

ICS 71.100.040

G71

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

阻燃化学品 二乙基次磷酸铝

Flame retardant chemical Aluminum diethylphosphinate

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

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：浙江新化化工股份有限公司、江苏利思德新材料有限公司、浙江旭森阻燃剂股份有限公司、寿光普尔化工有限公司、杭州传化华洋化工有限公司、辽宁金发生物材料有限公司、北京理工大学、山东泰星新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：刘圣发、罗珍、汪宏星、李金忠、杨建伟、李金玉、麻景龙、刘军、程主刚、乔涛、敬新柯、李积德、李向梅、乔志川

征求意见稿

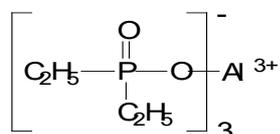
阻燃化学品 二乙基次磷酸铝

1 范围

本文件规定了阻燃化学品二乙基次磷酸铝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以次磷酸钠、乙烯和硫酸铝为原料在引发剂作用下而制得阻燃化学品二乙基次磷酸铝。主要应用于阻燃热塑性弹性体、热塑性和热固性塑料的阻燃剂。

主要成分化学式： $C_{12}H_{30}O_6P_3Al$

主要成分结构式：



相对分子质量：390.27（按 2022 年国际相对原子质量）

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 191 包装储运图示标志
- 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 16913-2008 粉尘物性试验方法 第 4.3 部分：堆积密度的测定（自然堆积法）
- GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法
- GB/T 27761 热重分析仪失重和剩余量的试验方法
- HG/T 6103-2022 阻燃化学品磷含量测试方法

3 技术要求

3.1 外观

二乙基次磷酸铝的外观为白色粉末。

3.2 技术要求

二乙基次磷酸铝应符合表 1 所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目		指 标
磷含量 wt%		23.3~24.0
2%热失重温度 °C	≥	320
水分 wt%	≤	0.50
堆积密度 (kg/m ³)		100~700
粒径(D50) μm	≤	50.0
粒径(D95) μm	≤	80.0

4 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。

4.1 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 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 外观判别

在自然光下用目视法判别外观。

4.3 磷含量的测定

按HG/T 6103-2022 规定的硫酸消解法进行。

4.4 2%热失重温度的测定

4.4.1 方法提要

本方法采用热失重分析仪测量物质的热失重温度，以此评价物质的热稳定性。

4.4.2 试剂

高纯氮气：纯度(体积分数)为 99.999 %。

4.4.3 仪器

热失重分析仪

4.4.4 试样制备

取约 2g 试样放入 105℃干燥箱内，干燥 60min，取出放入干燥器中冷却至室温，备用。

4.4.5 测试条件

初始温度50 °C，以10 °C/min升温至800 °C，样品室保护气氛为干燥空气，流量为20 mL/min。

4.4.6 测定

根据仪器操作规程要求，对试验仪器进行温度校准。称取约10 mg试样，精确至0.0002g，放入预先高温灼烧至恒重的坩埚中，之后根据仪器操作规程及测试条件，启动仪器，记录热失重曲线，读取试样失重为2%时的温度，重复测试两次。

4.6.7 结果计算

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小于等于 15℃。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6284 的测试方法进行测试，试样称取 $5.0\text{g} \pm 0.1\text{g}$ ，精确至 0.002g。

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小于等于 0.05%。

4.6 堆积密度的测定

4.6.1 仪器设备

4.6.1.1 电子天平:精度0.002g

4.6.1.2 按 GB/T 16913-2008 规定的松装密度测试仪。

4.6.1.3 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^\circ\text{C}$

4.6.2 试验步骤

4.6.2.1 试样制备

取约 500g 试样放入 105°C 干燥箱内，干燥 4h，取出放入干燥器中冷却至室温备用。

4.6.2.2 测定

按GB/T 16913-2008 第4.3部分的规定进行。

4.7 粒径的测定

4.7.1 仪器设备

激光粒度仪。

4.7.2 试剂

乙醇：分析纯（95%）

4.7.3 试验步骤

按照 GB/T 19077 的测试方法进行测试：将 20mL-40mL 乙醇装入到 50mL 的烧杯中，再加入（ 0.2 ± 0.02 ）g 试样，放入超声波中分散 3min，再取适量分散好的试样加入到激光粒度仪的样品池中，以水为分散介质，进行超声循环，按激光粒度仪的操作规程进行测试，连续测量取其测量平均值即为试样的粒径分布结果，得到粒径分布数据 D50、D95，结果保留 1 位小数，两次平行测定结果的绝对差值小于等于 3%。

5 检验规则

5.1 表 1 中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

5.2 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同一型号的二乙基次磷酸铝为一批。每批产品不超过 50t。

5.3 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 3/4 处采样。将所采试样混匀，用四分法缩分至约 500g，立即分装入两个干燥、清洁的广口瓶(或自封袋)中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、批号和采样日期、采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间一般为 2 年，也可以由生产企业根据需要确定。

5.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的采样单元中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

5.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

6 标志

二乙基次磷酸铝包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、净含量、批号或生产日期、生产厂名、厂址、本文件编号及 GB/T 191 中规定的“怕雨”标志。

7 包装、运输和贮存

7.1 包装

阻燃化学品 二乙基次磷酸铝应包装在清洁、干燥、密封良好的有塑料内袋的纸袋或其它材料的包装袋中，包装袋应严加密封。

7.2 运输

阻燃化学品 二乙基次磷酸铝运输在运输过程中，应防止日晒、雨淋、受潮。

7.3 贮存

阻燃化学品 二乙基次磷酸铝产品应放在通风、干燥的库房内，防止受潮，不得与有毒有害物质混贮，防止污染。产品自生产之日起，贮存期为 24 个月。超过贮存期可按本文件规定再检验，如符合质量要求仍可继续使用。

制定《阻燃化学品 二乙基次磷酸铝》行业标准

编制说明

征求意见稿

浙江新化化工股份有限公司

2024年6月

制定《阻燃化学品 二乙基次磷酸铝》行业标准编制说明

1 任务来源

根据工业和信息化部 2022 年下达的标准制修订计划，制定《阻燃化学品 二乙基次磷酸铝》行业标准（计划号 2022-0012T-HG）的完成年限为 2024 年。本次制标的技术归口单位为全国化学标准化技术委员会，起草单位为浙江新化化工股份有限公司（以下简称新化化工）。

制定标准的目的和意义：近年来我国阻燃化学品二乙基次磷酸铝产业得到了较大的发展，在生产水平，产品质量上均有很大的提高，在国际市场的竞争力也逐步增强，但目前尚未制定统一的行业标准，各企业执行的企业标准技术指标和分析方法不统一。为了规范产品在生产、销售和市场竞争中获得最佳秩序，维护企业和用户的权益；也使企业有一个规范性标准文件来科学地指导生产，提高产品在国内、国际市场上的竞争力，特制定阻燃化学品二乙基次磷酸铝行业标准。

2 产品及行业概况

2.1 行业及产品综合情况

阻燃化学品二乙基次磷酸铝是一种基于二乙基次磷酸盐的无卤、绿色环保型阻燃剂，外观为白色粉末。该产品不溶于水和有机溶剂，易溶于强酸、强碱溶液。具有高效阻燃、高热稳定性、低烟、粒度小、比重小、分散性和相容性好等特点，作为一种高效绿色环保的无卤阻燃剂被广泛应用于热塑性塑料和热固性塑料、纤维及纺织品等产品的阻燃，如热塑弹性体 TPE、尼龙（PA6、PA66、PPA）、环氧树脂、聚酯（PET、PBT）等塑料的阻燃。本产品既可单独使用，也可与三聚氰胺聚磷酸盐 MPP、三聚氰胺氰尿酸 MCA 等阻燃剂配合使用，其效果更佳。二乙基次磷酸铝既能在凝聚相中发挥作用，促进聚合物成碳，同时也能除去燃烧区高能量的自由基，兼具环境和健康友好的特性。

全球产能约 47500 吨，国外主要生产厂家德国科莱恩，年产量为：28000 吨。国内主要生产厂家和年产量为：浙江新化化工股份有限公司（产能 2000 吨）、辽宁金发生物材料有限公司（产能 5000 吨）、威海海润新材料科技有限公司（产能 2000 吨）、江苏利思德新材料有限公司（产能 4000 吨）、福建新安科技有限公司（产能 5000 吨）、杭州传化迅安科技有限公司（1000 吨）、兰州瑞朴科技有限公司（5000 吨）。

3 标准编制的原则和确定标准主要技术内容的依据

为了保证本标准的编制质量、先进性及可操作性，本标准在技术指导的确定过程中着力使其符合我国相关政策和法规要求，完全按照 GB/T 1.1-2020 的格式和结构要求进行编写。

此次制定主要参照国内外主要生产企业的产品质量规格要求进行标准编制。

经查阅国内外相关资料，检索到国内相关企业销售指标及德国科莱恩的质量指标《阻燃化学品 二乙基次磷酸铝规格单》。拟定标准的技术指标综合考虑了国内主要阻燃化学品二乙基次磷酸铝生产企业销售指标及国内外用户的需求。拟定行业标准与国内外产品标准指标对比表见附表 1。

表 1 拟制定行业标准

项 目	指 标
磷含量 $wr\%$	23.3~24.0
2%热失重温度 $^{\circ}\text{C}$ \geq	320
水分 $wr\%$ \leq	0.50
堆积密度 (kg/m^3)	100~700
粒径 (D50) μm \leq	50.0
粒径 (D95) μm \leq	80.0

征求意见稿

表2 国内产品标准指标对比表

国内企业标准 项目	新化化工			利思德					科莱恩			传化迅安	
	XHPFR1010	XHPFR1015	XHPFR1040	8001	8002	8003	8004	8025	OP935	OP930	OP1230	1	2
外观	/			白色固体粉末					白色粉末			白色粉末	
磷含量 wt/%	23.3~24.0			23.3~24.0					23.3~24.0			23.3~24.0	
2%热失重(分解) 温度/℃	≥300	≥300	≥300	≥300	≥300	≥350	≥350	≥300	>300	>300	>300	≥350	≥350
水分 wt/%	≤0.50	≤0.50	≤0.50	≤0.50	≤0.50	≤0.20	≤0.20	≤0.50	≤0.5	≤0.5	<0.2	≤0.50	≤0.50
堆密度/(kg/m ³)	200~400	300~500	400~700	200~400	150~350	400~600	400~600	100~300	100~250	100~250	400~600	500~700	200~450 0
粒径(D50)/μm	/	/	20~40	<10.0	/	20.0~50.0	40.0~80.0	/	/	<10	20~40	20.0~50.0	≤3.0
粒径(D95)/μm	≤10.0	≤15.0	/	≤20.0	≤10.0	/	/	≤5.0	≤10	<20	/	≤100	≤10.0

项 目	国内企业标准		
	金发生物		
	BEP-22E	BEP-F22B	BEP-22G
外观	白色固体粉末		白色固体颗粒
磷含量 w/%	23.3~24.0		
2%热失重（分解） 温度/°C	≥350	≥350	≥350
水分 w/%	≤0.40	≤0.60	≤0.40
堆密度/(kg/m ³)	400~700	150~300	300~700
颗粒强度/N	/	/	≥5
粒径(D50)/μm	25-50	/	/
粒径(D95)/μm	/	≤10.0	/

4 标准制定过程

2023年5月标准起草工作组与起草单位共同收集和汇总国内外产品标准和试验方法等资料，编制工作方案及征求意见稿初稿。

2023年12月召开制定标准工作会议，讨论提出征求意见稿，并根据分工进行试验工作。

2024年5月标准起草工作组与起草单位共同编制《阻燃化学品二乙基次磷酸铝》行业标准和编制说明的草案，并征求生产厂、用户和相关单位意见，根据意见修改提出预审稿，边召开行业预审会，根据修改意见提出送审稿。

2024年?月标准送审稿送全国化学标准化技术委员会秘书处接受技术委员会审查。

根据审定会议纪要对标准进行修改，形成报批稿。

5 制标内容

5.1 标准名称、标准适用范围

标准名称定为《阻燃化学品 二乙基次磷酸铝》。本标准适用于以次磷酸钠、乙烯和硫酸铝为原料在引发剂作用下而制得阻燃化学品二乙基次磷酸铝。

5.2 引用标准

引用及参考标准有：

- GB/T 191 包装储运图示标志
- 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 16913-2008 粉尘物性试验方法 第4.3部分：堆积密度的测定（自然堆积法）
- GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法
- GB/T 27761 热重分析仪失重和剩余量的试验方法
- HG/T 6103-2022 阻燃化学品磷含量测试方法

5.3 项目、指标的设置

阻燃化学品二乙基次磷酸铝的外观是产品的基本定性表征，可以作为合格产品的初步判别，但判别方法一般是采用无标准样品做参照的感官目测法，可能会出现观察结论的不一致。本标准将外观为白色粉末只作为对合格产品的定性描述，未列在技术要求中。

根据行业状况及各客户需求，阻燃化学品二乙基次磷酸铝行业标准，拟制定标准技术指标详见表 2

表 3 阻燃化学品 二乙基次磷酸铝技术指标

项 目		指 标
磷含量 wt%		23.3~24.0
2%热失重温度 °C	≥	320
水分 wt%	≤	0.50
堆积密度 (kg/m ³)		100~700
粒径 (D50) μm	≤	50.0
粒径 (D95) μm	≤	80.0

6 试验方法的确定和试验验证工作

6.1 外观判别

在自然光下用目视法进行判别。

6.2 磷含量的测定

磷含量测定时样品处理用硫酸-消解法，使样品中的磷充分转化成正磷酸根，含磷溶液中的正磷酸根离子，在酸性介质中与喹钼柠酮溶液生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，测定磷含量。具体按HG/T 6103-2022第5.4.5条款进行。

按 HG/T 6103-2022 规定测定的二乙基次磷酸铝磷含量的试验数据见试验报告。

6.2 2%热失重温度的测定

6.2.1 方法提要

采用按 GB/T 27761 规定的热重分析仪，测量物质在空气的气氛中被加热时的质量变化，以此评价物质的热稳定性，该物质在 2%质量损失时的温度为所述热失重温度。

6.2.2 测试条件

初始温度50℃，试样（在105℃下干燥2 h后）在干燥空气气氛中，流量20ml/min，以10℃/min速率升温至800℃，天平保护气流为高纯氮气。

按照上述测试条件测定二乙基次磷酸铝的 2%热失重温度试验数据见试验报告。

6.3 水分的测定

按照 GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法干燥减量法测定水分。二乙基次磷酸铝的

水分试验数据见试验报告。

6.4 堆密度的测定

将（预先在105℃先干燥4 h后自然冷却）的试样从漏斗口在一定高度自由下落充满量筒，测定松装状态下量筒内单位体积试样的质量，即试样的堆积密度。按GB/T 16913规定的松装密度测试仪，测定二乙基次磷酸铝的堆密度试验数据见试验报告。

6.5 粒径的测定

颗粒样品以合适的浓度分散于适宜的液体中，使其通过单色光束（通常是激光），当光遇到颗粒后以不同角度散射，由多元探测器测量散射光，存储这些与散射图样有关的数值并用于随后的分析。通过适当的光学模型和数学过程，转换这些量化的散射数据，得到一系列离散的粒径段上的颗粒体积相对于颗粒总体积的百分比，从而得出颗粒粒度体积分布数据D50、D95。按照GB/T 19077规定的激光粒度仪，测定二乙基次磷酸铝的粒径分布D50、95试验数据见试验报告。

7 标准水平评价

本标准建议为推荐性标准。

本标准的编写符合国家的标准编写规则要求，试验方法根据阻燃化学品二乙基次磷酸铝产品的特点尽可能采用国家通用试验方法。

考虑到客户的不同需求，本标准设置的各项技术指标满足行业 and 客户需求，测定方法或仪器均采用国家通用试验方法，本标准技术指标先进，试验方法准确、可靠。检验方法达到国际先进水平。

8 本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

与现有标准、制定中标准是协调配套的，没有与其他行业、领域交叉、不协调的情况。

9 涉及国内外专利的情况

该项目不涉及国内外专利与知识产权问题。

附：各单位产品质量数据

附表 1-1 浙江新化化工股份有限公司 工业用阻燃化学品 二乙基次磷酸铝 连续 10 批试验数据

批次	磷含量 /%	2%热失重温度 /℃	水分/%	堆密度/(kg/m ³)	粒径(D50)/μm	粒径(D95)/μm
2032309011	23.51	370	0.07	585	28.4	62.4
2032309041	23.42	366	0.08	590	29.2	57.4
2032309051	23.54	372	0.09	590	28.7	66.0
2032309081	23.35	373	0.06	590	29.5	65.8
2032309111	23.31	376	0.07	588	27.1	60.7
2032309121	23.38	366	0.09	588	27.1	60.4
2032309131	23.63	373	0.11	588	26.7	62.3
2032309141	23.55	379	0.09	588	29.3	64.9
2032309181	23.47	368	0.08	590	29.9	57.5
2032309191	23.58	372	0.08	590	30.7	61.6

附表 1-2 江苏利思德新材料有限公司 工业用阻燃化学品 二乙基次磷酸铝 连续 10 批试验数据

批次	磷含量 /%	2%热失重温度 /℃	水分/%	堆密度/(kg/m ³)	粒径(D50)/μm	粒径(D95)/μm
231100503	23.48	439.4	0.04	502	33.32	68.04
231100703	23.28	439.8	0.06	503	31.11	64.23
231100903	23.47	440.2	0.04	511	31.51	64.94
231101103	23.39	443.2	0.06	515	33.19	68.14
231101303	23.31	439.2	0.05	512	31.71	65.61
231101503	23.5	438.7	0.06	498	31.87	65.9
231101703	23.44	442	0.06	508	29.55	61
231101903	23.48	436.9	0.07	502	31.23	62.33
231102103	23.35	429.4	0.06	504	32.51	70.59
231200103	23.55	440.1	0.05	502	33.15	64.18

附表 1-3 杭州传化迅安科技有限公司 工业用阻燃化学品 二乙基次磷酸铝 连续 10 批试验数据

批次	磷含量 /%	最低分解温度 2%/℃	水分/%	堆密度/(kg/m ³)	粒径(D50)/μm	粒径(D95)/μm
231120001H	23.68	416.8	0.12	560	25.8	61.9
231120002H	23.76	419.5	0.09	550	26.7	60.8
231120003H	23.72	422.3	0.11	570	27.8	63.1
231120004H	23.65	418.9	0.13	550	30.2	64.7
231120005H	23.49	419.5	0.13	540	32.6	66.3
231204001H	23.56	423.3	0.12	560	31.5	65.9
231204002H	23.58	422.1	0.11	570	27.9	59.3
231204003H	23.67	418.7	0.10	560	28.8	63.1
231204004H	23.63	419.5	0.08	530	29.1	60.8
231215001H	23.67	420.6	0.10	565	28.8	62.5

附表 1-4 金发生物材料有限公司 工业用阻燃化学品 二乙基次磷酸铝 连续 10 批试验数据

批次	磷含量 /%	最低分解温度 2%/℃	水分/%	堆密度/(kg/m ³)	粒径(D50)/μm	粒径(D95)/μm
231201A	23.81	412.2	0.11	510	37.1	62.1
231202A	23.56	415.6	0.13	520	39.2	61.5
231203A	23.74	420.5	0.10	550	38.2	59.8
231204A	23.73	418.2	0.07	520	36.5	59.5
231205A	23.51	418.5	0.08	510	37.1	60.4
231206A	23.46	415.1	0.05	530	39.3	62.8
231207A	23.71	421.8	0.10	520	39.9	63.2
231208A	23.64	417.2	0.17	540	37.5	61.6
231209A	23.69	419.8	0.09	550	35.6	60.1
231210A	23.74	418.1	0.11	525	38.2	58.9

征求意见稿