

ICS 71.060.20
G 13
备案号:41823—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4505—2013

工业过氧化钙

Calcium peroxide for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、浙江金科过氧化物股份有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：李霞、章金龙、李胜利。

工业过氧化钙

1 范围

本标准规定了工业过氧化钙的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、安全。

本标准适用于主要用作增氧剂、杀菌剂、漂白剂、防腐剂、解酸剂、油类及封闭胶泥速干剂及土壤修复等的工业过氧化钙。

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,仅所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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:CaO₂

相对分子质量:72.07(按2011年国际相对原子质量)

4 分型

工业过氧化钙根据含量不同分为:75型、50型。

5 要求

5.1 外观:白色或淡黄色的粉末或颗粒。

5.2 工业过氧化钙按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	75 型	50 型	
过氧化钙(CaO ₂) <i>w</i> /%	≥	75.0	50.0
水分 <i>w</i> /%	≤	2.0	2.0
pH(10 g/L)	11.5~13.5		
重金属(以 Pb 计) <i>w</i> /%	≤	0.002	—
铁(Fe) <i>w</i> /%	≤	0.07	—

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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。

6.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 过氧化钙含量的测定

6.4.1 方法提要

在酸性介质中,过氧化钙释放的过氧化氢与高锰酸钾发生氧化还原反应,根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量,确定过氧化钙含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 磷酸溶液:1+3。

6.4.2.2 硫酸溶液:1+3。

6.4.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

6.4.3 分析步骤

称取一定量试样(75 型约 0.15 g、50 型约 0.2 g),精确至 0.000 2 g,置于盛有 25 mL 磷酸溶液的锥形瓶中,待试样溶解后加入约 25 mL 硫酸溶液,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并在 30 s 内不褪色即为终点。

同时同样做空白试验。空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

6.4.4 结果计算

过氧化钙含量以过氧化钙(CaO₂)的质量分数 *w*₁ 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0) / 1\,000] c M}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V——滴定试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

*V*₀——滴定空白试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾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 ——过氧化钙($\frac{1}{2}\text{CaO}_2$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=36.04$)。

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%。

6.5 水分的测定

6.5.1 方法提要

以一定温度、一定时间烘干试样,使试样中水分挥发,试样中 CaO_2 部分分解,其他成分 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 CaO 不分解,根据失重以及分解前后的活性氧含量,确定水分。

6.5.2 仪器、设备

6.5.2.1 称量瓶: $\phi 40\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ 。

6.5.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $118\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.5.3 分析步骤

称取约1 g试样,精确至0.000 2 g,置于预先于 $118\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中,将称量瓶置于 $118\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥1 h。取出后置于干燥器中冷却至室温,称量。

6.5.4 结果计算

水分以质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m - m') - mkw_1 + m'kw'_1}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

m ——干燥前试料质量的数值,单位为克(g);

m' ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——干燥前试料按6.4的规定测得的过氧化钙的质量分数;

w'_1 ——干燥后试料按6.4的规定测得的过氧化钙的质量分数;

k ——过氧化钙换算为活性氧的系数($k=0.222\ 0$)。

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%。

6.6 pH的测定

6.6.1 试剂

无二氧化碳的水。

6.6.2 仪器

酸度计:精度为0.02 pH单位。

6.6.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于150 mL烧杯中,加入100 mL无二氧化碳的水,充分搅拌后,静置。用已校对好的酸度计测定上清液的pH。

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0.1。

6.7 重金属含量的测定

6.7.1 方法提要

在弱酸性溶液中,重金属离子与硫化钠生成有色硫化物沉淀,重金属含量较低时,生成稳定的暗色悬浮液,与标准比色溶液进行目视比色测定。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.7.2.2 氨水溶液:1+1。

6.7.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH ≈ 3 。

6.7.2.4 硫化钠溶液。

6.7.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7.3 分析步骤

6.7.3.1 测定

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中。加入 10 mL 水、8 mL 硝酸溶液,试样完全溶解后,盖上表面皿,在电炉上加热至溶液近干。冷却后,加少量水使残渣溶解,过滤至 50 mL 比色管中,加水至约 35 mL,用氨水溶液调节 pH 3~4(用精密 pH 试纸检验)。加入 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,滴加 2 滴硫化钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在暗处放置 5 min 后,在白色背景下观察,其所呈颜色不得深于标准比色溶液。

6.7.3.2 标准比色溶液的制备

移取 2.00 mL 铅标准溶液,置于 50 mL 比色管中,以下操作按 6.7.3.1 中所述从“加水至约 35 mL……”开始,至“……在白色背景下观察”为止。与试验溶液同时、同样处理。

6.8 铁含量的测定

6.8.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 中的第 3 章。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.8.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 中的第 4 章。

6.8.3 仪器、设备

分光光度计:带有光程为 2 cm 的比色皿。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用光程为 2 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

6.8.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水、8 mL 硝酸溶液,待试样溶解后,盖上表面皿,在电炉上加热至溶液近干,冷却后,加少量水使残渣溶解,过滤至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL 试验溶液置于烧杯中,以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 所述“必要时,加水至约 60 mL……”进行操作。

同时做空白试验,除不加试样外,其他加入的试剂种类和量与试验溶液的完全相同,并与试验溶液同样处理。

6.8.4.3 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) / 1\,000}{m \times (20/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

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 %。

7 检验规则

7.1 本标准要求中的所有指标项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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型号的工业过氧化钙为一批。每批产品不超过 25 t。

7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方斜插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g,立即将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样复验,复验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品。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业过氧化钙包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、型号、净含量、批号(或生产日期)、保质期和本标准编号,以及 GB 190 中规定的“氧化性物质”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业过氧化钙都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、型号、净含量、批号(或生产日期)、保质期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业过氧化钙采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋包装时将空气排净后,袋口用维尼龙绳扎紧,或用与其相当的方式封口,应严密不漏;外包装采用塑料编织袋或复合纸袋,外包装袋应牢固缝合,无漏缝和跳线。包装容器的性能应符合相关规定。每袋净含量为 25 kg,或在符合相关规定的条件下与客户协商确定包装净含量。

9.2 工业过氧化钙在运输中应有遮盖物,防止日晒、雨淋,包装不得破损。禁止与易燃物、酸类、挥发性有机物、还原剂、自燃物质、遇湿易燃物品等共运。

9.3 工业过氧化钙应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内,远离火源、热源,防止日晒、雨淋、受潮,远离易(可)燃物,禁止与酸类、挥发性有机物、还原剂等同仓共贮。

9.4 在符合本标准的包装、贮存、运输条件下,从生产日期起,工业过氧化钙保质期不少于 12 个月。

10 安全

10.1 过氧化钙是氧化性物质,可以加剧燃烧,应远离火源、热源,应与强还原剂、酸类、易(可)燃物等分开存放。

10.2 过氧化钙对眼睛、皮肤和呼吸道有刺激作用。吸入后应立即转移至有新鲜空气的地方,与眼睛接触时立即用大量的水冲洗至少 15 min,与皮肤接触应立即用大量的水冲洗,严重者马上就医。

10.3 发生火灾时采用干粉、砂土灭火。

10.4 操作人员应佩戴自吸过滤式防尘口罩,应戴防护手套、化学安全护目镜或防护面具,穿防护工作服。紧急事态抢救或撤离时,应该佩戴空气呼吸器。

BZ002103054



中华人民共和国

化工行业标准

工业过氧化钙

HG/T 4505—2013

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数11千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1624

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00元

版权所有 违者必究