

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2573—XXXX
代替 HG/T 2573—2012

工业氧化镁

Magnesium oxide for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本文件按 GB/T 1.1—2020 给出的规则起草。

本文件代替HG/T 2573—2012《工业轻质氧化镁》。本文件与HG/T 2573—2012相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 更改了名称《工业轻质氧化镁》为《工业氧化镁》；
- 更改了分类（见 5，2012 版 4）；
- 更改了铁、硫酸盐的指标要求；（见 5.2，2012 版 5.2）
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定钙、铁、锰含量的试验方法（见 6.11）；
- 增加了电位滴定法测定氯含量的试验方法（见 6.12.2）。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- 1988年首次发布为GB 9004—1988。
- 1994年第一次修订时转化为HG/T 2573—1994，2006年第二次修订，2012年第三次修订；
- 本次为第四次修订。

工业氧化镁

1 范围

本文件规定了工业氧化镁的分类、要求、试验方法、检验规则、标志及随行文件以及包装、运输、贮存。

本标准适用于工业氧化镁。

注：该产品主要用于塑料、橡胶、电线电缆、染料、油脂、玻璃、陶瓷、制革、电池、水处理等行业，还可用作生产胶黏剂、燃油抑矾剂、石油催化剂、镁化合物等的原料。

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-菲罗啉分光光度法

GB/T 6003.1—2022 试验筛 技术要求和检验 第1部分：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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：MgO

相对分子质量：40.30（按2022年国际相对原子质量）

5 分类和命名

- 工业氧化镁分为两类：
- I类为碳化法制得的氧化镁，按品质分为I-A、I-B和I-C。
 - II类为卤水沉淀法制得的氧化镁，按品质分为II-A、II-B和II-C。

6 要求

- 6.1 外观：白色粉末。
- 6.2 工业氧化镁按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的要求。

表1

项目	指标						
	I 类			II 类			
	I -A型	I -B型	I -C型	II-A型	II-B型	II-C型	
氧化镁（MgO）， w/%	≥	95.0	93.0	92.0	98.0	96.0	95.0
氧化钙（CaO）， w/%	≤	0.8	1.2	1.5	0.2	0.5	1.0
盐酸不溶物， w/%	≤	0.10	0.20	—	0.10	0.15	0.20
硫酸盐（以SO ₄ 计）， w/%	≤	0.2	0.5	—	0.35	0.50	0.80
筛余物（150μm试验筛）， w/%	≤	0	0.03	0.05	0	0.05	0.10
铁（Fe）， w/%	≤	0.05	0.05	0.08	0.02	0.05	0.08
锰（Mn）， w/%	≤	0.003	0.010	—	0.003	0.010	—
氯化物（以Cl计）， w/%	≤	0.05	0.10	0.20	0.10	0.20	0.60
灼烧失量， w/%	≤	3.5	5.0	5.5	1.5	4.0	4.7
堆积密度/（g/mL）		≤0.16	≤0.25	≤0.25	0.25~1.00		

7 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！挥发性物质、有刺激性气味物质，操作时应在通风良好的通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 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、试剂及制品，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。

7.2 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。

7.3 氧化镁含量的测定

7.3.1 原理

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。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2 氨水溶液：1+1。

7.3.2.3 三乙醇胺溶液：1+3。

7.3.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液甲（pH≈10）。

7.3.2.5 硝酸银溶液：10 g/L。

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

7.3.2.7 铬黑 T 指示剂。

7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 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，将滤液和洗液全部转移至入 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、锰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。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试样完全相同，并同样处理，此为空白试验溶液 A。

7.3.3.2 试验

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 上述试验溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 水，用氨水溶液调节溶液至 pH 7~pH 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为终点。

7.3.4 试验数据处理

氧化镁含量以氧化镁（MgO）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

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

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的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——7.5 中滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，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 ——氧化镁（MgO）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=40.30$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

氧化镁含量以氧化镁（MgO）的质量分数 w_1 计，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1/1000)cM}{m \times (25/500) \times (25/250)} \times 100\% - w_i \quad \dots\dots\dots(2)$$

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的体积的数值，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）（ $M=40.30$ ）；

w_i ——按照7.11测定的钙的质量分数，%。

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 %。

7.4 氧化钙含量的测定

7.4.1 EDTA 络合滴定法（仲裁法）

7.4.1.1 原理

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。

7.4.1.2 试剂或材料

7.4.1.3 氢氧化钠溶液：100 g/L。

7.4.1.4 三乙醇胺溶液：1+3。

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

7.4.1.6 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

7.4.1.7 仪器设备

微量滴定管：10 mL，分度值为0.02 mL或0.05 mL。

7.4.1.8 试验步骤

用移液管移取50 mL试验溶液A（7.4.3.1），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为终点。

7.4.1.9 试验数据处理

氧化钙含量以氧化钙（CaO）的质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{(V_2/1000)cM}{m \times 50/500} \times 100\% \dots \dots \dots (3)$$

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

m ——7.3.3.1 中试料的质量的数值，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不大于0.03 %。

7.4.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按照7.11的规定进行测定。

7.5 盐酸不溶物含量的测定

7.5.1 仪器设备

高温炉：温度能控制在 $875\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.5.2 试验步骤

将7.3.3.1保留的残渣及滤纸转入预先于 $875\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于电热板上低温干燥、灰化后，置于高温炉中，于 $875\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

7.5.3 试验数据处理

盐酸不溶物含量以质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (4)$$

式中：

m_1 ——灼烧后坩埚和残渣的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——7.3.3.1 中试料的质量的数值，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不大于0.02 %。

7.6 硫酸盐含量的测定

7.6.1 原理

在微酸性溶液中，硫酸根与钡离子生成硫酸钡沉淀，当硫酸根含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液混浊，使用分光光度计，在420 nm波长处，采用工作曲线法测定硫酸盐含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 盐酸溶液：1+5。

7.6.2.2 氨水溶液：1+9。

7.6.2.3 氯化钡溶液：250 g/L 用氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)配制。

7.6.2.4 丙三醇溶液：1+4。

7.6.2.5 硫酸盐标准溶液：1mL 溶液含硫酸盐（以 SO_4 计）0.1 mg；

用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.2.6 仪器设备

分光光度计：带有光程为5 cm的比色皿。

7.6.2.7 试验步骤

6.7.2.7.1 标准曲线的绘制

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00mL、3.00 mL、4.00 mL硫酸盐标准溶液，置于6个50 mL容量瓶中，加水至约20 mL，用氨水溶液调节溶液至中性（用pH试纸检查），加入1 mL盐酸溶液，再加入5 mL氯化钡溶液和2 mL丙三醇溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置10 min。于分光光度计，420 nm波长下，使用5 cm的比色皿，以水调零，测量其吸光度。以硫酸盐的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.7.2.7.2 试验

移取一定体积的试验溶液A（7.3.3.1）（A型10.00 mL、B型5.00 mL、C型2.50 mL）和同体积的空白试验溶液A（见7.3.3.1）分别置于2个50 mL容量瓶中，加水至约20 mL，用氨水溶液调节溶液至中性（用pH试纸检查）。加入1 mL盐酸溶液、2 mL氯化钡溶液和2 mL丙三醇溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置10 min。于分光光度计，420 nm波长下，使用5 cm的比色皿，测量其吸光度。根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中硫酸盐的质量。

6.7.2.7.3 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸盐（ SO_4 ）的质量分数 w_5 计，按公式（8）计算：

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (V/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——由标准曲线上查得试验溶液中硫酸盐的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——由标准曲线上查得空白试验溶液中硫酸盐的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——7.3.3.1 中试料的质量的数值，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不大于0.001 %。

7.7 筛余物的测定

7.7.1 原理

将试样倒入试验筛中，用软毛刷轻刷至无粉末试样通过，称量筛余物。

7.7.2 仪器设备

7.7.2.1 试验筛：R40/3 $\Phi 200 \times 50$ —0.15/0.1 GB/T 6003.1 —2022。

7.7.2.2 软毛刷：毛长约 3 cm，刷宽约 3 cm~5 cm。

7.7.3 试验步骤

称取约10 g试样，精确至0.001 g。移入试验筛内，用软毛刷轻刷试样，使粉末通过，最后，在筛子下垫一张黑纸，刷筛子直至所垫黑纸上没有试样痕迹。将筛余物转移到已知质量的表面皿中称量，精确至0.000 2 g。

7.7.4 试验数据处理

筛余物以质量分数 w_5 计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——表面皿和筛余物的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——表面皿的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，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不大于 0.005 %。

7.8 铁含量的测定

7.8.1 分光光度法（仲裁法）

7.8.1.1 原理

同 GB/T 3049—2006 中的第 3 章。

7.8.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 中的第 4 章。

7.8.1.3 仪器设备

分光光度计：配有光程为 2 cm 的比色皿。

7.8.1.4 试验步骤

7.8.1.5 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 操作，使用光程为 2 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液用量，绘制标准曲线。

7.8.1.6 试验

分别用移液管移取 25 mL 试验溶液 A (见 7.3.3.1) 和空白试验溶液 A (见 7.3.3.1)，置于 2 个 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 所述“加水至约 60 mL……测定两个试液 (6.4.1) 的吸光度”进行操作。根据测得的相应吸光度从标准曲线上查出试验溶液 A 和空白试验溶液 A 中铁的质量。

7.8.1.7 试验数据处理

铁含量以铁 (Fe) 的质量分数 w_6 计，按公式 (7) 计算：

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) / 1000}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从标准曲线上查得的铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从标准曲线上查得的铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——7.3.3.1 中试料的质量的数值，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不大于 0.005 %。

7.8.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按照 6.11 的规定进行测定。

7.9 锰含量的测定

7.9.1 分光光度法 (仲裁法)

7.9.1.1 原理

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 525 nm 下，测量其吸光度。

7.9.1.2 试剂或材料

7.9.1.2.1 磷酸。

7.9.1.2.2 高碘酸钾。

7.9.1.2.3 硝酸溶液：1+1。

7.9.1.2.4 锰标准溶液：1 mL 溶液含锰（Mn）0.05 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，摇匀。此溶液使用前配制。

7.9.1.3 仪器设备

分光光度计：配有光程为3 cm的比色皿。

7.9.1.4 试验步骤

7.9.1.4.1 标准曲线的绘制

在6个250 mL烧杯中依次加入0.00 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，摇匀。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。

7.9.1.4.2 试验

称取一定量的试样（A型约5 g、B型约2 g），精确至0.001 g，置于250 mL烧杯中，用少量水润湿，加入约35 mL（A型）或约15 mL（B型）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，用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7.9.1.4.1 中所述“分别加入10 mL磷酸……测量其吸光度。”进行操作。从标准曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中锰的质量。

7.9.1.5 试验数据处理

锰含量以锰（Mn）的质量分数 w_7 计，按公式（8）计算：

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) / 1000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

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

m ——试样质量的数值，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A型不大于0.0005 %，B型不大于0.002 %。

7.9.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按照6.11的规定进行测定。

7.10 钙含量、铁含量、锰含量的测定

7.10.1 原理

试样用盐酸溶解后，注入电感耦合等离子体发射光谱仪，根据待测元素的质量浓度与待测元素特征谱线强度的正比关系，采用标准曲线法测定试样中的待测元素含量。

7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 硝酸溶液：1+1。

使用优级纯配制。

7.10.2.2 钙、铁、锰混合标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）0.20 mg，铁（Fe）0.10 mg，含锰（Mn）0.02 mg。

移取20.00 mL按HG/T 3696.2配制的钙标准贮备溶液（或市售，质量浓度为1 mg/mL）、10.00 mL按HG/T 3696.2配制的铁标准贮备溶液（或市售，质量浓度为1 mg/mL）、2.00 mL按HG/T 3696.2配制（或市售）的锰标准贮备溶液（质量浓度为1 mg/mL）置于100 mL容量瓶中，加2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.10.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

7.10.4 试验步骤

7.10.4.1 标准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中分别移入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 的钙、铁、锰混合标准溶液，加 1 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。其中钙的质量浓度分别为 0 mg/L、4.0 mg/L、8.0 mg/L、12.0 mg/L、16.0 mg/L、20.0 mg/L 铁的质量浓度分别为 0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L，锰的质量浓度分别为 0 mg/L、0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、1.6 mg/L、2.0 mg/L。

在仪器最佳的测定条件下，钙的推荐分析谱线为 393.366 nm，铁的推荐分析谱线为 238.204 nm，锰的推荐分析谱线为 259.372 nm，按浓度由低至高的顺序分别测定钙、铁、锰混合标准系列溶液的发射光谱强度，分别以钙、铁、锰的质量浓度为横坐标，对应发射光谱强度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.10.4.2 试验溶液 B 的制备

用移液管移取20 mL试验溶液A（见7.3.3.1），置于100 mL容量瓶中，加2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此为试验溶液B，用于钙含量的测定。

同时制备空白试验溶液B，用移液管移取20 mL空白试验溶液（见7.3.3.1），加2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.4.3 试验

在电感耦合等离子体发射光谱仪最佳测定条件下，测定试验溶液B和空白试验溶液B中的钙的发射光谱强度，测定试验溶液A（见7.3.3.1）和空白试验溶液A（见7.3.3.1）中的铁、锰的发射光谱强度。从标准曲线上查出试验溶液中钙、铁、锰的质量浓度（mg/L）。

7.10.5 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 w_i 计，按公式（9）计算：

$$w_i = \frac{(\rho - \rho_0) \times 500 \times f \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ρ ——由标准曲线查出试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——由标准曲线查出空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——7.3.3.1 中试料的质量的数值，单位为克（g）；

f ——测定钙含量时的 f 为 5，测定铁和锰时 f 为 1。

7.11 氯化物含量的测定

7.11.1 电位滴定法（仲裁法）

7.11.1.1 原理

同GB/T 3050—2000中的第3章。

7.11.1.2 试剂或材料

7.11.1.2.1 硝酸溶液：1+13。

7.11.1.2.2 硝酸溶液：2+3。

7.11.1.2.3 氢氧化钠溶液：40 g/L。

7.11.1.2.4 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ ，用移液管移取 25 mL 按 HG/T 3696.1 配制并标定的硝酸银标准滴定溶液，置于 250 mL 棕色容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。

7.11.1.2.5 其他试剂同 GB/T 3050—2000 中的第 4 章。

7.11.1.2.6 水：符合 GB/T 6682—2008 中二级水。

7.11.1.3 仪器设备

同 GB/T 3050—2000 中的第 5 章或自动电位滴定仪（附银环复合电极及搅拌）。

7.11.1.4 试验步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.01 g，置于 100 mL 烧杯中。加少量水使试料润湿，盖上表面皿，加入约 8 mL 硝酸溶液（见 7.11.1.2.2）至试料完全溶解，加 2~3 滴溴酚蓝指示剂，滴加氢氧化钠溶液（见 7.11.1.2.3）至蓝色，再滴加硝酸溶液（见 7.11.1.2.1）至恰呈黄色，并过量 2~3 滴。加入 30 mL 95 % 乙醇，放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，把测量电极和参比电极插入溶液

中，连接电位计接线，记录起始电位值。用硝酸银标准滴定溶液滴定，滴定初期预加入一定量的硝酸银标准滴定溶液，近终点时，再按 0.1 mL 的量逐次加入，记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积及相应的电位值 E ，计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定终点，终点后再继续记录一个电位值 E 。

数据记录格式及滴定至终点时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的计算见附录 A。

注：可使用自动电位滴定仪，插入银环复合电极，搅拌，控制搅拌速度避免溶液溅出，同时不产生气泡，用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点。

7.11.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_8 计，按公式（10）计算：

$$w_8 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氯（Cl）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）；

m ——试料的质量的数值，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不大于 0.003 %。

7.11.2 沉淀滴定法

7.11.2.1 原理

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钾生成砖红色铬酸银沉淀指示终点。

7.11.2.2 试剂或材料

7.11.2.2.1 硫酸镁： $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 。

7.11.2.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

7.11.2.2.3 铬酸钾溶液：50 g/L。

7.11.2.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

7.11.2.4 试验步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，1.0 mL 铬酸钾溶液，0.2 g 硫酸镁，将溶液煮沸后用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现微砖红色。

同时做空白试验，空白试验除不加试料外，其他操作及加入试剂的种类和量与试验溶液完全相同，并与试验溶液同样处理。

7.11.2.5 试验数据处理

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_8 计,按公式(11)计算:

$$w_8 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

V_1 ——滴定试验溶液消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=35.45$)。

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0.01%。

7.12 灼烧减量的测定

7.12.1 原理

试样中的水合碱式碳酸镁或氢氧化镁在 $875^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 下,转化成氧化镁,同时失去游离水,根据试样减少的质量,确定灼烧减量。

7.12.2 仪器设备

高温炉:温度能控制在 $875^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

7.12.3 分析步骤

称取约1 g试样,精确至0.000 2 g,置于预先于 $875^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,置于高温炉中,于 $875^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

7.12.4 试验数据处理

灼烧减量以质量分数 w_9 计,按公式(12)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

m_1 ——灼烧前坩埚和试料的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚和残余物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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不大于0.05%。

7.13 堆积密度的测定

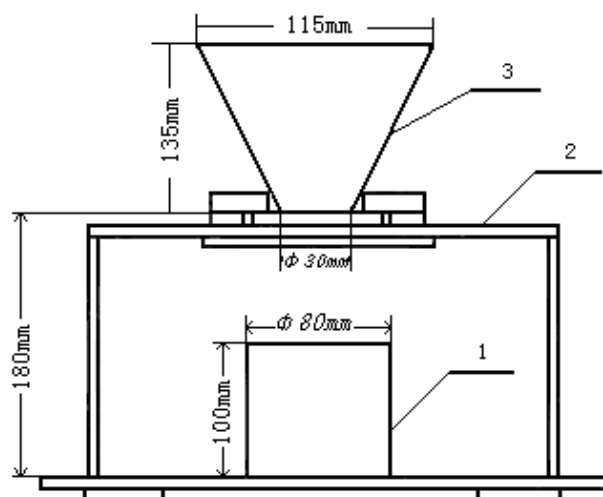
7.13.1 原理

一定量的试样通过圆锥形漏斗，进入已知容积的圆柱形料罐中，测量装满料罐所需试料的质量。

7.13.2 仪器设备

7.13.2.1 堆积密度测定装置的材质：有机玻璃、塑料、不锈钢等。

7.13.2.2 堆积密度测定装置：如图 1 所示。



标引序号说明：

- 1——料罐；
- 2——支架；
- 3——漏斗。

图 1 堆积密度测定装置

7.13.2.3 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。

7.13.2.4 料罐体积的计算

料罐体积以 V 计，数值以毫升表示，按公式(13)计算：

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (13)$$

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℃)。

7.13.3 试验步骤

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。

7.13.4 试验数据处理

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，按公式(14)计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \dots\dots\dots (14)$$

式中：

m_1 ——料罐和试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——料罐的质量的数值，单位为克(g)；

V ——料罐的体积的数值，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。

8 检验规则

8.1 第 6 章规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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一类别、同一型号的工业氧化镁为一批，每批产品不超过 60 t。

8.3 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、型号、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。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，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文件的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志及随行文件

9.1 工业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、型号、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业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、型号、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业氧化镁采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。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；外包装袋应牢固缝合。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。

10.2 工业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。

10.3 工业氧化镁应贮存于阴凉、通风、干燥处，防止雨淋、受潮。

10.4 工业氧化镁在符合本文件规定的包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 12 个月。

附 录 A
(规范性)

电位滴定终点的确定方法及数据记录格式

A.1 滴定终点消耗的标准滴定溶液体积的计算

滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积以 V 计，按公式 (A.1) 计算：

$$V = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B} \cdots \cdots \cdots (A.1)$$

式中：
 V_0 ——电位增量值 ΔE_1 达到最大值前所加入标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
 V_1 ——电位增量值 ΔE_1 达到最大值前最后一次所加入硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
 b —— ΔE_2 最后一次正值；
 B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和。

A.2 电位滴定数据记录格式

电位滴定数据记录格式见表 A.1。

表 A.1

标准滴定溶液的体积 (V_0) /mL	电位值 (E) /mV	ΔE_1 /mV	ΔE_2 /mV
4.80	176		
		35	
4.90	211	72	+37
5.00	283	23	-49
5.10	306	13	-10
5.20	319	11	-2
5.30	330		
注：第一、第二列分别记录所加入的标准滴定溶液的总容积和对应的电位值 E 。第三列记录连续增加的电位值 ΔE_1 ，第四列记录增加的电位值 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 ，此差值有正负。			

示例：

$$V = 4.90 + 0.10 \times \frac{37}{37 + 49} = 4.94$$