

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27336—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2680—2009
代替 HG/T 2680—1995

工业硫酸镁

Magnesium sulfate for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2680—1995《工业七水硫酸镁》。

本标准与 HG/T 2680—1995《工业七水硫酸镁》的主要技术差异如下：

- 将原化工行业标准《工业七水硫酸镁》改为《工业硫酸镁》。
- 增加产品类别：Ⅰ类为七水产品($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)、Ⅱ类为一水产品($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 对Ⅰ类($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)产品，设立优等品、一等品、合格品三个型号(1995年版的3.2，本版的5.2)。
- 原标准主含量的测定未减去钙含量，本次修订主含量是从钙镁总量中减去钙含量(1995年版的4.1，本版的6.4)。
- “每批次产品不超过50 t”改为“每批次产品不超过150 t”(1995年版的5.3，本版的7.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准主要起草单位：天津化工研究设计院、南风化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人：弓创周、王水赞、吕红霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 2680—1995。

工业硫酸镁

1 范围

本标准规定了工业硫酸镁的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业硫酸镁,主要用于制革、印染、催化剂、造纸、塑料及防火涂料等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

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 3051—2000 无机化工产品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—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 8946—1998 塑料编织袋

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	相对分子质量:246.48(按 2007 年国际相对原子质量)
$\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	相对分子质量:138.38(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类

工业硫酸镁分为两类。

I 类:七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),主要用于制革、印染、催化剂、造纸、塑料等;

II 类:一水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),主要用于防火材料、塑料和肥料等。

5 要求

5.1 外观

I 类为白色或无色结晶颗粒或粉末。II 类为白色或灰白色固体颗粒或粉末。

5.2 工业硫酸镁应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	Ⅰ类(MgSO ₄ · 7H ₂ O)			Ⅱ类(MgSO ₄ · H ₂ O)	
	优等品	一等品	合格品	一等品	合格品
硫酸镁(以 MgSO ₄ · 7H ₂ O 计)w/%	≥ 99.5	99.0	98.0	—	—
硫酸镁(以 Mg 计)w/%	—	—	—	16.5	15.7
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤ 0.10	0.20	0.30	0.50	1.50
铁(Fe)w/%	≤ 0.002	0.003	0.005	0.01	0.02
水不溶物 w/%	≤ 0.02	0.05	0.10	0.10	—
水分 w/%	—	—	—	6.0	—

6 试验方法

6.1 安全提示

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!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 硫酸镁含量的测定

6.4.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、铝等离子,加入 pH≈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)标准滴定溶液滴定钙镁总量。

在试验溶液 pH≈12.5 的条件下,以钙指示剂羧酸钠盐为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定钙。从钙镁总量中减去钙含量,从而计算出硫酸镁含量。

6.4.2 试剂

- 6.4.2.1 氨水溶液:1+2;
- 6.4.2.2 三乙醇胺溶液:1+3;
- 6.4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10;
- 6.4.2.4 氢氧化钠溶液:50 g/L;
- 6.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)≈0.05 mol/L;
- 6.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)≈0.02 mol/L;
- 6.4.2.7 铬黑 T 指示剂;
- 6.4.2.8 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

6.4.3 分析步骤

6.4.3.1 试验溶液的制备

称取约 10 g Ⅰ类(MgSO₄ · 7H₂O)试样或约 5 g Ⅱ类(MgSO₄ · H₂O)试样,精确至 0.001 g,置于

250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水溶解。全部转移于 250 mL 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,用于钙镁含量、钙含量、氯化物含量的测定。

6.4.3.2 测定

6.4.3.2.1 钙镁含量的测定

用移液管移取 10 mL 溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液,用氨水调 pH 为 7~8,加入 10 mL 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(6.4.2.5)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

6.4.3.2.2 钙含量测定

用移液管移取 25 mL 溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液。摇动下加入 5 mL 氢氧化钠溶液,加少量钙试剂羧酸钠盐指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(6.4.2.6)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

6.4.4 结果计算

I 类($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量以七水硫酸镁的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 c_1 M_1}{1\,000 \times m \times \frac{10}{250}} \times 100 - 6.150 w_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

II 类($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)含量以镁(Mg)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{V_1 c_1 M_2}{1\,000 \times m \times \frac{10}{250}} \times 100 - 0.606\,5 w_3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{V_2 c_2 M_3}{1\,000 \times m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.4.2.5)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样中钙镁总量消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.4.2.5)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.4.2.6)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定试样中钙含量消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.4.2.6)的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 246.48$);

M_2 ——镁(Mg)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 24.31$);

M_3 ——钙(Ca)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 40.08$);

6.150——钙换算为七水硫酸镁的系数;

0.606 5——钙换算为镁的系数。

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 %。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 第 3 章。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 硝酸汞标准滴定溶液： $c[1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ；

6.5.2.2 其余同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

6.5.3 仪器、设备

同 GB/T 3051—2000 第 5 章。

6.5.4 分析步骤

用移液管移取 50 mL 溶液 A(6.4.3.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 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 1 mL 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紫红色，即为终点。

同时进行空白试验。用移液管移取 50 mL 水，置于 250 mL 锥形瓶中，其他操作及加入试剂的种类和数量与测定试验相同。

将滴定后的废液保存起来，按 GB/T 3501—2000 附录 D 的规定处理。

6.5.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_4 计，数值以 % 表示，按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{(V - V_0)cM}{1\,000 \times m \times \frac{50}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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的数值，单位为毫升(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的数值，单位为毫升(mL)；

c ——硝酸汞 $[1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样的质量的数值，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 I 类不大于 0.01 %，II 类不大于 0.1 %。

6.6 铁含量的测定

6.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 铁标准溶液：1 mL 溶液含有铁(Fe)0.020 mg；

6.6.2.2 其余同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.6.3 仪器、设备

分光光度计：配有 4 cm 的比色皿。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定，使用 4 cm 比色皿，绘制工作曲线。

6.6.4.2 测定

称取约 5 g I 类试样或 2.5 g II 类试样，精确至 0.01 g，置于 150 mL 烧杯中，加 50 mL 水、5 mL 盐酸溶液，加热煮沸 4 min，取下冷却至室温。全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。必要时干过滤，弃去初始滤液，保留滤液。

用移液管移取 10 mL 滤液，置于 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时，加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质

量,单位为毫克。

6.6.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);
- m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,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 I 类不大于 0.000 2 %, II 类不大于 0.002 %。

6.7 水不溶物含量的测定

6.7.1 方法提要

将试样溶解于水中,用玻璃砂坩埚过滤。洗涤、烘干、称量,计算其水不溶物含量。

6.7.2 试剂

氯化钡溶液:20 g/L。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C ± 2 °C;

6.7.3.2 玻璃砂坩埚:孔径 5 μm ~ 15 μm。

6.7.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水溶解。用已于 105 °C ± 2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤滤渣至无 SO_4^{2-} (用氯化钡溶液检验),将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.7.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- 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不大于 0.01 %。

6.8 水分的测定

6.8.1 方法提要

试样在 105 °C ± 2 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,根据试样干燥前后的质量确定水分。

6.8.2 仪器、设备

6.8.2.1 称量瓶:φ 50 mm × 30 mm;

6.8.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

6.8.3 分析步骤

用已于 105 °C ± 2 °C 下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.8.4 结果计算

水分以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——干燥前试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

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不大于 0.05 %。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,必须进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

7.1.2 出厂检验

要求中规定的硫酸镁、氯化物、水不溶物及水分指标为出厂检验项目,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一级别的工业硫酸镁为一批。每批产品不超过 150 t。

7.3 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入至料层深度的 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或塑料袋中,密封。瓶或塑料袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 生产厂应保证每批生产的工业硫酸镁产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果如有一项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。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

8.1 工业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、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业硫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、类别、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业硫酸镁采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946—1998 的规定。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相

当的其他方式封口；外袋采用缝包机缝合，缝线整齐，针距均匀，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg、50 kg。用户对包装有特殊要求时，可供需协商确定包装。

9.2 工业硫酸镁运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和曝晒。

9.3 工业硫酸镁应贮存于通风、干燥的仓库内。

9.4 工业硫酸镁在符合本标准包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 24 个月。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 硫 酸 镁

HG/T 2680—2009

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{4}$ 字数 16 千字

2010 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·0811

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。
