

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4833—XXXX

代替 HG/T 4833-2015

工业次磷酸铝

Aluminium hypophosphite for industrial use

(征求意见稿)

— XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 实施

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。

本文件代替HG/T 4833—2015《工业次磷酸铝》，与HG/T 4833—2015相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了合格品等级及指标（见 2015 年版的 5.2）；
- b) 更改了 pH（100 g/L 悬浊液）、白度、1 %热失重温度指标值（见 5.2，2015 年版的 5.2）；
- c) 增加了氯化物（以 Cl 计）、硫酸盐（以 SO₄ 计）与粒度分布指标及试验方法（见 5.2、6.9、6.10、6.11）；
- d) 更改了 1 %热失重温度测定方法（见 6.8，2015年版的 6.8）；
- e) 更改了“批量”与产品包装（见 7.2、9.1，2015年版的 7.2、9.1）。

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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2015 年首次发布为 HG/T 4833—2015；

——本次为第一次修订。

工业次磷酸铝

警告：按 GB 12268 的规定，本产品属 4 类第 4.1 项易燃固体，操作时，应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业次磷酸铝的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业次磷酸铝。

注：该产品用于橡胶、塑料、涂料等高分子材料生产行业，用作织物阻燃剂、合成材料阻燃剂等。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

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方法和判定

GB 12268—2012 危险货物品名表

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

GB/T 23774 无机化工产品白度测定的通用方法

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 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

1 %热失重温度 1 % weight loss temperatures

试样在加热升温情况下发生分解，质量减少量达到1 %时对应的温度。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_2)_3$

相对分子质量：221.94（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：白色结晶或粉末。

5.2 工业次磷酸铝按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
次磷酸铝 $[\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_2)_3]$ /w/% \geq	97.0	95.0
pH（100 g/L 悬浊液）	3.0~4.0	
重金属（以 Pb 计）/w/% \leq	0.005	
干燥减量/ w/% \leq	0.3	
白度 \geq	95	92
1 %热失重温度 / $^{\circ}\text{C}$ \geq	295	
氯化物（以 Cl 计）/ w/% \leq	0.02	0.04
硫酸盐（以 SO_4 计）/w/% \leq	0.05	0.1
粒径（ D_{50} ）/ μm	协 商	

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

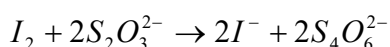
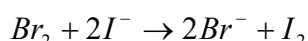
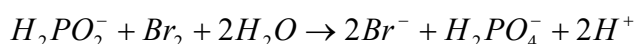
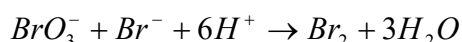
6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 次磷酸铝含量测定

6.3.1 原理

试样用碱溶解，次磷酸根与溴酸钾和溴化钾经硫酸酸化后生成的溴反应，剩余的溴与碘化钾定量反应生成碘，以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定产生的碘，根据滴定体积确定次磷酸铝的含量。



6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 硫酸溶液：1+9。

6.3.2.2 碘化钾溶液：200 g/L。

只限于使用无色溶液。

6.3.2.3 氢氧化钠溶液：80 g/L。

6.3.2.4 溴溶液： $c(1/2\text{Br}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 2.78 g 溴酸钾和 10 g 溴化钾，精确至 0.01 g，加水溶解，稀释至 1 000 mL。

6.3.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.6 淀粉指示液：10 g/L。

6.3.3 试验步骤

称取约 1 g 试样（精确至 0.000 2 g）。置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，再加入 10 mL~15 mL 氢氧化钠溶液，搅拌使其全部溶解，然后全部转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 500 mL 碘量瓶中。用移液管加 50 mL 溴溶液，快速加 10 mL 硫酸溶液，立即盖好瓶塞，水封，并缓慢摇匀。在暗处于 25 °C~30 °C 放置 1 h。然后迅速加入 10 mL 碘化钾溶液（应在液封条件下操作，避免溴蒸气从碘量瓶中逸出），盖紧瓶塞，水封，缓缓摇匀。10 min 后，用少量水冲洗瓶塞，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色，加入 2 mL 淀粉指示液，继续滴定至溶液蓝色消失即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

6.3.4 试验数据处理

次磷酸铝含量以次磷酸铝 $[\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_2)_3]$ 的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_1)cM \times 10^{-3}}{m \times 25/500} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠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 ——次磷酸铝[1/12 Al(H₂PO₂)₃]的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=18.50$ ）。

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 0.3 %。

6.4 pH（100 g/L 悬浊液）的测定

6.4.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

6.4.2 试验步骤

称取 10.00 g±0.01 g 试样，置于 200 mL 烧杯中，加 100 mL 无二氧化碳的水，充分搅拌后，在电炉上煮沸 5 min，再冷却至室温，加入水至 100 mL，用 pH 计测定。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.1。

6.5 重金属（以 Pb 计）含量的测定

6.5.1 原理

试样用盐酸溶液溶解后，在弱酸介质（pH≈3.5）中，负二价硫离子与试验溶液中的重金属离子生成棕褐色沉淀，与同法处理的铅标准比色溶液比对。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.5.2.2 氨水溶液：1+2。

6.5.2.3 乙酸盐缓冲溶液（pH≈3.5）。

称取 25.0 g 乙酸铵，加入 25 mL 水溶解，加入 45 mL 盐酸溶液（1+1），再用稀盐酸或稀氨水调节 pH 值至 3.5，用水稀释至 100 mL。

6.5.2.4 硫化钠溶液。

6.5.2.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅 0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅（Pb）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

6.5.2.6 酚酞指示液：10 g/L。

6.5.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 150 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 10 mL 盐酸溶液，边加热边搅拌，使其全部溶解后，冷却至室温，再用氨水溶液调至 $\text{pH} \approx 3.5$ ，然后全部转移至 50 mL 比色管中，加入 5 mL 乙酸盐缓冲溶液、 1 mL 硫化钠溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min 。

标准比色溶液是移取要求量的铅标准溶液 5.00 mL ，与试样同时同样处理。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比色溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所颜色深于标准比色溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.6 干燥减量测定

6.6.1 原理

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减少量确定干燥减量。

6.6.2 仪器设备

6.6.2.1 称量瓶： $\Phi 60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

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

6.6.3 试验步骤

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 10 g 试样（精确至 0.0002 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。

6.6.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

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

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，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 0.03% 。

6.7 白度测定

按 GB/T 23774 的方法测定蓝反白度。

6.8 1%热分解温度测定

按 GB/T 27761 的方法进行测定。所用试样为已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的试样。

6.9 氯化物含量的测定

6.9.1 目视比浊法

6.9.1.1 原理

用硝酸介质中，加入硝酸银溶液，氯离子与银离子生成氯化银白色沉淀，与同方法处理的氯标准比浊溶液进行比较。

6.9.1.2 试剂或材料

6.9.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.9.1.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.9.1.2.3 氯标准溶液：1 mL 溶液含氯 0.1 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯（Cl）标准液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.9.1.3 试验步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加入 5 mL 硝酸溶液，边加热边搅拌，使其全部溶解，冷却至室温后，全部转移至 50 mL 比色管中，加入 2 mL 硝酸银溶液，加入水至刻度，摇匀，置于暗处放置 10 min。

标准比浊溶液是移取要求量氯标准溶液（优等品 2.00 mL 或一等品 4.00 mL），与试验溶液同时同样处理。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.9.2 电位滴定法

6.9.2.1 原理

酸性溶液中，在自动电位滴定仪上用硝酸银溶液滴定，由仪器判断滴定终点，计算氯化物含量。

6.9.2.2 试剂或材料

6.9.2.2.1 硝酸溶液：2+3。

6.9.2.2.2 氢氧化钠溶液：200 g/L。

6.9.2.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

按照 HG/T 3696.1 配置并准确稀释 5 倍。

6.9.2.2.4 溴酚蓝指示液：0.1 % 乙醇溶液。

6.9.2.3 试验步骤

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加入适量硝酸溶液，边加热边搅拌，使其全部溶解，冷却至室温后，加适量水，加 1 滴溴酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液调节溶液颜色恰呈黄色，移入 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

准确移取50 mL上述试验溶液，置于电磁搅拌器上搅拌后按GB/T 3050—2000中第6章的规定进行试验，并计算消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

6.9.2.4 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{Cl})=35.45$]；

m ——试料的质量的数值，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 0.005 %。

6.10 硫酸盐含量的测定

6.10.1 目视比浊法

6.10.1.1 原理

用盐酸介质中，加入氯化钡溶液，钡离子与硫酸根生成硫酸钡白色沉淀，与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液进行比较。

6.10.1.2 试剂或材料

6.10.1.2.1 95 %乙醇。

6.10.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.10.1.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

6.10.1.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐 0.01 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐（以 SO_4 计）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

6.10.1.3 试验步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加入 5 mL 盐酸溶液，加热使其溶解后，全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

移取 5.00 mL 试验溶液，置于 25 mL 比色管中，加入 5 mL 乙醇，在不断振摇下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。

标准比浊溶液是移取要求量硫酸盐标准溶液（优等品 2.50 mL 或一等品 5.00 mL），与试验溶液同时同样处理。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定

的指标要求。

6.10.2 分光光度法

6.10.2.1 原理

在酸性介质中，硫酸根与钡离子生成硫酸钡沉淀，当硫酸根含量较低时，在一定时间硫酸钡呈悬浮体，加入丙三醇溶液稳定悬浮物，使用分光光度计，在420 nm波长处，采用工作曲线法测定硫酸盐含量。

6.10.2.2 试剂或材料

6.10.2.2.1 盐酸溶液：1+3。

6.10.2.2.2 氯化钡溶液：250 g/L，用氯化钡（BaCl₂·2H₂O）配制。

6.10.2.2.3 丙三醇溶液：1+1。

6.10.2.2.4 硫酸盐标准溶液：1mL 溶液含硫酸盐（SO₄）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.3 仪器设备

分光光度计。

6.10.2.4 试验步骤

6.10.2.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL硫酸盐标准溶液，置于6个50 mL容量瓶中，加入1 mL盐酸溶液，再加入5 mL氯化钡溶液和10 mL丙三醇溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置30 min。于分光光度计，420 nm波长下，使用2 cm的比色皿，以水调零，测量其吸光度。以硫酸盐的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.10.2.4.2 试验

称取1.00 g±0.01 g试样，置于50 mL烧杯中，加入少量水润湿，加入适量盐酸溶液，加热使其溶解后，再加入5 mL氯化钡溶液和10 mL丙三醇溶液，转移至50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，静置10 min。于分光光度计，420 nm波长下，使用2 cm的比色皿，以水调零，测量其吸光度。根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中硫酸盐的质量。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试样完全相同，并同样处理。

6.10.2.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸盐（SO₄）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——由工作曲线上查得试验溶液中硫酸盐的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——由工作曲线上查得空白试验溶液中硫酸盐的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料的质量的数值，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0.01 %。

6.11 粒度分布的测定

称取 3 g~5 g 试样，以水为分散介质，按 GB/T 19077 中规定的方法测定试样粒度分布。

7 检验规则

7.1 本文件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，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一等级的工业次磷酸铝为一批。每批产品不超过 10 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。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、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，保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，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文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志、标签和随行文件

8.1 工业次磷酸铝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、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190 中规定的“易燃固体”标签和 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”“怕晒”标志、符合 GB 15258 的安全标签以及国家规定的其他标识、标签。

8.2 每批出厂的工业次磷酸铝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、等级、净含量、批号或生产日期及本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业次磷酸铝采用双层包装，内包装采用聚乙烯薄膜塑料袋或铝箔袋，严密扎口或热封口，外袋采用覆膜牛皮纸袋，严密缝合。每袋净含量为 25 kg、50 kg 或 1000kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 工业次磷酸铝在运输过程中应按照危险货物运输要求运输，轻装、轻卸，防止包装损坏，防止雨淋、受热、受潮，禁止与氧化剂、酸类等物品混装混运。

9.3 工业次磷酸铝应按照易燃固体相关贮存要求贮存，在贮存过程中应防止雨淋、受热、受潮和散失，禁止与氧化剂、酸类等物品混贮。