

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41831—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4513—2013

工业硅酸镁

Magnesium silicate for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：上虞华宝化工有限公司、中海油天津化工研究设计院、浙江源盛硅晶材料有限公司。

本标准主要起草人：罗茂祥、夏俊玲、陈炳生、罗其洋、弓创周。

工业硅酸镁

1 范围

本标准规定了工业硅酸镁的分型,要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输、贮存。

本标准适用于可溶性镁盐与碱土金属硅酸盐合成的工业硅酸镁。该产品用于制药、脱色剂、脱臭剂、吸附剂以及抗结块剂,还可用于陶瓷及橡胶工业。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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方法和判定

GB/T 23774—2009 无机化工产品白度测定的通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

3 分子式

分子式: $x\text{MgO} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$; $x=2$ 或 3 , $y=6$ 或 3 或 4 。

4 分型

工业硅酸镁分为三种型号:Ⅰ型($2\text{MgO} \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$),Ⅱ型($2\text{MgO} \cdot 3\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$),Ⅲ型($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)。

5 要求

5.1 外观:为白色粉末或球状颗粒。

5.2 工业硅酸镁按本标准的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	I 型	II 型	III 型
二氧化硅(SiO ₂)w/%	≥62.0	≥45.0	59.0~65.0
氧化镁(MgO)w/%	≥11.0	≥20.0	30.0~33.0
干燥减量 w/%	5.0~11.0	5.0~11.0	—
灼烧减量 w/%	≤ —	35.0	—
pH(10 g/L)	9~11	8~10	8~10
氯化物(以 Cl ⁻ 计)w/%	≤ 0.05	0.05	0.05
硫酸盐(以 SO ₄ ²⁻ 计)w/%	≤ 0.5	0.5	0.5
白度	≥ —	—	97

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,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。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观判别

在自然光下,于白色衬底的表面皿、白瓷板或烧杯中用目视法判定外观。

6.4 二氧化硅含量测定

6.4.1 方法提要

试样在盐酸介质中溶解析出二氧化硅,经过滤、灼烧、称重后,计算试样中的二氧化硅含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 玛瑙研钵。

6.4.3.2 蛇形冷凝管。

6.4.3.3 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

6.4.3.4 高温炉:能控制温度在 800 °C ± 25 °C。

6.4.4 分析步骤

将待测试样置于 105 °C ± 2 °C 的电热恒温干燥箱中干燥 0.5 h,用玛瑙研钵研细至无颗粒感为止,置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱内干燥至质量恒定。称取约 1.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 的磨口锥形瓶中,用少量水润湿,再加入 40 mL 盐酸溶液,然后连接好蛇形冷凝管,接通冷却水,在电炉上回流 1 h。用中速定量滤纸过滤,滤液收集于 250 mL 容量瓶中,用热水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。将滤纸及不溶物一起放入已于 800 °C ± 25 °C 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,先在电炉上低温使滤纸灰化后,再移入 800 °C ± 25 °C 的高温炉中灼烧 2 h。取出冷却后,于干燥器中放置

30 min, 称量。

滤液收集于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液为试验溶液 A, 用于氧化镁含量的测定。

6.4.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(以 SiO_2 计)的质量分数 w_1 计, 按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧后不溶物和瓷坩埚质量的数值, 单位为克(g);

m_0 ——瓷坩埚质量的数值, 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 0.3 %。

6.5 氧化镁含量测定

6.5.1 方法提要

分离完二氧化硅后的溶液, 用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、铝等离子, 加入 $\text{pH} \approx 10$ 的氨-氯化铵缓冲溶液甲, 以铬黑 T 为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定镁。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 氨水溶液: 1+2。

6.5.2.2 三乙醇胺溶液: 1+3。

6.5.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲: $\text{pH} \approx 10$ 。

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

6.5.2.5 铬黑 T 指示剂。

6.5.3 分析步骤

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A(6.4.4), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加约 40 mL 水, 用氨水溶液调至中性, 加 5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲及少量铬黑 T 指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

同时同样做空白试验, 空白试验溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.5.4 结果计算

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w_2 计, 按公式(2)计算:

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

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(6.4.4), 单位为克(g);

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

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 %。

6.6 干燥减量测定

6.6.1 方法提要

试料在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥 2 h, 根据试料干燥前后的质量计算干燥减量含量。

6.6.2 仪器、设备

6.6.2.1 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

6.6.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C±2 °C。

6.6.3 分析步骤

用已于 105 °C±2 °C 条件下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 105 °C±2 °C 的电热恒温干燥箱中干燥 2 h。此为试料 A,供灼烧减量测定时使用。

6.6.4 结果计算

干燥减量以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,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 0.05 %。

6.7 灼烧减量测定

6.7.1 方法提要

称取一定量测定干燥减量后的试料,在高温下,将其灼烧至质量恒定,根据试样减少的质量,确定灼烧减量。

6.7.2 仪器、设备

6.7.2.1 高温炉:控制温度 850 °C±25 °C。

6.7.2.2 瓷坩埚。

6.7.3 分析步骤

称取约 3 g 试料 A(6.6.3),精确至 0.000 2 g,置于在 850 °C±25 °C 下质量恒定的瓷坩埚中,于 850 °C±25 °C 的高温炉中灼烧至质量恒定。

6.7.4 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

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

式中:

m_1 ——灼烧前试料和瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试料和瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料 A 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 %。

6.8 pH 测定

6.8.1 方法提要

将玻璃电极和参比电极浸入 10 g/L 的悬浊液中,构成一原电池,其电位与溶液的 pH 有关,通过测量原电池的电位即可得出溶液的 pH。

6.8.2 试剂

无二氧化碳的水。

6.8.3 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 水,在电炉上煮沸 5 min,再冷却至室温,加水至 100 mL,用 pH 计测定。

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 pH 单位。

6.9 氯化物含量测定

6.9.1 方法提要

在硝酸介质中加入硝酸银溶液,与氯离子生成白色氯化银悬浮微粒,与氯标准比浊溶液比对。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 硝酸溶液:1+4。

6.9.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.9.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.9.3 分析步骤

6.9.3.1 试验溶液 B 的制备

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水,在电炉上煮沸 5 min,再冷却至室温,然后用慢速定性滤纸过滤,滤液收集于 100 mL 容量瓶中,用热水充分洗涤,稀释至刻度,摇匀,备用。此溶液为试验溶液 B,用于氯化物含量、硫酸盐含量的测定。

6.9.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液 B,置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液、2 mL 硝酸银溶液,再加水至刻度,摇匀。置于暗处放置 10 min,与标准比浊溶液比较,其浊度不应深于标准。

标准比浊溶液是移取 5.00 mL 氯标准溶液,与试样同时、同样处理。

6.10 硫酸盐含量测定

6.10.1 方法提要

在盐酸介质中,用氯化钡沉淀硫酸根离子,与硫酸钡标准悬浮液比浊。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 95%乙醇。

6.10.2.2 盐酸溶液:1+2。

6.10.2.3 氯化钡溶液:100 g/L。

6.10.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.10.3 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 B(6.9.3.1),置于 50 mL 比色管中,加 5 mL 乙醇、2 mL 盐酸溶液,在不断振荡下,滴加 3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 5.00 mL 硫酸盐标准溶液,与试样同时、同样处理。

6.11 白度测定

6.11.1 方法提要

将试样用压样器制成白板,与用氧化镁白度标样制成的白板比较,在白度仪上测白度值。

6.11.2 仪器、设备

6.11.2.1 白度仪:同 GB/T 23774—2009 中 4.1 的规定。

6.11.2.2 标准白板:同 GB/T 23774—2009 中 4.2 的规定。

6.11.3 分析步骤

取一定量的试样放入压样器中,压制成表面平整、无纹理、无斑点、无污点的试样板。每批产品需压制 3 件试样板。

按仪器的使用说明预热稳定仪器,调零,用工作标准白板调校仪器。将试样板置于仪器上测定试样

的白度。

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0.5。

7 检验规则

7.1 本标准所有项目为出厂检验项目。

7.2 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级别的工业硅酸镁为一批。每批产品不超过10t。

7.3 按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垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于500g。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、型号、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,保存时间由生产企业根据需要确定。

7.4 生产厂应保证每批出厂的工业硅酸镁产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果如有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,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品也为不合格。

7.6 采用GB/T 8170规定修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

8.1 工业硅酸镁包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号及GB/T 191—2008中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的工业硅酸镁产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、型号、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业硅酸镁采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相当的其他方式封口,外袋采用缝包机缝合,缝合牢固,无漏缝或跳线现象,每袋净含量为20kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 工业硅酸镁在运输过程中,防止雨淋、受热、受潮。严禁与酸类物品混运。

9.3 工业硅酸镁应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮。严禁与酸类物品混贮。

9.4 工业硅酸镁在符合本标准规定的包装、运输和贮存条件下,自生产之日起保质期不少于24个月。

中华人民共和国
化工行业标准
工业硅酸镁

HG/T 4513—2013

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数 14千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1604

BZ002103155



购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00元

版权所有 违者必究