1 克(称准到 0.0002 克).然后把盖开启,将称量瓶放入预先鼓风并加热到 105+5℃ 的干燥箱中,在一直鼓风条件下,烟煤干燥 1 小时,无烟煤干燥 1—1.5 小时,从干燥箱中取出称量瓶,并加盖,在空气中冷却 2—3 分钟后,放入干燥器中冷却到室温(约

20 分钟)称重.

结果计算:

$$WF\% = \frac{G_1}{G} * 100\%$$

式中: WF—分析煤样的水份 %

$G_1$ —分析煤样干燥后失去的重量 %克

G—分析煤样的重量度 克

## 十二、灰分测定方法

在预先灼烧和称出重量(称准到 0.0002 克)的灰皿中,称取粒度为 0.2 毫米以下的分析煤样 1+0.1 克(称准到 0.0002 克)将箱形电炉加热到 850℃ 打开炉门,放入分析样品和灰皿,待 5-10 分钟后,煤样不再冒烟时,以每分钟不大于 2 厘米的速度,关闭炉门,使其在 815+10℃ 的温度下,灼烧 40 分钟然后从炉中取出灰皿.先放在空气中冷却 5 分钟,再放入干燥器中冷却到室温(约 20 分钟)称量,以后再进行每次为 20 分钟的检查性灼烧,直到重量变化小于 0.001 克为止。

计算公式:

$$W^f = \frac{G_1}{G} * 100\%$$

式中:  $A^f$ —分析煤样的灰分 %

$G_1$ —恒重后的灼烧残留物的重量 g

G—分析煤样的重量 g

## 十三、挥发份测定方法

在预先在 900℃ 下烧到恒重的带盖坩埚中,称取粒径为 0.2mm 以下的分析煤样 1+0.01 克(称准到 0.0002 克),然后将坩埚架上,将箱形电炉先加热到 920℃,打开炉门迅速将摆好坩埚的架子,送入炉内恒温区,关好炉门使坩埚继续加热 7 分钟,试验开始时,炉温会有所下降,要求 3 分钟内炉温应恢复到 900+10℃ 继续保持此温度到试验结束,否则此试验作废,从炉中取出坩埚,在空气中冷却 5—6 分钟后,放入干燥器中,

冷却到室温(约 20 分钟)称量。

计算公式:

$$V^f = \frac{G_1}{G} * 100\% = W^f$$

式中:  $V^f$ —— 分析煤样的挥发份 %

$G_1$ —— 分析煤样加热后的减量 g

$G$ —— 分析样品重量 g

#### 十四、CO<sub>2</sub> 的检测

将取来的气体接上橡皮管, 使气体经过 U 型干燥器, 用三通阀控制引入量气管, 然后关闭三通阀。上下移动平衡瓶。连续吸排三次, (将空气排完)后取一定量气体, 举起平衡瓶, 使气体徐徐进入二氧化碳吸收瓶中, 上下称动平衡瓶 4—6 次, 使气体充分被试剂吸收, 然后再将气体引入量气管内(使吸收瓶溶液到达标线上), 将平衡瓶液面对准量气管内液面, 记下读数, 体积减少即为二氧化碳量, 为了使吸收完全应重复上述操作, 直到前后两次读数不超过 0. 2 毫升为止。

计算公式:

$$CO_2 = \frac{V - V_1}{V} * 100\%$$

式中:  $V$ —— 被分析的气体体积

$V_1$ —— 吸收 CO<sub>2</sub> 后气体体积

CO<sub>2</sub>—— 二氧化碳的含量 %