

ICS 71.060.20

CCS G 13

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4205—XXXX

代替 HG/T 4205—2011

## 工业氧化钙

Calcium oxide for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 4205—2011《工业氧化钙》，与HG/T 4205—2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品的分类（见第5章，2011版第5章）；
- b) 更改了氧化钙含量为有效氧化钙含量（见表1，2011版表1）；
- c) 增加了总钙含量的指标要求及试验方法（见7.5）；
- d) 增加了EDTA络合滴定测定氧化镁含量（见7.6.2）；
- e) 增加了IV类产品的活性指标及试验方法（见7.15）；
- f) 增加了X射线荧光法测定总钙、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、硫、磷含量（见附录A）；
- g) 增加了负压筛法测定细度（见附录B）；
- f) 删除了硅含量的指标及试验方法（见2011版7.11）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

2011年首次发布为HG/T 4205—2011；本次为第一次修订。

# 工业氧化钙

## 1 范围

本文件规定了工业氧化钙的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。  
本文件适用于工业氧化钙。

注：本文件适用于工业氧化钙，该产品主要用作生产电石、钙化合物等化工产品及加气砖等的原料，还可用于水处理、污泥固化、烟气脱硫等环保行业、塑料橡胶行业、以及建筑材料等行业。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/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-菲罗啉分光光度法

GB/T 6003.1—2022 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6003.2—2012 试验筛 技术要求和检验 第2部分：金属穿孔板试验筛

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

GB/T 15057.1 化工用石灰石采样与样品制备方法

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分子式和相对分子质量

分子式：CaO

相对分子质量：56.08（按2022年国际相对原子质量）

## 5 分类

工业氧化钙按用途分为四类：

- a) I类主要用于化工合成及塑料橡胶行业；
- b) II类主要用于电石行业；
- c) III类主要用于废水处理、污泥固化等环保行业；
- d) IV类主要用于生产加气砖。

## 6 要求

6.1 外观：I类、III类、IV类为白色、灰白色粉末；II类为白色、黄褐色 50 mm~120 mm 的块状固体。

6.2 工业氧化钙按照本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目		指 标			
		I 类	II 类	III类	IV类
有效氧化钙（CaO）w/%	≥	90.0	—	85.0	75.0
总钙（以 CaO 计）w/%	≥	—	90.0	—	—
氧化镁（MgO）w/%	≤	1.5	1.6	—	—
氧化物（以 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 计）w/%	≤	—	1.6	—	—
铁（Fe）w/%	≤	0.1	—	—	—
硫（S）w/%	≤	—	0.20	—	—
磷（P）w/%	≤	—	0.02	—	—
盐酸不溶物 w/%	≤	1.0	1.8	—	—
灼烧减量 w/%	≤	4.0	—	—	—
细度	（8 mm 试验筛通过率）w/% ≤	—	10.0	—	—
	（0.038 mm 试验筛筛余物）w/% ≤	用户 协商	—	用户 协商	—
	（0.045 mm 试验筛筛余物）w/% ≤				—
	（0.075 mm 试验筛筛余物）w/% ≤				25.0
生烧过烧 w/%	≤	—	6.0	—	—
活性/℃/8min~15min	≥	—	—	—	38

## 7 试验方法

警示：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！挥发性物质、有刺激性气味物质，操作时应在通风良好的通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

### 7.1 一般规定

本文件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。

### 7.2 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。

### 7.3 制样

II 类产品按照 GB/T 15057.1 中第 4 章的规定进行制样，试样应全部通过 0.125 mm 试验筛。

注：制样应快速，避免在空气中吸收水分及二氧化碳，制备好的试样应保存在密闭容器中。

### 7.4 有效氧化钙含量的测定

#### 7.4.1 原理

在蔗糖介质中，氧化钙与蔗糖生成溶解度较大的蔗糖钙，以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴至无色为终点。

#### 7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

7.4.2.2 蔗糖溶液：300 g/L，称取 300 g 蔗糖，溶于 500 mL 无二氧化碳水中，加无二氧化碳水稀释至 1000 mL。加 4 滴~5 滴酚酞指示液。使用前滴加氢氧化钠溶液（4 g/L）至溶液刚呈微粉红色。使用期为 2 天。

7.4.2.3 酚酞指示液：10 g/L。

7.4.2.4 无二氧化碳水。

#### 7.4.3 仪器设备

电磁力搅拌器：配有搅拌转子。

#### 7.4.4 试验步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于预先装入 50 mL 无二氧化碳水的 250 mL 碘量瓶中，盖上塞子，振摇使之混匀。加入 50 mL 蔗糖溶液，置于磁力搅拌器上搅拌 15 min 后，加入 2 滴~3 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至无色，并保持 30 s 不返色。

同时做空白试验，除不加试样外，其他操作及加入的试剂量与试验溶液的完全相同，并与试样同样处理。

### 7.4.5 试验数据处理

有效氧化钙含量以氧化钙 (CaO) 的质量分数  $w_1$  计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$c$ ——盐酸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);

$M$ ——氧化钙 (1/2CaO) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=28.04$ );

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 0.3 %。

## 7.5 总钙含量的测定

### 7.5.1 原理

试样溶解后, 以三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子, 在 pH 大于 12 时, 以钙试剂羧酸钠作指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙含量。

### 7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液: 1+1。

7.5.2.2 氢氧化钠溶液: 100 g/L。

7.5.2.3 三乙醇胺溶液: 1+3。

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

7.5.2.5 钙试剂羧酸钠指示剂。

### 7.5.3 试验步骤

#### 7.5.3.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加少许水润湿。盖上表面皿, 沿杯口滴加盐酸溶液至全部溶解, 用中速滤纸过滤, 用水充分洗涤, 滤液和洗涤液一并收集于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液为试验溶液 A。用于钙含量、镁含量的测定。(32mL)

#### 7.5.3.2 试验

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 5 mL 三乙醇胺溶液、25 mL 水和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂, 用氢氧化钠溶液调成酒红色, 并过量 0.5 mL, 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, 除不加试样外, 其他加入的试剂种类和量与试样完全相同, 并同样处理。

### 7.5.4 试验数据处理

总钙含量以氧化钙（CaO）的质量分数  $w_2$  计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times (20/250)} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

式中：

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

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——氧化钙（CaO）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=56.08$ ）；

$m$ ——7.5.3.1 中试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02 %。

## 7.6 氧化镁含量的测定

### 7.6.1 原子吸收分光光度法

#### 7.6.1.1 方法提要

试样溶解后，在盐酸介质中，用原子吸收分光光度计于波长285.2nm处，以标准加入法测定氧化镁含量。

#### 7.6.1.2 试剂或材料

##### 7.5.3.1.1 高氯酸。

##### 7.5.3.1.2 盐酸溶液：1+1。

7.5.3.1.3 氧化镁标准贮备溶液：1mL 溶液含氧化镁（MgO）0.1 mg，称取 0.100 g 于 800 °C ± 50 °C 灼烧至质量恒定的氧化镁，加少量水润湿试样，缓慢加入 5 mL 盐酸溶液中，溶解后全部转移至 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.5.3.1.4 氧化镁标准溶液：1 mL 溶液含氧化镁（MgO）0.01 mg，用移液管移取 10 mL 上述氧化镁标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

##### 7.5.3.1.5 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

#### 7.6.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

#### 7.6.1.4 试验步骤

称取 0.2 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于烧杯中，以少量水润湿，盖上表面皿。加入 5 mL 盐酸溶液，2 mL 高氯酸，低温加热，蒸发冒白烟至近干，冷却。加入 5 mL 盐酸溶液，低温加热溶解盐类，冷却，必要时过滤。将试液移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管分别移取 2 mL 试液，置于四只 100 mL 容量瓶中，再分别移入 0 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 氧化镁标准溶液，各加入 2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，使用乙炔-空气火焰，于波长 285.2 nm 处，以水调节零点，测定吸光度。

以试验溶液中加入氧化镁的浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中氧化镁的浓度。

#### 7.6.1.5 实验数据处理

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数  $w_3$  计，数值以%表示，按公式(3)计算：

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m \times (2/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中氧化镁的含量的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中氧化镁的含量的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

$m$ ——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 0.05 %。

### 7.6.2 EDTA 络合滴定法

#### 7.6.2.1 原理

试样用盐酸溶解，以三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子，在pH为10时，以铬黑T作指示剂，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，计算出氧化镁含量。

#### 7.6.2.2 试剂或材料

7.5.3.1.6 盐酸溶液：1+1。

7.5.3.1.7 氨水溶液：1+1。

7.5.3.1.8 三乙醇胺溶液：1+3。

7.5.3.1.9 氨-氯化铵缓冲溶液甲 (pH≈10)。

7.5.3.1.10 硝酸银溶液：10 g/L。

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

7.5.3.1.12 铬黑 T 指示剂。

#### 7.6.2.3 试验步骤

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A (见 7.5.3.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 5 mL 三乙醇胺溶液，10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、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。

#### 7.6.2.4 试验数据处理

氧化镁含量以氧化镁 (MgO) 的质量分数  $w_3$ ，按公式 (4) 计算：

$$w_3 = \frac{(V_1 - V)cM \times 10^{-3}}{m \times (20/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$V_1$ ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V$ ——7.4.3 中滴定钙所消耗的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升

(mL);

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——氧化镁(MgO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=40.31$ );

$m$ ——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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.12 %。

## 7.7 盐酸不溶物含量测定

### 7.7.1 原理

用盐酸溶液将试样溶解,经过滤、烘干、称量后计算盐酸不溶物含量。

### 7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液: 1+3。

7.7.2.2 硝酸银溶液: 17 g/L。

### 7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 玻璃砂坩埚: 孔径 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

7.7.3.2 电热恒温干燥箱: 温度可控制在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

### 7.7.4 试验步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,加少量水润湿,加入 20 mL 盐酸溶液使试样溶解,加热微沸 2 min。趁热用预先于 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将玻璃砂坩埚连同不溶物置于电热恒温干燥箱中,于 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥至质量恒定。

滤液收集于 500 mL 烧杯中,用于氧化物含量的测定。

### 7.7.5 试验数据处理

盐酸不溶物含量以质量分数  $w_4$  计,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$ ——玻璃砂坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值,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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

## 7.8 氧化物含量测定

### 7.8.1 原理

试样经盐酸溶解后过滤，滤液加硝酸煮沸，以甲基红为指示剂，用氨水中和使生成沉淀，放置后过滤，将沉淀灼烧后称量。

## 7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 氨水溶液：1+1。

7.8.2.2 硝酸银溶液：10 g/L。

7.8.2.3 甲基红指示液：2 g/L。

## 7.8.3 仪器设备

高温电炉：温度可控制在 $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

## 7.8.4 试验步骤

将测定盐酸不溶物后的滤液（7.7.4），加3滴～5滴硝酸溶液，加热浓缩至200 mL～250 mL，加入2滴甲基红指示液，滴加氨水溶液至滤液呈黄色，再过量1 mL。煮沸，保温稍许，沉淀下沉后，用快速定量滤纸过滤，用热水洗涤沉淀至滤液无氯离子（用硝酸银溶液检验）。

将沉淀与滤纸放入预先于 $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，灰化后，置于高温电炉中于 $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

## 7.8.5 试验数据处理

氧化物以三氧化二铁+三氧化二铝（ $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ ）的质量分数 $w_5$ 计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

式中：

$m_1$ ——氧化物和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——瓷坩埚的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

## 7.9 铁含量的测定

### 7.9.1 原理

同 GB/T 3049—2006 中的第3章。

### 7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.9.2.2 同 GB/T 3049—2006 中的第4章。

### 7.9.3 仪器设备

分光光度计，附有光程为2 cm的比色皿。

## 7.9.4 试验步骤

### 7.9.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定，使用光程为 1 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

### 7.9.4.2 试验

称取约 1 g 试样，精确至 0.01 g，置于 50 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加盐酸溶液至试样溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤，弃去初始的 20 mL 滤液，保留滤液用于测定。

用移液管移取 20 mL 滤液，置于 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 所述“必要时，加水至约 60 mL……。”开始进行操作。

同时做空白试验，空白试验除不加试料外，其他操作及加入试剂的种类和量与试验溶液完全相同，并与试验溶液同样处理。

## 7.9.5 试验数据处理

铁含量以铁 (Fe) 的质量分数  $w_6$  计，按公式 (7) 计算：

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (20/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

$m_1$ ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m_0$ ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m$ ——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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

## 7.10 硫含量测定

### 7.10.1 原理

试样用硝酸、氯酸钾分解，将硫转化成硫酸盐，除去硝酸。溶液过滤除去硅等不溶物，在 pH 约为 1 的盐酸介质中，加入氯化钡生成硫酸钡沉淀。过滤后将沉淀灼烧，称量。

### 7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 氯酸钾。

7.10.2.2 盐酸。

7.10.2.3 盐酸溶液：1+1。

7.10.2.4 盐酸溶液：1+100。

7.10.2.5 硝酸溶液：1+1。

7.10.2.6 盐酸羟胺溶液：50 g/L。

7.10.2.7 氯化钡溶液：100 g/L，称取 100 g 氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于适量水中，过滤后用水稀释至 1000 mL。

7.10.2.8 硝酸银溶液：10 g/L。

### 7.10.3 仪器设备

高温电炉：温度可控制在  $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

### 7.10.4 试验步骤

称取约 3 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 200 mL 烧杯中。加约 1g 氯酸钾，用少许水润湿并摇散。盖上表面皿，沿烧杯嘴慢慢加入 20 mL 硝酸溶液。待反应停止后，用水冲洗表面皿和烧杯壁。盖上表面皿并移开一部分，在低温电热板上加热，蒸发至干。冷却。用少许水冲洗表面皿。沿烧杯四周慢慢加入 8 mL 盐酸，蒸发至干。冷却后加入 8 mL 盐酸，蒸发至干。加 4 mL 盐酸溶液（7.10.2.3），加水至 30 mL，加热至微沸。趁热用中速滤纸将溶液过滤于 400 mL 烧杯中，用温水洗净烧杯，洗涤沉淀 8 次～10 次。滤液加 5 mL～10 mL 盐酸羟胺溶液，搅拌，加热，使黄色褪去。用热水稀释至 250 mL，加热至微沸，在不断搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液，盖上表面皿，在  $80\text{ }^\circ\text{C} \sim 95\text{ }^\circ\text{C}$  保温 2 h 左右，或于室温静置过夜。用慢速定量滤纸过滤，沉淀转移至滤纸上，先用盐酸溶液（7.10.2.4）洗涤 3 次～4 次，再用温水洗涤沉淀至滤液无氯离子，用硝酸银溶液检验。

将沉淀与滤纸放入已预先于  $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$  灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，灰化后，置于高温电炉中于  $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$  灼烧至质量恒定。

### 7.10.5 试验数据处理

硫含量以硫（S）的质量分数  $w_7$  计，按公式（8）计算：

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1374}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中：

$m_1$ ——硫酸钡沉淀和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.1374——硫酸钡换算为硫的系数。

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 0.01%。

## 7.11 磷含量测定

### 7.11.1 原理

试样用硝酸、高氯酸分解，在盐酸介质中，以抗坏血酸做还原剂，将生成的磷钼杂多酸还原为磷钼蓝。用分光光度计于波长 680 nm 处测量吸光度。

### 7.11.2 试剂或材料

- 7.11.2.1 硝酸。
- 7.11.2.2 高氯酸。
- 7.11.2.3 氢溴酸。
- 7.11.2.4 盐酸：1+2。
- 7.11.2.5 氢氧化钠溶液：200 g/L。
- 7.11.2.6 钼酸铵：20 g/L。
- 7.11.2.7 抗坏血酸溶液：20 g/L（现用现配）。
- 7.11.2.8 磷标准溶液：1mL 溶液含磷（P）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的磷标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 7.11.2.9 对硝基酚指示剂：2 g/L 乙醇溶液。

### 7.11.3 仪器设备

分光光度计，附有光程为 1 cm 的比色皿。

### 7.11.4 试验步骤

#### 7.11.4.1 工作曲线的绘制

移取 0 mL，1.00mL，2.00 mL，4.00 mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00 mL 磷标准溶液，分别置于一组 50 mL 烧杯中。加水至 20 mL，加 1 滴对硝基酚指示液，用氢氧化钠溶液和盐酸溶液调节溶液由黄色变为无色。加 6.0 mL 盐酸溶液，4.0 mL 钼酸铵溶液，2.0 mL 抗坏血酸溶液（每加一种试剂后均需混匀）。置于沸水浴上加热 5 min，取下，冷却至室温。分别转移至一组 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上用 1 cm 的比色皿于 680 nm 处，以水为参比，测量吸光度。以磷的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 7.11.4.2 试验

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 150mL 烧杯中。用少许水润湿。盖上表面皿，沿烧杯嘴慢慢加入 8 mL 硝酸，待反应停止后，用水冲洗表面皿和烧杯壁。加入 5 mL 高氯酸，1 mL 氢溴酸（不含砷的试样，可以不加氢溴酸）。盖上表面皿并留一缝隙，在低温电热板上加热蒸发至冒白烟，直至溶液剩下 1 mL 左右，取下，冷却。（不能蒸发至干，以免形成磷酸钙沉淀）用热水冲洗表面皿和烧杯壁至体积 15 mL~30 mL，加热以溶解盐类，取下，冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用中速滤纸干过滤，弃去初始 20 mL，用移液管移取 20 mL 滤液于 50 mL 烧杯中。以下按 7.11.4.1 中“加 1 滴对硝基酚指示液……测量吸光度”进行操作。从工作曲线上查得相应磷的质量。

同时做空白试验。空白试验除不加试料外，其他操作及加入试剂的种类和量与试验溶液完全相同，并与试验溶液同样处理。

### 7.11.5 试验数据处理

磷含量以磷（P）的质量分数 $w_8$ 计，数值以%表示，按公式（9）计算

$$w_8 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (20/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$m_1$ ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的磷的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的磷的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

注：X 射线荧光光谱法测定总钙、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、硫、磷含量见附录 A。

## 7.12 灼烧减量测定

### 7.12.1 仪器设备

高温电炉：温度可控制在 $1050^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

### 7.12.2 试验步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于预先于 $1050^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，置于高温电炉中于 $1050^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

### 7.12.3 试验数据处理

灼烧减量以质量分数 $w_9$ 计，数值以%表示，按公式（10）计算：

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$m_1$ ——灼烧前试料和坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——灼烧后试料和坩埚的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

## 7.13 细度

### 7.13.1 仪器设备

7.13.1.1 试验筛： $\Phi 200 \times 50$ —0.045/0.032 GB/T 6003.1—2022； $\Phi 200 \times 50$ —0.075/0.050 GB/T 6003.1—2022； $\Phi 200 \times 50$ —0.038/0.030 GB/T 6003.1—2022。

7.13.1.2 软毛刷。

7.13.1.3 自动筛分机：筛面为 $\Phi 700 \times 500$  /8R GB/T 6003.2—2012。

### 7.13.2 试验步骤

#### 7.13.2.1 I类、III类、IV类

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g。移入试验筛内，用软毛刷轻刷试样，使粉末通过，最后，在筛子下垫一张黑纸，刷筛子直至所垫黑纸上没有试样痕迹。将筛余物转移到已知质量的表面皿中称量，精确至 0.000 2 g。

注：负压筛测定细度见附录 B。

#### 7.13.2.2 II类

按照 GB/T 15057.1 第 3 章进行采样，称取约 30 kg 试样，将试样全部平铺于自动筛分机筛面上，水平筛分 1 min，振幅约 0.5 m，筛毕称量筛下物的量。

### 7.13.3 试验数据处理

II 类产品细度以筛下物的质量分数  $w_{10}$  计，数值以 % 表示，按公式 (11) 计算：

$$w_{10} = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (11)$$

式中：

$m_1$ ——筛下物的质量的数值，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 0.8 %。

I 类、III 类、IV 类产品的细度以筛余物的质量分数  $w_{11}$  计，数值以 % 表示，按公式 (12) 计算：

$$w_{11} = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (12)$$

式中：

$m_1$ ——筛余物的质量的数值，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 0.3 %。

### 7.14 生烧过烧

#### 7.14.1 方法提要

将试样加水水化后，过滤洗涤，将残渣烘干称量。

#### 7.14.2 仪器设备

##### 7.14.2.1 筛桶：如图 1 所示。

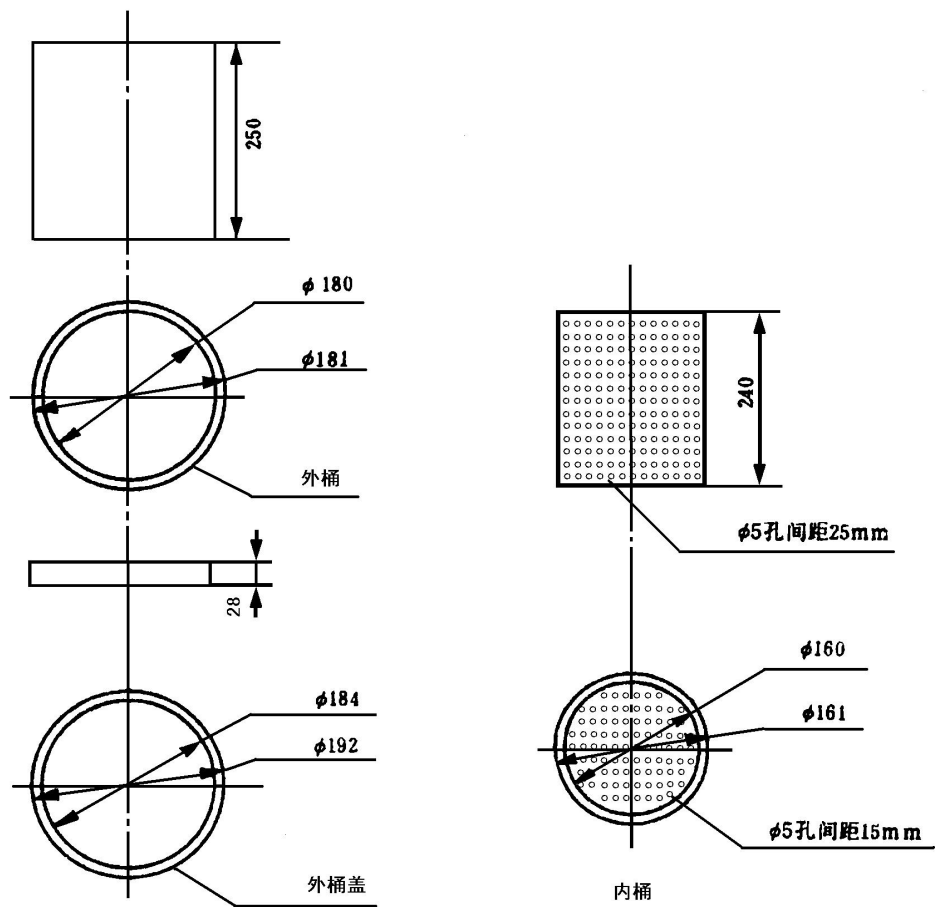


图 1 筛桶

- 7.14.2.2 圆孔筛：孔径 3mm。
- 7.14.2.3 电热恒温干燥箱：温度可控制在  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.14.3 试验步骤

称取  $1000\text{ g} \pm 1\text{ g}$  经破碎缩分至 1 cm 以下的样品倒入装有 2 500 mL 的清水的筛筒（筛筒置于外筒内）。盖上盖，静置消化 20 min，用圆木棒连续搅动 2 min，继续静置消化 40 min，再搅动 2 min。提起筛筒用清水冲洗筛筒内残渣，至水流不浑浊（冲洗用清水仍倒入筛筒内，水总体积控制在 3 000 mL），将渣移入搪瓷盘内，在  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中，烘干至质量恒定，冷却至室温后用 3 mm 圆孔筛筛分，称量筛余物。

7.14.4 试验数据处理

生烧过烧以质量分数  $w_{12}$  计，数值以 % 表示，按公式（13）计算：

$$w_{12} = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中：

$m_1$ ——筛余物的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于1.0 %。

## 7.15 活性的测定

### 7.15.1 原理

氧化钙与水发生消化反应时，放出的热量，通过测定石灰水溶液在8 min～15 min的温度来表征氧化钙活性。

### 7.15.2 仪器设备

自动石灰活度测定仪。

### 7.15.3 试验步骤

称量约 150.0 g 试样，精确至 0.01 g。调节 600 mL 水的温度至 20 °C±0.5 °C，迅速倒入反应杯，开动搅拌，转速为 300 r/min±50 r/min。启动测试键，记录屏幕显示的水的温度，立即将试料倒入反应杯中，盖好杯盖。记录初始温度，并在 8min～15 min 内每隔 1 min 记录温度和时间。

## 8 检验规则

8.1 第 7 章中规定的所有指标项目为出厂检验项目。

8.2 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类型的工业氧化钙为一批。I 类、III类、IV类产品每批产品不超过 100 t，II类产品每批产品不超过 600 t。

8.3 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中心斜插入料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。采集 II 类样品时按照 GB/T15057.1 进行采样及制样，用四分法缩分至不少于 100 kg。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、类别、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。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验结果有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格品。

## 9 标志和随行文件

9.1 工业氧化钙包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、保质期、本标准编号及 GB/T191—2008 中规定的“怕雨”“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的工业氧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、净含量、批号（或生产日期）、保质期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

## 10 包装、运输、贮存

10.1 工业氧化钙采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋包装时用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧，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，外包装袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg、40 kg、50 kg。或根据用户要求协商确定包装方式。工业氧化钙的Ⅱ类产品可采用散包装。

10.2 工业氧化钙在运输过程中，防止雨淋，不得受潮，包装不应受到污损。

10.3 工业氧化钙贮存于干燥通风的库房内，并需下垫垫层，防止受潮。

10.4 工业氧化钙在符合本文件规定的包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 3 个月，若Ⅱ类产品采用散包装，保质期不少于 3 天。

## 附录 A

### (资料性)

#### X射线荧光光谱法测定总钙、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、硫、磷含量

##### A.1 原理

将试样用无水四硼酸锂、偏硼酸锂混合熔剂熔融，以消除矿物和颗粒效应，加少量碘化铵作脱模剂，制备成玻璃熔片，使用X射线荧光光谱仪，采用工作曲线法进行测定。

##### A.2 试剂或材料

A.2.1 碘化铵。

A.2.2 无水四硼酸锂、偏硼酸锂混合熔剂：称取67 g无水四硼酸锂（ $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ），33 g偏硼酸锂（ $\text{LiBO}_2$ ），混匀。置于 $500\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧5 h，置于干燥器中。

A.2.3 氩甲烷气体。

##### A.3 仪器设备

A.3.1 高温炉：温度可控制在 $500\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.3.2 铂-金合金坩埚：95 % Pt+5 % Au。

A.3.3 铂-金合金铸模：95 % Pt+5 % Au，厚度约为1 mm。

A.3.4 熔样机：高频电感熔样机或自动火焰熔样机。

A.3.5 X射线荧光光谱仪。

##### A.4 试验步骤

###### A.4.1 熔融玻璃片的制备

称取 $6.000\text{ }0\text{ g} \pm 0.000\text{ }4\text{ g}$ 预先于 $500\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧的无水四硼酸锂、偏硼酸锂混合熔剂，置于铂-金合金坩埚中，加入 $0.600\text{ }0\text{ g} \pm 0.000\text{ }2\text{ g}$ 试样， $0.055\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 碘化铵，用细玻璃棒均匀。再用高频熔样机按预先设定的模式自动熔样，熔融体在铂-金合金铸模中浇注成型。将玻璃状熔融样片冷却至室温后待测，样片应均匀透明、表面光洁、无气泡。

###### A.4.2 参比样品

使用按照7.5、7.6、7.8、7.10和7.11中的规定分别测定的总钙、氧化镁、氧化物（以 $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ 计）、硫、磷含量的氧化钙样品为参比样品，应不少于7个。参比样品中各待测元素含量应涵盖试样中待测元素含量，并具有一定梯度。

###### A.4.3 工作曲线的绘制

将不低于7个参比样品按照A.4.1的步骤熔融制成玻璃片。在仪器最佳工作条件下，测定标准系列的X射线强度，以待测元素的质量分数为横坐标，其X射线强度为纵坐标，绘制工作曲线。

###### A.4.4 试验

在仪器最佳工作条件下，测定试样熔融玻璃片的X射线强度。从工作曲线上查得相应待测元素的含量。或者用最小二乘法求得强度与含量的方程，并计算出待测元素含量。

附 录 B  
(资料性)  
负压筛测定筛余物

### B.1 仪器设备

负压筛：负压可控制在 4000 Pa～6000 Pa。喷气嘴转速 30 r/min±2 r/min。

### B.2 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，移入负压筛内，置于筛座上，盖上筛盖，接通电源，连续筛 2 min，在此期间如有试样附着在筛盖上，可轻轻敲击筛盖使试样落下。筛毕，将筛余物转移到已知质量的表面皿中称量，精确至 0.000 2 g。

### B.3 试验数据处理

细度以筛余物的质量分数  $w_{11}$  计，数值以%表示，按公式 (B.1) 计算：

$$w_{11} = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \text{..... (B. 1)}$$

式中：

$m_1$ ——筛余物的质量的数值，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 0.3 %。