**修订《工业次磷酸铝》化工行业标准编制说明**

**（征求意见稿）**

1. 任务来源及简要编制过程

1.1 任务来源

根据国家工业和信息化部文件“工信厅科函〔2024〕18号《工业和信息化部办公厅关于印发2024年第一批行业标准制修订计划的通知》”的要求，于2025年9月15日前完成《工业次磷酸铝》HG/T 4833-2015化工行业标准的修订工作，计划编号为：2024-0174T-HG，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。

主要起草单位有：昆明宝琢化工有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等。

1.2 简要编制过程

1.2.1 调研阶段

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）接到国家工业和信息化部文件“工信厅科函〔2024〕18号《工业和信息化部办公厅关于印发2024年第一批行业标准制修订计划的通知》”后，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）即展开了《工业次磷酸铝》化工行业标准修订的前期准备工作，向各有关生产企业发制标调查函，广泛征求行业内企业、用户对标准修订的意见，查阅相关资料，整理归纳分析总结回函意见，组建成立标准起草小组，编制完成标准修订文献小结。

1.2.2 工作方案会阶段

2024年8月8日标准起草小组于黑龙江省哈尔滨市召开标准方案会议，会议主要讨论结果如下：

1. 范围中修改尼龙等为“等高分子材料生产”；
2. 规范性引用文件中修改GB/T 13464  物质热稳定性的热分析试验方法为“热重分析仪法”标准；
3. 产品指标修改如下：

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项 目 | | 指 标 | |
| 优等品 | 一等品 |
| 次磷酸铝[Al(H2PO2)3] *w*/% | ≥ | 97.0 | 95.0 |
| pH（100 g/L悬浊液） |  | 3.0～4.0 | |
| 重金属（以Pb计）*w*/% | ≤ | 0.005 | |
| 干燥减量 *w*/% | ≤ | 0.3 | |
| 白度 | ≥ | 95 | 92 |
| 1 %热失重温度 /℃ | ≥ | 295 | |
| 氯化物（以Cl计） *w*/% | ≤ | 0.02 | 0.04 |
| 硫酸盐（以SO4计）*w*/% | ≤ | 0.05 | 0.1 |
| 粒径 |  | 协 商 | |

1. 重金属指标检测方法依照企业提供数据确定是否添加ICP方法，如果有数据支撑，则添加作为并列方法；
2. 1%热分解温度测定方法修改为GB/T 27761 热重分析仪法；
3. 氯化物采用限量比浊或电位滴定法、分光光度法，依照具体情况确定；采用硝酸溶液溶样；
4. 硫酸根测定方法采用限量比浊法，采用盐酸溶液溶样；
5. 粒度给出方法，采用液体分散，激光粒度仪法，以水为分散剂；
6. 检验规则中的批量放大到10t；
7. 包装修改为，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；增加1000kg包装规格；是否增加阀口袋包装类型依照企业情况确定；
8. 混运、混贮删除食品添加剂、饲料等的描述。

**具体工作安排为：**

2024年11月前，生产企业提供工业次磷酸铝企业标准及连续两年的质量月报数据，中海油天津化工研究设计院有限公司负责完成标准征求意见稿及编制说明，生产企业按照确定的试验方法进行累积试验，并提供5-8批实验数据。

1.2.3 上网征求意见阶段

2025年4月底由中海油天津化工研究设计院有限公司负责将标准征求意见稿（草案）和编制说明（草案），发送给全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会各位委员、生产厂及用户，并在www.trici.com.cn网上公开，广泛征求行业内意见，整理汇总回函意见。

1.2.4 预审会阶段

1.2.5 审查报批阶段

1. 目的意义

次磷酸铝简称ALHP，分子式：Al (H2PO2)3，相对分子质量：221.95（按2022年国际相对原子质量），通常为白色结晶或粉末。微溶于水，不易挥发，具有良好的阻燃效力。工业次磷酸铝是一种新型无机磷系阻燃剂，含磷量高，热稳定性好，在塑料加工中不引起聚合物的分解，也不影响塑料模制组合物。在制备和加工热塑聚合物的通常条件下不挥发。使其应用产品具有较高的热稳定性，在加工过程中具有较好的机械性能和较好的抗侯性，含有次磷酸铝的聚合物组合物呈现较高的阻燃性。根据UL94阻燃等级规范，在厚度为0.8mm下，其阻燃级为V-0级，且能使其生产成本降低60%。由于次磷酸铝含磷高、含铝高具有热稳定性好、水溶性小、阻燃效力大等优点，可适用于聚对苯二甲酸四次甲基酯（PBT）、聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）、尼龙（聚酰胺）（PA）、热塑性聚氨酯弹性体橡胶（TPU）、ABS树脂等工程塑料的阻燃改性，阻燃效果明显，着火时间长，放热率和燃烧时产生的热量急剧减少，燃烧后的残炭量增加，阻燃性能达到UL94阻燃等级规范中V-0级，相比国内通用产品，阻燃效果提高了60%，成本价低了35%。

《工业次磷酸铝》HG/T 4833-2015已实施8年，随着行业技术水平的提升，下游用户的新要求，以及国家绿色发展的严格要求，标准中一些项目的设置、指标及试验方法等已不能完全符合产品实际及用户的使用要求，行业对《工业次磷酸铝》修订的呼声越来越高。标准修订后将促进行业技术进步。

本次修订化工行业标准《工业次磷酸铝》HG/T 4833-2015，按照产品的生产和使用的实际情况，对产品中关键性项目、指标及试验方法进行修订和补充，使标准项目更全面、指标更合理、测试方法更加科学、更贴近行业实际，反映产品真实情况，满足下游用户的使用要求，真正起到引领和促进行业进步的作用，达到统一和规范市场的目的，对国内次磷酸铝生产企业的生产管理和销售市场有着十分重要的指导意义。。

1. 产品概况

3.1 产品名称：工业次磷酸铝 英文名：Aluminium hypophosphite for industrial use

3.2 分子式：Al (H2PO2)3  相对分子质量：221.94（按2022年国际相对原子质量）

3.3 产品性质

工业次磷酸铝为白色结晶或粉末。微溶于水，不易挥发，具有良好的阻燃效力。

3.4 产品用途

工业次磷酸铝用于橡胶、塑料、涂料、尼龙等行业，用作织物阻燃剂、合成材料阻燃剂等。

3.5 生产工艺

国内生产工艺是硫酸铝或氯化铝和次磷酸钠进行复分解反应，再经过离心分离、洗涤、负压烘干制得次磷酸铝产品。

反应方程式如下：



1. 修标原则

4.1 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；

4.2 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；

4.3 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；

4.4 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；

4.5 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

1. 国内外标准概况

到目前为止，未收集到国外《工业次磷酸铝》的标准，查到国内标准《工业次磷酸铝》HG/T 4833—2015。

1. 修标依据

6.1 《工业次磷酸铝》HG/T 4833—2013。

6.2 生产企业实际生产情况、用户要求。

6.3 生产厂家质量月报（见附表1）。

6.4 生产厂家试验累积数据（见附表2）。

1. 标准内容说明

本次修标，根据《工业次磷酸铝》HG/T 4833实施以来的使用情况、行业的发展以及国内外用户对工业次磷酸铝使用要求，对原标准进行修订。

7.1 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。

本次修订范围没有实质性变化，本产品主要用于高分子材料添加剂，作为阻燃用途。

7.2 项目及指标的确定

本次对《工业次磷酸铝》HG/T 4833—2015行业标准的修订，以先进性、适用性和可操作性为原则，充分考虑HG/T 4833—2015在行业实施应用效果，从规范行业行为，引导行业技术进步角度出发，对原标准进行修订，与HG/T 4833—2015相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术内容变化如下：

a）删除了合格品等级及指标（见5.2，2015年版的5.2）；

b）更改了pH、白度、1 %热失重温度指标（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；

e）更改了“批量”与产品包装（见7.2、9.1，2015年版的7.2、9.1）。

修订后的项目、指标及试验方法列于表2。

表2

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项 目 | | 指 标 | | 试验方法 |
| 优等品 | 一等品 |
| 次磷酸铝[Al(H2PO2)3] *w*/% | ≥ | 97.0 | 95.0 | 硫代硫酸钠滴定法 |
| pH（100 g/L悬浊液） | ≥ | 3.0～4.0 | | pH计法 |
| 重金属（以Pb计）*w*/% | ≤ | 0.005 | | 限量比色法 |
| 干燥减量 *w*/% | ≤ | 0.3 | | 重量法 |
| 白度 | ≥ | 95 | 92 | **GB/T 23774** 无机化工产品白度测定的通用方法 |
| 1 %热失重温度 /℃ | ≥ | 295 | | GB/T 27761  热重分析仪失重和剩余量的试验方法 |
| 氯化物（以Cl计） *w*/% | ≤ | 0.02 | 0.04 | 限量比浊法 |
| 硫酸盐（以SO4计）*w*/% | ≤ | 0.05 | 0.1 | 限量比浊法 |
| 粒度分布 |  | 协 商 | | GB/T 19077  粒度分布 激光衍射法 |

7.4 试验方法的确定

7.4.1 本次修标，标准中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.4.2 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。

7.4.2 次磷酸铝含量测定

《工业次磷酸铝》HG/T 4833—2015中次磷酸铝含量的测定方法为：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。国内生产企业和相关单位普遍采用此方法，其结果科学、准确、可靠，

本次修标仍采用此方法。

7.4.3 pH的测定

《工业次磷酸铝》HG/T4833—2015中pH的测定采用pH计，行业普遍使用，本次修标仍采用。

7.4.4 重金属含量、干燥减量、白度

《工业次磷酸铝》HG/T4833—2015中重金属含量测定采用限量比色法，干燥减量测定采用重量法，白度测定采用《无机化工产品白度测定的通用方法》GB/T 23774中规定的方法测定蓝反白度，这几个方法科学，操作简单、快捷，测定结果、准确，被行业广泛使用。

本次修订仍采用，不做修改。

7.4.5 1%热失重温度的测定

《工业次磷酸铝》HG/T4833—2015中1 %热失重温度的测定采用《物质热稳定性的热分析试验方法》GB/T 13464中规定的方法，实际操作中热失重分析仪法更为合适，企业多采用热重分析仪法，本次修订修改为按照《热重分析仪失重和剩余量的试验方法》GB/T 27761 的方法测定。样品测定结果见下表：

表3 同一样品测定的8次平行试验（1 %热失重温度℃）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 均值 | 极差 |
| 1 | 316.2 | 316.5 | 316.2 | 316.5 | 316.5 | 316.2 | 316.5 | 316.0 | 316.325 | 0.5 |

7.4.6 氯化物、硫酸盐含量的测定

本次修订标准，氯化物、硫酸盐含量均为新增项目，其含量测定采用限量比浊法。

7.4.7 粒度分布的测定

本次修订，增加粒度分布指标及检测方法。粒度在工业次磷酸铝中十分重要，随着添加的主体不同，要求的粒度也有所区别，所以本指标不是固定指标，而是供需双方协商。但由于没有统一的测定方法，大家测定的结果也不尽相同，本次修订提供了检测方法的取样量和分散介质，采用粒度分析仪法进行产品粒度测定，不再给出指标的具体值。

表3 同一样品测定的8次平行试验（D50粒度分布）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  编号 | 测定结果D50μm | | | | | | | | 平均  值 |
| 1 | 4.80 | 4.85 | 4.75 | 4.70 | 4.85 | 4.80 | 4.82 | 4.85 | 4.80 |
| 2 | 5.59 | 5.55 | 5.59 | 5.66 | 5.70 | 5.70 | 5.58 | 5.69 | 5.63 |

7.5 检验规则

进行批量修改，由“每批产品不超过5 t”改为“每批产品不超过 10 t”。

7.5 产品包装

本次修订更改了原有标准中的包装，随着产品质量的提升以及安全要求的严格，企业适时提高了包装要求，具体修改为：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。

1. 标准属性

本标准为推荐性化工行业标准。

1. 标准水平分析

本标准的修订，充分考虑《工业次磷酸铝》化工行业标准的实施效果，以及国内工业次磷酸铝的生产和使用的实际情况，从规范行业行为、促进行业发展角度出发，项目、指标设置、调整合理，试验方法经典、科学、先进，可操作性强，测定结果稳定、准确、可靠。

综合分析，本标准达到国内先进水平。

附表1 生产厂家质量月报

1. 企业2（工业次磷酸铝一等品）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 时 间 | 次磷酸铝[Al(H2PO2)3] *w*/% | pH（100g/L悬浊液） | 重金属  （以Pb计）*w*% | 干燥减量  *w*% | 白度 | 1%热分解温度（℃） |
| 2023年6月 | 95.5 | 3.4 | 0 | 0.08 | 92.4 | 318 |
| 2023年7月 | 95.4 | 3.18 | 0 | 0.06 | 92.6 | 316 |
| 2023年8月 | 95.6 | 3.24 | 0 | 0.05 | 92.3 | 317 |
| 2023年9月 | 95.3 | 3.28 | 0 | 0.08 | 92.7 | 319 |
| 2023年10月 | 96.1 | 3.19 | 0 | 0.07 | 92.5 | 317 |
| 2023年11月 | 95.8 | 3.23 | 0 | 0.27 | 92.2 | 315 |
| 2023年12月 | 95.9 | 3.22 | 0 | 0.24 | 92.3 | 316 |
| 2024年1月 | 96.3 | 3.14 | 0 | 0.06 | 92.5 | 318 |
| 2024年2月 | 95.7 | 3.52 | 0 | 0.17 | 92.6 | 316 |
| 2024年3月 | 95.4 | 3.63 | 0 | 0.28 | 92.3 | 316 |
| 2024年4月 | 95.8 | 3.55 | 0 | 0.08 | 92.8 | 317 |
| 2024年5月 | 95.7 | 3.43 | 0 | 0.08 | 92.3 | 319 |
| 2024年7月 | 95.3 | 3.4 | 0 | 0.08 | 92.4 | 317 |

1. 企业2（工业次磷酸铝优等品）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 时 间 | 次磷酸铝[Al(H2PO2)3] *w*/% | pH（100g/L悬浊液） | 重金属  （以Pb计）*w*% | 干燥减量  *w*% | 白度 | 1%热分解温度（℃） |
| 2023年6月 | 97.8 | 3.22 | 0 | 0.24 | 92.7 | 317 |
| 2023年7月 | 97.4 | 3.14 | 0 | 0.06 | 92.8 | 318 |
| 2023年8月 | 97.7 | 3.52 | 0 | 0.17 | 92.4 | 321 |
| 2023年9月 | 97.6 | 3.63 | 0 | 0.28 | 92.5 | 322 |
| 2023年10月 | 97.2 | 3.55 | 0 | 0.08 | 93.2 | 318 |
| 2023年11月 | 97.2 | 3.43 | 0 | 0.08 | 92.7 | 317 |
| 2023年12月 | 97.7 | 3.4 | 0 | 0.08 | 92.4 | 318 |
| 2024年1月 | 97.6 | 3.38 | 0 | 0.08 | 92.3 | 316 |
| 2024年2月 | 97.7 | 3.44 | 0 | 0.18 | 92.2 | 315 |
| 2024年3月 | 97.4 | 3.41 | 0 | 0.09 | 92.7 | 318 |
| 2024年4月 | 97.5 | 3.38 | 0 | 0.42 | 92.6 | 317 |
| 2024年5月 | 97.3 | 3.3 | 0 | 0.82 | 92.5 | 319 |
| 2024年7月 | 97.6 | 3.35 | 0 | 0.18 | 92.6 | 317 |
| 2024年8月 | 97.7 | 3.82 | 0 | 0.06 | 92.3 | 318 |
| 2024年9月 | 97.4 | 3.22 | 0 | 0.24 | 92.4 | 318 |

附表2 工业次磷酸铝累积试验数据（1企业优等品）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 批次 | 次磷酸铝  [Al(H2PO2)3] *w*/% | pH（100 g/L悬浊液） | 重金属  （以Pb计）*w*% | 干燥减量  *w*% | 白度 | 1 %热失重温度 /℃ | 氯化物（以Cl计） *w*/% | 硫酸盐（以SO4计）*w*/% | 粒度分布D50/μm |
| 1 | 97.5 | 3.30 | 0.0015 | 0.28 | 99.5 | 315.5 | 0.003 | 0.0285 | 4.55 |
| 2 | 97.0 | 3.32 | 0.003 | 0.26 | 99.5 | 316.5 | 0.001 | 0.0262 | 4.85 |
| 3 | 97.2 | 3.20 | 0.002 | 0.25 | 99.0 | 317.0 | 0 | 0.0275 | 4.60 |
| 4 | 97.5 | 3.25 | 0.0015 | 0.28 | 99.6 | 312.5 | 0 | 0.032 | 4.30 |
| 5 | 97.5 | 3.25 | 0.003 | 0.27 | 99.5 | 318.0 | 0.002 | 0.035 | 4.20 |
| 6 | 97.3 | 3.35 | 0.0035 | 0.20 | 99.5 | 315.2 | 0 | 0.0295 | 4.75 |
| 7 | 97.5 | 3.28 | 0.0028 | 0.22 | 99.0 | 316.0 | 0 | 0.0275 | 4.35 |
| 8 | 97.0 | 3.50 | 0.0015 | 0.26 | 99.2 | 312.5 | 0.003 | 0.036 | 4.65 |
| 9 | 97.5 | 3.55 | 0.0026 | 0.23 | 99.3 | 315.2 | 0.0015 | 0.028 | 4.30 |
| 10 | 97.0 | 3.35 | 0.0036 | 0.23 | 99.5 | 316.5 | 0 | 0.029 | 4.65 |

2企业优等品

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 次磷酸铝  [Al(H2PO2)3] *w*/% | pH（100 g/L悬浊液） | 重金属  （以Pb计）*w*% | 干燥减量  *w*% | 白度 | 1 %热失重温度 /℃ | 氯化物（以Cl计） *w*/% | 硫酸盐（以SO4计）*w*/% | 平均粒径(D50)/μm |
| 1 | 97.8 | 3.63 | 0 | 0.28 | 93.7 | 319 | 0.006 | 0.06 | 4.3 |
| 2 | 97.5 | 3.55 | 0 | 0.08 | 92.7 | 321 | 0.008 | 0.07 | 5.2 |
| 3 | 97.6 | 3.43 | 0 | 0.08 | 92.6 | 322 | 0.014 | 0.05 | 5.5 |
| 4 | 97.3 | 3.4 | 0 | 0.08 | 92.4 | 318 | 0.013 | 0.08 | 5.1 |
| 5 | 97.7 | 3.38 | 0 | 0.08 | 92.6 | 317 | 0.007 | 0.09 | 5.7 |
| 6 | 97.4 | 3.44 | 0 | 0.18 | 92.5 | 317 | 0.005 | 0.06 | 4.8 |
| 7 | 97.7 | 3.41 | 0 | 0.09 | 93.3 | 318 | 0.003 | 0.07 | 5.4 |
| 8 | 97.6 | 3.38 | 0 | 0.42 | 92.7 | 321 | 0.004 | 0.06 | 4.7 |
| 9 | 97.6 | 3.3 | 0 | 0.82 | 92.6 | 323 | 0.006 | 0.07 | 5.4 |
| 10 | 97.8 | 3.35 | 0 | 0.18 | 92.8 | 321 | 0.007 | 0.08 | 5.3 |

2企业一等品

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 次磷酸铝  [Al(H2PO2)3] *w*/% | pH（100 g/L悬浊液） | 重金属  （以Pb计）*w*% | 干燥减量  *w*% | 白度 | 1 %热失重温度 /℃ | 氯化物（以Cl计） *w*/% | 硫酸盐（以SO4计）*w*/% | 平均粒径(D50)/μm |
| 1 | 95.8 | 3.58 | 0 | 0.19 | 92.7 | 310 | 0.012 | 0.12 | 10.3 |
| 2 | 95.5 | 3.55 | 0 | 0.27 | 92.5 | 313 | 0.006 | 0.13 | 11.2 |
| 3 | 95.6 | 3.6 | 0 | 0.27 | 92.9 | 312 | 0.004 | 0.11 | 10.5 |
| 4 | 95.3 | 3.47 | 0 | 0.15 | 92.7 | 314 | 0.007 | 0.10 | 10.1 |
| 5 | 95.7 | 3.48 | 0 | 0.08 | 92.3 | 316 | 0.008 | 0.09 | 9.7 |
| 6 | 95.4 | 3.44 | 0 | 0.09 | 92.8 | 315 | 0.013 | 0.14 | 9.8 |
| 7 | 95.7 | 3.4 | 0 | 0.08 | 93.0 | 317 | 0.014 | 0.13 | 10.4 |
| 8 | 95.6 | 3.18 | 0 | 0.06 | 92.6 | 314 | 0.008 | 0.16 | 10.7 |
| 9 | 95.6 | 3.24 | 0 | 0.05 | 92.8 | 316 | 0.007 | 0.17 | 10.4 |
| 10 | 95.8 | 3.28 | 0 | 0.08 | 92.7 | 315 | 0.008 | 0.18 | 11.3 |