

ICS 71.040.30
G 62
备案号: 65278—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5348—2018

化 学 试 剂 四水合硝酸钙

Chemical reagent—Calcium nitrate tetrahydrate

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会（SAC/TC63/SC3）归口。

本标准起草单位：西陇科学股份有限公司、广东省汕头市质量计量监督检测所。

本标准主要起草人：林柳武、杨建英、黄让明、余辣娇、黄萍青、李钲。

化 学 试 剂

四水合硝酸钙

警告：本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了化学试剂四水合硝酸钙的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂四水合硝酸钙的检验。

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

相对分子质量：236.10（根据 2013 年国际相对原子质量）

CAS 号：13477-34-4

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 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法
GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法
GB 15258 化学品安全标签编写规定
GB 15346 化学试剂 包装及标志
HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准
HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色结晶，溶于水，在空气中潮解。

4 规格

四水合硝酸钙的规格见表 1。

表 1 四水合硝酸钙的规格

| 名 称 | 分析纯 | 化学纯 |
|--|---------------|---------------|
| 含量 $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, $w/\%$ | ≥ 99.0 | ≥ 99.0 |
| pH 值 (50 g/L 溶液, 25 ℃) | 4.0~6.0 | 4.0~6.0 |
| 澄清度试验/号 | ≤ 3 | ≤ 5 |
| 水不溶物, $w/\%$ | ≤ 0.003 | ≤ 0.01 |
| 氯化物 (Cl), $w/\%$ | ≤ 0.003 | ≤ 0.01 |
| 硫酸盐 (SO_4), $w/\%$ | ≤ 0.002 | ≤ 0.005 |
| 亚硝酸盐 (NO_2), $w/\%$ | ≤ 0.001 | ≤ 0.002 |
| 铵 (NH_4), $w/\%$ | ≤ 0.005 | ≤ 0.01 |
| 磷酸盐 (PO_4), $w/\%$ | ≤ 0.0005 | ≤ 0.001 |
| 钠 (Na), $w/\%$ | ≤ 0.01 | ≤ 0.02 |
| 镁 (Mg), $w/\%$ | ≤ 0.01 | ≤ 0.02 |
| 钾 (K), $w/\%$ | ≤ 0.005 | ≤ 0.01 |
| 铁 (Fe), $w/\%$ | ≤ 0.0002 | ≤ 0.0005 |
| 锶 (Sr), $w/\%$ | ≤ 0.05 | ≤ 0.1 |
| 钡 (Ba), $w/\%$ | ≤ 0.005 | ≤ 0.01 |
| 重金属 (以 Pb 计), $w/\%$ | ≤ 0.0005 | ≤ 0.001 |

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

5.2.1 钙羧酸指示剂的制备

称取 10 g 于 105 ℃ \pm 2 ℃干燥至恒量的氯化钠和 0.10 g 钙羧酸,混合,研细。

5.2.2 测定方法

称取 0.4 g (精确至 0.000 1 g) 样品,溶于 100 mL 水中,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$] 滴定至约 25 mL 时,加入 5 mL 氢氧化钠溶液 (100 g/L) 及 50 mg 钙羧酸指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$] 继续滴定至溶液由红色变为纯蓝色。

四水合硝酸钙的质量分数 w ,按公式 (1) 计算:

$$w = \frac{VcM}{m \times 10^3} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——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);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

M ——四水合硝酸钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) $\{M[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] = 236.1 \text{ g/mol}\}$;

m ——样品的质量的数值,单位为克 (g)。

5.3 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.4 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中。其浊度不应大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准。

分析纯: 3 号; 化学纯: 5 号。

5.5 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 200 mL 沸水中,冷却至室温,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.6 氯化物

5.6.1 试验溶液的制备

称取 50 g 样品,溶于水,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.6.2 测定方法

量取 2.5 mL 试验溶液,稀释至 20 mL,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列质量的氯化物 (Cl) 标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

分析纯: 0.015 mg; 化学纯: 0.050 mg。

5.7 硫酸盐

量取 5 mL 试验溶液 (5.6.1),加入 5 mL 盐酸溶液 (20 %),于水浴上蒸干,再加入 5 mL 盐酸溶液 (20 %),蒸干,残渣用 10 mL 水溶解 (必要时过滤),稀释至 20 mL,加入 0.5 mL 盐酸溶液 (20 %) 酸化,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列质量的硫酸盐 (SO_4) 标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

分析纯: 0.02 mg; 化学纯: 0.05 mg。

5.8 亚硝酸盐

量取 5 mL 试验溶液 (5.6.1),稀释至 40 mL,加入 1 mL 葛利斯试剂,放置 10 min。溶液所呈粉色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列质量的亚硝酸盐 (NO_2) 标准溶液,稀释至 40 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

分析纯: 0.01 mg; 化学纯: 0.02 mg。

5.9 铵

量取 2.5 mL 试验溶液 (5.6.1), 稀释至 140 mL, 加入 5 mL 不含氨的氢氧化钠溶液 (320 g/L), 加热蒸馏出 75 mL, 用装有 5 mL 硫酸溶液 (0.5 %) 的 100 mL 比色管收集, 加入 3 mL 不含氨的氢氧化钠溶液 (320 g/L) 及 2 mL 纳氏试剂, 稀释至 100 mL, 摇匀。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列质量的铵 (NH_4) 标准溶液, 稀释至 140 mL, 与同体积试验溶液同时同样处理。

分析纯: 0.025 mg; 化学纯: 0.050 mg。

5.10 磷酸盐

称取 2 g 样品, 溶于适量水中, 加入 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 滴加硝酸溶液 (13 %) 至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL, 按 GB/T 9727 的规定测定。有机层所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列质量的磷酸盐 (PO_4) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

分析纯: 0.01 mg; 化学纯: 0.02 mg。

5.11 钠

5.11.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.11.2 仪器条件

光源: 钠空心阴极灯。

波长: 589.0 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.11.3 测定方法

称取 2 g 样品 (化学纯称取 1 g), 溶于水, 稀释至 100 mL。取 5 mL, 共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定, 结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

5.12 镁

5.12.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.12.2 仪器条件

光源: 镁空心阴极灯。

波长: 285.2 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.12.3 测定方法

同 5.11.3。

5.13 钾

5.13.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.13.2 仪器条件

光源：钾空心阴极灯。

波长：766.5 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.13.3 测定方法

称取 2 g 样品，溶于水，稀释至 100 mL。取 10 mL（化学纯取 5 mL），共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

5.14 铁

量取 10 mL 试验溶液（5.6.1），用盐酸溶液（15 %）将溶液的 pH 值调至 2，按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列质量的铁（Fe）标准溶液，稀释至 10 mL，与同体积试验溶液同时同样处理。

分析纯：0.004 mg；化学纯：0.010 mg。

5.15 锶

5.15.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.15.2 仪器条件

光源：锶空心阴极灯。

波长：460.7 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.15.3 测定方法

称取 10 g 样品，溶于水，稀释至 100 mL。取 10 mL（化学纯取 5 mL），共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

5.16 钡

5.16.1 不含钡的硝酸钙溶液的制备

称取 10 g 样品，溶于水，加入 0.25 mL 乙酸（冰醋酸）、10 g 三水合乙酸钠（乙酸钠）及 10 mL 重铬酸钾溶液（100 g/L），稀释至 50 mL，摇匀，放置澄清，过滤。

5.16.2 测定方法

量取 10 mL 试验溶液（5.6.1），加入 0.05 mL 乙酸（冰醋酸）、2 g 三水合乙酸钠（乙酸钠）及

2 mL 重铬酸钾溶液 (100 g/L)，摇匀，放置 15 min。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 10 mL 不含钡的硝酸钙溶液及含下列质量的钡 (Ba) 标准溶液，与同体积试验溶液同时放置 15 min。

分析纯：0.1 mg；化学纯：0.2 mg。

5.17 重金属

量取 20 mL 试验溶液 (5.6.1)，按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 10 mL 试验溶液 (5.6.1) 及含下列质量的铅 (Pb) 标准溶液，稀释至 20 mL，与同体积试验溶液同时同样处理。

分析纯：0.01 mg；化学纯：0.02 mg。

6 检验规则

按 HG/T 3021 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输，并给出标志，其中：

- 包装单位：第 4 类；
- 内包装形式：NB-1、NB-2、NB-3、NB-4、NB-5、NB-6、NB-7、NB-8、NB-9、NB-10、NB-11、NB-12、NB-13、NB-14、NB-15；
- 隔离材料：GC-1、GC-2、GC-3、GC-4；
- 外包装形式：WB-1、WB-2、WB-3；
- 标签：符合 GB 15238 的规定，注明“氧化剂”。