

ICS 71.100.40

G71

备案号：

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

阻燃化学品 季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐

Flame retardant chemical Melamine salts of pentaerythritol phosphate

(报批稿)

(本稿完成日期：202201)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

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（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：四川卓安新材料科技有限公司、四川省精细化工研究设计院、山东能源重装集团莱芜装备制造有限公司、上海科罗纳精细化工有限公司、广西新海丝木业有限公司、贵州耐尔福顺成建材有限公司、山东众甫新材料有限公司、山东泰星新材料股份有限公司、北京理工大学、山东泓安新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：赖力嘉、刘祥、黄维光、陈恽、徐刚、夏雨、陈礼云、张雅民、游永胜、李向梅、徐长江。

阻燃化学品 季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐

1 范围

本文件规定了阻燃化学品 季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐的技术要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐。

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	包装储运图示标志 (eqv ISO 780:1997)
GB/T 601	化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 603	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 5950	建筑材料与非金属矿产品白度测量方法
GB/T 6284	化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
GB/T 6678	化工产品采样总则
GB/T 6679	固体化工产品采样通则
GB/T 6682	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 10209.2-2010	磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第2部分：磷含量
GB/T 21524	无机化工产品中粒度的测定 筛分法
GB 30613-2014	食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢二铵

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐的外观应为白色粉末。

4.2 技术指标

季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项目	指标
磷含量 (P), $\omega\%$	10.0±0.5
氮含量 (N), $\omega\%$	30.0±0.5
细度(通过 0.075mm 试验筛), $\omega\%$	≥ 95.0
水分, $\omega\%$	≤ 0.5
溶解度, g/100mLH ₂ O ≤	0.5
白度(R475)	≥ 95.0

5 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，禁止使用明火加热。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观判定

在自然光条件下，用目视法判别。

5.3 磷含量的测定

5.3.1 试剂

5.3.1.1 硝酸。

5.3.1.2 硝酸溶液：1+1。

5.3.1.3 喹钼柠酮溶液：按 GB 30613-2014 中 A.4.2.2 的规定配置。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 通用实验室仪器。

5.3.2.2 玻璃砂芯坩埚：4 号（滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ ），容积 30 mL。

5.3.2.3 烘箱：温度能控制 $(180\pm 5)\ ^\circ\text{C}$ 。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 试验溶液的配制

称取样品 0.3 g（精确至 0.000 2 g），置于 250 mL 三角烧瓶中，加入 100 mL 水，再加入 20 mL 1+1 硝酸溶液（4.2.6），于电热板中加热至微沸，保持微沸 30 min，微沸过程中应补充一定的水，冷却至室温，全部转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

5.3.3.2 空白试验溶液的制备

除不加试料外，其它加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同。并与试样同时进行同样的试剂处理。

5.3.3.3 测定

用移液管吸取消解法试验溶液（4.3.3.1）25.00 mL 于 250 mL 三角烧瓶中，之后按照 GB/T 10209.2-2010 中第 6.1.3 的规定进行。

5.3.4 结果计算

样品中以质量百分数表示的磷含量 ω_1 按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.014\ 00}{m \times 25 / 250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为（g）；

m ——试验时所称取样品的质量的数值，单位为（g）；

0.014 00——磷钼酸喹啉质量换算为磷质量的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定的

绝对差应不大于 0.20 %。

5.4 氮含量的测定

5.4.1 方法提要

试样经硫酸分解，在碱性溶液中蒸馏出氨，用过量硫酸标准溶液吸收，以甲基红—亚甲基蓝乙醇溶液为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸，计算出试样含氮含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 氢氧化钠溶液：450 g/L。

5.4.2.2 硫酸溶液(1+1)：1 体积的浓硫酸与 1 体积的水混配成的硫酸溶液。

5.4.2.3 硫酸标准溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)\approx 0.5\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})\approx 0.5\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.5 甲基红—亚甲基蓝混合指示液。

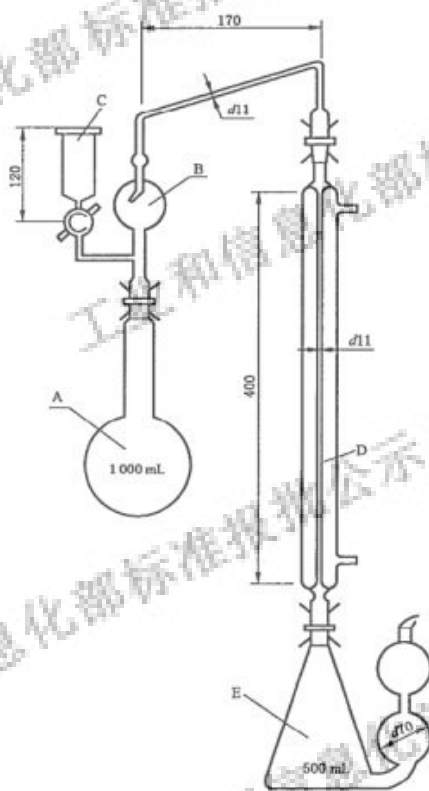
5.4.3 仪器

5.4.3.1 蒸馏仪器：

- (a) 蒸馏瓶 (A)：1 000 mL。
- (b) 防溅球管 (B)。
- (c) 滴液漏斗 (C)：容量为 50 mL。
- (d) 冷凝器 (D)。
- (e) 接受器 (E)：500 mL。

5.4.3.2 蒸馏定氮仪器：带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器，如图 1 所示。

单位为毫米



- A——蒸馏瓶：容积为 1 L 的圆底烧瓶；
 B——防溅球管：单球防溅球管和顶端开口、容积约 50 ml、与防溅球进出口平行的圆筒形滴液漏斗；
 C——滴液漏斗；
 D——冷凝管：有效长度约 400 mm；
 E——接受器：容积约为 500 ml 的锥形瓶，瓶侧连接双连球。

图 1 蒸馏装置图

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 试液制备

称取 0.5 g 试样（精确至 0.000 2 g）置于 250 mL 锥形瓶中，用少量水润湿，加 10 mL 硫酸溶液（1+1）摇匀，插入玻璃漏斗，加热至无三氧化硫白烟冒出，冷却至室温。

5.4.4.2 蒸馏

用移液管移取 50 ml 硫酸标准溶液（0.5 mol/L）于吸收瓶中，再加入甲基红—亚甲基蓝指示液 2~3 滴，装好蒸馏装置。

用水冲洗玻璃漏斗和锥形瓶瓶壁，然后将溶液移入 1 000 mL 圆底烧瓶（加少量防爆沸石）中，加水至约 350 mL。通过侧管漏斗加入 70 mL 氢氧化钠溶液（450 g/L），立即盖上瓶塞，按图 1 进行加热

蒸馏。收集蒸馏液 250 mL 时，移开接受器，用 pH 试纸检查冷凝管出口的液滴，如无碱性结束蒸馏。

5.4.4.3 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液回滴接受器中过量的硫酸，直至溶液呈黄绿色，即为终点。

5.4.4.4 空白试验

按上述操作步骤进行空白试验，除不用试料外，操作顺序和应用的试剂与测定时相同。

5.4.5 结果计算

氮含量以氮 (N) 的质量分数 ω_2 计，数值以%表示，按式 (2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{c(V_0 - V_1)M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_0 ——空白试验时，所耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_1 ——测定时，所耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M ——氮 (N) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=14.01$)；

m ——称取试样的质量的数值，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 0.2%。

5.5 细度的测定

按 GB/T 21524-2008 中 6.3.3 的测定方法进行测试。

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 1.0%。

5.6 水分测定

按 GB/T 6284-2006 的测定方法进行测试。

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%。

5.7 溶解度的测定

5.7.1 仪器、设备

5.7.1.1 离心机：转速能控制在 1 000 r/min~3 000 r/min。

5.7.1.2 烘箱：温度能控制在 (160±5) °C。

5.7.2 分析步骤

称取 10 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 200 mL 烧杯中，加 100 mL 水。放在 (25±2) °C 水浴上搅拌 20 min。将此溶液转移离心管中分离，离心机转速为 2 000 r/min，旋转 20 min。取出 20 mL 上层清液放在烧杯中，在 (160±5) °C 烘箱中烘至质量恒定。

5.7.3 结果计算

溶解度以 ρ 计，数值以克每 100 毫升 (g/100mL) 表示，按式 (3) 计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{20} \times 100 \quad (3)$$

式中： m_1 ——水溶物和烧杯的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——烧杯的质量的数值，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 0.1 g/100mL。

5.8 白度的测定

按 GB/T 5950 的测试方法进行测试。

取三次平行结果的平均值为测定结果，三次平行测定结果的偏差不大于 0.5。

6 检验规则

6.1 检验项目

第 3 章规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 组批规则

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季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐为一批，每批产品不得大于 30 t。

6.3 取样规则

按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样方法按 GB/T 6679 中的规定进行。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，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 判定规则和复验规则

6.4.1 判定规则

季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐应由生产厂的质量监督检验部门按照本文件规定进行检验，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文件。依据检验结果和本文件中的要求，对产品作质量判定。

6.4.2 复验规则

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检，复检检验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

7 标志和标签

7.1 标志

季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐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、保质期、本文件编号及GB/T 191-2000中规定的“怕雨”标志。

7.2 标签

每批出厂的季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐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、批号和本文件编号。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐应用内衬双层聚乙烯薄膜袋作为内包装，外包装为塑料编织袋，每袋净含量25 kg。内袋扎口；外袋应牢固缝合。用户有特殊要求时，供需双方协商。

8.2 运输

运输过程中，防止雨淋，不得受潮，包装不得受污损。

8.3 贮存

季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐贮存于干燥通风的库房内，并需加垫层，防止受潮。在符合本文件贮存

和运输的条件下，从出厂之日起，季戊四醇磷酸酯三聚氰胺盐产品的保质期为一年。逾期重新检验，符合本文件要求仍可使用。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示