

前 言

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别,其中优级纯非等效采用美国化学协会 ACS(1993)标准中“七水合硫酸镁”。差异如下:

1 标准编写

根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则、包装及标志三章。

2 规则

2.1 项目

根据我国国情,本标准比 ACS 标准多澄清度试验一项。

2.2 指标

优级纯的含量、pH、水不溶物、氯化物、钙、铁、砷、重金属八项指标严于 ACS 标准,其他各项与 ACS 标准相同。

3 试验

本标准含量、铵的测定方法与 ACS 标准基本相同,但存在测定条件上的差异。锰的测定,ACS 标准采用原子吸收法,本标准采用高碘酸钾比色法。硝酸盐的测定,ACS 标准采用马钱子碱比色法,本标准采用靛蓝二磺酸钠比色法。以上项目实验表明,结果无显著差异。其他项目均引用我国已制定的一套化学试剂通用试验方法中相应的标准。这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析用试剂——第一部分:通用试验方法》制定的。

本标准修订并取代了 GB/T 671—1977《化学试剂 硫酸镁》,与前版本相比增加了硝酸盐、铵、钾、锶四项,取消了锌一项,为采用 ACS 标准,在规格及试验方法上作了相应的变动。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 671—1977。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准由天津市化学试剂一厂负责起草。

本标准主要起草人:冯玉林、马春玉。

本标准于 1965 年首次发布,1977 年修订。

中华人民共和国国家标准

化学试剂 硫酸镁

GB/T 671—1998

代替 GB/T 671—1977

Chemical reagent
Magnesium sulfate heptahydrate

分子式: $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 246.47 (按 1995 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 硫酸镁的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

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
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)
(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9729—1988 化学试剂 氯化物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9735—1988 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9738—1988 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9739—1988 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3-1168—1978 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 性状

本试剂为无色结晶或白色粉末,溶于水,能溶于丙三醇,微溶于乙醇。

4 规格

硫酸镁的规格应符合表 1 规定。

国家质量技术监督局 1998-10-20 批准

1999-05-01 实施

表 1

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量(MgSO ₄ ·7H ₂ O), %	≥99.5	≥99.0	≥99.0
pH(50 g/L, 25℃)	5.0~8.0	5.0~8.0	5.0~8.0
澄清度试验	合格	合格	合格
水不溶物, %	≤0.002	≤0.005	≤0.01
氯化物(Cl), %	≤0.000 2	≤0.000 5	≤0.001
硝酸盐(NO ₃), %	≤0.002		
铵(NH ₄), %	≤0.002		
砷(As), %	≤0.000 05	≤0.000 1	≤0.000 2
钠(Na), %	≤0.005	≤0.005	≤0.05
钾(K), %	≤0.005		
钙(Ca), %	≤0.01	≤0.02	≤0.05
锰(Mn), %	≤0.000 5	≤0.001	≤0.005
铁(Fe), %	≤0.000 2	≤0.000 5	≤0.001
锶(Sr), %	≤0.005		
重金属(以 Pb 计), %	≤0.000 2	≤0.000 5	≤0.001

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量。

5.1 含量

称取 0.4 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 100 mL 水中,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L),用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}-2\text{Na})=0.05 \text{ mol/L}$]滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

含量按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 246.5}{m \times 1000} \times 100$$

式中: X ——硫酸镁的质量百分含量, %;

V ——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浓度, mol/L;

246.5——硫酸镁的摩尔质量[$M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$], g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 pH

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.3 澄清度试验

称取 25 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3-1168—1978 中规定的下列澄清度标准:

优级纯……………2号;
分析纯……………4号;
化学纯……………6号。

5.4 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 100 mL 水中,在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

称取 5 g 样品,溶于 20 mL 水中,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯	0.010 mg Cl;
分析纯	0.025 mg Cl;
化学纯	0.050 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.6 硝酸盐

称取 1 g 样品,溶于 10 mL 水中,加 1 mL 氯化钠溶液(100 g/L)、1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}$],在摇动下于 10 s~15 s 内加 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.02 mg 的硝酸盐(NO_3^-)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.7 铵

称取 1 g 样品,溶于 140 mL 无氨的水中,置于支管蒸馏瓶中,加 5 mL 无氨的氢氧化钠溶液(320 g/L),加热蒸出 75 mL,用盛有 5 mL 硫酸溶液(0.5%)的 100 mL 比色管接收,加 3 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)及 2 mL 纳氏试剂,稀释至 100 mL,摇匀。溶液所呈黄色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.02 mg 的铵(NH_4^+)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.8 砷

称取 4 g 样品,溶于水,稀释至 30 mL,注入定砷瓶中后,按 GB/T 610.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的砷标准溶液:

优级纯	0.002 mg As;
分析纯	0.004 mg As;
化学纯	0.008 mg As。

与样品同时同样处理。

5.9 钠

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.9.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;
波长:589.0 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于水,加 1 mL 盐酸溶液(10%),摇匀,稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 4 mL),共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.10 钾

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.10.1 仪器条件

光源:钾空心阴极灯;
波长:766.5 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

同 5.9.2。

5.11 钙

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.11.1 仪器条件

光源:钙空心阴极灯;

波长:422.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 2 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 8 mL),共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.12 锰

称取 1 g 样品,溶于 40 mL 水中,加 10 mL 硝酸、50 mL 硫酸及 5 mL 磷酸,煮沸 5 min,冷却。加 0.25 g 高碘酸钾,再煮沸 5 min,冷却后稀释至原体积。溶液所呈粉红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的锰标准溶液:

优级纯.....0.005 mg Mn;

分析纯.....0.010 mg Mn;

化学纯.....0.050 mg Mn。

与样品同时同样处理。

5.13 铁

称取 2 g 样品,溶于 15 mL 水中,用盐酸溶液(15%)将溶液的 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

优级纯.....0.004 mg Fe;

分析纯.....0.010 mg Fe;

化学纯.....0.020 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.14 锶

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.14.1 仪器条件

光源:锶空心阴极灯;

波长:460.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.14.2 测定方法

称取 10 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.15 重金属

称取 7.5 g 样品,溶于水,稀释至 30 mL。取 25 mL,加 0.2 mL 乙酸溶液(30%)后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取剩余的 5 mL 试液及含下列数量的铅标准溶液:

优级纯.....0.010 mg Pb;

分析纯.....0.025 mg Pb;

化学纯.....0.050 mg Pb。

稀释至 25 mL,与同体积试液同时同样处理。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
