

ICS 71. 060. 20

G 13

备案号:37828—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2573—2012

代替 HG/T 2573—2006

工业轻质氧化镁

Light magnesium oxide for industrial use

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2573—2006《工业轻质氧化镁》。本标准与 HG/T 2573—2006 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了要求中 I 类中一等品的硫酸盐含量指标(见 5.2,2006 年版 4.2);
- 修改了氧化镁含量的试验方法(见 6.4,2006 年版 5.3);
- 修改了氯含量测定的试验方法,将氯含量的测定修改为沉淀滴定法(见 6.11,2006 年版 5.10);
- 修改了堆积密度测定的试验方法(见 6.13,2006 年版 5.12)。

本标准使用重新起草法参考俄罗斯标准 ГОСТ844—1979(第四次修改自 1990 年 10 月 1 日起)《工业煅烧氧化镁技术条件》编制,与 ГОСТ844—1979 的一致性程度为非等效。

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、运城市亚兴环保科技有限公司、上海敦煌化工厂、邢台市镁神化工有限公司、无锡市泽辉化工有限公司、寿光市辉煌化工有限责任公司。

本标准主要起草人:李霞、卫冠亚、史祖余、孙文、莫云泽、李伟、韩剑秋、徐顺娟、姜春宁、郭凤鑫。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 9004—1988。
- HG/T 2573—1994、HG/T 2573—2006。

工业轻质氧化镁

1 范围

本标准规定了工业轻质氧化镁的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于由碱式碳酸镁、氢氧化镁煅烧制得的工业轻质氧化镁。该产品主要用于塑料、橡胶、电线、电缆、染料、油脂、玻璃陶瓷、橡胶轮胎、胶黏剂、制革及燃油抑矾剂等工业。

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 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)

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:MgO

相对分子质量:40.31(按2010年国际相对原子质量)

4 分类和命名

工业轻质氧化镁分为两类：

I类主要用于塑料、橡胶、电线、电缆、染料、油脂、玻璃陶瓷等工业。

II类主要用于橡胶轮胎、胶黏剂、制革及燃油抑矾剂等工业。

5 要求

5.1 外观：白色轻质粉末。

5.2 工业轻质氧化镁按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标					
	I类			II类		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
氧化镁(MgO)w/%	≥	95.0	93.0	92.0	95.0	93.0
氧化钙(CaO)w/%	≤	1.0	1.5	2.0	0.5	1.0
盐酸不溶物 w/%	≤	0.10	0.20	—	0.15	0.20
硫酸盐(以 SO ₄ 计)w/%	≤	0.2	0.6	—	0.5	0.8
筛余物(150 μm 试验筛)w/%	≤	0	0.03	0.05	0	0.05
铁(Fe)w/%	≤	0.05	0.06	0.10	0.05	0.06
锰(Mn)w/%	≤	0.003	0.010	—	0.003	0.010
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤	0.07	0.20	0.30	0.15	0.20
灼烧失量 w/%	≤	3.5	5.0	5.5	3.5	5.0
堆积密度/(g/mL)	≤	0.16	0.20	0.25	0.20	0.25

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 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 的规定制备。

6.3 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。

6.4 氧化镁含量的测定

6.4.1 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。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.2 氨水溶液:1+1。

6.4.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

6.4.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)。

6.4.2.5 硝酸银溶液:10 g/L。

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

6.4.2.7 铬黑 T 指示剂。

6.4.3 分析步骤

6.4.3.1 试验溶液 A 的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入约 55 mL 盐酸溶液,

搅拌至试样完全溶解。盖上表面皿，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全部移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试验溶液A，用于氧化镁含量、氧化钙含量、铁含量及硫酸盐含量的测定。保留滤纸和残渣用于盐酸不溶物含量的测定。

6.4.3.2 测定

用移液管移取25 mL试验溶液A，置于250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取25 mL该试验溶液，置于250 mL锥形瓶中，加入50 mL水，用氨水溶液调节溶液pH值至7~8（用pH试纸检验），加入5 mL三乙醇胺溶液，10 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲，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。

6.4.4 结果计算

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{[(V_1 - V_2/20)/1000]cM}{m \times (25/500) \times (25/250)} \times 100 \quad (1)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2 ——6.4.3.1中滴定钙所消耗的乙二胺四乙酸二钠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 ——氧化镁(MgO)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.31$)。

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0.2%。

6.5 氧化钙含量的测定

6.5.1 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，以钙试剂羧酸钠盐作指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 氢氧化钠溶液：100 g/L。

6.5.2.2 三乙醇胺溶液：1+3。

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

6.5.2.4 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

6.5.3 分析步骤

用移液管移取50 mL试验溶液A(6.4.3.1)，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，当溶液刚出现沉淀时，加入0.1 g钙试剂羧酸钠盐指示剂，继续滴加氢氧化钠溶液至溶液由蓝色变为酒红色，并过量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。

6.5.4 结果计算

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{(V_2/1000)cM}{m \times 50/500} \times 100 \quad (2)$$

式中：

V_2 ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——6.4.3.1中试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——氧化钙(CaO)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.08$)。

6.10.2 试剂

6. 10. 2. 1 磷酸

6.10.2.2 高碘酸钾

6.10.2.3 硝酸溶液·1±1

6.10.2.4 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.050 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。此溶液使用前配制。

6.10.3 仪器设备

分光光度计，配有光程为 3 cm 的比色皿

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 250 mL 烧杯中依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锰标准溶液, 各加水至约 40 mL, 分别加入 10 mL 磷酸、0.5 g 高碘酸钾, 加热煮沸至高锰酸根的紫红色出现, 再微沸 5 min。冷却后, 依次将溶液全部转移至 6 个 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。在 525 nm 波长下, 用 3 cm 比色皿, 以水调零, 测量其吸光度。

从每个标准溶液的吸光度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

6.10.4.2 测定

称取约 5 g(优等品)或约 2 g(一等品)试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 高型烧杯中,用少量水润湿,加入约 35 mL(优等品)或约 15 mL(一等品)硝酸溶液溶解试样。同时在另一烧杯中加入与溶样等体积的硝酸溶液,作为空白试验溶液。

将试验溶液和空白试验溶液加热煮沸，趁热用中速定性滤纸过滤，以 50 mL 水分 4 次洗涤，将滤液和洗液一并收集于 250 mL 烧杯中，以下按 6.10.4.1 中所述“分别加入 10 mL 磷酸……测量其吸光度。”进行操作。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中锰的质量。

6.10.5 结果计算

锰含量以锰(Mn)的质量分数 ω_{Mn} 计, 数值以%表示, 按式(6)计算:

武中。

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的锰的质量的数值,单位为毫克(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锰的质量的数值, 单位为毫克(mg)。

m —试料质量的数值,单位为克(g)

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优等品不大于0.0005%,一等品不大于0.002%。

6.11 氟化物含量的测定

6.11.1 方法摘要

在微碱性介质中,用硝酸银标准滴定溶液滴定,试样中氯离子与银离子生成白色氯化银沉淀,过量的硝酸银与铬酸镧生成砖红色铬酸银沉淀指示终点。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)

6.11.2.2 硝酸银标准滴定溶液 $c(AgNO_3) \geq 0.03 \text{ mol/L}$

6.11.2.3 铬酸镧标准滴定溶液

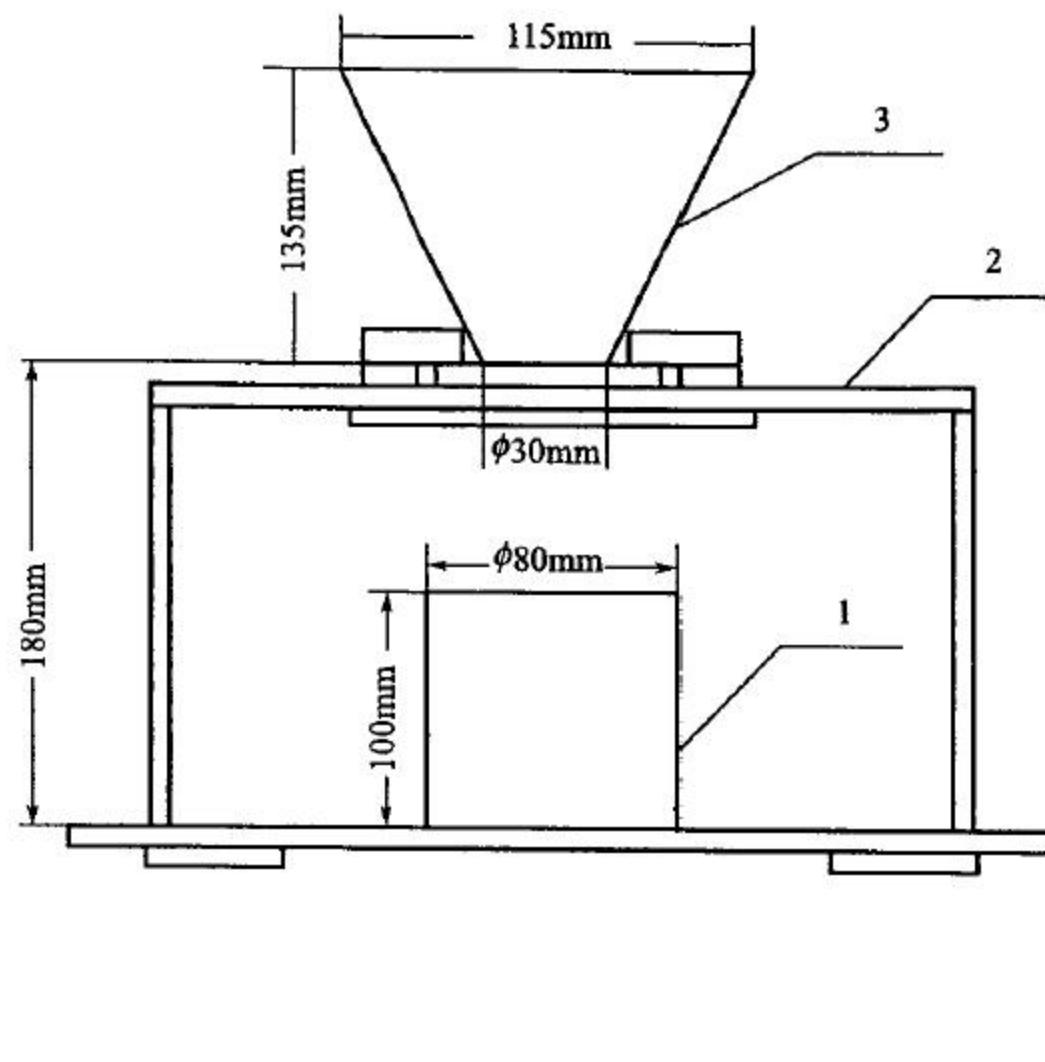


图1 堆积密度测定装置

6.13.2.3 料罐体积的测定

将料罐洗净、晾干，盖上玻璃片，称量料罐和玻璃片的质量。小心将水倒入料罐中，近满时用滴管加水至全满，盖上玻璃片，用滤纸吸干料罐及玻璃片外部的水，玻璃片与料罐中的水之间应无气泡。再称量料罐和玻璃片的质量。

6.13.2.4 料罐体积的计算

料罐体积以V计，数值以毫升表示，按式(9)计算：

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \quad (9)$$

式中：

m_1 ——灌满水的料罐及玻璃片质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——料罐及玻璃片质量的数值，单位为克(g)；

$\rho_{\text{水}}$ ——测定温度下纯水密度的数值，单位为克每毫升(g/mL)，近似为1 g/mL(20 °C)。

6.13.3 分析步骤

按图1安装好堆积密度测定装置。

称量料罐质量，精确至0.1 g。

关好漏斗下底，将预先通过150 μm试验筛的试样自然倒满，用直尺刮去高出部分。放好已知质量的料罐，打开漏斗下底，使试料全部自动流入料罐中(也可以用玻璃棒先捅开)，用直尺刮去高出部分(刮平前勿移动料罐)，称量试料和料罐的质量，精确至0.1 g。

6.13.4 结果计算

堆积密度以单位体积的质量ρ计，数值以克每毫升(g/mL)表示，按式(10)计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \quad (10)$$

式中：

m_1 ——料罐和试料质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——料罐质量的数值，单位为克(g)；

V——料罐体积的数值，单位为毫升(mL)。

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0.02 g/mL。

7 检验规则

- 7.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。
- 7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同级别的工业轻质氧化镁为一批,每批产品不超过 10 t。
- 7.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方垂直插入料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,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。
- 7.5 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。

8 标志、标签

- 8.1 工业轻质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、类别、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“怕雨”标志。
- 8.2 每批出厂的工业轻质氧化镁都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 工业轻质氧化镁采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋。内袋包装时将空气排出后,用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的方式封口;外包装采用塑料编织袋,外包装袋应牢固缝合,无漏缝和跳线。每袋净含量 10 kg、20 kg、25 kg。或根据用户要求协商确定包装方式。
- 9.2 工业轻质氧化镁在运输过程中应有遮盖物,包装不应受到损坏,防止雨淋、受潮、曝晒。
- 9.3 工业轻质氧化镁应贮存于阴凉、通风、干燥处,防止雨淋、受潮。
- 9.4 工业轻质氧化镁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。