

备案号:7250—2000

HG/T 2959—2000

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 2959—1988《工业水合碱式碳酸镁》进行文本转换而成的。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2959—1988。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:姚锦娟、时洁。

本标准于 1979 年首次发布为国家标准,1988 年第一次修订,1997 年转化为 HG/T 2959—1988。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2959—2000

工业水合碱式碳酸镁

代替 HG/T 2959—1988

Hydrated basic magnesium carbonate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业水合碱式碳酸镁的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于白云石、卤水和碳酸钠等为原料制得的工业水合碱式碳酸镁。该产品主要用于橡胶、保温材料、塑料和颜料等工业中,作填充剂和补强剂。

分子式: $x\text{MgCO}_3 \cdot y\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot z\text{H}_2\text{O}$

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法(neq ISO 5790:1979)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色轻松粉末。

3.2 工业水合碱式碳酸镁应符合表1要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
水分, %	≤ 2.0	3.0	4.0
盐酸不溶物, %	≤ 0.10	0.15	0.20
氧化钙(CaO)含量, %	≤ 0.43	0.70	1.0
氧化镁(MgO)含量, %	≥ 41.0	40.0	38.0
灼烧减量, %	54~58	54~58	大于 52.0
氯化物(以 Cl 计)含量, %	≤ 0.10	0.15	0.30
铁(Fe)含量, %	≤ 0.02	0.05	0.08
锰(Mn)含量, %	≤ 0.004	0.004	—
硫酸盐(以 SO ₄ 计)含量, %	≤ 0.10	0.15	0.30
筛余物: 150 μm, %	≤ 0.025	0.03	0.05
75 μm, %	≤ 1.0	—	—
堆积密度, g/mL	≤ 0.12	0.14	—
注: 优等品的水分是指包装时的数值, 水分应在明显地方标出。			

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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示: 本标准所用强酸强碱均具有腐蚀性, 使用者应小心操作, 如果溅到皮肤上, 立即用大量水冲洗, 严重者立即治疗!

4.1 水分的测定

4.1.1 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确到 0.000 2 g), 置于已恒重的 $\phi 40$ mm×25 mm 称量瓶中, 移入 105℃~110℃ 恒温干燥箱内烘至恒重。

4.1.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——烘干前试样和称量瓶的质量, g;

m_2 ——烘干后试样和称量瓶的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.1.3 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 0.05%。

4.2 盐酸不溶物含量的测定

4.2.1 试剂和材料

4.2.1.1 盐酸溶液: 1+1。

4.2.1.2 硝酸银溶液: 10 g/L。

4.2.2 仪器、设备

高温炉:能控制温度在 850℃~900℃。

4.2.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿,盖上表面皿,缓缓加入盐酸溶液溶解试样(约 25 mL),煮沸 3 min~5 min,趁热用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀至滤液中不含氯离子(用硝酸银溶液检验)。将滤纸和不溶物一并移入已恒重的瓷坩埚中,灰化后移入高温炉内,于 850℃~900℃下灼烧至恒重。

将滤液和洗液一并移入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,此溶液为试验溶液 A。供氧化钙、氧化镁、铁和硫酸盐含量测定用。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐酸不溶物含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——灼烧后坩埚和盐酸不溶物质量,g;

m_2 ——坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

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 0.02%。

4.3 氧化钙含量的测定

4.3.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子,以钙试剂羧酸钠盐作指示剂,调节 pH 值大于 12,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.3.2.2 三乙醇胺溶液:1+3。

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

4.3.2.4 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

将钙试剂羧酸钠盐和氯化钠按 1+99 的比例在研钵中充分研细,混匀后贮于带磨口塞的广口瓶中。

4.3.3 分析步骤

称取 50.00 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液,边摇动边滴加氢氧化钠溶液,当试液出现混浊后,加入少量钙试剂羧酸钠盐混合指示剂,继续滴加氢氧化钠溶液至试液由蓝色变为酒红色,再过量 0.5 mL,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈纯蓝色。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钙(CaO)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{V_c \times 0.056\ 08}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{28.04 \times V_c}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——4.2.3 中称取的试样的质量,g;

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

4.3.5 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 0.02%。

4.4 氧化镁含量的测定

4.4.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子,在 pH 值为 10 的条件下,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。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 三乙醇胺溶液:1+3。

4.4.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH=10。

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

4.4.2.4 铬黑 T 指示剂。

将铬黑 T 和氯化钠按 1+99 比例在研钵中充分研细,混匀,置于广口瓶中。

4.4.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。移取 25.00 mL 置于锥形瓶中,加入 50 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 缓冲溶液和少量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化镁(MgO)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{\left(V - \frac{V_1}{20}\right)c \times 0.04030}{m \times \frac{25}{250} \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{403\left(V - \frac{V_1}{20}\right)c}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: V ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积, mL,

V_1 ——4.3 中滴定钙时消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——4.2.3 中称取的试样的质量, g;

0.04030——与 1.00 mL 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。

4.4.5 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 0.12%。

4.5 灼烧减量

4.5.1 方法提要

在 850℃~900℃ 下,试样完全分解为氧化镁并放出二氧化碳和水,测量其失量。

4.5.2 仪器、设备

高温炉:能控制温度在 850℃~900℃。

4.5.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确到 0.000 2 g),置于已于 850℃~900℃ 恒重的瓷坩埚中,于 850℃~900℃ 高温炉中灼烧至恒重。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧减量(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 - X_1 \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——灼烧前试样和坩埚的质量, g;

m_2 ——灼烧后试样和坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g;

X_1 ——4.1 测得的水分, %。

4.5.5 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 0.05%。

4.6 氯化物含量的测定

4.6.1 方法提要

按 GB/T 3051—2000 中第 3 章。

4.6.2 试剂和材料

按 GB/T 3051—2000 中第 4 章。

4.6.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确到 0.01 g),置于锥形瓶中,加少量水润湿,缓缓加 1+1 硝酸溶液至样品完全溶解,加 2~3 滴溴酚蓝指示液,如果试液呈黄色,则滴加氢氧化钠溶液至蓝色,再滴加 1 mol/L 硝酸溶液至恰呈黄色,再过量 2~3 滴。如果试液呈蓝色,则滴加 1 mol/L 硝酸溶液至恰呈黄色再过量 2~3 滴。加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用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。

4.6.4 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_{Cl})按式(6)计算:

$$X_{\text{Cl}} = \frac{(V - V_0)c \times 0.03545}{m} \times 100 = \frac{3.545(V - V_0)c}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中: V ——滴定消耗硝酸汞标准滴定溶液体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液体积, mL;

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

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

4.6.5 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 0.02%。

4.7 硫酸盐含量的测定

4.7.1 方法提要

在稀盐酸介质中,用氯化钡沉淀硫酸根离子,与硫酸钡标准悬浊液比较其浊度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.7.2.2 氨水溶液:1+4。

4.7.2.3 氯化钡溶液:100 g/L。

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

4.7.3 分析步骤

移取表 2 规定量的试验溶液 A 和硫酸盐标准溶液,分别置于 50 mL 比色管中,用氨水将试液调节至中性(用 pH 试纸检验),各加 10 mL 水、1 mL 盐酸溶液和 2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀,置 40℃~50℃ 水浴中,10 min 后与标准比较,其浊度不得深于标准。

表 2 试液和标准溶液的移取量

等 级	优等品	一等品	合格品
试验溶液 A/mL	10.00	10.00	5.00
硫酸盐标准溶液/mL	2.00	3.00	3.00

4.8 铁含量的测定

4.8.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 中第 2 章。

4.8.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—1986 中第 3 章。

4.8.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—1986 中第 4 章。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定,选择厚度为 3 cm 的吸收池及其对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.8.4.2 空白试验溶液的制备

量取 25 mL 盐酸溶液于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度。

4.8.4.3 测定

移取 10.00 mL(或 5.00 mL)试液 A 和空白溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,各加入约 40 mL 水,以下操作按照 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定,从“……必要时,加水至 60 mL……”开始,到“测量其吸光度”为止。

从试液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,由工作曲线上查出试液中的铁含量。

4.8.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_7)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m_1}{m \times 1\,000} \times 100 = \frac{0.1\,m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_1 ——试验溶液中的铁的质量,mg;

m_0 ——空白溶液中的铁的质量,mg;

m ——移取试验溶液 A 中试样的质量,g。

4.8.6 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 0.003%。

4.9 锰含量的测定

4.9.1 方法提要

在磷酸存在下的强酸性介质中,用高碘酸钾将试液二价锰离子氧化成紫红色的高锰酸根离子,在最大吸收波长(525 nm)下用分光光度计测量其吸光度。

4.9.2 试剂和材料

本条试验中所用水中不应含有还原性物质。

4.9.2.1 高碘酸钾。

4.9.2.2 磷酸溶液:1+1。

4.9.2.3 硝酸溶液:1+1。

4.9.2.4 氨水溶液:2+3。

4.9.2.5 锰标准溶液:1 mL 溶液含 0.01 mg Mn。

用移液管移取 25 mL 按 GB/T 602 配制的锰标准溶液,置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。稀释液现用现配。

4.9.3 仪器、设备

分光光度计;带有厚度为 3 cm 的吸收池。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 工作曲线绘制

用移液管移取:0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 和 25.00 mL 锰标准溶液,分别置于 250 mL 烧杯中,各加入 40 mL 水、1.5 mL 硝酸溶液、10 mL 磷酸溶液和 0.5 g 高碘酸钾,盖上表面

皿,加热煮沸至高锰酸根的紫红色出现,再微沸 3 min,冷却后全部移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

在 525 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比,将分光光度计的吸光度调整为零,测量其吸光度。

以锰含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.9.4.2 空白试验溶液的制备

量取 5 mL 硝酸溶液,置于烧杯中,用氨水溶液调节 pH 值为 7(用 pH 试纸检验),再加入 1.5 mL 硝酸溶液。

4.9.4.3 测定

称取约 5 g 试样(精确到 0.01 g),置于烧杯中,加少量水润湿,加 20 mL 硝酸溶液溶解试样,将试验溶液加热至沸,趁热用中速定量滤纸过滤,滤液和洗液一并收集于 250 mL 烧杯中,和空白试验溶液同时,以下操作按照 4.9.4.1 所述,自“……加 10 mL 磷酸……”开始,直到测量其吸光度。

从试样的吸光度中减去空白试验溶液的吸光度,由工作曲线上查出试样中锰的含量。

4.9.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的锰(Mn)含量(X_8)按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{m_1}{m \times 1\,000} \times 100 = \frac{0.1\,m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: m_1 ——试验溶液中锰的质量,mg;

m ——试样的质量,g。

4.9.6 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 0.004%。

4.10 筛余物的测定

4.10.1 仪器、设备

4.10.1.1 试验筛:R40/3 系列 $\phi 200\text{ mm} \times 50\text{ mm}/0.075\text{ mm}$ 和 $\phi 200\text{ mm} \times 50\text{ mm}/0.150\text{ mm}$ 。

4.10.1.2 毛刷:1 号羊毛画笔。

4.10.2 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),一次或数次移入试验筛内,用水润湿后一边振摇筛子,一边用自来水轻轻地冲洗至试样不再通过时,用毛刷在筛网上轻轻刷之,用水冲洗毛刷和筛子,直到冲洗水中不含试样为止,再用 95%乙醇冲洗试验筛,将筛子连同筛余物一并移入恒温干燥箱内,在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥后,将筛余物移至已知质量的表面皿或硫酸纸中称量(精确至 0.000 2 g)。

4.10.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的筛余物(X_9)按式(9)计算:

$$X_9 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: m_1 ——筛余物的质量,g;

m ——试样的质量,g。

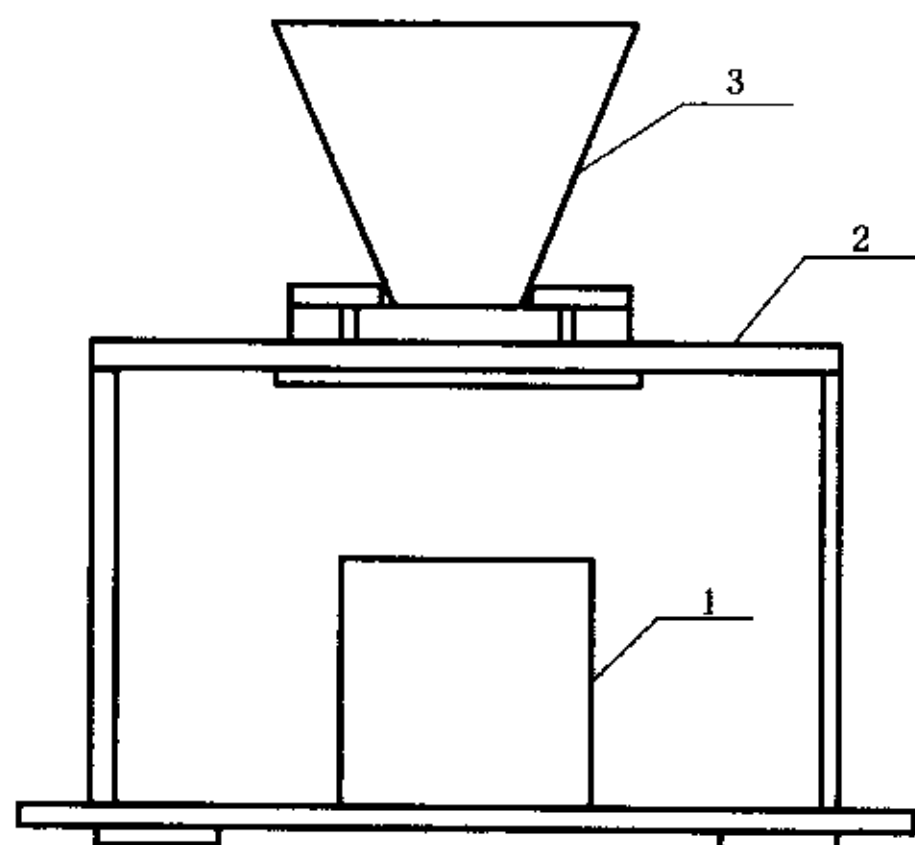
4.10.4 允许差

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:150 μm 试验筛为 0.003%;75 μm 试验筛为 0.04%。

4.11 堆积密度的测定

4.11.1 仪器、设备

堆积密度测定仪,如图 1 所示。漏斗固定在支架上,量筒位于漏斗中心线下方,其间距约 30 mm。



1—500 mL(或 250 mL)量筒;2—支架;3—漏斗

图 1 堆积密度测定仪

4.11.2 分析步骤

在 1 min 内,使试样由漏斗中自由落入已知质量和容积的量筒中,试样应高出量筒的筒壁,用直尺刮掉高出量筒上端之试样,称量(精确到 0.01 g)。

4.11.3 分析结果的表述

以 g/mL 计的堆积密度(X_{10})按式(10)计算:

$$X_{10} = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中: m ——试样的质量,g;

V ——量筒的容积,mL。

4.11.4 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 0.02 g/mL。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品的质量不超过 60 t。

5.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。采样时,应将采样器由包装袋上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中,密封,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为试验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业水合碱式碳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工业水合碱式碳酸镁都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业水合碱式碳酸镁进行验收,验收应在到货之日算起的两个月内进行。

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袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.7 采用 GB/T 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、标签

6.1 工业水合碱式碳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、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业水合碱式碳酸镁都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业水合碱式碳酸镁采用2种包装方式。

7.1.1 塑料编织袋包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于0.03 mm;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净含量50 kg、40 kg或25 kg。

7.1.2 复膜袋包装:其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净含量50 kg、40 kg或25 kg。

7.2 工业水合碱式碳酸镁采用塑编袋包装时,内装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;外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。采用复膜袋包装时,应距袋边30 mm处折边,在距袋边不小于15 mm处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝或跳线现象。

7.3 工业水合碱式碳酸镁在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混运。

7.4 工业水合碱式碳酸镁应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混贮。
