

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34589—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4203—2011

工业碳酸锰

Manganese carbonate for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、盐城凤阳化工有限公司、中信大锰矿业有限责任公司。

本标准主要起草人：赵美敬、史学海、李根斌、詹海青、陈南雄。

工业碳酸锰

1 范围

本标准规定了工业碳酸锰的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于主要作为脱硫的催化剂、瓷釉颜料、清漆催干剂和制造其他锰盐原料的工业碳酸锰。

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 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛
- 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
- 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 分子式和相对分子质量

分子式: $MnCO_3$
相对分子质量:114.95(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:浅棕色或灰白色粉末。
- 4.2 工业碳酸锰按本标准规定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	
	一等品	合格品
碳酸锰(以 Mn 计) $w/\%$	≥ 42.5	41.5
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.01	0.02
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.6	0.8
细度(45 μm 筛余物) $w/\%$	协商	

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上立即用水冲洗,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—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 之规定制备。

5.3 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。

5.4 碳酸锰含量的测定

5.4.1 硝酸铵氧化还原法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

试样在磷酸介质中,于 220℃~240℃加入硝酸铵,硝酸铵将样品中的二价锰定量氧化成三价锰,以邻苯氨基苯甲酸溶液作为指示液,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 磷酸。

5.4.1.2.2 硝酸铵。

5.4.1.2.3 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.2.4 邻苯氨基苯甲酸溶液:1 g/L。

5.4.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 300 mL 锥形瓶中,加少量水润湿,加 25 mL 磷酸,于通风橱内在电炉上加热至溶液液面较为平静且冒白烟(此时的温度约为 220℃~240℃),移离热源,立即加入 2 g 硝酸铵,并充分摇匀,用吸耳球将瓶内产生的氧化氮气体赶尽,冷却,用水稀释至 100 mL,摇匀,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至呈浅红色,加 2 滴~3 滴邻苯氨基苯甲酸溶液作为指示液,继续用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至浅红色变为亮黄色为终点。

5.4.1.4 结果计算

碳酸锰含量以锰(Mn)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁铵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 ——锰(Mn)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=54.94$)。

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%。

5.4.2 络合滴定法

5.4.2.1 方法提要

试样用硝酸溶解,加入三乙醇胺作为掩蔽剂与 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 形成稳定的络合物,再用氨水调节 pH,加入氟化铵掩蔽钙的干扰,加入盐酸羟胺溶液还原高价锰离子为 Mn^{2+} ,加入 pH 约为 10 的氨-氯化铵缓冲溶液,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,即为终点。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 氨水。

5.4.2.2.2 氟化铵。

5.4.2.2.3 硝酸溶液:1+4。

5.4.2.2.4 三乙醇胺:1+1。

5.4.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.4.2.2.6 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10。

5.4.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.025\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.2.8 铬黑 T 指示剂。

5.4.2.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 10 mL 硝酸溶液,使试样完全溶解,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 25.00 mL 上述试验溶液,置于 250 mL 的锥形瓶中,加入约 40 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液、3 mL 氨水、2 g 氟化铵,放置 3 min。加入 10 mL 盐酸羟胺溶液、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、适量的铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色,即为终点。

5.4.2.4 结果计算

碳酸锰含量以锰(Mn)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m \times 25/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定时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 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——锰(Mn)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=54.94$)。

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 %。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

加硝酸溶解样品,在酸性介质中加入硝酸银溶液,银离子与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,与同时、同样处理的标准比浊溶液进行对比。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 30 %过氧化氢。

5.5.2.2 硝酸。

5.5.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

5.5.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.10 mg;

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.3 分析步骤

称取 $10.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入适量硝酸使试样完全溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 10.00 mL 上述试验溶液,置于 25 mL 比色管中,加入 1 滴 30 %过氧化氢使颜色褪去,加 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀。静置 2 min 后,于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列要求移取氯化物标准溶液,与试料同时、同样处理。

一等品:1.00 mL;合格品:2.00 mL。

5.6 硫酸盐含量的测定

5.6.1 方法提要

加盐酸溶液使样品溶解,在酸性介质中,硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡,当硫酸根离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,加入硫酸盐乙醇溶液作为晶种液,可以使粒子大小适当和均匀,因此用于硫酸盐的目视比浊法测定。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 30 %过氧化氢。

5.6.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.3 硫酸盐乙醇溶液:0.148 g/L;

称取 0.148 g 于 105℃~110℃ 下干燥至质量恒定的无水硫酸钠,溶于 95 %乙醇溶液中,并用 95 %乙醇溶液稀释至 1 000 mL。

5.6.2.4 氯化钡溶液:250 g/L。

5.6.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO₄)0.10 mg;

移取 10.00 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。

5.6.3 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 水,滴加盐酸溶液使试样完全溶解,加 1 滴 30 %过氧化氢使颜色褪去。加热煮沸 2 min,冷却至室温,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取试验溶液(一等品移取 5.00 mL、合格品移取 2.00 mL)置于 50 mL 烧杯中,加水至 25 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液。在 25 mL 比色管中事先加入 0.25 mL 硫酸盐乙醇溶液和 1 mL 氯化钡溶液,放置 1 min,将试验溶液全部转移至比色管中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液按下列要求移取硫酸盐标准溶液(一等品移取 3.00 mL、合格品移取 1.60 mL),置于 50 mL 烧杯中,加水至 25 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液。在 25 mL 比色管中事先加入 0.25 mL 硫酸盐乙醇溶液和 1 mL 氯化钡溶液,放置 1 min(晶种液),将标准比浊液全部转移至比色管中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。与试验溶液进行比对。

5.7 细度的测定

5.7.1 方法提要

将试样置于试验筛中,用手动或振筛机进行筛动,称取筛余物的质量。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 试验筛:符合 GB/T 6003.1—1997 R40/3 系列的要求,φ200 mm×50 mm/0.045 mm,带有筛底和筛盖。

5.7.2.2 振筛机:振幅 2 mm,频率 120 次/min。

5.7.3 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于试验筛中,盖好筛底和筛盖,用手筛动或置于振筛机上筛动 5 min,静置 3 min 后,称量筛上筛余物质的质量。

5.7.4 结果计算

细度以筛余物质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

m_1 ——试验筛上筛余物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 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碳酸锰为一批。每批产品不超过 10 t。

6.3 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上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,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,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 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 工业碳酸锰包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191 - 2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业碳酸锰都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业碳酸锰的内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用塑料编织袋或复合牛皮纸袋,外袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳牢固缝合。每袋净含量为 25 kg 或 50 kg。或根据用户要求协商确定包装形式或净含量。

8.2 工业碳酸锰在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮和暴晒。

8.3 工业碳酸锰应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。

8.4 工业碳酸锰在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。

中华人民共和国

化工行业标准

工业碳酸锰

HG/T 4203--2011

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11千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1211

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