

ICS 79.066.50
G 12
备案号:15038—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2327—2004

代替 HG/T 2327—1992

工业氯化钙

Calcium chloride for industrial use

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用美国材料与试验协会标准 ASTM D98—98《工业氯化钙》(英文版)。

本标准根据美国材料与试验协会标准 ASTM D98—98《工业氯化钙》重新起草。

考虑到我国国情,在采用美国材料与试验协会标准时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 A 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替化工行业标准 HG/T 2327—1992《工业氯化钙》。

本标准与化工行业标准 HG/T 2327—1992 的主要技术变化如下:

——分为固体氯化钙和液体氯化钙,固体氯化钙分为五个规格,取消了原标准分类方法(1992 版 3.2;本版 4.2)。

——取消了原标准中的酸度、硫酸盐指标和试验方法(1992 版 3.2、4.4、4.6),增加了总镁含量的指标和试验方法(本版 4.2、5.5)。

——增加了粒度的指标(本版 4.2)。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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(CSBTS/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、青岛华东制钙有限公司、天津碱厂、山东海化股份有限公司氯化钙厂。

本标准主要起草人:刘幽若、姚娟娟、侯金盛、常希平、张红。

本标准代替标准的历次版本发布情况:

——HG/T 2327—1992。

工业氯化钙

1 范围

本标准规定了工业氯化钙的分类,要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氯化钙。该产品主要用于除冰雪、除尘、冷冻、建筑材料防冻、石油开采等行业。

无水氯化钙还可用作干燥剂

分子式:无水氯化钙 CaCl_2

水合氯化钙 $\text{CaCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:无水氯化钙 111.0(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/T 191—2000 包装储运图示标志(ISO 780:1997 EQV)

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(ISO 3696:1987 EQV)

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试剂及制品的制备

3 产品分类

工业氯化钙分为固体氯化钙和液体氯化钙。固体氯化钙按含钙量分为五种规格。

4 要求

4.1 外观:固体氯化钙为白色、灰白色或稍带黄色、红色的粉状、片状、颗粒状或块状固体;液体氯化钙为无色透明或稍微浑浊的透明液体。

4.2 工业氯化钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

指标项目	指标						液体氯化钙
	固体氯化钙					I 型	
	II 型	III 型	IV 型	V 型			
氯化钙(CaCl ₂)质量分数, %	≥	94	90	77	74	68	协商
总碱金属氯化物(以 NaCl 计)质量分数, %	≤	7.0					11.0
总镁(以 MgCl ₂ 计)质量分数, %	≤	0.5					0.5
碱度[以 Ca(OH) ₂ 计]质量分数, %	≤	0.4					0.4
水不溶物质量分数, %	≤	0.3					0.1
粒度, %	≤	协商					

注:如果固体氯化钙产品中氯化钙质量分数小于 90.5%,产品中杂质指标按下式计算:

$$A=A_1 \frac{B}{90.5}$$

式中:

A——产品中容许杂质的最高质量分数;

B——产品中氯化钙的实际质量分数;

A₁——表 1 中规定的各项指标的数值。

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.2 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 之规定制备。

5.3 氯化钙含量的测定

5.3.1 方法提要

在试验溶液约为 pH12 的条件下,以钙试剂羧酸钠盐为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 三乙醇胺溶液:1+2。

5.3.2.2 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.3.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)约 0.02 mol/L。

5.3.2.4 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 固体氯化钙或约 20 g 液体氯化钙试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解。全部转移至 1 000 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试验溶液 A,用于氯化钙含量、总碱金属氯化物含量、总镁含量的测定。

5.3.3.2 测定

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

5.3.4 结果计算

氯化钙含量以氯化钙(CaCl_2)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V-V_0) \cdot cM}{m \times \frac{10}{1000}} \times 100 - w_2 = \frac{10c(V-V_0)M}{m} - w_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.3.2.3)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.3.2.3)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 ——氯化钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=111.0$);

w_2 ——按 5.6 测得的碱度(以氯化钙计)的质量分数的数值。

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%。

5.4 总碱金属氯化物含量的测定

5.4.1 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,减去氯化钙中的含氯量后折算成以氯化钠(NaCl)计的总碱金属氯化物含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 硝酸溶液:1+10;

5.4.2.2 碳酸氢钠溶液:100 g/L;

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

5.4.2.4 铬酸钾溶液:50 g/L。

5.4.3 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 pH6.5~pH10(用 pH 试纸检验),加 0.7 mL 铬酸钾指示剂,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。

5.4.4 结果计算

总碱金属氯化物含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{V}{1000} \times cM \times \frac{10}{1000} \times 100 - 1.053w_3 = \frac{10cVM}{m} - 1.053w_3 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定中消耗硝酸银标准滴定溶液(5.4.2.3)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银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 ——氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$);

w_3 ——按 5.3 测得的氯化钙质量分数的数值,单位为百分数(%);

1.053——氯化钙(CaCl_2)换算成氯化钠(NaCl)的系数。

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%。

5.5 总镁含量的测定

5.5.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子,在约为 pH10 的介质中,以铬黑 T 为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙镁含量。从中减去钙含量,计算出镁含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 三乙醇胺溶液:1+3;

5.5.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液(甲):pH10;

5.5.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.02 mol/L(同 5.3.2.3);

5.5.2.4 铬黑 T 指示剂。

5.5.3 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,加入 5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 缓冲溶液、25 mL 水和少量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。同时做空白试验。

5.5.4 结果计算

总镁含量以氯化镁(MgCl_2)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_1) c M}{m \times \frac{10}{1000}} \times 100 = \frac{10 c (V - V_1) M}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.5.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——5.3 中测定氯化钙含量时所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.5.2.3)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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化镁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.21$)。

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%。

5.6 碱度的测定

5.6.1 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,煮沸赶走二氧化碳,以溴百里香酚蓝为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L;

5.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.1 mol/L;

5.6.2.3 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L。

5.6.3 分析步骤

称取约 10 g 固体氯化钙或与之相当的液体氯化钙,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加适量水溶解,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。

5.6.4 结果计算

碱度以氢氧化钙 $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ 的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) M}{2000 m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

碱度的质量分数换算为氯化钙的质量分数以 w_5 计,数值以%表示,按下列公式(5)计算:

$$w_5 = w_4 \times 1.4978 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V_1 ——滴定中加入盐酸标准滴定溶液(5.6.2.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液(5.6.2.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氢氧化钙摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=74.1$);

1.4978——氢氧化钙的质量分数换算为氯化钙质量分数的换算系数。

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0.05%。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 试剂

硝酸银溶液:10 g/L。

5.7.2 仪器

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

5.7.3 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±5)℃下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。于(105±5)℃下烘干至恒重。

5.7.4 结果计算

水不溶物的质量分数 w_6 ,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚质量的数值,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0.02%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 要求中的所有六项指标项目为型式检验项目。正常生产情况下每半年进行一次型式检验。

6.1.2 固体氯化钙产品所有指标项目和液体氯化钙产品氯化钙含量、总碱金属氯化物含量为出厂检验项目。

6.2 以每天的产量为一批。

6.3 按GB/T 6678规定确定采样单元数。固体产品采样时,将采样器自袋的中心斜插至料层深度的3/4处采样。在密封条件下将采出的样品混匀,缩分至不少于800 g。液体产品采样时,从容器的上、中、下部采取均匀试样,取样量不少于800 mL。生产厂可从包装口取样。将样品分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。注明生产厂名、产品名称、类别、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

- 6.4 工业氯化钙应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。
- 6.5 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的1个月内进行。
- 6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。
- 6.7 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。

7 标志、标签

- 7.1 工业氯化钙包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、规格、净含量、批号或生产日期及本标准编号,以及GB/T 191—2000规定的“怕雨”标志。
- 7.2 每批出厂的工业氯化钙都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、规格、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

- 8.1 固体氯化钙采用两种包装方式。
- 8.1.1 袋装:粉状、片状和颗粒状产品采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋,每袋净含量25 kg、40 kg或50 kg。或采用集装袋包装。
- 8.1.2 桶装:块状产品直接用铁桶包装;粉状、片状和颗粒状产品采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用涂沥青的硬质纤维板桶。每桶净含量50 kg或200 kg。
- 8.2 工业氯化钙包装,内袋扎口或用其他相当的方式封口;外袋应牢固缝合。缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。铁桶用压盖形式封口,用压盖钳压牢,无泄漏现象。
- 8.3 液体氯化钙用专用槽车装运,槽车口用盖盖严、卡牢。
- 8.4 工业氯化钙在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。运输工具应清洁、干燥,尽量采用集装箱、网或集装托盘装卸和运输。保持包装密封,防止机械破损。
- 8.5 工业氯化钙应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮,防止日晒、受热。

附录 A

(资料性附录)

本标准与美国材料与试验协会标准技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与美国材料与试验协会标准技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与美国材料与试验协会标准技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
3	美国材料与试验协会标准固体氯化钙主含量分为 94%、90%、77%；本标准增加了 74% 和 68%	根据我国生产实际和用户要求设定
4.2	美国材料与试验协会标准规定了其他杂质指标,本标准设置了水不溶物指标	美国材料与试验协会标准规定的其他杂质含量是差减法测得,其中要减去水分,而氯化钙产品的吸潮性致使水分测定困难,造成其他杂质含量测定不准确,故本标准测定水不溶物含量
4.2	美国材料与试验协会标准规定了具体的粒度指标,本标准将粒度指标设为用户协商	因为我国产品有粉状、片状、颗粒状、块状等,用户要求各不相同
4.2	本标准按用户要求增加控制了碱度指标	根据我国用户要求
5.3	美国材料与试验协会标准以钙黄绿素 II 或 α -羟基萘酚蓝为指示剂络合滴定,本标准以钙羧酸钠盐为指示剂	钙羧酸钠盐指示剂终点变色明显,且与钙黄绿素 II 或 α -羟基萘酚蓝等作指示剂测定结果基本一致,故采用钙羧酸钠盐为指示剂
5.4	美国材料与试验协会标准中采用原子吸收法分别测定氯化镁、氯化钾、氯化钠,本标准中采用沉淀滴定法测定总碱金属氯化物,EDTA 络合滴定法测镁	为便于各单位使用
5.6	美国材料与试验协会标准中氢氧化钙含量测定用酚酞作指示剂盐酸标准滴定溶液滴定;本标准采用溴百里香酚蓝作指示剂,加入定量的过量盐酸标准溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定	美国材料与试验协会标准直接测氢氧化钙,我国标准测定为氢氧化钙和碳酸钙总和,要求更严
5.7	美国材料与试验协会标准无此测定方法。本标准采用重量法测定	

附录 B

(资料性附录)

本标准与美国材料与试验协会标准章条编号对照

表 B.1 给出了本标准与美国材料与试验协会标准章条编号对照一览表。

表 B.1 本标准与美国材料与试验协会标准章条编号对照

本标准章条编号	美国材料与试验协会标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	5、6
5	7
6	8
7	10
8	10