

HG

中华人民共和国化工行业标准

XX/T XXXX—XXXX

碱式硫酸镁晶须

Basic magnesium sulfate whiskers

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：弓创周。

碱式硫酸镁晶须

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、高端塑料增强剂的制备，可用作涂料等的增黏剂、阻燃沥青、阻燃纸、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。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6009—2014 工业无水硫酸钠

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

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 19587—2017 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

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 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： $\text{MgSO}_4 \cdot 5\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：466.00（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

- 5.1 外观：白色粉体。
- 5.2 晶体结构：XRD 衍射数据（谱图）判断为碱式硫酸镁晶须。
- 5.3 碱式硫酸镁晶须按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标
碱式硫酸镁 w/% \geq	96.0
pH (20 g/L 分散体)	9.0~11.0
酸不溶物 w/% \leq	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 \leq	纤维结晶状

6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有危险性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 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、制剂及制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 的规定制备。

6.2 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。

6.3 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。

6.4 碱式硫酸镁含量的测定

6.4.1 原理

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。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.4.2.2 氯化钡溶液：122 g/L，称取 12.2 g 氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），溶于 100 mL 水中，摇匀。

6.4.2.3 硝酸银溶液（17 g/L）。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 高温炉：温度能控制在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.4.4 试验步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加 50 mL 水、50 mL 盐酸溶液，搅拌并加热使其溶解。将溶液用定量滤纸过滤至 250 mL 容量瓶中，用水洗涤至无硫酸根离子为止（用氯化钡溶液检验）。冷却，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 500 mL 烧杯中，加 5 mL 盐酸溶液、200 mL 水，加热至微沸，在搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液，滴加时间约需 1.5 min，继续搅拌并保持微沸 2 min~3 min，盖上表面皿，继续保持微沸 5 min。然后将烧杯置于沸水浴上保温 2 h。取出烧杯后冷却至室温，用慢速定量滤纸过滤，用温水洗涤沉淀至无氯离子为止（取 5 mL 洗涤液，加 5 mL 硝酸银溶液混匀，放置 5 min 不出现浑浊）。将沉淀连同滤纸转移至已于 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，在电炉上烘干并灰化后，置于高温炉中，在 $850\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

6.4.5 试验数据处理

碱式硫酸镁含量以碱式硫酸镁 $[\text{MgSO}_4 \cdot 5\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.997}{m \times 25/250} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——灼烧后硫酸钡及瓷坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——瓷坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

1.997——硫酸钡折算成碱式硫酸镁的系数。

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 0.3 %。

6.5 pH 的测定

称取试样 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ ，置于 150 mL 烧杯中，加 100 mL 无二氧化碳的水溶解。按照 GB/T 9724 规定的方法测定。

6.6 酸不溶物含量的测定

6.6.1 原理

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。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.6.2.2 硝酸银溶液（17 g/L）。

6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

6.6.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\ \text{°C}\pm 2\ \text{°C}$ 。

6.6.4 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中。用少量水润湿，加 50 mL 盐酸溶液，加热使试样全部溶解，冷却至室温后，用预先在 $105\ \text{°C}\pm 2\ \text{°C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用水洗涤不溶物至无氯离子[用硝酸银溶液（17 g/L）检验]。将玻璃砂坩埚和盐酸不溶物置于 $105\ \text{°C}\pm 2\ \text{°C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.6.5 试验数据处理

盐酸不溶物含量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——干燥后盐酸不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值，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 %。

6.7 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 $70\ \text{°C}$ 下脱气 4 h，按 GB/T 19587—2017 的规定进行测定。

6.8 直径的测定

6.8.1 试剂或材料

6.8.1.1 乙醇溶液：1+1。

6.8.2 仪器设备

6.8.2.1 扫描电子显微镜。

6.8.2.2 超声波分散仪。

6.8.3 试验步骤

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。

6.8.4 试验数据处理

直径以 \bar{d} 计，数值以微米（ μm ）表示，按公式（3）计算：

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i}{n} \dots\dots\dots (3)$$

长度以 \bar{l} 计，数值以微米（ μm ）表示，按公式（4）计算：

$$\bar{l} = \frac{\sum_{i=1}^n l_i}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

d_i ——被测颗粒直径的数值，单位为微米（ μm ）；

l_i ——被测颗粒长度的数值，单位为微米（ μm ）；

n ——被测颗粒的个数。

6.9 长径比的测定

长径比以 x 计，按公式（5）计算：

$$x = \frac{\bar{l}}{\bar{d}} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

\bar{d} ——由 6.8 测定的直径的数值，单位为微米（ μm ）；

\bar{l} ——由 6.8 测定的长度的数值，单位为微米（ μm ）。

6.10 外形结构的测定

6.10.1 试剂或材料

6.10.1.1 乙醇溶液：1+1。

6.10.2 仪器设备

6.10.2.1 扫描电子显微镜。

6.10.2.2 超声波分散仪。

6.10.3 试验步骤

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。

7 检验规则

7.1 本文件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碱式硫酸镁晶须为一批。每批产品不超过 50 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 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、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，保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 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，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志和随行文件

8.1 碱式硫酸镁晶须包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、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。

8.2 每批出厂的碱式硫酸镁晶须产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 碱式硫酸镁晶须采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。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，缝合牢固，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 碱式硫酸镁晶须在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和曝晒，严禁与酸性物质混运。

9.3 碱式硫酸镁晶须应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与酸性物质混贮。