

ICS 71.060.40

G 11

备案号:7253—2000

HG/T 3607—2000

前 言

本化工行业标准是根据实际生产情况和用户要求制订的。

根据产品用途不同,本标准划分为Ⅰ型和Ⅱ型两个型号,Ⅰ型主要用作阻燃材料,Ⅱ型主要用于环境保护。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

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:化学工业部天津化工研究设计院、山东省胶州市沽河镁盐厂、山西省运城市盐化局十一厂和河北省邢台市鹏飞镁盐厂。

本标准主要起草人:苏培基、张喜荣、彭振超、宋克志。

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

工业氢氧化镁

HG/T 3607—2000

Magnesium hydroxide for industrial use

1 范围

本标准规定了工业氢氧化镁的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氢氧化镁。主要用于阻燃剂的原料、工业含酸废水的中和处理和烟道脱硫等。

分子式： $\text{Mg}(\text{OH})_2$

相对分子质量：58.32(按 1997 年国际相对原子质量)

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为本标准的条文。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/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:白色粉末。

3.2 工业氢氧化镁应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目		指 标	
		I 型	II 型
氧化镁含量	\geq	63.0	62.0
氧化钙含量	\leq	1.0	1.0
酸不溶物含量	\leq	0.2	1.5
水分	\leq	2.5	3.0
氯化物(以 Cl 计)含量	\leq	0.15	0.4
铁(Fe)含量	\leq	0.25	—
灼烧失量	\geq	28.0	—
筛余物(75 μm 试验筛)	\leq	0.5	1.0

国家石油和化学工业局 2000-05-23 批准

2000-12-01 实施

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、试剂及制品,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:试验中所用盐酸、氢氧化钠均为腐蚀品,操作时应小心!

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、二价锰等离子,在 pH 值为 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 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.2 三乙醇胺溶液:1+3。

4.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液:pH≈10。

4.1.2.4 硝酸银溶液:10 g/L。

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

4.1.2.6 铬黑 T 固体指示剂:1%(质量分数)。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试验溶液 A 的制备

称取 7 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,盖上表面皿,加入盐酸溶液使试样溶解,煮沸 3 min~5 min,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 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得试验溶液 A,用于氧化镁、氧化钙、铁含量的测定。

保留残渣及滤纸,用于盐酸不溶物的测定。

4.1.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 50 mL 水,加 5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 缓冲溶液和 0.1 g 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含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\left(V_1 - \frac{V_2}{20}\right)c \times 0.040\ 30}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{806 \times \left(V_1 - \frac{V_2}{20}\right)c}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——4.2 中滴定钙消耗乙二胺四乙酸二钠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 ——试样的质量, g;

0.040 30——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。

4.1.5 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、二价锰等离子,在 pH 值为 12.5 时,以钙羧酸为指示剂,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 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.2.2.2 三乙醇胺溶液:1+3。

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

4.2.2.4 钙羧酸[1-(2-羧基-4-磺基-1-萘偶氮)-2-羟基-3-萘甲酸]固体指示剂:1%(质量分数)。

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,贮存于带磨口塞的广口瓶中。

4.2.3 分析步骤

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 30 mL 水、5 mL 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 0.1 g 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,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含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_2 c \times 0.05608}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{56.08 V_2 c}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——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 ——4.1.3.1 中所称试样的质量, g;

0.05608——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 0.1%。

4.3 盐酸不溶物含量的测定

4.3.1 分析步骤

将 4.1.3.1 保留的滤纸及残渣转入已恒重的坩埚中,灰化后,于 850℃~900℃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:

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

式中: m_1 ——坩埚和不溶物的质量, g;

m_2 ——坩埚的质量, g;

m ——4.1.3.1 中所称试样的质量, 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 水分的测定

4.4.1 仪器、设备

称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

4.4.2 分析步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于已于 105℃~110℃干燥至恒重的称量瓶中,于 105℃~110℃干燥至恒重。

4.4.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X_4)按式(4)计算:

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

式中: m_1 ——试样和称量瓶干燥前的质量, g;

m_2 ——试料和称量瓶干燥后的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.4.4 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 0.1%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 中第 3 章。

4.5.2 试剂和材料

同 GB/T 3051—2000 中第 4 章。

4.5.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

4.5.4 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 150 mL 水,盖上表面皿,加热煮沸 5 min~7 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。静置 30 min 后进行干过滤,弃去前 10 mL 滤液,移取 50 mL 滤液,置于 250 mL 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,再过量 2~3 滴,加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用 0.02 mol/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—2000 中附录 D 规定进行处理。

4.5.5 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_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{(V - V_0)c \times 0.03545}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{17.73(V - V_0)c}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗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 ——试样的质量, g;

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

4.5.6 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%。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 中第 2 章。

4.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—1986 中第 3 章。

4.6.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 3 cm 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—1986 中 5.3 规定,选用厚度为 3 cm 吸收池及其对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 2.5 mL 试验溶液 A 和 1 mL 盐酸溶液(试剂空白溶液),分别移入 100 mL 容量瓶中,各加水至 40 mL,以下按 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定,从“用氨水或盐酸溶液调整 pH 为 2,……”开始,至“……测量其吸光度”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含量。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1}{m \times \frac{2.5}{500} \times 1000} \times 100 = \frac{20m_1}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——由工作曲线上查出的铁的质量,mg;

m ——4.1.3.1 中所称试样的质量,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 灼烧失量的测定

4.7.1 方法提要

在 550℃~600℃下,试样中的氢氧化镁失水变为氧化镁,同时失去游离水,根据试样减少的质量,确定灼烧失量。

4.7.2 分析步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于已恒重的瓷坩埚中,在 550℃~600℃灼烧至恒重。

4.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧失量(X_7)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(7)$$

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。

4.7.4 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 0.1%。

4.8 筛余物的测定

4.8.1 方法提要

将试样经标准筛筛分,根据试验筛筛上的试样质量确定产品筛余物。

4.8.2 仪器、设备

4.8.2.1 试验筛:R403 系列,φ200 mm×50 mm/75 μm。

4.8.2.2 软毛刷:毛长约 3 cm,刷宽约 5 cm。

4.8.3 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),移入试验筛中,用软毛刷轻轻刷试料,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 0.000 2 g)。

4.8.4 分析结果的表示

以质量百分数表示的筛余物(X_8)按式(8)计算:

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

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 ——试样的质量, g。

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 0.1%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为常规试验项目。

5.2 每批产品不超过 50 t。

5.3 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中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业氢氧化镁应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的工业氢氧化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氢氧化镁产品进行验收,验收时间在到货一个月内进行。

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中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,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试验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业氢氧化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、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

6.2 每批出厂的氢氧化镁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、商标、型号、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 工业氢氧化镁内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不得小于 0.05 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 25 kg。

内袋采用尼龙绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 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。无漏缝和跳线现象。

7.2 工业氢氧化镁在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

7.3 工业氢氧化镁应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。