

工业氯化钙

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氯化钙的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业无水氯化钙和工业二水氯化钙。工业无水氯化钙主要用作干燥剂；工业二水氯化钙主要用于冷冻、建筑材料防冷、石油等工业。

分子式：

无水氯化钙： CaCl_2

二水氯化钙： $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：

无水氯化钙：111.0（按1989年国际相对原子质量）

二水氯化钙：147.0（按1989年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 6678 化工产品采样总则

GB 6682 实验室用水规格

GB 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观

工业无水氯化钙为白色块状固体；工业二水氯化钙为灰白色或稍带黄色的片状或块状固体。

3.2 工业氯化钙应符合下表要求：

项 目	指 标			
	无水氯化钙		二水氯化钙	
	一等品	合格品	一等品	合格品
氯化钙(CaCl_2)含量 \geq	95.0	90.0	70.0	68.0
镁及碱金属氯化物(以 NaCl 计)含量 \leq	2.5	4.0	4.0	5.5

续表

%

项 目	指 标			
	无水氯化钙		二水氯化钙	
	一等品	合格品	一等品	合格品
水不溶物含量 \leq			0.20	0.30
酸度			通过试验	
碱度(以 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 计) \leq			0.35	
硫酸盐(以 CaSO_4 计)含量 \leq			0.20	0.30

4 试验方法

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 6682中规定的三级水。

试验中所需标准溶液,制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB 601、GB 603之规定制备。

4.1 氯化钙(CaCl_2)含量的测定

4.1.1 方法提要

在试验溶液的 pH 约为12的条件下,以钙羧酸为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 三乙醇胺溶液:1+2。

4.1.2.2 氢氧化钠(GB 629)溶液:100 g/L;

4.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401)标准滴定溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)$ 约0.02 mol/L;

4.1.2.4 钙羧酸指示剂:称取1 g 钙羧酸指示剂(或钙羧酸钠),与100 g 氯化钠(GB 1266)混合、研细,密闭保存。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试验溶液的制备

称取约3.5 g 无水氯化钙或约5 g 二水氯化钙试样,精确至0.000 2 g,置于250 mL 烧杯中,加水溶解。全部转移至500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液 A,用于有关测定。

4.1.3.2 测定

用移液管移取10 mL 试验溶液 A,加水至约50 mL。加5 mL 三乙醇胺溶液,2 mL 氢氧化钠溶液,约0.1 g 钙羧酸指示剂。用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为蓝色即为终点。同时做空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化钙含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \times 0.1110}{m \times \frac{10}{500}} \times 100$$

$$= \frac{555 \cdot c \cdot (V_1 - V_0)}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c —— 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 —— 滴定试验溶液时消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 —— 空白试验中消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.111 0 ——与1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的, 以克表示的氯化钙的质量。

4.1.5 允许差

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0.2%。

4.2 镁及碱金属氯化物(以 NaCl 计)含量的测定

4.2.1 方法提要

以铬酸钾为指示剂, 用硝酸银标准滴定溶液滴定总氯量。减去氯化钙相当的氯量后折算成以氯化钠(NaCl)计的镁及碱金属氯化物含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硝酸(GB 626)1+10溶液;

4.2.2.2 碳酸氢钠(GB 640)溶液: 100 g/L;

4.2.2.3 硝酸银(GB 670)标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约0.1 mol/L;

4.2.2.4 铬酸钾(HG 3—918)溶液: 50 g/L。

4.2.3 分析步骤

用移液管移取10 mL 试验溶液 A, 置于250 mL 锥形瓶中, 加50 mL 水, 用硝酸溶液或碳酸氢钠溶液调节 pH 约6.5~10(用 pH 试纸检验), 加0.7 mL 铬酸钾指示液, 用硝酸银标准滴定溶液滴定。溶液由淡黄色变为微红色即为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的镁和碱金属氯化物(以 NaCl 计)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c \cdot V \times 0.05844}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 - 1.053X_1$$

$$= \frac{2.922c \cdot V}{m} - 1.053X_1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定中消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

0.058 44 ——与1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液[$c(\text{AgNO}_3)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的, 以克表示的氯化钠的质量;

m ——试样的质量, g;

X_1 ——4.1条测得的氯化钙含量, %;

1.053 ——氯化钙(CaCl_2)换算成氯化钠(NaCl)的系数。

4.2.5 允许差

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0.02%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 硝酸银(GB 670)溶液: 10 g/L。

4.3.2 仪器、设备

一般实验室仪器、设备和

4.3.2.1 坩埚式过滤器: 滤板孔径5~15 μm 。

4.3.3 分析步骤

称取约20 g 试样, 精确至0.01 g, 置于400 mL 烧杯中。加250 mL 水溶解, 放置1 h。用已于105~110℃烘干至恒重的坩埚式过滤器过滤。用水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。于105~110℃烘干至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 —— 水不溶物及坩埚式过滤器的质量, g;

m_2 —— 坩埚式过滤器的质量, g;

m —— 试样质量, g。

4.3.5 允许差

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0.02%。

4.4 酸度的测定

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 溴百里香酚蓝(HG 3—1222)溶液: 1 g/L。

4.4.2 分析步骤

称取20.0±0.1 g 试样, 置于250 mL 烧杯中, 加100 mL 水溶解。加入2~3滴溴百里香酚蓝指示液, 溶液应不呈黄色。

4.5 碱度的测定

4.5.1 方法提要

将试样溶于水, 加入已知量的过量盐酸标准滴定溶液, 煮沸赶掉二氧化碳。以溴百里香酚蓝为指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 盐酸(GB 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约0.1 mol/L。

4.5.2.2 氢氧化钠(GB 629)标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约0.1 mol/L。

4.5.2.3 溴百里香酚蓝(HG 3—1222)指示液: 1 g/L。

4.5.3 分析步骤

称取约20 g 试样、精确至0.01 g, 置于400 mL 烧杯中, 加100 mL 水溶解。加2~3滴溴百里香酚蓝指示液, 用滴定管加入盐酸标准滴定溶液中和并过量约5 mL。煮沸2 min, 冷却, 再加2滴溴百里香酚蓝指示液。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定, 溶液由黄色变为蓝色即为终点。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碱度〔以 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 计〕 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(c_1 \cdot V_1 - c_2 \cdot V_2) \times 0.037\ 05}{m} \times 100$$

$$= \frac{3.705(c_1 \cdot V_1 - c_2 \cdot V_2)}{m} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: c_1 —— 盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 —— 消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c_2 —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 —— 消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m —— 试样的质量, g;

0.037 05 —— 与1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔 $c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$ 〕相当的, 以克表示的氢氧化钙的质量。

4.5.5 允许差

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0.02%。

4.6 硫酸盐含量(以 CaSO_4 计)的测定

4.6.1 方法提要

用水溶解试样并过滤不溶物,加入氯化钡,沉淀滤液中的硫酸根离子,称量生成的硫酸钡。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 盐酸(GB 622)。

4.6.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(GB 652)溶液:122 g/L。

4.6.2.3 硝酸银(GB 670)溶液:10 g/L。

4.6.3 分析步骤

称取约50 g 试样,精确至0.1 g,置于400 mL 烧杯中,加200 mL 水溶解,加2 mL 盐酸,加热至沸,冷却,用中速滤纸过滤,用水洗涤5次,每次10 mL;滤液和洗涤液收集到500 mL 烧杯中,加热至沸,在不断搅拌下,缓缓加入10 mL 氯化钡溶液;继续沸腾15 min,冷却并放置4 h(或在沸水浴上保温2 h)。

室温下,用慢速定量滤纸过滤,用温水洗涤沉淀至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。

将沉淀连同滤纸转移至已于 $800 \pm 20^\circ\text{C}$ 下恒重的瓷坩埚中;烘干、灰化,在 $800 \pm 20^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐含量〔以 CaSO_4 计〕 X_s 按式(5)计算:

$$X_s = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.5833}{m} \times 100$$

$$= \frac{58.33(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——硫酸钡及瓷坩埚的质量, g;

m_2 ——瓷坩埚的质量, g;

m ——试样质量, g;

0.5833 ——硫酸钡换算成硫酸钙的系数。

4.6.5 允许差

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0.03%。

5 检验规则

5.1 工业氯化钙应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业氯化钙都符合本标准要求。

每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氯化钙进行验收。验收应在货到之日算起一个月内进行。

5.3 正常生产时,硫酸盐含量每月测定一次。

5.4 每批产品不超过150 t。

5.5 按 GB 6678 中第6.6条规定确定采样单元数。采样时,从包装件的上中下三部分取出代表性样品,混匀。用四分法缩分至不少于500 g,分装入两个清洁干燥的广口瓶中,密封;瓶上贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名;一瓶用于检验,另一瓶保存3个月备查。

5.6 检验结果中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件中取样核验。核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,整批产品不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.8 本标准采用 GB 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、包装、运输和贮存

6.1 包装件上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名称、产品名称、商标、等级、净重、本标准编号和

GB 191规定的标志6“怕湿”。

6.2 无水氯化钙采用两种包装方式。

6.2.1 袋装：内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，规格尺寸：1 100 mm×550 mm，厚度为0.2 mm；外包装采用塑料编织袋，规格尺寸：1 000 mm×500 mm，其性能和检验方法应符合 GB 8946、C 型的规定。每袋净重50 kg。

内袋粘合，或用维尼龙绳或其他质量相当的绳，人工扎口；外袋在距袋边不小于30 mm处折边，在距袋边不小于15 mm处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口，针距10~20 mm，缝线整齐、针距均匀，无漏缝和跳线现象。

6.2.2 桶装：内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，规格尺寸：1 100 mm×550 mm，厚度为0.2 mm；外包装采用涂沥青的硬质纤维板桶，规格尺寸：φ400 mm×540 mm，厚度为5 mm，每桶净重50 kg。

内袋粘合，或用维尼龙绳或其他质量相当的绳，人工扎口；外桶盖上带十字木架的桶盖，用钉子钉牢。

6.3 二水氯化钙采用两种包装方式

6.3.1 片状二水氯化钙采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋比外袋长10 mm，宽5 mm。外包装采用塑料编织袋，其性能和检验方法应符合 GB 8947C 型(或 B 型)的规定；每袋净重50 kg 或25 kg。

内袋粘合，或用维尼龙绳或其他质量相当的绳，人工扎口；外袋在距袋边不小于30 mm处折边，在距袋边不小于15 mm处，用维尼龙线或其他质量相当的线缝口，针距8~15 mm，缝线整齐，针距均匀，无漏缝或跳线现象。

6.3.2 块状二水氯化钙采用中开口铁桶包装，其性能和检验方法应符合有关规定。每桶净重200 kg。

铁桶用压盖形式封口，用压盖钳压牢，无泄漏现象。

6.4 本产品运输过程中应防止雨淋、受潮。

6.5 本产品应贮存于阴凉干燥处，防止雨淋、受潮。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由天津碱厂和化学工业部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人刘幽若、贾玉荣、黄家棚、赵端品。

本标准参照采用英国国家标准 BS 3587—1963(1986确认)《技术级氯化钙规格》。