

工业七水硫酸镁

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业七水硫酸镁的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业七水硫酸镁。该产品主要用于肥料、制革、印染、催化剂、造纸、塑料等。

分子式： $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：246.48(按1991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/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：白色或无色结晶颗粒或粉末。

3.2 工业七水硫酸镁应符合表1要求：

表 1

%(m/m)

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
主含量(以 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 计) \geq	98.0	95.0
铁(Fe)含量 \leq	0.005	0.01
氯化物(以 Cl 计)含量 \leq	0.30	0.50
水不溶物含量 \leq	0.10	0.15

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 规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,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 主含量的测定

4.1.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、铝等离子,加入 pH 约为 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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氨水(GB/T 631):1+2 溶液;

4.1.2.2 三乙醇胺:1+3 溶液;

4.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10;

4.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB/T 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05mol/L;

4.1.2.5 铬黑 T:1%(m/m)固体指示剂。将铬黑 T 和氯化钠按 1+99 的比例在研钵中充分研细混匀,贮于带磨口塞的瓶中。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 20g 试样(精确至 0.01g),置于 250mL 烧杯中,加入 100mL 水溶解。全部转移于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。必要时干过滤,此溶液为溶液 A,保留此溶液用于氯化物含量的测定。

4.1.3.2 测定

用移液管移取 10mL 溶液 A(4.1.3.1),置于 250mL 锥形瓶中,加入 40mL 水、5mL 三乙醇胺溶液,用氨水调 pH 为 7~8,加入 10mL 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。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的主含量(以 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 计) X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \cdot c \times 0.2465}{m \times \frac{10}{500}} \times 100$$

$$= \frac{1232.5 \times Vc}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.2465——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)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 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 2 条。

4.2.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第 3 条。

4.2.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 第 4 条。

4.2.4 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第 5.3 条的规定,使用 3cm 的吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.2.5 分析步骤

4.2.5.1 试验溶液的制备

称取约 10g 试样(精确至 0.01g),置于 400mL 烧杯中,加入 150mL 水、5mL 1+1 盐酸溶液,煮沸 3~5min,冷却。全部转移于 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。必要时干过滤。

4.2.5.2 空白试验溶液的制备

于 250mL 容量瓶中,加入 200mL 水、5mL 1+1 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.5.3 测定

用移液管移取 10mL(一等品)或 5mL(合格品)试验溶液(4.2.5.1)置于 100mL 容量瓶中;移取与试验溶液相同体积的空白试验溶液(4.2.5.2)置于另一 100mL 容量瓶中,分别加水至约 60mL,用 1+9 氨水调节 pH 约为 2,(用精密 pH 试纸检验)。按 GB/T 3049 第 5.3.2 条所述,从“加 2.5mL 抗坏血酸溶液……”开始进行操作。

使用 3cm 的吸收池,按 GB/T 3049 第 5.4.2 条的规定测量吸光度。

4.2.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_0)}{m \times 1000 \times \frac{V}{250}} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{mV} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量,mg;

m ——试料质量,g;

V ——移取试验溶液的体积,mL。

4.2.7 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 0.002%。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 方法提要

在 pH 为 2.5~3.0 的溶液中,以二苯偶氮碳酰肼为指示剂,用硝酸汞标准滴定溶液滴定氯离子。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 硝酸(GB/T 626):1+15 溶液;

4.3.2.2 95%乙醇(GB/T 679);

4.3.2.3 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 约 0.05mol/L,按 GB/T 3051 第 4.9 条配制并标定;

4.3.2.4 溴酚蓝乙醇溶液:1g/L;

4.3.2.5 二苯偶氮碳酰肼乙醇溶液:5g/L。

4.3.3 仪器、设备

微量滴定管:名义分度值为 0.01 或 0.02mL。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 空白试验:于 250mL 锥形瓶中加入 100mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液至由蓝色恰变为黄色,再过量 5 滴。加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色。记录所用体积。

4.3.4.2 测定

用移液管移取 100mL 溶液 A(4.1.3.1),置于 250mL 锥形瓶中,加入 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液至恰呈黄色,再过量 5 滴。加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为与空白试验相同的紫红色即为终点。

将滴定后的废液保存起来,按 GB/T 3501 附录 D 的规定处理。

4.3.5 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_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.03545}{m \times \frac{100}{500}} \times 100$$

$$= \frac{17.725 \times (V - V_0) \cdot c}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液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 $\{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 1.000\text{mol/L}\}$ 相当的以克表示的氯的质量。

4.3.6 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 0.01%。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 方法提要

将试样溶于水, 用坩埚式过滤器过滤。洗涤、烘干、称量, 计算不溶物含量。

4.4.2 试剂和材料

氯化钡(GB/T 652)溶液: 10g/L。

4.4.3 仪器、设备

坩埚式过滤器: 滤板孔径 5~15 μm 。

4.4.4 分析步骤

称取约 20g 试样(精确至 0.01g), 置于 400mL 烧杯中, 加 200mL 水溶解。用已于 105~110℃ 烘干至恒重的坩埚式过滤器过滤, 用水洗涤残渣至滤液不含 SO_4^{2-} 为止(用氯化钡溶液检查)。于 105~110℃ 烘干至恒重。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 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 ——坩埚式过滤器的质量, g;

m_2 ——坩埚式过滤器与水不溶物的质量, g;

m ——试料质量, g。

4.4.6 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 0.01%。

5 检验规则

5.1 工业七水硫酸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 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业七水硫酸镁进行验收。验收应在货到之日算起的一个月内进行。

5.3 每批产品不超过 50t。

5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时, 将采样器沿包装袋的中心线垂直插入

至料层深度的四分之三处采样,将采得的样品充分混合,用四分法缩分至约 500g,立即装于两个清洁、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,另一瓶保存一个月备查。

5.5 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,整批产品不能验收。

5.6 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。

5.7 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 工业七水硫酸镁包装上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 规定的“怕热”、“怕湿”标志。

6.2 工业七水硫酸镁采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋包装容积应大于外袋;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB 8946 的规定。

每袋净重 25、40 或 50kg。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外包装采用缝包机缝口,缝线应整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

6.3 工业七水硫酸镁在运输过程中应避免雨淋、受潮和曝晒。

6.4 工业七水硫酸镁应贮存在通风干燥的库房内。温度不得超过 48℃。

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、山西运城盐化局负责起草。

本标准主要起草人姜俊华、郝宝玉、吕红霞。