

ICS 71. 100. 040
G 71

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5521—2019

阻燃化学品 聚磷酸三聚氰胺

Flame retardant chemicals—Melamine polyphosphate

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本标准起草单位：杭州捷尔思阻燃化工有限公司、四川省精细化工研究设计院、寿光卫东化工有限公司、山东泰星新材料股份有限公司、江苏苏利精细化工股份有限公司、合肥中科阻燃新材料有限公司、苏州市安特菲尔新材料有限公司、云南天耀化工有限公司、安庆市月铜铝业股份有限公司、北京理工大学、青岛科标检测研究院有限公司。

本标准主要起草人：章国强、张孟欢、黄维光、孙凌刚、侯进京、黄冬如、王立贵、刘丽、吴志峰、徐鸿飞、李向梅、何晓伟。

阻燃化学品 聚磷酸三聚氰胺

1 范围

本标准规定了阻燃化学品聚磷酸三聚氰胺（又称三聚氰胺聚磷酸盐，MPP）产品的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于经化学反应聚合而成的聚磷酸三聚氰胺。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的引用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

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 2441.1—2008 尿素的测定方法 第1部分：总氮含量

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 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

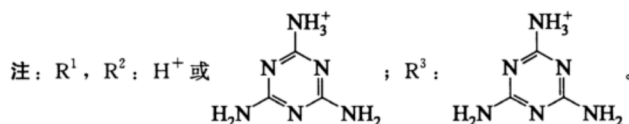
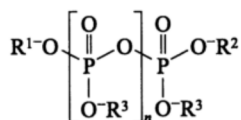
GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 23774 无机化工产品白度测定的通用方法

GB/T 27761 热重分析仪失重和剩余量的试验方法

JJG 119—2005 实验室 pH（酸度）计检定规程

3 分子结构式



4 要求

4.1 外观

白色粉末。

4.2 技术要求

聚磷酸三聚氰胺应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
磷含量 (P) / %	13.0~15.0
氮含量 (N) / %	40.0~44.0
水分 / %	≤ 0.30
pH 值	4.0~7.0
白度 (R_{457})	≥ 92.0
1%热失重温度/℃	≥ 350

5 试验方法

5.1 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。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水，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，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

5.3 外观的测定

在自然光下，用目视法判定。

5.4 磷含量的测定

5.4.1 方法提要

聚磷酸三聚氰胺经分解转化为正磷酸根离子，在酸性介质中正磷酸根离子与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，经过滤、烘干、称量，计算磷的含量。

5.4.2 仪器和设备

5.4.2.1 玻璃砂坩埚：4 号（滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ ），容积 30 mL。

5.4.2.2 干燥箱：能维持 $180\ ^\circ\text{C} \pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

5.4.3 试剂

5.4.3.1 钼酸钠。

5.4.3.2 柠檬酸。

5.4.3.3 硝酸。

5.4.3.4 丙酮。

5.4.3.5 喹啉。

5.4.3.6 硝酸溶液：1+1。

5.4.3.7 喹钼柠酮试剂：

溶液 a——称取 70 g 钼酸钠于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水溶解；

溶液 b——称取 60 g 柠檬酸于 1 000 mL 烧杯中，加入 100 mL 水溶解，再加入 85 mL 硝酸（5.4.3.3）；

溶液 c——在搅拌下将溶液 a 倒入溶液 b 中，混匀；

溶液 d——混合 35 mL 硝酸（5.4.3.3）和 100 mL 水于 400 mL 烧杯中，加入 5 mL 喹啉；

溶液 e——把溶液 d 倒入溶液 c 中，混匀，静置 24 h，用滤纸或棉花过滤，滤液加入 280 mL 丙酮，用水稀释至 1 000 mL，混匀，贮存在聚乙烯瓶中，置于暗处，避光，避热。

5.4.4 试验步骤

5.4.4.1 样品溶液制备

称取 0.2 g~0.3 g（精确至 0.000 1 g）样品于 250 mL 三角烧杯中，加入 100 mL 水，再加入 20 mL 硝酸溶液（5.4.3.6），置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，转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

5.4.4.2 测定

用移液管吸取 25.00 mL 样品溶液（5.4.4.1）于 250 mL 三角烧杯中，先后加入 10 mL 硝酸溶液（5.4.3.6）和 100 mL 水，置于电热板中加热至微沸，趁热加入 35 mL 喹钼柠酮试剂（5.4.3.7 溶液 e），混匀，冷却至室温，冷却过程中应至少摇动 3 次。

用预先在 180℃±5℃下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤，先将上层清液滤完，然后用倾泻法洗涤 1 次~2 次（每次用水约 20 mL），将沉淀全部转移至玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤 3 次~4 次。将沉淀连同玻璃砂坩埚置于 180℃±5℃干燥箱内，待温度达到 180℃后干燥 45 min。移入干燥器中冷却至室温，称量（精确至 0.000 1 g）。

5.4.5 试验数据处理

磷（P）含量以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.014\ 00}{m \times (25/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚和磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试验时所称取试样的质量的数值，单位为克（g）；

0.014 00——磷钼酸喹啉质量换算为磷质量的系数。

取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 1 位，两次平行测定结果的绝对差应不大于 0.3%。

5.5 氮含量的测定

5.5.1 试剂

5.5.1.1 硫酸。

5.5.1.2 硫酸钾。

5.5.1.3 过硫酸钾。

5.5.1.4 五水合硫酸铜。

5.5.2 试验步骤

5.5.2.1 样品溶液的制备

称取 0.2 g~0.3 g (精确至 0.000 1 g) 样品于蒸馏烧瓶中, 加少量水冲洗蒸馏烧瓶口内侧, 以使样品全部进入蒸馏烧瓶底部, 再加入 4 g 硫酸钾、0.3 g 过硫酸钾、0.5 g 五水合硫酸铜和 15 mL 硫酸, 加少量水冲洗蒸馏烧瓶口内侧, 摇匀。将蒸馏烧瓶置于电炉上, 在通风橱内缓慢加热, 使二氧化碳逸尽, 然后逐步提高加热温度, 直至冒白烟, 再继续加热 45 min 后停止加热, 冷却至室温。

5.5.2.2 蒸馏和滴定

取样品溶液 (5.5.2.1), 按 GB/T 2441.1—2008 中 3.1.4.2~3.1.5 的规定进行。

5.5.3 试验数据处理

氮 (N) 含量以质量分数 w_2 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.014\ 01}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_1 ——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_2 ——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);

0.014 01——氮的毫摩尔质量的数值, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol);

m ——称取样品的质量的数值, 单位为克 (g)。

取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 1 位, 两次平行测定结果的绝对差应不大于 0.2%。

5.6 水分的测定

称取约 5 g (精确至 0.000 1 g) 样品, 按 GB/T 6284 的规定进行。

5.7 pH 值的测定

5.7.1 仪器设备

5.7.1.1 酸度计: 应符合 JJG 119—2005 中 4.7 “0.02 级”的要求。

5.7.1.2 电极: 能用于悬浮液 pH 值的测定。

5.7.2 测定

称取约 10 g (精确至 0.1 g) 样品, 置于 150 mL 烧杯中, 加入 90 g 无二氧化碳的水, 配制成 10% 悬浮液, 搅拌均匀, 在温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中浸泡 30 min, 按 GB/T 9724 的规定进行。

5.8 白度的测定

按 GB/T 23774 的规定进行。

5.9 1%热失重温度的测定

5.9.1 材料

高纯氮气: 纯度为 99.999%。

5.9.2 仪器设备

5.9.2.1 热失重分析仪 (TGA): 能够以 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的恒定速率将样品均匀加热到恒定温度 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, 其他要求应符合 GB/T 27761 的规定。

5.9.2.2 容器 (坩埚等): 不与样品发生反应, 且能在直至 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下保持质量稳定。

5.9.3 样品处理

取 2 g 样品, 在 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干 2 h, 取出后在干燥器中冷却至室温。

5.9.4 测定

仪器开机稳定后, 称取 4 mg~6 mg 试样 (5.9.3), 在氮气氛下 (氮气流量 $20\text{ mL}/\text{min}$), 起始温度为 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, 升温速率为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 终止温度为 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, 进行样品的热失重测定, 获取热失重曲线, 经数据处理后读取 1% 热失重温度。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 结果保留整数, 两次平行测定结果的绝对差应不大于 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

本标准要求中规定的所有指标项目均为出厂检验项目, 应逐批检验。

6.2 组批

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阻燃化学品聚磷酸三聚氰胺为一批, 每批产品不超过 10 t。

6.3 抽样方案

按 GB/T 6678 的规定确定采集样品单元数。对生产厂可以在生产线上抽取均匀的有代表性的样品。采集样品时, 将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的 $3/4$ 处采样。将采出的样品混匀, 用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装入两个清洁、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、采集样品日期和采集者姓名。一份供检验用; 另一份保存备查, 保存时间由生产企

业根据需要确定。

6.4 结果判定

6.4.1 检验结果应按表 1 的规定进行判定。如有指标不符合本标准的要求，应从该批中抽取双倍样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6.4.2 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标准。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 外包装上应有清晰、牢固的标志，标明产品名称、净含量、批号、生产厂名、厂址、标准编号和 GB/T 191 中规定的标志 6 “怕雨”标志。

7.2 本产品应包装在清洁、干燥、密封良好的有塑料内袋的纸袋或其他材料的包装袋中，包装袋应严加密封。

7.3 运输：本产品在运输中应轻拿、轻放，注意防雨、防潮。

7.4 贮存：本产品应放在通风、干燥的库房内，防止受潮。产品自生产之日起，贮存期为 1 年。超过贮存期可按本标准规定再检验，如符合质量要求仍可继续使用。