



中华人民共和国国家标准

GB/T 23941—2009



2009-06-02 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准与美国 ASTM E499:1996《氯化钙分析方法》的一致性程度为非等效。

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(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:山东出入境检验检疫局、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:赵祖亮、王莹、王骏、刘幽若。

本标准为首次发布。

工业氯化钙分析方法

1 范围

本标准规定了工业氯化钙分析方法中的安全提示、一般规定、氯化钙含量、碱度、镁及碱金属盐含量、水不溶物含量及硫酸盐含量的测定方法。

本标准适用于固体、液体形式工业氯化钙中相应物质含量的测定。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

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 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作者必须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

4 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。试验中所需标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 之规定制备。

5 氯化钙含量的测定

5.1 方法提要

在 pH 值约为 12 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。

5.2 试剂

5.2.1 三乙醇胺溶液：1+2。

5.2.2 氢氧化钠溶液：100 g/L。

5.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})$ 约 0.02 mol/L。

5.2.4 钙试剂羧酸钠盐指示剂：1 g 钙试剂羧酸钠盐与 100 g 氯化钠研磨混合。

5.3 分析步骤

称取 10 g(液体 20 g)样品，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，用水稀释至刻度混匀，此溶液为实验溶液 A，用于氯化钙含量、镁及碱金属氯化物含量的测定。

移取 10 mL 试验溶液 A 置于 250 mL 锥形瓶中，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。空白试验除不加试料外，其他操作均与上述操作步骤相同。

5.4 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,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times 1\,000 \times cM}{m \times \frac{10}{1\,000}} \times 100 - 1.497\,8 \times w_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验中消耗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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化钙(CaCl_2)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=110.99$);

w_2 ——按第6章测得的碱度[以 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 计]的质量分数的数值,%;

1.497 8——氢氧化钙的质量分数换算为氯化钙的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0.2%。

6 碱度[以 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 计]的测定

6.1 方法提要

将试样溶于水,加入过量的盐酸标准滴定溶液,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过量的盐酸。

6.2 试剂和溶液

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

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

6.2.3 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L。

6.3 分析步骤

称取约10.0 g $\pm$ 0.01 g,置于250 mL容量瓶中,加适量的水溶解。加入2~3滴溴百里香酚蓝指示剂,用滴定管加入盐酸标准滴定溶液中和并过量约5 mL。准确记录盐酸标准滴定溶液的体积。加热煮沸2 min,再加入2滴溴百里香酚蓝指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由黄色变为蓝色为终点。

6.4 结果计算

碱度以氢氧化钙[$\text{Ca}(\text{OH})_2$]的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2)]M \times 1\,000}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

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);

V_1 ——滴定时加入盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氢氧化钙 $\{1/2[\text{Ca}(\text{OH})_2]\}$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=37.05$)。

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%。

7 镁及碱金属盐(以 NaCl 计)含量的测定

7.1 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。

7.2 试剂

7.2.1 硝酸溶液:1+10。

7.2.2 碳酸氢钠溶液:100 g/L。

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

7.2.4 铬酸钾溶液:50 g/L。

7.3 分析步骤

用移液管移取10 mL试验溶液A(5.3),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值为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。

同时做空白试验。空白试验除不加试料外,其他操作均与上述操作步骤相同。

7.4 结果计算

镁及碱金属盐含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0) \times 1\,000 \times cM}{m \times \frac{10}{1\,000}} - 1.053 \times w_1 \quad (3)$$

式中:

V ——滴定中消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定中空白消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,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_1 ——按第5章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%。

8 水不溶物含量的测定

8.1 方法提要

称取一定量的试样溶于水,过滤后,残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定,称量后,确定水不溶物含量。

8.2 试剂

硝酸银溶液:20 g/L。

8.3 仪器、设备

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

8.3.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 $105\,^\circ\text{C}\pm 2\,^\circ\text{C}$ 。

8.4 分析步骤

称取约 $20.0\,\text{g}\pm 0.01\,\text{g}$ 试样,置于500 mL烧杯中。用300 mL水溶解,用已于 $105\,^\circ\text{C}\sim 110\,^\circ\text{C}$ 下质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤坩埚中的水不溶物,洗涤至滤液中无氯酸根离子为止,取5 mL洗涤液,加5 mL硝酸银溶液,混匀,放置5 min不出现浑浊,在 $105\,^\circ\text{C}\sim 110\,^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

8.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚和不溶物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行结果的绝对差值不大于 0.002%。

9 硫酸盐含量的测定

9.1 方法提要

用水溶解试料并过滤不溶物,在酸性条件下,加入氯化钡,与试液中的硫酸根离子生成硫酸钡沉淀。

9.2 试剂

9.2.1 盐酸溶液:1+3。

9.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

9.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

9.3 仪器、设备

高温炉:温度能控制在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

9.4 分析步骤

称取 2.5 g 样品,精确至 0.000 2 g。置于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加入 5 mL 盐酸溶液和 200 mL 水,加热至微沸,在搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液。继续搅拌并微沸 2 min~3 min,然后盖上表面皿,保持微沸 5 min。再把烧杯放到沸水浴上保持 2 h,冷却至室温,用慢速定量滤纸过滤。用温水洗涤沉淀至无氯离子为止(取 5 mL 洗涤液,加 5 mL 硝酸银溶液,混匀,放置 5 min 不出现浑浊)。

将沉淀连同滤纸转移至已于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下质量恒定的瓷坩埚中,低温灰化后,在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

9.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{0.411\ 3(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_2 ——硫酸钡及瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.411 3——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

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 0.002%。