

ICS 71.060.50
G 12
备案号: 56379—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5010—2016

阻燃剂用磷酸二氢铵

Ammonium dihydrogen phosphate for flame retardant

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：四川宏达股份有限公司、贵州川恒化工股份有限公司、中化重庆涪陵化工有限公司、四川省绵阳市金钟化工有限公司、中海油天津化工研究设计院、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：鲜云芳、王佳才、李兵、钟思礼、欧运凤、尹刚、丁灵、郭浩龙。

阻燃剂用磷酸二氢铵

1 范围

本标准规定了阻燃剂用磷酸二氢铵的分型，要求，试验方法，检验规则，标志和标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于阻燃剂用磷酸二氢铵。该产品是生产磷酸铵盐型灭火剂的主要原料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。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—2008 包装储运图示标志

GB 4066.1—2004 干粉灭火剂 第1部分：BC干粉灭火剂

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 10209.3—2010 磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第3部分：水分

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中pH值测定通用方法

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 3696.3 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 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

相对分子质量：115.00（按2013年国际相对原子质量）

4 分型

阻燃剂用磷酸二氢铵分为以下两种类型。

Ⅰ型：磷酸二氢铵含量为90 %以上的产品。

Ⅱ型：磷酸二氢铵含量为87 %以上、90 %以下的产品。

5 要求

5.1 外观：白色或灰白色微晶状粉末，无机械杂质。

5.2 阻燃剂用磷酸二氢铵按本标准规定的试验方法检测，应符合表1的技术要求。

HG/T 5010—2016

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
磷酸二氢铵(NH ₄ H ₂ PO ₄) ω / %	≥ 90.0	87.0
松密度/(g/mL)	≥	0.7
吸湿率 ω / %	≤	3.0
pH (10 g/L 溶液)	3.8~5.0	
水分 ω / %	≤	1.0
硫酸铵[(NH ₄) ₂ SO ₄] ω / %	供需协商	
细度 ω / %	供需协商	

6 试验方法

警告——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，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

本标准所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、试剂和制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.1 和 HG/T 3696.3 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中用目视法判定外观。

6.3 样品制备

称取约 100 g 样品，迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛（如样品潮湿或很难粉碎，可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛），混匀，置于洁净、干燥的容器中，用于磷酸二氢铵、pH、水分、硫酸铵的测定。

6.4 磷酸二氢铵含量的测定

6.4.1 方法提要

热水溶解磷酸二氢铵，溶液中正磷酸根离子在酸性介质中与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，沉淀经过滤、烘干、称量，计算得出试样中磷酸二氢铵含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.4.2.2 喹钼柠酮溶液。

6.4.3 仪器和设备

6.4.3.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 180℃±5℃或 250℃±10℃。

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

6.4.3.3 振荡器：往返式或回旋式。

6.4.4 分析步骤

称取 $0.9\ \text{g}\sim 1.1\ \text{g}$ 试样，精确至 $0.000\ 2\ \text{g}$ 。置于 $200\ \text{mL}$ 烧杯中，加入 $150\ \text{mL}$ 温度在 $65\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 的热水，搅拌。全部转移至 $250\ \text{mL}$ 容量瓶中，在振荡器上振荡 $15\ \text{min}$ 。取下，待容量瓶中溶液冷却到室温后加水至刻度线，摇匀。

干过滤，弃去初始 $20\ \text{mL}$ 滤液。用移液管移取 $10\ \text{mL}$ 滤液，置于 $400\ \text{mL}$ 烧杯中，加入 $10\ \text{mL}$ 硝酸溶液，用水稀释至 $100\ \text{mL}$ 。盖上表面皿，在电炉上加热至微沸 $1\ \text{min}$ 。取下，加入 $45\ \text{mL}\sim 50\ \text{mL}$ 喹钼柠酮溶液，微沸 $1\ \text{min}$ 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层。取下烧杯，冷却至室温，冷却过程中转动烧杯 $3\ \text{次}\sim 4\ \text{次}$ 。

用预先在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 或 $250\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，先将上层清液滤完，然后用倾斜法洗涤沉淀 $2\ \text{次}\sim 3\ \text{次}$ ，每次用 $25\ \text{mL}$ 水。将沉淀转移入玻璃砂坩埚中，再用水洗涤沉淀 $4\ \text{次}\sim 5\ \text{次}$ 。将沉淀连同玻璃砂坩埚置于 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥 $45\ \text{min}$ ，或置于 $250\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥 $15\ \text{min}$ 。取出，稍冷后放入干燥器内，冷却至室温，称量。

同时同样做空白试验，空白试验除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.4.5 结果计算

磷酸二氢铵 ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) 含量以质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.051\ 98}{m \times (10/250)} \times 100\ \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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，单位为克 (g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

$0.051\ 98$ ——磷钼酸喹啉换算成磷酸二氢铵的系数。

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 $0.5\ \%$ 。

6.5 松密度的测定

按 GB 4066.1—2004 中 5.2 测定。

6.6 吸湿率的测定

按 GB 4066.1—2004 中 5.4 测定。

6.7 pH 的测定

6.7.1 仪器

酸度计：精度 $0.02\ \text{pH}$ 单位。

6.7.2 分析步骤

称取 $1.00\ \text{g}\pm 0.01\ \text{g}$ 试样，置于 $150\ \text{mL}$ 烧杯中，用 $100\ \text{mL}$ 不含二氧化碳的水溶解，按 GB/T 23769—2009 的规定进行测定。

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 $0.05\ \text{pH}$ 单位。

HG/T 5010—2016

6.8 水分的测定

按 GB/T 10209.3—2010 中 3.2 测定。

6.9 硫酸铵含量的测定

6.9.1 方法提要

试样在酸性溶液中，硫酸根和钡离子生成难溶的硫酸钡白色沉淀，经过滤、洗涤、烘干、称量，进而计算出硫酸铵含量。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.9.2.2 氯化钡溶液：50 g/L。

6.9.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：20 g/L。

6.9.3 仪器和设备

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

6.9.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 。

6.9.4 分析步骤

称取约 3.0 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸溶液，在低温电炉上加热煮沸 2 min。冷却后用慢速定性滤纸过滤，滤液承接于预先加入 20 mL EDTA 溶液的 500 mL 烧杯中，用热水洗涤至滤液体积约 300 mL。加热近沸，在搅拌下逐滴加入 20 mL 氯化钡溶液，煮沸 3 min~5 min 后，在 $90\ ^\circ\text{C}$ 水浴中或低温电热板上保温 1 h。冷却至室温，用已在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 恒重的玻璃砂坩埚抽滤，抽滤时用水洗涤沉淀 10 次~15 次。将沉淀连同玻璃砂坩埚置于 $180\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 45 min。取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。

注：分析完毕，玻璃砂坩埚用 500 mL 3 % EDTA 与 100 mL 浓氨水的混合液加热至近沸进行处理。

6.9.5 结果计算

硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 含量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.5661}{m} \times 100\ \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚和沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

0.5661——硫酸钡换算成硫酸铵的系数。

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 0.2 %。

6.10 细度的测定

6.10.1 分析步骤

称取约 100 g 试样，精确至 0.01 g。置于试验筛上，将试验筛置于振动筛分机上不断振荡，频率为 120 次/min，筛分 5 min 后称量筛下物。所用试验筛规格由供需双方商议决定。

6.10.2 结果计算

细度以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——试验筛筛下物的质量的数值,单位为克(g);

m ——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0.5%。

7 检验规则

7.1 本标准要求中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,在基本相同的生产条件下,连续生产或同一班组生产的阻燃剂用磷酸二氢铵为一批。每批产品不超过300 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。将采出的样品迅速混匀,用缩分器或四分法缩分至不少于1 kg。将样品分装于两个清洁、干燥的500 mL具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中(生产企业的质检部门可用洁净、干燥的塑料自封袋盛装样品),密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类型、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。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,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标准要求,则整批产品为不合格。

7.5 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。

8 标志和标签

8.1 阻燃剂用磷酸二氢铵产品包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、类型、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及GB/T 191—2008规定的“怕雨”“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的阻燃剂用磷酸二氢铵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、类型、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 阻燃剂用磷酸二氢铵产品采用双层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋,外包装采用塑料编织袋。包装内袋采用缝合、热合或人工扎口;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25 kg或50 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 阻燃剂用磷酸二氢铵产品运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受热、受潮。严禁与碱类及酸类物品混运。

9.3 阻燃剂用磷酸二氢铵产品应贮存于通风、干燥的仓库内,防止雨淋、受热、受潮。