

《四水硝酸钙》编制说明

（征求意见稿）

《四水硝酸钙》标准工作组

2023 年 11 月

目 录

一、 任务的来源	1
二、 目的及意义	1
三、 工作简述	1
四、 技术内容	2

《四水硝酸钙》编制说明

一、任务的来源

中国氮肥工业协会《团体标准计划的通知》（中国氮协发[]号）文下达，牵头单位：中国氮肥工业协会硝基钙镁肥分会，起草单位：交城县三喜化工有限公司、山西金兰化工股份有限公司、山西华鑫肥业股份有限公司、天脊集团精细化工有限公司、山西省交城县天龙化工实业有限公司、山西磊鑫化工股份有限公司、交城县德谦肥业有限公司。

二、目的及意义

目前硝酸钙有两个标准，一是工业硝酸钙 HG/T 3787-2005，另一个是农业用硝酸钙 HG/T 4580-2013。近年来，工业硝酸钙使用的主要领域是丁腈乳胶手套行业。医疗用丁腈手套除了对四水硝酸钙的质量分数需求大于 98.5%以外，对于水不溶物、Ph 值、澄清度以及酸不溶物也有要求，而工业硝酸钙 HG/T 3787-2005 没有这些方面的要求。农业用硝酸钙虽然有 HG/T4580-2013 标准，但目前农业农村部肥料登记证中心，因其涉危不受理四水硝酸钙生产企业的肥料登记申请，只能作为肥料原料销售。为此解决目前四水硝酸钙生产企业的产品销售问题，现需要将工业硝酸钙 HG/T 3787-2005 标准进行修订，出台四水硝酸钙标准。

三、工作简述

标准制定任务下达后，交城县三喜化工有限公司、山西金兰化工股份有限公司、山西华鑫肥业股份有限公司、天脊集团精细化工有限公司、山西省交城县天龙化工实业有限公司、山西磊鑫化工股份有限公司、交城县德谦肥业有限公司开展了资料查询、样品收集和实验验证工作，起草人员先后进行了多次讨论，于 2023 年 11 月编写了本标准的征求意见稿、编制说明。

四、技术内容

1、范围

规定了四水硝酸钙的技术要求、试验方法、检验规则和标识、包装、运输、贮存。

四水硝酸钙是一种含四个结晶水的硝酸钙盐，是以碳酸钙或氢氧化钙和硝酸为主要原料生产的。该产品主要应用于塑胶行业，广泛应用于化学、农业、矿业等领域。

相对分子质量:236.14(按 2011 年国际相对原子质量)

2、技术要求

外观：结晶状产品。

四水硝酸钙应符合表 1 和表 2 的指标要求，并应符合产品包装容器和质量证明书上的标明值。

表 1 四水硝酸钙的要求

项目	指标
Ca(NO ₃) ₂ · 4H ₂ O, %	≥ 99
水不溶物, %	≤ 0.02
600g 样溶于 500ml 水中无浮油物、亮点	无
PH 值 (50g/L 溶液)	6.0-7.0
铁 (以 Fe 计) 质量分数, %	≤ 0.001
氯化物 (以 Cl 计) 质量分数, %	≤ 0.015
澄清度试验 /号	≤ 5
酸不溶物 (络合硅, 络合铝等), %	≤ 0.01

表 2 四水硝酸钙中汞、砷、镉、铅、铬元素限量要求

项目	指标
汞 (以 Hg 计) 质量分数, %	≤ 0.002
砷 (以 As 计) 质量分数, %	≤ 0.002
镉 (以 Cd 计) 质量分数, %	≤ 0.002
铅 (以 Pb 计) 质量分数, %	≤ 0.001
铬 (以 Cr 计) 质量分数, %	≤ 0.002

3 试验方法

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和符合 GB/T6682 中三级规格的水。

本标准所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时, 均按 GB/T601、GB/T602、GB/T603 之规定制备。

安全提示: 试验中所用的强酸、强碱为腐蚀品, 操作时应小心, 如溅到皮肤上, 立即用大量水冲洗, 氯化物含量测定后的含汞废液应集中处理后排放。

(1) 外观测定: 目测法测定

(2) 硝酸钙 Ca(NO₃)₂ · 4H₂O 含量的测定

方法提要: 在试验介质中, 钙离子与 EDTA 定量反应, 以钙指示剂指示终点。

试剂和材料: 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: C(EDTA)=0.02mol/L; 氢氧化钠溶液: 100g/L;

钙试剂羧酸钠指示剂: 称取 0.1g 钙指示剂与 10g 氯化钠研磨混合后, 贮存于茶色磨口瓶中。

分析步骤: 称取约 5g 试样 (精确至 0.0002g), 溶于 250mL 烧杯中, 加水溶解, 全部转移到 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取 25mL 试验溶液, 置于 250mL 的锥形瓶中, 加 50mL 水, 加 3mL 三乙醇胺溶液, 用氢氧化钠 (80g/L) 溶液调节 PH12 左右, 加 0.1g 钙试剂羧酸钠指示剂, 用 0.02mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为纯兰色为终点, 记下毫升数 V。

分析结果的表述:

以质量百分数表示的硝酸钙 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含量 X_1 , 分别按式 (1) 计算。

$$X_1 = \frac{V \times C \times 0.23614}{m \times 25/500} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中: V ——滴定试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积, ml;

C ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样质量, g;

0.23614——硝酸钙摩尔质量的数值, 单位为毫克每摩尔 (mg/mol);

允许差: 取平均测定结果的算术平均值为测定结果, 平均测定的结果之差应不大于 0.2%。

(3) 水不溶物含量的测定: 按 NY/T 1973 的规定执行。

(4) 600g 样溶于 500ml 水中无浮油物、亮点: 目测法测定

(5) PH 值的测定: 按 NY/T 1973 的规定执行。

(6) 铁含量的测定: 按 HG/T 3787-2005 中的 4.7 进行。

(7) 氯化物含量的测定: 按 HG/T 3787-2005 中的 4.6 进行。

(8) 澄清度试验: 称取 10g 样品, 溶于 100mL 水中, 其浊度不应大于 GB/T 3484 中规定的下列澄清度标准。塑胶级硝酸钙: 5

(9) 酸不溶物 (络合硅, 络合铝等)

仪器: 砂芯过滤装置

分析步骤: 称取约 50g 试样, 精确至 0.2mg。置于 250mL 烧杯中, 加约 150mL 水, 使试样完全溶解。用抽滤器抽滤目测残渣无亮点, 残渣连同滤膜于 110℃~110℃ 下干燥至恒重。

分析结果的表述:

酸不溶物含量的质量分数 X_2 的数值以 % 表示, 按式 (3) 计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中: m_1 ——干燥至恒重后酸不溶物和滤膜的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——抽滤前滤膜的质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位。

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%。

(10) 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定: 按 NY/T 1978 的规定执行。

4 检验规则

本标准采用出厂检验和型式检验。

表 1 中所列项目为出厂检验项目。

表 2 中所列项目为型式检验项目。当遇有下列情况之一时, 应进行型式检验:

- 投产时、停产后重新开始生产时；
- 连续生产时，原料、工艺发生变化；
- 连续生产时，每 6 个月进行一次型式检验；
- 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

采样方案按 HG/T 3484 的规定进行采样及验收。

5 标识

包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号。及 GB/T 191-2008 规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

每批出厂的四水硝酸钙都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、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。

6 包装、运输和贮存

产品用符合 GB 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 50.0kg、40.0kg、25.0kg、10.0kg，重量标准误差为±1%，总重量不能低于净重量。当用户对包装规格有特殊要求时，可由供需双方协商解决。

产品在未脱水的情况下，经国家检测部门检测鉴定为非危产品的可按普通货物运输，但企业仍有义务遵守其他环节对该化学品的特定监督措施。

四水硝酸钙在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮，不得与有机物、硫磺等还原性物质混运。

四水硝酸钙应贮存于通风、干燥的库房内。避免阳光直射。应避免与、硫磺等物品同仓共贮，贮存过程中，防止雨淋、暴晒。

7. 标准的属性

本标准建议定为推荐性标准。