

ICS 71.040.30  
G 62  
备案号: 65279—2018

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5349—2018

---

## 化 学 试 剂 无水氯化钙

Chemical reagent—Calcium chloride anhydrous

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：国药集团化学试剂有限公司、重庆川东化工（集团）有限公司。

本标准主要起草人：郑琦、陈浩云、朱茜、冯苗、王禄。

# 化 学 试 剂

## 无水氯化钙

### 1 范围

本标准规定了化学试剂无水氯化钙的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂无水氯化钙的检验。

分子式： $\text{CaCl}_2$

相对分子质量：110.98（根据 2013 年国际相对原子质量）

CAS 号：10043-52-4

### 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 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法

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 9735 化学试剂 重金属测定通用方法

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法

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

本试剂为白色粉末、颗粒或熔块，有强吸湿性，易溶于水和乙醇。

### 4 规格

无水氯化钙的规格见表 1。

表 1 无水氯化钙的规格

名 称	分析纯	化学纯
含量 (CaCl <sub>2</sub> ), w/%	≥96.0	≥96.0
pH 值 (50 g/L, 25 ℃)	8.0~10.0	8.0~10.0
澄清度试验/号	≤4	≤6
硫酸盐 (SO <sub>4</sub> ), w/%	≤0.02	≤0.02
硝酸盐 (NO <sub>3</sub> ), w/%	≤0.005	≤0.01
磷酸盐 (PO <sub>4</sub> ), w/%	≤0.001	≤0.003
砷 (As), w/%	≤0.000 3	≤0.000 3
钠 (Na), w/%	≤0.1	≤0.2
镁 (Mg), w/%	≤0.1	≤0.2
钾 (K), w/%	≤0.01	≤0.02
铁 (Fe), w/%	≤0.001	≤0.002
铜 (Cu), w/%	≤0.000 2	≤0.000 5
锌 (Zn), w/%	≤0.01	≤0.02
锶 (Sr), w/%	≤0.05	≤0.1
钡 (Ba)	合格	合格
重金属 (以 Pb 计), w/%	≤0.001	≤0.002

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 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、试剂及制品均按 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。

5.3 含量

5.3.1 铬蓝黑 R 指示剂的制备

称取 10 g 无水硫酸钠和 0.1 g 铬蓝黑 R，混合，研细。

5.3.2 测定方法

称取 2 g（精确至 0.000 1 g）样品，溶于水，移入 250 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液（10 %），用水稀释至刻度，摇匀。取 50.00 mL，加入 50 mL 水及 10 mL 三乙醇胺溶液（2+1），用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [c(EDTA)=0.1 mol/L] 滴定至约 25 mL 时，加入 10 mL 氢氧化



钾溶液 (100 g/L) 及 0.1 g 铬蓝黑 R 指示剂, 再继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

无水氯化钙的质量分数  $w$ , 按公式 (1) 计算:

$$w = \frac{VcM}{m \times (50/250) \times 10^3} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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);

$M$ ——无水氯化钙的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) [ $M(\text{CaCl}_2) = 111.0 \text{ g/mol}$ ];

$m$ ——样品的质量的数值, 单位为克 (g)。

#### 5.4 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

#### 5.5 澄清度试验

称取 5 g 样品, 溶于 100 mL 水及 0.1 mL 盐酸溶液 (20 %) 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: 4 号; 化学纯: 6 号。

#### 5.6 硫酸盐

称取 0.5 g 样品, 溶于水, 稀释至 40 mL。取 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 0.05 mg 的硫酸盐 ( $\text{SO}_4$ ) 标准溶液, 稀释至 20 mL, 与同体积样品溶液同时同样处理。

#### 5.7 硝酸盐

称取 1 g 样品, 溶于 30 mL 水中, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液 (100 g/L), 加热至沸。冷却, 稀释至 50 mL, 过滤。取 15 mL 滤液, 加入 1 mL 氯化钠溶液 (100 g/L) 及 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [ $c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2) = 0.001 \text{ mol/L}$ ], 在摇动下于 10 s ~ 15 s 内加入 10 mL 硫酸, 摇匀, 放置 10 min。溶液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硝酸盐 ( $\text{NO}_3$ ) 标准溶液, 稀释至 15 mL, 与同体积样品溶液同时同样处理。

分析纯: 0.015 mg; 化学纯: 0.03 mg。

#### 5.8 磷酸盐

称取 1 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 ( $\text{PO}_4$ ) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

分析纯: 0.01 mg; 化学纯: 0.03 mg。

#### 5.9 砷

##### 5.9.1 二乙基二硫代氨基甲酸银法 (仲裁法)

称取 2 g 样品, 溶于 20 mL 水中, 按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不

应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.006 mg 的砷 (As) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

### 5.9.2 砷斑法

称取 2 g 样品, 溶于 70 mL 水中, 按 GB/T 610—2008 中 4.1 的规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不应深于标准比色试纸。

标准比色试纸的制备是取含 0.006 mg 的砷 (As) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

## 5.10 钠

### 5.10.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

### 5.10.2 仪器条件

光源: 钠空心阴极灯。

波长: 589.0 nm。

火焰: 乙炔-空气。

### 5.10.3 测定方法

称取 1 g 样品, 溶于 50 mL 水中, 加入 0.5 mL 盐酸溶液 (20%), 用水稀释至 100 mL。取 2 mL (化学纯取 1 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。

## 5.11 镁

### 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: 镁空心阴极灯。

波长: 285.2 nm。

火焰: 乙炔-空气。

### 5.11.3 测定方法

同 5.10.3。

## 5.12 钾

### 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: 钾空心阴极灯。

波长: 766.5 nm。

火焰：乙炔-空气。

### 5.12.3 测定方法

称取 2 g 样品，溶于 50 mL 水中，加入 1 mL 盐酸溶液（20 %），用水稀释至 100 mL。取 20 mL（化学纯取 10 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。

### 5.13 铁

称取 1 g 样品，溶于 15 mL 水中，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，与样品同时同样处理。

分析纯：0.01 mg；化学纯：0.02 mg。

### 5.14 铜

#### 5.14.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

#### 5.14.2 仪器条件

光源：铜空心阴极灯。

波长：324.7 nm。

火焰：乙炔-空气。

#### 5.14.3 测定方法

称取 20 g 样品，溶于 50 mL 水中，用盐酸溶液（20 %）将溶液的 pH 值调至 3~6，稀释至 200 mL。取 40 mL（化学纯取 20 mL），共 4 份。分别置于 125 mL 分液漏斗中，1 份不加铜（Cu）标准溶液，其余 3 份分别加入质量浓度成比例的铜（Cu）标准溶液，同时配制空白试验溶液。分别加入 1 mL 吡咯烷二硫代甲酸铵溶液（10 g/L），混匀，静置 5 min。加入 10 mL 4-甲基-2-戊酮（甲基异丁基甲酮），振摇 1 min。静置分层，弃去水相，于有机相中加入 10 mL 硝酸溶液（5 %），振摇 3 min。静置分层，弃去有机相，转移水相至 10 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。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。

### 5.15 锌

#### 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：锌空心阴极灯。

波长：213.9 nm。

火焰：乙炔-空气。

#### 5.15.3 测定方法

同 5.12.3。



## 5.16 镱

### 5.16.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

### 5.16.2 仪器条件

光源：镱空心阴极灯。

波长：460.7 nm。

火焰：乙炔-空气。

### 5.16.3 测定方法

称取 5 g 样品，溶于 50 mL 水中，加入 3 mL 盐酸溶液（20 %），用水稀释至 100 mL。取 20 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。

## 5.17 钡

称取 1 g 样品和 1 g 三水合乙酸钠（乙酸钠），溶于 15 mL 水中（必要时过滤），加入 1 滴乙酸（冰醋酸）及 0.3 mL 重铬酸钾溶液（100 g/L），放置 15 min。溶液不应混浊。

## 5.18 重金属

称取 2 g 样品，溶于 10 mL 水中，用盐酸溶液（15 %）将溶液的 pH 值调至 4，稀释至 20 mL。取 15 mL，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剩余的 5 mL 样品溶液及含下列质量的铅（Pb）标准溶液，稀释至 15 mL，与同体积样品溶液同时同样处理。

分析纯：0.01 mg；化学纯：0.02 mg。

## 6 检验规则

按 HG/T 3921 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 3、4 类；

——内包装形式：NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15；

——隔离材料：GC-2、GC-3、GC-4；

——外包装形式：WB-1、WB-2、WB-3。