

ICS 71.040.40

G70

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 磷氮系阻燃化学品的吸湿
(潮) 性测试方法

Flame retardant chemical—

Hygroscopic sorption test of phosphorus-nitrogen based flame retardant

(报批稿)

20220212

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:杭州捷尔思阻燃化工有限公司、山东泰星新材料股份有限公司、山东旭锐新材料有限公司、上海化工研究院有限公司、四川省精细化工研究设计院、北京理工大学、浙江旭森阻燃剂股份有限公司、清远市一丞阻燃材料有限公司。

本文件主要起草人:裘雪阳、张孟欢、白振华、王良民、许肖丽、赵世比、李向梅、李金玉、彭昀成、朱峰、王珊珊。

阻燃化学品 磷氮系阻燃化学品的吸湿（潮）性测试方法

1 范围

本文件规定了固体磷系、氮系和磷氮系阻燃化学品中吸湿（潮）性测试。

本文件不适用于在吸湿（潮）性测试条件（20℃~30℃，80%RH~82%RH）下发生潮解、分解、融化等物理或化学变化的样品。

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 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

吸湿（潮）性 hygroscopic sorption

在一定温湿度条件下，样品从周围空气中吸收水分的能力，用吸收的水分量与其本身质量之比表示。

3.2

恒重 constant weight

进行重复干燥后，直到前后两次称量值的质量差不大于 0.000 3 g 时，视为恒重。

3.3

湿平衡 wet balance

在一定温湿度条件下，直到前后两次称量值的质量差不大于样品质量的 0.1%，视为达到湿平衡。

3.4

短期吸湿（潮）性 short-term hygroscopic sorption test

在一定温湿度条件下，吸湿 3 小时的吸湿（潮）性。

4 原理

将去除水分后的样品置于恒温恒湿环境下，放置一定时间，测定样品质量增加的百分数，以此作为样品的吸湿（潮）性。

5 试剂或材料

5.1 通则

除非另有说明，本文件所用试剂和水，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 溶液

溴化钾饱和溶液：称取溴化钾约 500 g，搅拌状态下加入到 500 mL 蒸馏水中，加热搅拌至溴化钾全部溶解，冷却至试验温度。

6 仪器设备

6.1 称量瓶：合适尺寸。推荐尺寸 $\Phi 45 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

6.2 玻璃干燥器I：用硅胶作干燥剂，磨口部分用凡士林密封。

6.3 玻璃干燥器II：磨口部分用凡士林密封。在干燥器内盛入溴化钾饱和溶液，装入量约为干燥器隔板以下容积的三分之二。在 $20 \text{ }^\circ\text{C} \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ 下，使干燥器内维持湿度 $80 \% \text{RH} \sim 82 \% \text{RH}$ 。

6.4 分析天平：精度 0.0001 g 。

6.5 干燥箱：温度能控制在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.6 恒温恒湿箱：整个测试区域内，相对湿度波动不超过 $\pm 1 \%$ 。

6.7 温湿度自动记录仪：温度测量误差 $\pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ ，湿度测量误差 $\pm 1.5 \%$ 。

7 样品

称取已于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的称量瓶，精确至 0.0001 g ，记为 m_0 。取一定质量的样品，平铺于称量瓶内，使厚度约 5 mm 。放入已调节至 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 的干燥箱中，称量瓶盖稍微错开或取下，与样品同时干燥。

干燥 2 h 后，将称量瓶盖盖好后取出至玻璃干燥器I（6.2）中冷却至室温，称量，精确至 0.0001 g ，记为 m_1 。

除另有规定外，样品的烘干温度一般规定为 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 。对于在上述干燥过程中有熔化或分解的样品，应使用合适的干燥方法（如真空干燥箱）。如样品确无合适的干燥方法，可按照附录 A 进行吸湿（潮）性测定。

8 试验步骤

8.1 试验方法的选择

8.1.1 试验方法 A：干燥器法

将样品放入已稳定在 $20 \text{ }^\circ\text{C} \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ ， $80 \% \text{RH} \sim 82 \% \text{RH}$ 的玻璃干燥器II（6.3）中，取下称量瓶盖，放在称量瓶旁，盖好玻璃干燥器II（6.3）盖。定期取出进行称量，精确至 0.0001 g ，直至达到试验终点（8.2），记为 m_2 。使用空称量瓶同时进行空白试验。试验过程中，用温湿度自动记录仪记录试验温度和湿度。

8.1.2 试验方法 B：恒温恒湿箱法

将样品放入已稳定在 20℃~30℃，80%RH~82%RH 条件下的恒温恒湿箱中，取下称量瓶盖，放在称量瓶旁，关闭恒温恒湿箱门。定期取出进行称量，精确至 0.000 1 g，直至达到试验终点（8.2），记为 m_2 。使用空称量瓶同时进行空白试验。试验过程中，用温湿度自动记录仪记录试验温度和湿度。

8.2 试验终点的选择

8.2.1 短期吸湿（潮）性

在吸湿 3 h 时取出称量，精确至 0.000 1 g。

8.2.2 湿平衡时的吸湿（潮）性

间隔 24 h 取出称量，精确至 0.000 1 g，直至样品达到湿平衡，即前后两次称量值的质量差不大于样品质量的 0.1%，取前次称量值作为湿平衡时的质量。

示例：样品质量为 5.1027 g，在 48 h 和 72 h 称取的质量（样品和称量瓶）分别为 45.0125 g 和 45.0147 g，则取 45.0125 g 作为湿平衡时的质量。

9 试验数据处理

吸湿（潮）性以质量分数 P 计，数值以 % 表示，按式（1）计算：

$$P(H, t, T, X) = \frac{(m_2 - m_1) - (m_3 - m_4)}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

式中：

- H —— 试验湿度，单位为相对湿度（% RH）；
- t —— 达到吸湿终点的时间，单位为小时（h）；
- T —— 试验温度，单位为摄氏度（℃）；
- X —— 试验方法；
- m_2 —— 吸湿后样品和称量瓶的质量，单位为克（g）；
- m_1 —— 干燥后样品和称量瓶的质量，单位为克（g）；
- m_3 —— 空白试验吸湿后空称量瓶的质量，单位为克（g）；
- m_4 —— 空白试验吸湿前空称量瓶的质量，单位为克（g）；
- m_0 —— 称量瓶的质量，单位为克（g）。

取三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，三次平行测定的极差应符合表 1 的要求。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

示例： $P(80\%RH, 48\text{ h}, 25\text{ }^\circ\text{C}, \text{方法 A}) = 0.57\%$ 。

表 1 平行测定结果极差的要求

吸湿（潮）性，%	≤0.50	>0.50
平行测定结果的极差，%	≤0.10	≤0.20

10 试验报告

试验报告应包含以下信息及内容：

- 注明采用本文件编号；
- 试验样品的完整标识，包括样品前处理等；
- 所使用的的试验条件：温度、湿度；
- 所使用的的试验方法（A或B）；
- 短期吸湿（潮）性或（和）湿平衡时的吸湿（潮）性；
- 任何偏离本文件要求的情况。

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

附录 A
(规范性)

特殊样品的吸湿(潮)性测试方法

A.1 试验步骤

该方法只适用于达到湿平衡时的吸湿(潮)性测定,不适用于短期吸湿(潮)性测定。

称取已于 105℃~110℃烘干至恒重的称量瓶,精确至 0.0001 g。取一定质量的样品平铺于称量瓶内,使厚度约 5 mm。

选择方法 A 或方法 B 进行吸湿(潮)性试验。

将达到湿平衡后的样品放入已调节至 105℃~110℃的干燥箱中,称量瓶盖稍微错开或取下,与样品同时干燥。干燥 2 h 后,将称量瓶盖盖好后取出至玻璃干燥器 I (6.2) 中冷却至室温,称量,精确至 0.0001 g。

同时进行空白试验。

A.2 试验数据处理

按第 9 章的规定进行。