

ICS 71.060.50
G 12
备案号:16324—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3787—2005

工业硝酸钙

Calcium nitrate for industrial use

2005-07-10 发布

2006-01-01 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、山西文通集团、杭州龙山化工有限公司。

本标准主要起草人:李光明、梁永祥、邓乐平。

工业硝酸钙

1 范围

本标准规定了工业硝酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和包装、运输、贮存。

本标准适用于工业硝酸钙。该产品主要用于钢铁磷化液、烟火原料、电子工业等。也可用作氮肥或无土栽培肥料。

分子式： $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：236.14(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的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 190—1990 危险货物包装标志

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 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 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则

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 技术要求

3.1 外观：白色结晶。

3.2 工业硝酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
硝酸钙[以 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 计]质量分数, %	≥ 99.0	98.0
水不溶物质量分数, %	≤ 0.05	0.1
pH 值(50 g/L 溶液)	5.5~7.0	1.5~7.0
氯化物(以 Cl 计)质量分数, %	≤	0.015
铁(以 Fe 计)质量分数, %	≤	0.001

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和腐蚀性,操作时须要小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用

水冲洗,严重者应立即治疗。

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 的规定制备。

4.3 硝酸钙含量的测定

4.3.1 方法提要

试样在碱性介质中,以钙试剂为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定。通过 EDTA 的消耗量计算出硝酸钙的含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

4.3.2.2 三乙醇胺溶液:1+2。

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

4.3.2.4 钙试剂羧酸钠指示剂。

4.3.3 分析步骤

4.3.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试样溶液置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,加 3 mL 三乙醇胺溶液,用氢氧化钠溶液调节溶液 pH12 左右(用精密 pH 试纸检验)。加 0.1 g 钙试剂羧酸钠指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液变为蓝色。

4.3.4 结果计算

硝酸钙含量以四水硝酸钙 $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 质量分数 W_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{cVM/1000}{m25/500} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸钙摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=236.14$)。

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 0.2%。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 方法提要

试样溶于水中,将不溶物过滤,置于电热恒温干燥箱中烘至恒重,计算其含量。

4.4.2 试剂

二苯胺-硫酸溶液:0.1 g/L。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.4.3.2 玻璃砂坩埚:筛板孔径为 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

4.4.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加热水边搅拌边加热溶解,趁热将溶液倒入预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下恒重的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗至无硝酸根为止(以二苯胺-硫酸溶液检验)。

将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于(105±2)℃电热恒温干燥箱干燥至恒重。

4.4.5 结果计算

水不溶物含量的质量分数 W_2 , 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埇和水不溶物质量的数值, 单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埇质量的数值, 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 0.005%。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器

酸度计; 精度为 0.02pH。

4.5.2 分析步骤

称取(5.00±0.01)g 试样, 加 100 mL 无二氧化碳的水, 待试料溶解后, 按 GB/T 9724—1988 的第 6 章规定进行测定。

4.6 氯化物含量的测定

4.6.1 方法提要

在微酸性介质中, 硝酸银与氯离子生成白色的氯化银悬浊液, 与标准比浊溶液进行比较。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 硝酸溶液: 1+1。

4.6.2.2 硝酸银溶液: 17 g/L。

4.6.2.3 氯化物标准溶液: 1 mL 溶液含氯(Cl)10 μg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.6.3 分析步骤

4.6.3.1 试验溶液的制备

称取(5.00±0.01)g 试样, 置于 250 mL 烧杯中, 加水溶解, 全部转移到 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.6.3.2 测定

用定性滤纸将试验溶液进行干过滤, 弃去前 20 mL 试验溶液, 用移液管移取 5 mL 试验溶液置于 50 mL 烧杯中, 加 2 mL 硝酸溶液和 3 mL 水, 加热至微沸, 取下冷却至室温, 全部转移到 50 mL 比色管中, 加 2 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 10min, 其浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 1.5 mL 氯化物标准溶液置于 50 mL 比色管中, 加 2 mL 硝酸溶液和 2 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 方法提要

在酸性溶液中, 铁离子与硫氰酸盐作用生成红色的硫氰酸铁, 与标准比色溶液比较。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 硝酸溶液: 1+1。

4.7.2.2 硫氰酸钾溶液: 100 g/L。

4.7.2.3 铁标准溶液: 1 mL 溶液含铁(Fe)10 μg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至

刻度,摇匀。

4.7.3 分析步骤

4.7.3.1 试验溶液的制备

称取 (10.00 ± 0.01) g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液和 10 mL 硫氰酸钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀,其色泽不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 铁标准溶液置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液和 10 mL 硫氰酸钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

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硝酸钙为一批,每批产品不得超过 50 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器从包装袋的上方斜插至 2/3 处进行采样,将所采的样品混匀后,用四分法缩分至总量不少于 250 g。分装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

5.4 工业硝酸钙应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

5.5 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中采样进行复验,复验的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 包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号。以及 GB 190—1990 规定的“氧化剂”标志;GB/T 191—2000 规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的产品应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、批号、等级、净含量、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 工业硝酸钙的内包装采用塑料薄膜袋。外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。用户有特殊要求时,供需协商。

7.2 工业硝酸钙的包装应符合《铁路危险货物运输管理规则》和《汽车危险货物运输规则》。

7.3 工业硝酸钙在运输过程中,应有遮盖物,防止雨淋,受潮,不得与有机物、硫黄等还原性物质混运。

7.4 工业硝酸钙不能与有机物、硫黄等物品同仓贮存,贮存过程中,防止雨淋、暴晒。