

ICS 71.060.40
G 11
备案号:41848—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4530—2013

氢氧化铝阻燃剂

Flame retardant—Aluminum hydroxide

2013-10-17 发布

2014-03-01 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会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、济南泰星精细化工有限公司、合肥中科阻燃新材料有限公司。

本标准主要起草人：陈德英、杨裴、王立贵、范国强、肖学文、朱军。

氢氧化铝阻燃剂

1 范围

本标准规定了氢氧化铝阻燃剂的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以铝土矿为原料制得的氢氧化铝阻燃剂,该产品用于橡胶、塑料、化工、电线电缆、建材等领域。

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,仅所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/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 23774 2009 无机化工产品白度测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

YS/T 534.4 2007 氢氧化铝化学分析方法 第4部分 三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法

YS/T 534.5 2007 氢氧化铝化学分析方法 第5部分 氧化钠含量的测定

YS/T 667.1 化学品氧化铝化学分析方法 第1部分 填料用氢氧化铝及拟薄水铝石中镉、铬、钒含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

YS/T 667.2 化学品氧化铝化学分析方法 第2部分 填料用氢氧化铝及拟薄水铝石中砷、汞、铅含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{Al}(\text{OH})_3$

相对分子质量:77.99(按2011年国际相对原子质量)

4 分型

氢氧化铝阻燃剂根据产品的粒径不同分为四型:ATH-1、ATH-2、ATH-3、ATH-4。

5 要求

5.1 外观:白色粉末。

5.2 氢氧化铝阻燃剂按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标							
	ATH-1		ATH-2		ATH-3		ATH-4	
	一等品	合格品	一等品	合格品	一等品	合格品	一等品	合格品
氧化铝(Al_2O_3) $w/\%$	≥ 64.0	63.5	64.0	63.5	64.0	63.5	64.0	63.5
三氧化二铁(Fe_2O_3) $w/\%$	≤ 0.02							
氧化钠(Na_2O) $w/\%$	≤ 0.4							
灼烧失量 $w/\%$	34.0~35.0							
附着力 $w/\%$	≤ 0.3	0.8	0.3	0.8	0.3	0.8	0.3	0.8
白度/度	≥ 93	90	93	90	93	90	93	90
pH(100 g/L, 悬浮液)	8.5~10.5							
重金属($\text{Cd}+\text{Hg}+\text{Pb}+\text{Cr}^{6+}+\text{As}$) $w/\%$	≤ 0.010							
粒径(D_{50})/ μm	1~4		5~10		11~15		16~20	

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、试剂和制品,在没有注明其它规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 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。

6.4 氧化铝含量的测定

6.4.1 方法提要

在试液中先加入已知过量的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,与被测组分络合完全,剩余的乙二胺四乙酸二钠用硝酸铅标准滴定溶液滴定,根据硝酸铅标准滴定溶液的消耗量,即可求得氧化铝的含量。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 盐酸。

6.4.2.2 乙醇。

6.4.2.3 氨水溶液:1+10。

6.4.2.4 盐酸溶液:1+100。

6.4.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 5.5;

称取 200 g 乙酸钠,溶于水,加入 10 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

6.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.4.2.7 硝酸铅标准滴定溶液: $c(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2)\approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.4.2.8 二甲酚橙指示液:2 g/L。

6.4.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸,煮沸,直至试样全部

溶解,溶液清澈(约 25 min),趁热过滤。滤液置于 250 mL 容量瓶中,用热水洗涤,洗液并入容量瓶,冷却后用水稀释到刻度,摇匀。移取 50 mL 试液至 250 mL 锥形瓶中,加氨水溶液中和,析出白色沉淀,再滴加盐酸溶液至沉淀恰好消失。加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、50 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,煮沸 10 min,冷却。加入相当于溶液体积二分之一的乙醇和 2 滴~3 滴二甲酚橙指示液,用硝酸铅标准滴定溶液进行滴定,至溶液由黄色变为酒红色即为终点。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

6.4.4 结果计算

氧化铝的含量以氧化铝(Al_2O_3)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1)cM \times 10^{-3}}{m \times 50/250} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

V_0 滴定空白试验溶液所消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 滴定试验溶液所消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c 硝酸铅标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m 试料的质量的数值,单位为克(g);

M 氧化铝($1/2\text{Al}_2\text{O}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=50.97$)。

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 0.30 %。

6.5 三氧化二铁含量、氧化钠含量的测定

6.5.1 三氧化二铁含量的测定——分光光度法(仲裁法)

按 YS/T 534.4 的规定进行测定。

6.5.2 氧化钠含量的测定——原子吸收光谱法(仲裁法)

按 YS/T 534.5 规定的方法二:火焰原子吸收光谱法进行测定。

6.5.3 三氧化二铁含量、氧化钠含量的测定——电感耦合等离子体发射光谱法

6.5.3.1 方法提要

试样用硝酸溶解后,用电感耦合等离子体光谱仪测定试样中铁、钠的含量,再换算成三氧化二铁和氧化钠。

6.5.3.2 试剂和材料

6.5.3.2.1 盐酸:优级纯。

6.5.3.2.2 硝酸:优级纯。

6.5.3.2.3 硝酸溶液:1+1。

6.5.3.2.4 铁标准贮备液:铁标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含铁(Fe)1 mg。

6.5.3.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg;

用移液管移取 5 mL 铁标准贮备液于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.3.2.6 钠标准溶液:钠标准溶液(有证标准物质),1 mL 溶液含钠(Na)1 mg。

6.5.3.2.7 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

6.5.3.3 仪器、设备

6.5.3.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.5.3.3.2 调压电热板。

6.5.3.4 分析步骤

6.5.3.4.1 容器的清洗

所有容器均需硝酸溶液浸泡 24 h 后,倒出硝酸溶液,用水充分洗净,待用。

6.5.3.4.2 试验溶液的配制

称取约 0.5 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于烧杯中,加入 2 mL 硝酸溶液,盖上表面皿,在带调压电

热板上低温加热 15 min, 冷却, 加入 5 mL 盐酸, 盖上表面皿在电热板上低温消解, 至试样完全溶解 (约 2 h~3 h), 冲洗表面皿, 洗液并入烧杯, 在电热板上浓缩至约 1.5 mL, 加入少量水, 加热至残余物溶解, 冷却, 转移至 25 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 得到试验溶液, 此溶液用于铁、钠的测定。

同时进行空白试验, 空白试验溶液除不加试样外, 其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

6.5.3.4.3 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 的容量瓶中, 分别移入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的铁标准溶液, 再分别移入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 钠标准溶液, 加入 4 mL 盐酸, 以二级水稀释至刻度, 摇匀。

在电感耦合等离子体光谱仪上, 选择最佳仪器工作条件, 根据表 2 中给出的元素测定波长, 以二级水调零, 测定元素的吸光度。以元素标准溶液的质量浓度为横坐标, 对应的响应值为纵坐标, 绘制工作曲线。

表 2 元素测定波长

元素	铁	钠
测定波长/nm	238.204	589.592

6.5.3.4.4 测定

取制备的试验溶液和空白试验溶液, 使用电感耦合等离子体光谱仪, 以水为参比, 分别在各元素的测定波长处测量其响应值, 从工作曲线上查出元素的质量浓度值。

6.5.3.5 结果计算

氢氧化铝阻燃剂中三氧化二铁或氧化钠的含量以质量分数 w_x 计, 按公式(2)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 25 \times 10^{-6} \times k}{m} \times 100 \% \quad (2)$$

式中:

ρ_1 从工作曲线上查得的试验溶液中测定元素的质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

ρ_0 从工作曲线上查得的空白试验溶液中测定元素的质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

m 试料的质量的数值, 单位为克 (g);

k 测定元素换算成氧化物的系数, 其中铁换算成三氧化二铁的系数 $k_1 = 1.430$; 钠换算成氧化钠的系数 $k_2 = 1.318$ 。

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三氧化二铁不大于 0.002 %, 氧化钠不大于 0.01 %。

6.6 灼烧失量的测定

6.6.1 方法提要

试样在高温下灼烧至质量恒定, 根据试样减少的质量, 确定灼烧失量。

6.6.2 仪器、设备

高温炉: 温度能控制在 $900^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。

6.6.3 分析步骤

称取约 5 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于预先于 $900^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定的瓷坩埚中, 置于高温炉中在 $900^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

6.6.4 结果计算

灼烧失量以质量分数 w_3 计, 按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad (3)$$

式中:

1

m_1 瓷坩埚和试料灼烧前的质量的数值,单位为克(g);

m_2 瓷坩埚和试料灼烧后的质量的数值,单位为克(g);

m 试料质量的数值,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 %。

6.7 附着水的测定

6.7.1 方法提要

试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,根据试样干燥前后的质量变化确定附着水。

6.7.2 仪器、设备

电热恒温干燥箱;温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.7.3 分析步骤

用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定。

6.7.4 结果计算

附着水以质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

m_1 干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 干燥后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m 试料质量的数值,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 0.03 %。

6.8 白度的测定

6.8.1 仪器

6.8.1.1 白度计。

6.8.1.2 工作白板:符合 GB/T 23774—2009 规定的工作标准白板。

6.8.2 分析步骤

取一定量的试样放入压样器中,压制成表面平整、无纹理、无斑点、无污点的试样板。每批产品需压制 3 件试样板。

按仪器的使用说明预热稳定仪器,调零,用工作白板调校仪器。将试样板置于仪器上测定试样的 R157 白度。

6.8.3 结果计算

按 GB/T 23774—2009 中 6.1 条规定读出白度值。

6.9 pH 的测定

6.9.1 方法提要

试样置于水中,经搅拌加热形成悬浮液,用配有复合电极或玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极的酸度计测量试验溶液的 pH。

6.9.2 试剂和材料

无二氧化碳的水。

6.9.3 仪器

6.9.3.1 酸度计:分度值为 0.02,配有复合电极或玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极。

6.9.3.2 电磁搅拌器:带有加热功能。

6.9.4 测定步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加无二氧化碳的水至 100 mL,置于电磁搅拌器上搅拌并加热 30 min,静置,冷却至室温,用酸度计测量悬浮液的 pH。

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 重金属(Cd+Hg+Pb+Cr⁶⁺+As)的测定

按 YS/T 667.1、YS/T 667.2 的规定进行测定。

6.11 粒径的测定

6.11.1 方法提要

在放有分散剂的样品池中,将试样通过超声手段分散成适当浓度,按照激光粒度测定仪的操作要求进行粒径的测定,选择 D_{50} 值作为测定结果。

6.11.2 试剂和材料

焦磷酸钠。

6.11.3 仪器

激光粒度仪;量程应满足检测的粒径范围,具备超声分散、电磁循环及数据分析处理功能。

6.11.4 分析步骤

取适量试样,置于已放入少量焦磷酸钠分散剂并确认了仪器背景的样品池中,分散剂的加入量为介质质量的 0.2%~0.5%,将试样用超声手段在分散介质中分散成适当浓度,将激光粒度仪的相关参数调整到仪器最佳使用状态,按照激光粒度仪的操作步骤测定试样的粒径(D_{50})。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常情况下每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

7.1.2 出厂检验

要求中规定的氧化铝含量、灼烧失量、附着水、白度、pH、粒径六项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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氢氧化铝阻燃剂为一批。每批产品不超过 500 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶(或塑料袋)中,密封,瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、型号、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,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定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 氢氧化铝阻燃剂包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、

净含量、批号或生产日期和本标准编号以及 GB/T 191—2008 所规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的氢氧化铝阻燃剂应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 氢氧化铝阻燃剂产品采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用聚丙烯塑料编织袋。包装内袋采用热合压制或用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外包装袋应牢固缝合,无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 20 kg 或 25 kg,也可根据用户要求进行包装。

9.2 氢氧化铝阻燃剂在运输过程中应有遮盖物,防止污染、破损,防止雨淋、受潮、暴晒。

9.3 氢氧化铝阻燃剂应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮。

中国标准出版社

中华人民共和国
化工行业标准
氢氧化铝阻燃剂

HG/T 4530—2013

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100013）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张4 字数16千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1-20

购书咨询：010-64188888

售后服务：010-64188999

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00元

版权所有 违者必究