

制定《碱式硫酸镁晶须》化工行业标准编制说明 (征求意见稿)

1 任务来源及简要编制过程

1.1 任务来源

根据国家工业和信息化部文件“工信厅科函〔2022〕94号《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》”的要求，于2023年12月31日前完成《碱式硫酸镁晶须》化工行业标准的制定工作，计划编号为：2022-0015T-HG，本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

主要起草单位有：莱州市莱玉化工有限公司等。

1.2 简要编制过程

1.2.1 调研阶段

全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）接到国家工业和信息化部文件“工信厅科函〔2022〕94号《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》”后，全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）即展开了《碱式硫酸镁晶须》化工行业标准制定的前期准备工作，向各有关生产企业发制标调查函，广泛征求行业内企业、用户对标准修订的意见，查阅相关资料，整理归纳分析总结回函意见，组建成立标准起草小组，编制完成标准修订文献小结。

1.2.2 工作方案会阶段

2023年3月10日至3月14日在云南昆明召开标准制定修订工作方案会，在会上标准起草小组对《碱式硫酸镁晶须》化工行业标准的制定进行了认真仔细的讨论，提出修标意见和建议。主要包括：

- （1）外观：白色粉体；
- （2）碱式硫酸镁晶须技术要求及试验方法见表1；

表1

项 目	指 标	试验方法
碱式硫酸镁 w/%	≥ 96.0	硫酸钡重量法测硫酸根含量，折合计算
pH（20 g/L 分散体）	9.0~11.0	酸度计法
酸不溶物 w/%	≤ 0.1	1+1 盐酸溶解，G4 坩埚过滤，重量法
比表面积（m ² /g）	10.0~30.0	《气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积》GB/T 19587—2017
直径（μm）	0.1~2.0	扫描电镜
长径比	10~60	扫描电镜
外形结构	≤ 纤维结晶状	扫描电镜（5000~10000 倍）

- （3）本标准为推荐性化工行业标准；
- （4）本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。每批产品不超过 50 t。

具体工作安排为：2023 年 5 月底前，生产企业提供碱式硫酸镁晶须企业标准及连续两年的质量月报数据，中海油天津化工研究设计院有限公司负责完成标准征求意见稿及编制说明，生产企业按照确定的试验方法进行累积试验，并提供 15 批实验数据。

1.2.3 上网征求意见阶段

2023 年 6 月底由中海油天津化工研究设计院有限公司负责将标准征求意见稿（草案）和编制说明（草案），寄给全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会各位委员、生产厂及用户，并在 www.trici.com.cn 网上公开，广泛征求行业内意见，整理汇总回函意见。

1.2.4 预审会阶段

1.2.5 审查报批阶段

2 目的意义

碱式硫酸镁晶须，分子式： $\text{MgSO}_4 \cdot 5\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ，别名：镁盐晶须、硫氧镁晶须、硫酸镁纤维，外观为白色粉体，结晶形状为针状或纤维状，相对密度 2.3，表观密度 $0.1 \text{ g/cm}^3 \sim 0.3 \text{ g/cm}^3$ ，比表面积 $<10 \text{ m}^2/\text{g}$ ，吸油量 $500 \text{ mL}/100 \text{ g}$ ，纤维直径 $<1 \mu\text{m}$ ，纤维长 $10 \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ ，长径比为 $10 \sim 60$ 。具有优良的电特性，以及对水和有机溶剂的亲合性。带有结晶水，使用温度比其他晶须低，多在 250°C 以下。

碱式硫酸镁晶须呈单晶结构，是一种新型功能材料，具有优良的阻燃、纤维增强、过滤吸附性能。与复合塑料相比，增强、增刚、阻燃作用明显。可使制件具有高变形温度，制件表面光洁美观，降低制件的比重，并且无毒环保。是一种新型无机阻燃、增强纤维材料，呈单晶结构。微小特殊的单晶纤维结构，特别适合于超薄制件和微小制件的补强、增刚。本品还可赋予制品良好的抗刮伤性和防滑，满足汽车及其他工程塑料免喷涂的需要。作阻燃剂使用，温度比氢氧化铝高，能抑制发烟、防滴落。还可以用作涂料等的增黏剂、阻燃沥青、作阻燃纸、作轻型 PVC 复合地板、PVC 发泡体等建筑材料和高效过滤材料等。初始分解温度为 260°C ，当加热至 1148°C 时产生的最终产物为 MgO ，可满足加工温度在 250°C 左右的工程塑料使用。

本品呈弱碱性，可溶于酸性体系中，如不慎吸入肺内，可在一段时间内溶解于体液，因而是相对安全的，不会像石棉那样对肺部造成病变，危害生命安全，是目前公认的最安全、最适合的替代石棉使用的新材料之一。

截至目前，国内还没有碱式硫酸镁晶须标准，产品的市场需求呈逐年上升趋势，标准的缺失，一定程度制约了行业持续发展。为了规范行业行为，促进碱式硫酸镁晶须应用技术的发展进步，使产品不断满足国内外市场需求，急需制定《碱式硫酸镁晶须》化工行业标准，来统一和规范市场，合理而有效的指导企业生产和销售。

3 产品概况

3.1 产品名称：碱式硫酸镁晶须 英文名：Basic magnesium sulfate whiskers

3.2 分子式： $\text{MgSO}_4 \cdot 5\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 相对分子质量：466.02（按 2022 年国际相对原子质量）

3.3 产品性质

碱式硫酸镁晶须，别名：镁盐晶须、硫氧镁晶须、硫酸镁纤维，外观为白色粉体或松散颗粒，显微形貌：针状纤维结晶形状，相对密度 2.3，表观密度 $0.1 \text{ g/cm}^3 \sim 0.3 \text{ g/cm}^3$ ，比表面积 $<10 \text{ m}^2/\text{g}$ ，吸油量 $500 \text{ mL}/100 \text{ g}$ ，纤维直径 $<1 \mu\text{m}$ ，纤维长 $10 \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ ，长径比为 $10 \sim 60$ 。具有优良的电特性，以及对水和有机溶剂的亲合性。带有结晶水，使用温度比其他晶须低，多在 250°C 以下。

3.4 产品用途

碱式硫酸镁晶须主要用于新型无机阻燃、增强纤维材料的制备，还可用作涂料等的增黏剂、作阻燃沥青、作阻燃纸、作轻型 PVC 复合地板、PVC 发泡体等建筑材料和高效过滤材料、抑烟剂、镁水泥增强剂、含油污水处理中油污吸收剂以及半导体化学研磨污水处理絮凝剂等。

3.5 生产工艺

3.5.1 水热合成法

将氢氧化镁或氧化镁分散在硫酸镁水溶液中，加压并加热至 140 °C~270 °C进行水热合成反应，生成物经洗涤、脱水、烘干，得到碱式硫酸镁晶须。采用该法对扩大生产规模有困难，成本亦高。

3.5.2 氧化镁法

用特定性状的氧化镁粉末(表观密度 0.7g/cm³ 以上，粒径 100 μm 以下，纯度 95%以上)，将其分散在可溶性硫酸盐水溶液中，制成含氧化镁 10 % (最好 5%，重量)以下的料浆，在充分搅拌下加热到 140 °C以上，生成蚕茧状碱式硫酸镁。经强剪切力作用，使生成物破碎，解纤，再经过滤回收、干燥、粉碎，得纤维状碱式硫酸镁晶须。

3.6 生产厂、产量

目前国内碱式硫酸镁晶须生产的厂家主要有：

莱州市莱玉化工有限公司	万吨/年
国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司	万吨/年
南风化工集团股份有限公司	万吨/年
潍坊门捷化工有限公司	

4 修标原则

- 4.1 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；
- 4.2 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 4.3 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4.4 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- 4.5 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

5 国内外标准概况

到目前为止，未查阅到相关的国外标准，标准制定根据国内碱式硫酸镁晶须实际生产和应用要求等。

6 修标依据

- 6.1 《碱式硫酸镁晶须》企业标准；
- 6.2 用户要求；
- 6.3 生产厂家质量月报（见附表 1）；
- 6.4 生产厂家试验累积数据（见附表 2）。

7 标准内容说明

7.1 范围

本文件规定了碱式硫酸镁晶须的要求、试验方法、检验规则、标志及随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于碱式硫酸镁晶须。

注：主要用于新型无机阻燃、增强纤维材料的制备，还可用作涂料等的增黏剂、作阻燃沥青、作阻燃纸、作轻型 PVC 复合地板、PVC 发泡体等建筑材料和高效过滤材料、抑烟剂、镁水泥增强剂、含油污水处理中油污吸收剂以及半导体化学研磨污水处理絮凝剂等。

7.2 项目及指标的确定

本标准的制定，结合行业的发展趋势，及国内碱式硫酸镁晶须生产和使用的实际情况，充分考虑其实际应用中
对终端产品性能影响较大的项目、指标及试验方法等。其技术要求见表 2。

表2

项 目	指 标
碱式硫酸镁 w/% ≥	96.0
pH（20 g/L 溶液）	9.0~11.0
酸不溶物 w/% ≤	0.1
比表面积（m ² /g）	10.0~30.0
直径（μm）	0.1~2.0
长径比	10~60
外形结构 ≤	纤维结晶状

7.3 试验方法的确定

7.3.1 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。

7.3.2 晶体结构的判断

利用X射线衍射仪（XRD）对样品进行测量，由衍射数据给出对碱式硫酸镁晶须的判断。

7.3.3 碱式硫酸镁含量的测定

用水溶解试样并过滤不溶物，在盐酸酸性条件下，加入氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成硫酸钡沉淀，
经过滤、灰化、灼烧、称量、计算，得出碱式硫酸镁含量。

7.3.4 pH 的测定

按照《化学试剂 pH值测定通则》GB/T 9724规定的方法测定。

7.3.5 酸不溶物含量的测定

试样用盐酸溶解后，经过滤、洗涤、干燥后，烘干至质量恒定。根据不溶物的质量，确定盐酸不溶物的含
量。

7.3.5 比表面积的测定

称取适量试样，精确至 0.000 2 g，置于样品管中，在 70℃下脱气 4 h，按《气体吸附 BET 法测定固态物质
比表面积》GB/T 19587—2017 的规定进行测定。

7.3.6 直径的测定

取适量试样，以乙醇溶液作溶剂，经超声波分散仪分散后，取1滴~2滴于制样薄膜上，烘干后，置于扫描
电子显微镜的样品台上，在5000~10000放大倍数下，选择晶粒明显、均匀和集中的区域，拍摄电子显微镜照片。
在照片上用纳米标尺测量不少于50个晶粒中每个晶粒的直径和长度(可用计算机软件进行统计处理)，取算术平
均值。

7.3.7 长径比的测定

根据测定的晶粒长度和直径，通过计算得出长径比。

7.3.8 外形结构的测定

取适量试样，以乙醇溶液作溶剂，经超声波分散仪分散后，取 1 滴~2 滴于制样薄膜上，烘干后，置于扫描电子显微镜的样品台上，在约 10 万放大倍数下，选择晶粒明显、均匀和集中的区域，拍摄电子显微镜照片，直接观测其晶粒外形。

8 标准属性

本标准为你推荐性化工行业标准。

9 标准水平分析

本标准的制定，根据国内碱式硫酸镁晶须的生产和使用的实际情况，从规范行业行为、促进行业发展角度出发，充分考虑碱式硫酸镁晶须生产企业实际情况及用户要求，进行制定，指标设置合理，试验方法均采用经典、科学、先进的方法，可操作性强，结果稳定、精确、可靠。综合分析，本标准达到国内先进水平。