

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2573—94

工业氧化镁

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氧化镁的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由碱式碳酸镁、氢氧化镁经煅烧制得的氧化镁。该产品主要用于塑料、橡胶、电线电缆、染料、油脂、玻璃陶瓷等工业。

分子式: MgO

相对分子质量: 40.30 (按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB/T 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB 6003 试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观: 白色轻松粉末。

3.2 工业氧化镁应符合下表要求:

% (m/m)

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
氧化镁(以 MgO 计) \geq	95.0	93.0	92.0
氧化钙(以 CaO 计) \leq	1.0	1.5	2.0
盐酸不溶物含量 \leq	0.10	0.20	—
硫酸盐(以 SO_4 计)含量 \leq	0.2	—	—
筛余物(150 μm 试验筛) \leq	0.03	0.05	0.20

中华人民共和国化学工业部 1994-02-09 批准

1994-07-01 实施

续表

%(m/m)

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
铁(Fe)含量 \leq	0.05	0.06	0.10
锰(Mn)含量 \leq	0.003	0.010	
氯化物(以 Cl 计)含量 \leq	0.035	0.10	0.15
灼烧失量 \geq	3.5	5.0	5.5
堆积密度, g/mL \leq	0.20	0.20	0.25

4 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 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 氧化镁含量的测定

4.1.1 方法提要

用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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

4.1.2.2 三乙醇胺溶液:1+3;

4.1.2.3 氨水(GB/T 631)-氯化铵(GB/T 658)缓冲溶液甲:pH \approx 10;

4.1.2.4 硝酸银(GB/T 670)溶液:10g/L;

4.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠(GB/T 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.02mol/L;

4.1.2.6 铬黑 T 固体指示剂:1%(m/m)。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 5g 试样(精确至 0.000 2g),置于 250mL 烧杯中,用少量水润湿,盖上表面皿,加入盐酸溶液(约 42mL)使试样溶解,煮沸 3~5min,趁热用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤至无氯离子(用硝酸银溶液检查)。冷却后将滤液和洗液一并移入 500mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得试验溶液 A。试验溶液 A 用于氧化镁、氧化钙、铁及硫酸盐含量的测定。

保留残渣及滤纸,用于盐酸不溶物的测定。

4.1.3.2 测定

移取 25.00mL 试验溶液 A(4.1.3.1),置于 250mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,移取 25.00mL 该试验溶液,置于 250mL 锥形瓶中,加入 50mL 水、5mL 三乙醇胺溶液、10mL 缓冲溶液和 0.1g 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。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化镁(以 MgO 计) X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\left(V_1 - \frac{V_2}{20}\right) \cdot c \times 0.04030}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{25}{250}} \times 100$$

$$= \frac{806 \left(V_1 - \frac{V_2}{20} \right)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——4.2条中滴定钙所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.040 30——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氧化镁的质量。

4.1.5 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 0.2%。

4.2 氧化钙含量的测定

4.2.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子, 在 pH 为 12.5 时, 以钙羧酸指示剂为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氯化钠(GB/T 1266);

4.2.2.2 氢氧化钠(GB/T 629)溶液: 100g/L;

4.2.2.3 三乙醇胺溶液: 1+3;

4.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠(GB/T 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.02mol/L;

4.2.2.5 钙羧酸指示剂[1-(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)-2-羟基-3-萘甲酸]固体指示剂: 1%(m/m);

将钙羧酸指示剂与氯化钠按 1+99 的比例在研钵中充分研细混匀, 贮于带磨口塞的广口瓶中。

4.2.3 分析步骤

移取 50.00mL 试验溶液 A(4.1.3.1), 置于 250mL 锥形瓶中, 加入 30mL 水、5mL 三乙醇胺溶液, 摇动下滴加氢氧化钠溶液, 当溶液刚成混浊时, 加入 0.1g 钙羧酸指示剂继续滴加氢氧化钠溶液至试验溶液由蓝色变为酒红色, 过量 0.5mL。用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蓝色。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钙(以 CaO 计) X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot c \times 0.056\ 08}{m \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{56.08V_2 \cdot c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——4.1.3.1条中称量的试料的质量, g;

0.056 08——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氧化钙的质量。

4.2.5 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 0.03%。

4.3 盐酸不溶物含量的测定

4.3.1 分析步骤

将 4.1.3.1条保留的残渣及滤纸转入已恒重的瓷坩埚中, 灰化后, 于 850~900℃ 下灼烧至恒重。

4.3.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐酸不溶物含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——空坩埚的质量, g;

m_2 ——灼烧后坩埚及残渣的质量, g;

m ——4.1.3.1 条中称量试料的质量, g。

4.3.3 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%。

4.4 硫酸盐含量的测定

4.4.1 方法提要

在微酸性溶液中, 用氯化钡沉淀硫酸根离子, 与硫酸钡标准比浊溶液比浊。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液: 1+5;

4.4.2.2 氨水(GB/T 631)溶液: 1+9;

4.4.2.3 氯化钡(GB/T 652)溶液: 100g/L;

4.4.2.4 硫酸盐标准溶液: 1mL 溶液含有 0.1mg SO_4 。

4.4.3 分析步骤

移取 10.0mL 试验溶液 A(4.1.3.1)和 2mL 硫酸盐标准溶液, 分别置于 50mL 比色管中, 各加水至约 20mL, 用氨水或盐酸溶液调整溶液呈中性, 用 pH 试纸检查。加入 1mL 盐酸溶液、2mL 氯化钡溶液, 加水至刻度, 摇匀。置于 40~50℃ 水浴中, 10min 后比较其浊度。试验溶液所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

4.5 筛余物的测定

4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 试验筛(GB 6003): R40/3 系列 $\Phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/0.150\text{mm}$;

4.5.1.2 软毛刷: 毛长约 3cm, 刷宽约 5cm。

4.5.2 分析步骤

称取约 10g 试样(精确至 0.01g), 移入试验筛中, 用软毛刷轻刷试料, 使粉末通过, 最后, 在筛子下垫一张黑纸, 刷筛至没有在黑纸上留下痕迹。将筛余物移到已知质量的表面皿中称量(精确至 0.0002g)。

4.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的筛余物含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——表面皿的质量, g;

m_2 ——表面皿及筛余物的质量, g;

m ——试料的质量, g。

4.5.4 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: 优等品、一等品不大于 0.005%, 合格品不大于 0.02%。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 2 条。

4.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第 3 条。

4.6.3 仪器、设备

分光光度计：带有厚度为 3cm 吸收池。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第 5.3 条规定，选择厚度为 3cm 的吸收池及相应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

4.6.4.2 测定

用移液管移取 10mL 试验溶液 A(4.1.3.1)和 1mL 盐酸溶液(试剂空白溶液)，分别置于 100mL 容量瓶中。各加水至约 40mL，以下操作按 GB/T 3049 第 5.4 条规定，从“用氨水或盐酸溶液调整 pH 约为 2……”开始进行操作。

从试验溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度，由工作曲线上查出相应的铁质量。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_5 按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{m_1}{m \times \frac{10}{500} \times 1\,000} \times 100$$

$$= \frac{5m_1}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_1 ——由工作曲线上查出的铁质量，mg；

m ——试料的质量，g。

4.6.6 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 0.005%。

4.7 锰含量的测定

4.7.1 方法提要

在磷酸存在的强酸性介质中，用高碘酸根将二价锰离子氧化成紫红色的高锰酸根离子，用分光光度计在最大吸收波长(525nm)下，测量其吸光度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 磷酸(GB/T 1282)；

4.7.2.2 高碘酸钾(HG/T 3—1158)；

4.7.2.3 硝酸(GB/T 626)溶液：1+1；

4.7.2.4 锰标准溶液：1mL 溶液含 0.01mg Mn；

用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的锰标准溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用时现配。

4.7.3 仪器、设备

分光光度计：带有厚度为 3cm 吸收池。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 250mL 烧杯中依次加入 0.00(试剂空白溶液)：5.00、10.00、15.00、20.00、25.00mL 锰标准溶液，各加水至约 40mL，加入 10mL 磷酸，0.5g 高碘酸钾，加热煮沸到高锰酸根的紫红色出现，再煮沸 5min，冷却后，将溶液全部转入 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

在 525nm 波长下，用 3cm 吸收池，以水为对照，将分光光度计的吸光度调整到零，测量其吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度，以锰质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.7.4.2 测定

称取约 5g(一等品约 2g)试样(精确至 0.01g),置于 250mL 高型烧杯中,用少量水润湿,加入约 35mL(一等品约需 15mL)硝酸溶解,同时,在另一烧杯中加入与溶样等体积的硝酸溶液放 10mL 水,作为试剂空白试液。

将试验溶液和试剂空白试验溶液加热煮沸,趁热用中速定性滤纸过滤,以 50mL 水分 4 次洗涤,将滤液和洗液一并收集于 250mL 烧杯中。以下按 4.7.4.1 条从“加 10mL 磷酸……”开始进行操作。

从试验溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,由工作曲线上查出相应的锰质量。

4.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的锰含量 X_6 按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100 \\ = \frac{0.1m_1}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_1 ——由工作曲线上查得的锰的质量,mg;

m ——试料的质量,g。

4.7.6 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:优等品不大于 0.0005%,一等品不大于 0.002%。

4.8 氯化物含量的测定

4.8.1 方法提要

同 GB/T 3051 第 2 条。

4.8.2 试剂和材料

同 GB/T 3051 第 3 条。

4.8.3 分析步骤

称约 10g 试样(精确至 0.01g),置于 250mL 烧杯中,加入 150mL 水,盖上表面皿,加热煮沸 5~7min,冷却至室温,移入 250mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。静置 30min 后进行干过滤,弃去前 10mL 滤液,移取 50mL 滤液,置于 250mL 锥形瓶中,加 2~3 滴溴酚蓝指示液,滴加 1+6 硝酸溶液至恰呈黄色后,过量 2~3 滴。加 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用 0.02mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色。

同时作空白试验。

收集滴定后的含汞废液,按 GB/T 3051 附录 D 规定进行处理。

4.8.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量 X_7 按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{(V - V_0)c \times 0.03545}{m \frac{50}{250}} \times 100 \\ = \frac{17.73(V - V_0)c}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中: V ——滴定所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.03545——与 1.00mL 硝酸汞标准滴定溶液 $\{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 1.000\text{mol/L}\}$ 相当的以克表示的氯的质量。

4.8.5 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 0.005%。

4.9 灼烧失量的测定

4.9.1 方法提要

在 850~900℃ 下,试样中的水合碱式碳酸镁失水并放出二氧化碳,转化成氧化镁,同时失去游离水,根据试样减少的质量,确定灼烧失量。

4.9.2 分析步骤

称取约 1g 试样(精确至 0.000 2g),置于已恒重的瓷坩埚中,在 850~900℃ 下灼烧至恒重。

4.9.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧失量 X_8 按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \text{..... (8)}$$

式中: m_1 ——灼烧前坩埚和试样的质量, g;

m_2 ——灼烧后残余物和坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.9.4 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 0.05%。

4.10 堆积密度的测定

4.10.1 仪器、设备

堆积密度测定仪

如图所示,漏斗固定在支架上,量筒位于漏斗中心线下方,其间距为 30mm。材质为有机玻璃。

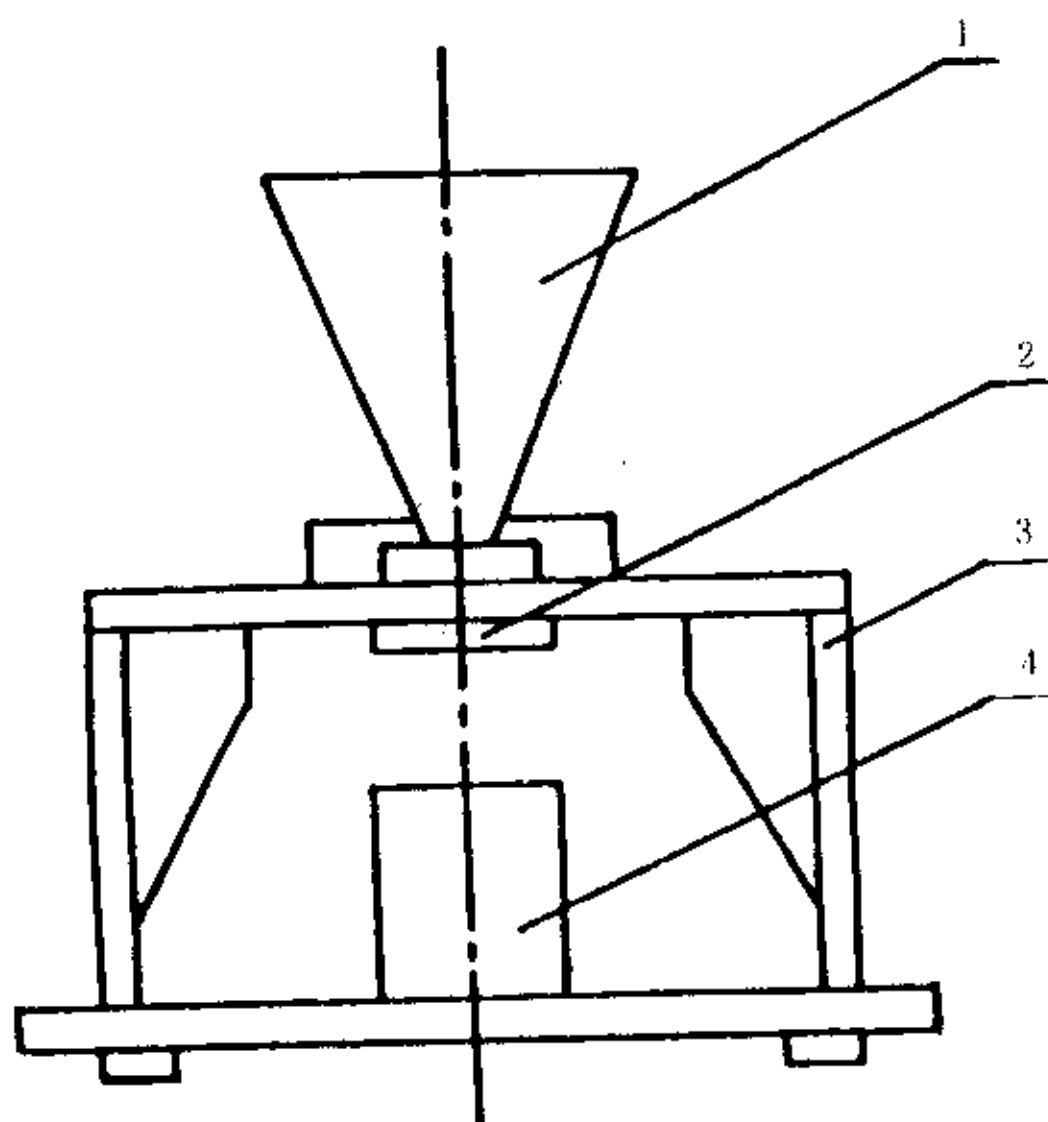


图 1 堆积密度测定仪

1—料斗;2—挡板;3—支架;4—量杯

4.10.2 分析步骤

在 1min 内,使通过 250μm 试验筛的试样经漏斗自由漏入已知质量和容积的量筒中,试样的锥顶应高出量筒筒壁,用直尺刮去高出部分,称量(精确至 0.1g)。

4.10.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的堆积密度 X_9 按式(9)计算:

$$X_9 = \frac{m_1 - m_2}{V} \times 100 \quad \text{..... (9)}$$

式中： m_1 ——试样和量筒的质量，g；

m_2 ——量筒的质量，g；

V ——量筒的体积，mL。

4.10.4 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 0.02g/mL。

5 检验规则

5.1 工业氧化镁应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验，生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品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、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 工业氧化镁自出厂之日起，半年内检验结果应符合本标准要求。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氧化镁进行验收。

5.4 每批产品不超过 2t。

5.5 按照 GB/T 6678 第 6.6 条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，将采得的样品迅速混匀后，按四分法缩分至约 500g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号，采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存三个月备查。

5.6 检验结果如有一项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核验，核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时，按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

5.8 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业氧化镁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、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号、以及 GB 191 规定的“怕湿”标志。

6.2 工业氧化镁包装为双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，规格尺寸为：10kg 包装：960～1050×520～620mm；15kg 包装：1200×680mm；20kg 包装：1150×800mm；厚度：0.4～0.8mm。外包装采用塑料编织袋，规格尺寸为：10kg 包装：860～1050×500～600mm；15kg 包装：1100×660mm；20kg 包装：1050×700mm。其性能和检验方法应符合 GB 8946A 型的规定。该产品每袋净重 10kg、15kg 或 20kg。

6.3 工业氧化镁包装，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋在距袋边不小于 30mm 处折边，在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口，针距不小于 10mm，缝线整齐，针距均匀，无漏缝和跳线现象。

6.4 工业氧化镁在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。

6.5 工业氧化镁应贮存在阴凉、干燥处，防止雨淋、受潮。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、连云港盐化厂、上海敦煌化工厂和邢台菱镁矿负责起草。

本标准主要起草人姚锦娟、刘幽若、史祖余、马国昶、刘好让。

本标准参照采用 GOCT 844—79(91)《工业煅烧氧化镁技术条件》。

本标准自实施之日起，原中华人民共和国国家标准 GB 9004《工业氧化镁》作废。