

## 中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

### 阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺

Flame retardant chemical-Metalion modified melamine polyphosphate

(征求意见稿)

202x-xx-xx 发布

202x-xx-xx 实施

中国石油和化学工业联合会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件主要起草单位：嵊州捷尔世阻燃材料有限公司、浙江旭森阻燃剂股份有限公司、四川省精细化工研究设计院、山东泰星新材料股份有限公司、杭州捷尔思阻燃化工有限公司。

本文件主要起草人：陈开茂、蔡晓英、李金玉、马祥伟、王鲁静、袁少来、朱峰。



# 阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺

## 1 范围

本文件规定了阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本文件适用于在一定工艺下，经金属氧化物、金属氢氧化物、金属盐及其衍生物改性而成的聚磷酸三聚氰胺。金属离子主要有钙、镁、铝、锌、铜等。

## 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/T 191	包装储运图示标志
GB/T 601	化学试剂标准滴定溶液的制备
GB/T 603	化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 2441.1—2008	尿素的测定方法第 1 部分：总氮含量
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 6679	固体化工产品采样通则
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 9724	化学试剂 pH 值测定通则
GB/T 23774	无机化工产品白度测定的通用方法
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
JJG 119—2018	实验室 pH（酸度）计检定规程

## 3 术语和定义

### 3.1

**水溶性** Water solubility

一定温度下，物质在水中溶解的最大质量百分比。

## 4 要求

阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺的技术要求应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项 目	要 求
外观	白色粉末
磷含量(P) wt%	12.0~15.0
氮含量(N) wt%	40.0~44.0
pH值(100g/L悬浮液, 25℃)	4.0~7.0
水溶性(25℃) wt% ≤	0.50
水分 wt% ≤	0.30
2%热失重温度 °C ≥	350
白度 (R <sub>457</sub> ) ≥	95.0

## 5 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，操作应小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用大量水冲洗，严重者应立即就医。

### 5.1 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。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

### 5.2 外观

在自然光下，用目视法判定。

### 5.3 磷含量的测定

按HG/T 6103—2022规定的硝酸消解法进行。

### 5.4 氮含量的测定

#### 5.4.1 试剂

- 5.4.1.1 硫酸。
- 5.4.1.2 硫酸钾。
- 5.4.1.3 过硫酸钾。
- 5.4.1.4 五水合硫酸铜。
- 5.4.1.5 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=0.5 mol/L。
- 5.4.1.6 甲基红—亚甲基蓝混合指示液。
- 5.4.1.7 硅胶。

#### 5.4.2 试验步骤

##### 5.4.2.1 试样溶液的制备

称取试样约 0.2 g~0.3 g（精确至 0.000 1 g）于蒸馏烧瓶中，加少量水冲洗蒸馏烧瓶口内侧，以使试样全部进入蒸馏烧瓶底部，再加 4 g 硫酸钾、0.3 g 过硫酸钾、0.5 g 五水合硫酸铜和 15 mL 硫酸，加少量水冲洗蒸馏烧瓶口内侧，摇匀。将蒸馏烧瓶置于电炉上，在通风橱内缓慢加热，使二氧化碳逸尽，

然后逐步提高加热温度，直至冒白烟，再继续加热 45 min 后停止加热，冷却至室温。

#### 5.4.2.2 蒸馏和滴定

取试样溶液(5.4.2.1)按 GB/T 2441.1—2008 中第 3.1.4.2~3.1.5 的规定进行。

#### 5.4.3 试验数据处理

氮 (N) 含量以质量分数  $\omega_1$  计，数值以%表示，按式 (1) 计算：

$$\omega_1 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 0.01401}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V_1$  ——空白试验时，所耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_2$  ——测定时，所耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.01401 ——氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；

$m$  ——称取试样的质量，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，计算结果保留到小数点后一位，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2 %。

### 5.5 pH 的测定

#### 5.5.1 仪器设备

5.5.1.1 酸度计：应符合 JJG 119-2018 中第 4 章“0.01 级”的要求。

5.5.1.2 电极：能用于悬浮液 pH 值的测定。

5.5.1.3 恒温水浴锅：带磁力搅拌功能或普通的恒温水浴锅。能保持试验所要求的温度  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 5.5.2 测定

称取试样约 10 g (精确至 0.1 g)，置于 150 mL 烧杯中，用无二氧化碳的水稀释至 100 mL，在温度为  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的恒温水浴中搅拌 30 min，之后按 GB/T 9724 的规定进行。

### 5.6 水溶性的测定

#### 5.6.1 原理

一定温度下，将试样配成一定比例的水悬浮液。经过滤后，取部分溶液在一定温度下烘干，所得的固体残渣与溶液的质量百分比即为水溶性。

#### 5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 干燥箱：能维持  $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.2.2 玻璃砂芯漏斗：滤板孔径为  $2\text{ }\mu\text{m} \sim 5\text{ }\mu\text{m}$ ，容积至少 60 mL。

5.6.2.3 恒温水浴锅：带磁力搅拌功能或普通的恒温水浴锅。能保持试验所要求的温度  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.2.4 称量瓶：合适尺寸。推荐尺寸  $\Phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

#### 5.6.3 测定

称取 7 g-9 g 试样 (精确至 0.01 g) 于 100 mL 烧杯中，加水配成 10 % 悬浮液(质量分数)，在温度为

25 °C± 2 °C的恒温水浴中搅拌 30 min，用玻璃砂芯漏斗过滤（滤液中应无可见固体）；称取滤液 10 g ± 1 g（精确至 0.000 1 g）于称量瓶中，于 140 °C± 5 °C干燥箱中至少干燥 2h，取出置于干燥器中冷却 30 min 后称重（精确至 0.000 1g）。

#### 5.6.4 结果计算

水溶性以质量分数  $\omega_2$  计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0 - m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$  ——干燥后的固体残渣和称量瓶的质量，单位为克(g)；

$m_2$  ——称量瓶的质量，单位为克(g)；

$m_0$  ——上层清液和称量瓶的质量，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位。两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

#### 5.7 水分的测定

按 GB/T 6284 的规定进行。

#### 5.8 2% 热失重温度的测定

##### 5.8.1 材料

高纯氮气：纯度≥99.999 %。

##### 5.8.2 仪器设备

5.8.2.1 热失重分析仪（TGA）：能够以20 °C/min恒定速率将试样均匀加热到500 °C，其他要求应符合 GB/T 27761的规定。

5.8.2.2 容器（坩埚等）：不与试样发生反应，且能在直至500 °C的温度下保持质量稳定。

##### 5.8.3 试样处理

取 2g 试样，在 110 °C± 5 °C干燥箱中干燥 2 h，取出后在干燥器中冷却至室温。

##### 5.8.4 测定

仪器开机稳定后，称取约 4 mg~6 mg 试样（5.8.3），在氮气气氛下（氮气流量 20 mL/min），起始温度为 50 °C，升温速率为 20 °C/min，终止温度为 500 °C，进行试样的热失重测定，获取热失重曲线，经数据处理后读取 2 %热失重的温度。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，结果保留整数，两次平行测定的绝对差值应不大于 5 °C。



## 5.9 白度 ( $R_{457}$ ) 的测定

按 GB/T 23774 的规定进行。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类和检验项目

#### 6.1.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

#### 6.1.2 出厂检验

本文件规定的外观、磷含量、pH 值、水溶性和水分指标为出厂检验项目，应逐批检验。

#### 6.1.3 型式检验

本文件表 1 规定的全部检验项目为型式检验项目。

正常生产情况下，每年至少进行一次型式检验。

有下述情况之一时，也应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产后复产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

当型式检验结果不符合本文件要求时，应每批进行检验，直至连续 5 批检验结果均符合本文件规定后，方可正常检验。

### 6.2 组批规则

在相同原料，相同配比和相同工艺条件下，同一生产厂生产的一釜或数釜经混合器一次混合均匀的同一种型号产品为一批，每批产品不超过 10 t。

### 6.3 抽样方案

按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样单元以包装袋计。采样方法按 GB/T 6679 中的规定进行。对生产厂可以在生产线上抽取均匀的有代表性的试样。采集试样时，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。将采出的试样混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将试样分装入两个清洁、干燥的容器中，密封并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采集试样日期和采集者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据需要确定。

### 6.4 判定规则

6.4.1 检验结果按 GB/T 8170 中规定的“修约值比较法”进行判定。

6.4.2 产品由生产单位或委托有资质的质量检验机构进行检验，依据检验结果与标准要求对产品做出质量判定，并提供质量证明。

6.4.3 检验结果中所有指标应符合本文件的要求。如有指标不符合本文件的规定，应重新自二倍量的包

装袋或散装产品中采取试样进行检验。重新检验结果中即使有一项指标不符合本文件要求，则该批产品不合格。

## 7 包装、标志、运输、贮存

### 7.1 包装

阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品出厂（场）时应包装在清洁、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 标志

带包装的阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品应在包装上标志以下内容：产品名称、净含量、批号、生产厂名、厂址、本文件编号和 GB/T 191 中规定的标志 6 “怕雨”标志。

### 7.3 运输

阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品运输时应轻拿、轻放，注意防雨、防日晒、防潮、包装不得受污损。

### 7.4 贮存

阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品应放在通风、干燥的库房内，防止受潮，不得与有毒有害物品混贮，防止污染。产品自生产之日起，贮存期为一年。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。

---

# 阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚 氰胺

编制说明

《金属离子改性聚磷酸三聚氰胺》

标准起草小组

二〇二〇年

# 制定《阻燃化学品 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺》团体标准编制说明

## 1 任务来源

根据石化联合会 2020 年第一批团体标准制订计划，由嵊州捷尔世阻燃材料有限公司牵头起草制定“金属离子改性聚磷酸三聚氰胺”的团体标准，浙江旭森非卤消防阻燃剂有限公司、四川省精细化工研究设计院和山东泰星新材料股份有限公司共同承担该项工作，标准制定期限为 2020-2021 年。

本标准由嵊州捷尔世阻燃材料有限公司、浙江旭森非卤消防阻燃剂有限公司、四川省精细化工研究设计院、和山东泰星新材料股份有限公司共同起草。

## 2 目的意义

据世界各国近几十年来资料分析，各地发生火灾频率、由火灾导致的损失严重，人们对所使用材料进行阻燃处理的意识越来越强，这使得阻燃剂及阻燃技术得到快速发展。早期使用较多的为有机卤素阻燃剂，其阻燃效果好，但是在火灾中燃烧时，会释放有毒气体及烟雾，因而国内外出台相关法规规定禁止使用含卤阻燃剂。这使得无卤阻燃剂得到快速发展。

聚磷酸三聚氰胺是一种环保型无卤膨胀型阻燃剂，符合当今阻燃剂无卤、环保、高效的发展方向。聚磷酸三聚氰胺集酸源、气源于一体，由此类阻燃剂填充的聚合物在燃烧时，表面生成一层均匀的多孔炭质泡沫层，起到隔氧、抑烟以及防止产生熔滴的作用，具有良好的阻燃功能，现已广泛应用于尼龙、聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯等塑料的阻燃。本产品普通的聚磷酸三聚氰胺基础上，采用金属离子改性，降低了产品的水溶性，改善了产品的吸湿性，与尼龙相容性好，添加少阻燃效率高，对材料的机械强度影响小，特别适用于尼龙的阻燃。

目前国内外还没有针对金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品的相关标准，市场上产品质量各不相同，不利于产品市场的规范化管理及良性竞争，不符合当今的社会主义和谐社会的建设，更不利于应对其他国家设置的贸易壁垒。

总结以上各点，建立金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品标准的意义有：

第一，有利于提高国内企业产品的质量，增加产品的市场竞争力，扫除出口壁垒，扩大出口，符合阻燃剂行业的发展趋势。

第二，有利于规范国内金属离子改性聚磷酸三聚氰胺的产品市场，形成一个良性的市场竞争环境，推动社会和经济的良性发展。

### 3 产品概况

3.1 产品名称：金属离子改性聚磷酸三聚氰胺英文名：Metal ion modified melamine polyphosphate

#### 3.2 产品性质

金属离子改性聚磷酸三聚氰胺是一种环保型无卤膨胀型阻燃剂。具有水溶性低，与尼龙相容性好，添加少阻燃效率高，对材料的机械强度影响小，特别适用于尼龙的阻燃。也适用于热固性树脂，如环氧、酚醛等。

#### 3.3 生产工艺

国内生产工艺主要是普通的聚磷酸三聚氰胺基础上，采用金属离子改性。

#### 3.4 生产厂、产量

目前国内金属离子改性聚磷酸三聚氰胺的生产厂家主要集中在浙江、四川、山东等省市，年产量 7000 吨，参与本标准起草的厂家主要有：

嵊州捷尔世阻燃材料有限公司 3000 吨/年

四川省精细化工研究设计院 2500 吨/年

浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司 1500 吨/年

### 4 制标原则

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。

### 5 国内外标准概况及知识产权问题

5.1 通过对国内外标准资料的检索，没有查阅到金属离子改性聚磷酸三聚氰胺对应的国际标准或国外先进国家标准。金属离子改性后，与尼龙相容性好，热稳定性增强，降低高温酸值，添加少，阻燃效率高。国内已有《HG/T 5521 聚磷酸三聚氰胺》的行业标准，两个标准指标差对比如下表，两者的主要差异为：①金属离子改性后产品，白度指标提升，由 $\geq 92$ 提升为 $\geq 95$ ；②因金属改性后产品的水溶性会增加，因此增加水溶性指标要求 $\leq 0.5\%$ 。另外需要说明的是本标准的热失重温度指标反而比现有《HG/T 5521 聚磷酸三聚氰胺》低的问题，原因是《HG/T 5521 聚磷酸三聚氰胺》中的指标按照国外产品最高标准制定（因制定评审时，专家提出需要与国际上产品达到一致水平，以体现先进性），而实际达到该指标较困难。金属

离子改性后热稳定性增加，主要体现在应用上。

	HG/T 5521 聚磷酸三聚氰胺	本标准
外观	白色粉末	白色粉末
磷含量(P) wt/%	13.0-15.0	12.0~15.0
氮含量(N) wt/%	40.0~44.0	40.0~44.0
pH 值(100g/L 悬浮液, 25℃)	4.0-7.0	4.0~7.0
水溶性(25℃) wt/%	/	≤0.50
水分 wt/%	≤0.3	≤0.30
热失重温度/℃	1%热失重温度≥350℃	2%热失重温度≥350℃
白度 (R457)	≥92.0	≥95.0

5.2 搜集到了企业标准有杭州捷尔思阻燃化工有限公司工有限公司的 Q/JLS110-2019《金属离子改性聚磷酸三聚氰胺》、四川省精细化工研究设计院的 Q/9151030045090447XC•52-2018《金属离子改性三聚氰胺聚磷酸盐 (MPP)》。

- a) 各标准指标参数对比表 (见附表 1)。
- b) 各标准试验方法对比表 (见附表 2)。
- c) 各企业产品检测结果汇总 (见附表 3)。
- d) 生产企业质量月报 (见附表 4)。
- e) 平行性试验数据 (见附表 5)。
- f) 各企业累积实验数据 (见附表 6)。

5.3 该项目不涉及国内外专利及知识产权问题。

## 6 制标依据

- 6.1 生产企业的企业标准。
- 6.2 用户要求。
- 6.3 生产厂家质量月报 (见附表 4)。

## 7 制标的简要过程

根据石化联合会 2020 年第一批团体标准制订计划，由嵊州捷尔世阻燃材料有限公司牵头起草制定“金属离子改性聚磷酸三聚氰胺”的团体标准，四川省精细化工研究设计院、浙江旭森非卤消防阻燃剂有限公司和山东泰星新材料股份有限公司共同承担该项工作，标准制定期限为 2020-2021 年。

2020 年 1 月接受本标准的制定任务后，编制单位成立了《金属离子改性聚磷酸三聚氰胺》编制工作小组，工作小组由嵊州捷尔世阻燃材料有限公司、四川省精细化工研究设计院、浙江旭森非卤消防阻燃剂有限公司和山东泰星新材料股份有限公司组成。工作小组对调查情

况进行汇总，并查阅国内外标准及相关技术资料，研究制定了编制工作方案，并报化标委备案，明确了工作进度和各承担单位的工作内容。

2020年1月，阻燃化学品工作组在北京召开该标准方案讨论会，与会代表对标准项目的设置、项目的指标及标准涉及的内容进行了认真仔细的讨论，拟定了标准制定的工作内容、试验方案以及工作进度。具体工作安排为：由嵊州捷尔世阻燃材料有限公司提供标准中各个检测项目的试验方案，由参加起草的各个企业根据嵊州捷尔世阻燃材料有限公司提供的试验方案进行试验验证工作。要求各个参与起草的企业提供四个批次的产品样品，分别寄送各个企业进行检测。同时参与起草的各生产企业至少提供连续两年的质量月报数据、平行性实验的检测数据和累积30个批次的样品数据。嵊州捷尔世阻燃材料有限公司在各起草单位完成试验工作的基础上，对试验数据及试验方法进行分析整理，在此基础上提出标准的征求意见稿、编制说明。

## 8 标准内容的确定

### 8.1 范围

本标准规定了金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于金属离子改性聚磷酸三聚氰胺。

### 8.2 指标项目的确定

目前国内的金属离子改性聚磷酸三聚氰胺生产企业根据各自的企业标准设定的指标不尽相同，本次标准的制定从规范行业行为、促进行业发展角度出发，将根据国内生产实际情况和用户的要求制定。参照金属离子改性聚磷酸三聚氰胺生产企业的产品指标和下游用户的基本要求，本次制定标准确定的指标归纳整理后确定为外观、磷含量、氮含量、pH、水溶性、水分、热失重温度和白度共8项指标。

**磷含量和氮含量：**磷、氮是产品的主要组成部分，控制不当，会影响产品的阻燃效果，进入市场，被添加到防火涂料等产品中，导致阻燃性能的不合格，从而浪费社会资源，严重则会因使用阻燃性能不达标的材料而导致生命财产的损失。

**水分：**阻燃剂中的含水量会影响到阻燃材料的加工和质量，若含水量超标，会导致阻燃剂本身的降解，降低阻燃效率，同时会使得在阻燃材料熔融混合过程中产生气泡影响阻燃材料的机械性能等。

pH: pH 过低, 应用于尼龙时, 会导致尼龙降解, 影响尼龙复合材料的加工和质量。

水溶性: 水溶性高, 可能存在小分子过多、聚合度不足等问题, 应用于阻燃材料时, 在高温加工时小分子物质可能会与聚合物基体发生反应而导致产品机械性能的降低, 部分小分子物质还可能迁移至阻燃材料表面, 造成析出现象。

热失重温度: 热分解温度会影响阻燃剂的阻燃效果以及阻燃材料的加工, 热分解温度过低, 在阻燃材料的加工过程中会发生分解, 产生小分子影响制品外观和材料的阻燃效果, 更可能导致小分子物质析出到材料表面。

白度: 白度过低直接影响下游产品的外观。

### 8.3 指标参数的确定

通过国内主要金属离子改性聚磷酸三聚氰胺生产厂家嵊州捷尔世阻燃材料有限公司、四川省精细化工研究设计院、浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司提供的产品累积试验数据, 依据各企业的企业标准制定了指标参数。

#### 8.3.1 外观

在自然光下, 用目视法判定为白色粉末。

#### 8.3.2 磷含量的测定

试验方法简介: 金属离子改性聚磷酸三聚氰胺经分解转化为正磷酸根离子, 在酸性介质中, 正磷酸根离子与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀, 用于测定磷含量。此方法为磷含量的经典测试方法, 方法可靠, 国内相关单位普遍采用, 如国家标准 GB/T 10209.2-2010《磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量的测定》、GB/T 2091-2008《工业磷酸》和行业标准 HG/T 2770-2008《工业聚磷酸胺》、NY/T 2541-2014《肥料 磷含量的测定》也采用此方法测定磷含量。测定方法灵敏, 结果准确、可靠, 一般都为仲裁法。本次制标采用此方法。

根据各家生产企业的产品质量现状(详见附表6)和实际应用行业发展的要求, 同时结合各公司一年的台账报表(范围在12.6-14.78%之间), 将磷含量指标确定为12.0-15.0%。

##### 8.3.2.1 试验方法的确定

影响样品测试结果的主要是样品是否已完全分解为正磷酸, 以及移取消解后的样品量是否可完全反应生成沉淀。

消解时间对测试结果的影响见下表, 由表可知, 消解30min已足够。

	消解时间, min	测试结果, %
--	-----------	---------



1#	10	13.12
2#	20	14.48
3#	30	14.45
4#	60	14.50
5#	120	14.46

移取的样品量对测试结果的影响见下表（称取的样品量为 0.3g），由下表可知，随着移取的样品量增加，磷钼酸喹啉沉淀增加，最大沉淀量为约 1g，为确保试验结果的准确性及精密度，确定移取的溶液量为 25ml，此时磷钼酸喹啉沉淀量为约 0.3g，说明加入 35ml 喹钼柠酮试剂已足够。

	移取消解后的样品体积, ml	磷钼酸喹啉沉淀, g	测试结果, %
1#	15	0.1858	14.50
2#	25	0.3105	14.54
3#	50	0.6140	14.38
4#	100	1.0285	12.04
5#	150	1.0726	8.37

### 8.3.2.2 精密度试验

取 3 个金属离子改性聚磷酸三聚氰胺采用上述方法检验其磷含量，分别平行测定 8 次，结果如下表：

样品编号	磷含量/%	平均值/%	允许差/%	标准偏差/%
1#	14.48 14.54 14.35 14.44	14.46	0.26	0.108
	14.45 14.56 14.52 14.30			
2#	14.56 14.32 14.56 14.34	14.45	0.24	0.118
	14.37 14.55 14.44 14.45			
3#	14.56 14.42 14.41 14.51	14.45	0.23	0.088
	14.48 14.33 14.50 14.40			

从表中可以看出，多次平行测定的标准偏差为 0.088%~0.106%，通过计算得到的允许差为 0.23%~0.26%。故确定磷含量的平行测定结果的绝对差为：不大于 0.30%。

### 8.3.2.3 验证试验

取一份金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品，由 4 家单位检测其磷含量，检验结果如下表：

参与单位	磷含量, %
嵊州捷尔世阻燃材料有限公司	14.5
山东泰星新材料股份有限公司	14.3

浙江旭森非卤消防阻燃剂有限公司	14.4
四川省精细化工研究设计院	14.5

由上表可知，4家检测单位对金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品的磷含量检测结果基本一致，故标准中拟定的磷含量检测方法是可行的。

### 8.3.3 氮含量的测定

试验方法简介：在硫酸铜的催化作用下，试样经硫酸分解，在碱性溶液中蒸馏出氨，用过量硫酸溶液吸收，以甲基红-亚甲基蓝乙醇溶液为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸，计算出试样的含氮质量。该方法被国内相关单位普遍采用，如国家标准 GB/T 2441-2008《尿素测定方法 总氮含量的测定》、GB/T 10209.1-2008《磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第1部分：总氮含量》和行业标准 HG/T 2770-2008《工业聚磷酸胺》等也采用此方法测定氮含量。测定终点灵敏，结果准确、可靠。本次制标采用此方法。

根据各家生产企业的产品质量现状（详见附表6）和实际应用行业发展的要求，同时结合各公司一年的台账报表（范围在40.6-42.6%之间），将氮含量指标确定为40.0-44.0%。

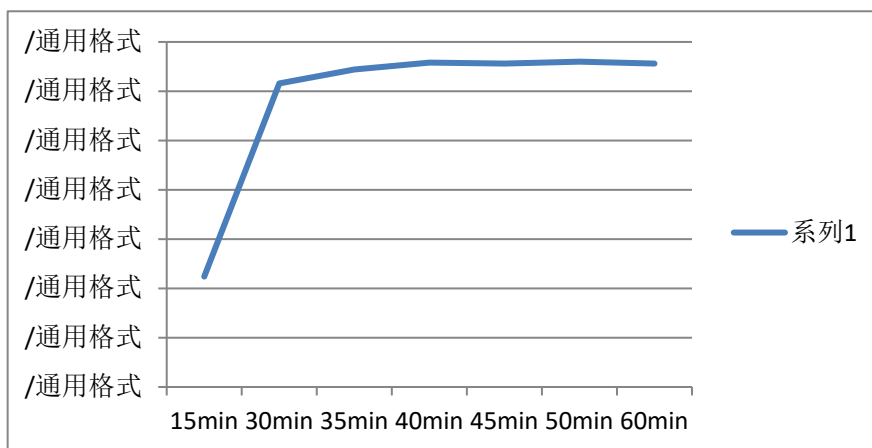
在试验中发现在样品分解时仅加硫酸或仅加硫酸和硫酸铜，会导致样品分解不完全；《分析化学手册》里提到，加入硫酸钾可以提高反应温度，再加入有氧化剂效果的过硫酸钾后能进一步提高反应的程度，缩短冒白烟的时间和提高样品的分解度。氮含量分解时加入硫酸钾+过硫酸钾+硫酸铜+硫酸是一种经典的分析方法。试验结果见下表（冒白烟时间均为45min）：

	硫酸钾+过硫酸钾+硫酸铜+硫酸	硫酸铜+硫酸	硫酸
氮含量	41.25	40.55	40.58

为提高工作效率，进行了不同冒白烟时间的试验，结果如下表：

冒白烟时间	实测数据		平均值
15min	38.77	39.46	39.12
30min	41.00	41.15	41.08
35min	41.17	41.25	41.22
40min	41.25	41.33	41.29
45min	41.20	41.37	41.28
50min	41.34	41.26	41.30
60min	41.32	41.23	41.28

根据上表绘制折线图：



由上图可得 35min 之后趋势平稳，故定冒白烟时间为 45min。

### 8.3.3.1 精密度试验

取 3 个金属离子改性聚磷酸三聚氰胺采用上述方法检验其氮含量，分别平行测定 8 次，结果如下表：

样品编号	氮含量/%	平均值/%	允许差/%	标准偏差/%
1#	40.35 40.41 40.40 40.29	40.33	0.19	0.079
	40.32 40.36 40.22 40.26			
2#	40.32 40.37 40.33 40.28	40.31	0.11	0.042
	40.26 40.27 40.30 40.31			
3#	40.41 40.47 40.36 40.34	40.39	0.13	0.046
	40.38 40.38 40.40 40.38			

从表中可以看出，多次平行测定的标准偏差为 0.042%~0.079%，通过计算得到的允许差为 0.11%~0.19%。故确定氮含量的平行测定结果的绝对差值为：不大于 0.20%。

### 8.3.3.2 验证试验

取一份金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品，由 4 家单位检测其氮含量，检验结果如下表：

参与单位	氮含量，%
嵊州捷尔世阻燃材料有限公司	40.52
山东泰星新材料股份有限公司	40.60
浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司	40.59
四川省精细化工研究设计院	40.70

由上表可知，五家检测单位对金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品的氮含量检测结果基本一致，故标准中拟定的氮含量检测方法是可行的。

### 8.3.4 pH 的测定

pH 的指标是产品检测指标中重要的指标之一，pH 过低，应用于尼龙时，会导致尼龙降解，影响尼龙复合材料的加工和质量。

本标准中对于金属离子改性聚磷酸三聚氰胺 pH 的测定按 GB/T 9724-2008《化学试剂 pH 值测定通则》的标准方法测定，本次制标采用此方法。

根据各家生产企业的产品质量现状（详见附表 6）和实际应用行业发展的要求，同时结合各公司一年的台账报表（范围在 4.9-5.9 之间），将 pH 指标确定为 4.0-7.0。

### 8.3.5 水溶性的测定

水溶性高，可能存在小分子过多、聚合度不足等问题，应用于阻燃材料时，在高温加工时小分子物质可能会与聚合物基体发生反应而导致产品机械性能的降低，部分小分子物质还可能迁移至阻燃材料表面，造成析出现象。

本标准中对于金属离子改性聚磷酸三聚氰胺水溶性的测定使用烘干法测定。样品配置成 10% 悬浮液，在 25℃ 恒温 30min，期间搅拌 3-4 次，过滤。取 10g 滤液在 140℃ 下烘干，固含量即为水溶性。

根据各家生产企业的产品质量现状（详见附表 6）和实际应用行业发展的要求，同时结合各公司一年的台账报表（范围在 0.10-0.17% 之间），将水溶性指标确定为 ≤0.50%。

#### 8.3.5.1 精密度试验

取 3 个金属离子改性聚磷酸三聚氰胺采用上述方法测定其水溶性，分别平行测定 8 次，结果如下表：

样品编号	水溶性，%	平均值/%	允许差/%	标准偏差/%
1#	0.230.230.190.19 0.190.200.230.21	0.21	0.04	0.022
2#	0.210.190.200.18 0.180.200.190.20	0.19	0.03	0.013
3#	0.180.180.230.19 0.230.190.230.19	0.20	0.05	0.028

从表中可以看出，多次平行测定的标准偏差为 0.013%~0.028%，通过计算得到的允许差为 0.03%~0.05%。故确定氮含量的平行测定结果的绝对差值为：不大于 0.05%。

#### 8.3.5.2 验证试验

取一份金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品，由 4 家单位检测其水溶性，检验结果如下表：

参与单位	水溶性, %
嵊州捷尔世阻燃材料有限公司	0.20
山东泰星新材料股份有限公司	0.18
浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司	0.22
四川省精细化工研究设计院	0.20

### 8.3.6 水分的测定

阻燃剂中的含水量会影响到阻燃材料的加工和质量,若含水量超标,会导致阻燃剂本身的降解,降低阻燃效率,同时会使得在阻燃材料熔融混合过程中产生气泡影响阻燃材料的机械性能等

本次制标采用国家标准 GB/T 6284-2006《化工产品中水分测定的通用方法干燥减量法》进行测试,根据试样干燥前后的质量减少量确定水分含量此方法,国内相关单位普遍采用,本次制标采用此方法。

根据各家生产企业的产品质量现状(详见附表6)和行业发展的要求,同时结合各公司一年的台账报表(范围在0.07-0.20%之间),将水分指标确定为 $\leq 0.30\%$ 。

### 8.3.7 2%热失重温度的测定

金属离子改性聚磷酸三聚氰胺的2%热失重温度是一个重要的应用指标,热分解温度会影响阻燃剂的阻燃效果以及阻燃材料的加工,热分解温度过低,在阻燃材料的加工过程中会发生分解,产生小分子影响制品外观和材料的阻燃效果,更可能导致小分子物质析出到材料表面。

根据各家生产企业的产品质量现状(详见附表6)和行业发展的要求,同时结合各公司一年的台账报表(范围在351-359℃之间),将2%热失重指标确定为 $\geq 350^\circ\text{C}$ 。

#### 8.3.7.1 试验称样量对测试结果的影响

考虑到试验称样量可能影响测试结果,现分别称取4mg,6mg,8mg的样品进行测试,结果如下表,由表可知,当样品量在4mg-8mg之间时,对测试结果基本无影响。

称样量	样品 1		样品 2		样品 3		样品 4	
4mg	368	368	366	364	360	362	365	360

6mg	363	366	367	367	364	365	368	365
8mg	365	369	363	365	362	360	366	361

### 8.3.7.2 升温速率 20°C/min 和 10°C/min 的测试结果

目前常用的升温速率有 10°C/min 和 20°C/min，两者的测试结果如下表，为了缩短测试时间，提高工作效率，本标准选用 20°C/min。

	样品 1		样品 2		样品 3		样品 4	
20°C/min	368	366	368	369	361	361	363	364
10°C/min	359	363	367	361	369	359	365	358

### 8.3.7.3 精密度试验

取 3 个金属离子改性聚磷酸三聚氰胺采用上述方法检验其 2%热失重温度，分别平行测定 8 次，结果如下表：

样品编号	2%热失重温度，°C	平均值/%	允许差/°C	标准偏差/%
1#	361 360 361 364 362 360 365 363	362.0	5	2.191
2#	366 368 363 363 367 363 363 365	364.8	5	2.430
3#	362 360 365 364 360 363 362 365	362.6	5	2.361

从表中可以看出，多次平行测定的标准偏差为 2.811%~4.447%，通过计算得到的允许差为 7°C~11°C。故确定 2%热失重温度的平行测定结果的绝对差值为：不大于 5°C。

由于其他公司未提供该项测试方法，根据嵊州捷尔世阻燃材料有限公司提供的测试方法及以上试验结果，确定测试方法为，在氮气氛下（氮气流量 20mL/min），起始温度为 50°C，升温速率为 20°C/min，终止温度为 500°C，经数据处理后读取 2%热失重的温度。

### 8.3.7.4 验证试验

取一份金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品，由 4 家单位检测其 2%热失重的温度，检验结果如下表：

参与单位	2%热失重的温度，°C
嵊州捷尔世阻燃材料有限公司	363

山东泰星新材料股份有限公司	365
浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司	373
四川省精细化工研究设计院	361

由上表可知，五家检测单位对金属离子改性聚磷酸三聚氰胺样品的 2%热失重的温度检测结果基本一致，故标准中拟定的 2%热失重的温度检测方法是可行的。

### 8.3.8 白度的测定

白度的指标为金属离子改性聚磷酸三聚氰胺是产品检测指标中重要的指标之一，其值直接影响下游产品的外观。

本标准中对于金属离子改性聚磷酸三聚氰胺白度的测定按 GB/T 23774《无机化工产品白度测定的通用方法》的标准方法测定。

根据各家生产企业的产品质量现状（详见附表 6）和实际应用行业发展的要求，同时结合各公司一年的台账报表和数据累积（范围在 95-100 之间），将白度指标确定为 $\geq 95.0$ 。

## 9 标准属性

本标准为团体标准。

## 10 标准水平分析

本标准的制定按照国内实际生产和使用情况，针对金属离子改性聚磷酸三聚氰胺的产品特性，制定本标准，标准中规定了相应的技术指标、分析方法等内容，指标设置合理，分析方法均采用经典、常用的分析方法，可操作性强，从而使测定结果更加稳定、精确，可靠。综上所述，本标准综合水平达到国内先进水平。

附件 1 各企业的企业标准指标对照表

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	白度	2%热失重温度
岷州捷尔世阻燃材料有限公司	14.3±0.5	39-42	≥4.0	≤0.50	≤0.20	≥92	/
四川省精细化工研究设计院	11.0-14.0	40.0-44.0	4-6	/	≤0.30	/	/

附件 2 各企业金属离子改性聚磷酸三聚氰胺试验方法对比表

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
岷州捷尔世阻燃材料有限公司	硝酸消解喹钼柠酮重量法	凯氏定氮法	酸度计法	鼓风烘箱干燥法	鼓风烘箱干燥法	TGA 法	蓝光白度 白度计
四川省精细化工研究设计院	硝酸消解喹钼柠酮重量法	凯氏定氮法	酸度计法	/	鼓风烘箱干燥法	/	/



附件 3 各企业产品测定结果汇总 生产厂家：嵊州捷尔世阻燃材料有限公司

批号	检测机构	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
20200326-1-1-1	嵊州捷尔世	14.6	40.8	4.8	0.20	0.38	363	95.4
	浙江旭森	14.4	40.7	5.0	0.22	0.46	373	95.9
	四川精化	14.4	40.9	5.0	0.20	0.49	368	95.2
	山东泰星	14.3	40.7	5.0	0.18	0.52	359	95.3
20200329-1-1-3	嵊州捷尔世	14.3	41.0	4.9	0.27	0.42	360	96.5
	浙江旭森	14.4	41.0	5.0	0.24	0.46	373	96.4
	四川精化	14.5	41.0	5.0	0.26	0.50	368	95.9
	山东泰星	14.1	40.8	5.1	0.29	0.56	374	96.5
20201112-3-1	嵊州捷尔世	14.3	41.1	4.8	0.23	0.27	356	96.5
	浙江旭森	14.2	41.2	5.0	0.22	0.45	361	96.7
	四川精化	14.5	41.2	5.0	0.20	0.46	354	96.7
	山东泰星	14.4	41.0	5.0	0.24	0.54	359	96.4
20201112-3-2	嵊州捷尔世	14.3	40.5	4.9	0.23	0.26	362	96.9
	浙江旭森	14.3	40.6	5.1	0.21	0.43	373	96.9
	四川精化	14.3	40.4	5.0	0.21	0.50	361	96.9
	山东泰星	14.1	40.4	5.1	0.24	0.47	371	96.8

生产厂家：四川省精细化工研究设计院

批号	检测机构	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
MPP20079	嵊州捷尔世	13.2	41.4	5.9	0.03	0.47	368	96.6
	浙江旭森	13.1	41.5	5.8	0.06	0.69	379	96.2
	四川精化	13.0	41.6	5.7	0.04	0.81	372	96.8
	山东泰星	13.2	41.5	5.7	0.42	0.84	380	96.6
MPP20084	嵊州捷尔世	13.5	41.7	5.6	0.03	0.47	366	95.4
	浙江旭森	13.8	41.7	5.7	0.05	0.63	376	95.9
	四川精化	13.6	41.5	5.5	0.03	0.79	368	95.4
	山东泰星	13.5	41.7	5.6	0.05	0.94	383	95.8
MPP20090	嵊州捷尔世	13.2	41.8	5.6	0.04	0.45	367	95.6
	浙江旭森	13.3	41.8	5.7	0.05	0.72	382	95.2
	四川精化	13.0	42.0	5.5	0.04	0.72	375	95.8
	山东泰星	13.3	42.0	5.6	0.05	0.92	380	95.2
MPP20098	嵊州捷尔世	13.0	41.8	5.6	0.03	0.42	368	96.3
	浙江旭森	13.0	41.6	5.7	0.06	0.72	386	96.2
	四川精化	13.1	41.7	5.5	0.04	0.77	370	96.7
	山东泰星	12.9	41.6	5.7	0.04	0.90	379	96.8

生产厂家：浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司

批号	检测机构	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
20200415	嵊州捷尔世	13.5	41.7	4.9	0.04	0.30	367	97.3
	浙江旭森	13.2	41.6	4.9	0.09	0.66	374	97.1
	四川精化	13.2	41.7	4.7	0.07	0.71	363	97.7
	山东泰星	13.5	41.6	4.7	0.05	0.67	364	97.4
20200427	嵊州捷尔世	13.4	42.0	4.9	0.03	0.32	367	97.2
	浙江旭森	13.6	42.2	4.9	0.08	0.76	374	97.1
	四川精化	13.3	42.2	4.8	0.06	0.80	364	97.5
	山东泰星	13.6	42.2	4.7	0.05	0.81	368	97.5
20200509	嵊州捷尔世	13.4	42.0	4.9	0.03	0.29	366	97.3
	浙江旭森	13.6	41.8	4.9	0.08	0.73	375	98.1
	四川精化	13.3	42.0	4.7	0.06	0.77	368	97.8
	山东泰星	13.6	41.8	4.8	0.04	0.59	372	97.4
20200520	嵊州捷尔世	13.4	41.1	5.0	0.09	0.25	366	97.4
	浙江旭森	13.1	41.1	4.9	0.11	0.69	376	97.1
	四川精化	13.4	41.2	5.1	0.09	0.69	368	97.5
	山东泰星	13.2	41.0	4.9	0.13	0.82	365	97.6

## 附件 4：生产企业质量月报

嵊州捷尔世阻燃材料有限公司阻燃化学品金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品质量月报

项目 月份	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
2018年6月	14.39	41.2	4.93	0.14	0.14	354	97.0
2018年7月	14.51	42.3	5.40	0.13	0.12	360	95.6
2018年8月	14.66	41.5	5.46	0.17	0.11	357	96.9
2018年9月	14.28	41.2	5.49	0.15	0.08	354	96.7
2018年10月	14.36	40.9	5.74	0.14	0.12	356	97.5
2018年11月	14.39	40.6	5.66	0.14	0.16	358	96.5
2018年12月	14.28	40.8	5.39	0.13	0.18	352	97.6
2019年1月	14.44	41.3	5.93	0.15	0.20	351	97.9
2019年2月	14.45	41.5	5.84	0.15	0.11	352	97.6
2019年3月	14.39	42.1	5.78	0.13	0.09	355	97.4
2019年4月	14.48	41.6	5.76	0.13	0.13	359	96.8
2019年5月	14.56	42.6	5.72	0.10	0.14	351	96.3
2019年6月	14.64	42.4	5.01	0.11	0.20	357	96.4
2019年7月	14.22	42.5	5.54	0.11	0.11	352	96.5
2019年8月	14.48	42.4	5.03	0.12	0.16	359	97.0
2019年9月	14.63	41.9	5.56	0.10	0.09	357	95.7
2019年10月	14.58	41.5	5.39	0.13	0.12	355	96.2

2019年11月	14.59	42.3	5.62	0.11	0.12	357	96.22
2019年12月	14.60	42.0	5.21	0.14	0.13	351	96.4
2020年1月	14.58	42.1	5.63	0.13	0.18	355	96.1
2020年2月	14.52	41.8	5.57	0.16	0.18	352	96.6
2020年3月	14.47	41.5	5.18	0.14	0.13	354	96.8
2020年4月	14.48	41.6	5.32	0.15	0.12	359	96.8
2020年5月	14.58	40.8	5.27	0.13	0.07	356	96.2

四川省精细化工研究设计院阻燃化学品金属离子改性聚磷酸三聚氰胺产品质量月报

项目 月份	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
2018年6月	12.9	42.0	5.8	/	0.14	355	/
2018年7月	13.0	42.2	5.7	/	0.15	357	/
2018年8月	12.8	41.9	5.6	/	0.13	355	/
2018年9月	12.8	42.4	5.6	/	0.12	356	/
2018年10月	12.7	42.2	5.8	/	0.14	354	/
2018年11月	12.7	42.5	5.9	/	0.13	355	/
2018年12月	12.9	42.3	5.5	/	0.12	358	/
2019年1月	12.7	42.1	5.7	/	0.14	357	/
2019年2月	12.6	42.2	5.5	/	0.10	359	/
2019年3月	12.9	41.9	5.8	/	0.15	358	/
2019年4月	12.6	42.2	5.6	/	0.12	355	/
2019年5月	12.8	42.4	5.9	/	0.13	356	/
2019年6月	12.7	42.1	5.5	/	0.15	358	/
2019年7月	12.9	42.3	5.7	/	0.15	356	/
2019年8月	12.8	42.0	5.9	/	0.13	354	/
2019年9月	12.9	42.1	5.8	/	0.14	355	/
2019年10月	12.8	42.3	5.7	/	0.12	356	/
2019年11月	12.6	42.0	5.5	/	0.14	357	/

2019年12月	12.7	41.9	5.5	/	0.15	359	/
2020年1月	12.8	42.0	5.9	/	0.12	359	/
2020年2月	12.7	42.2	5.6	/	0.11	357	/
2020年3月	12.8	42.1	5.5	/	0.13	355	/
2020年4月	12.6	41.8	5.8	/	0.14	356	/
2020年5月	12.7	42.4	5.7	/	0.13	358	/

附件 5: 平行性试验数据

嵊州捷尔世阻燃材料有限公司阻燃化学品金属离子改性聚磷酸三聚氰胺平行测试数据

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
1	14.2	40.9	5.0	0.18	0.21	362	95.4
2	14.2	41.1	4.9	0.22	0.22	358	95.3
3	14.3	41.0	5.0	0.23	0.23	370	95.4
4	14.4	41.0	4.9	0.18	0.18	361	96.0
5	14.4	41.1	4.9	0.22	0.18	357	95.5
6	14.3	41.0	4.8	0.23	0.19	364	95.7
7	14.4	40.9	5.0	0.20	0.21	368	96.1
8	14.3	40.9	4.9	0.19	0.23	361	95.3
绝对差值	0.2	0.2	0.2	0.05	0.05	13	95.4



浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司阻燃化学品金属离子改性聚磷酸三聚氰胺平行测试数据

表 1

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
1	14.4	40.9	5.0	0.20	0.22	364	95.6
2	14.2	40.8	5.0	0.19	0.20	364	95.6
3	14.1	40.8	4.8	0.21	0.24	357	95.7
4	14.3	40.9	4.9	0.19	0.20	368	96.0
5	14.3	41.1	4.9	0.19	0.22	357	95.7
6	14.1	41.0	4.9	0.23	0.23	357	95.5
7	14.1	41.0	4.9	0.23	0.20	368	95.3
8	14.2	41.1	4.9	0.18	0.19	358	95.4
绝对差值	0.3	0.3	0.2	0.05	0.05	11	95.6

四川省精细化工研究设计院阻燃化学品金属离子改性聚磷酸三聚氰胺平行测试数据

表 2

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
1	14.2	40.8	4.8	0.23	0.20	372	96.0
2	14.2	41.0	4.9	0.20	0.18	361	96.2
3	14.3	40.8	4.8	0.21	0.19	358	95.7
4	14.1	40.8	4.9	0.22	0.19	371	95.6
5	14.4	41.0	5.0	0.22	0.21	367	96.1
6	14.4	41.0	4.9	0.18	0.18	364	95.7
7	14.3	41.0	5.0	0.23	0.19	365	95.6
8	14.3	40.9	5.0	0.20	0.21	360	95.9
绝对差值	0.2	0.2	0.2	0.05	0.02	14	0.6

附件 6 各生产企业累积试验数据

嵊州捷尔世阻燃材料有限公司累积试验数据

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
1	14.3	41.3	5.2	0.21	0.17	372	95.4
2	14.2	41.0	5.1	0.24	0.21	361	96.1
3	14.1	41.1	5.1	0.28	0.11	355	95.9
4	14.6	41.2	5.1	0.29	0.21	358	95.2
5	14.5	40.9	4.9	0.16	0.17	363	95.4
6	14.6	41.4	4.7	0.17	0.17	371	95.7
7	14.6	40.6	5.1	0.26	0.08	379	96.1
8	14.7	41.1	4.8	0.22	0.22	370	95.4
9	14.5	41.5	4.9	0.29	0.20	366	96.1
10	14.7	41.2	4.9	0.29	0.14	356	95.2
11	14.1	41.1	5.0	0.22	0.16	356	95.8
12	14.7	40.8	5.4	0.16	0.14	378	95.7
13	14.6	40.5	4.6	0.15	0.14	365	95.9
14	14.7	41.4	4.8	0.12	0.14	375	96.1
15	14.4	41.0	4.7	0.29	0.18	365	95.3
16	14.6	40.7	4.9	0.21	0.22	366	95.8
17	14.5	41.5	5.0	0.24	0.11	358	95.8
18	14.4	41.4	5.2	0.20	0.17	363	95.6

19	14.4	40.5	5.0	0.16	0.23	355	96.0
20	14.7	41.1	4.9	0.27	0.20	361	95.6
21	14.2	40.8	4.7	0.12	0.21	358	95.8
22	14.7	41.0	5.0	0.14	0.10	367	95.4
23	14.5	41.2	4.8	0.19	0.21	358	95.5
24	14.5	40.6	4.9	0.18	0.12	360	95.7
25	14.5	40.8	5.1	0.28	0.15	355	95.2
26	14.4	40.5	4.9	0.25	0.22	378	96.1
27	14.5	41.3	5.2	0.15	0.19	356	95.7
28	14.3	40.8	4.7	0.25	0.16	367	95.4
29	14.6	41.1	5.2	0.22	0.09	377	95.9
30	14.4	40.9	5.3	0.28	0.16	368	95.9

浙江旭森非卤消烟阻燃剂有限公司累积试验数据

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
1	13.7	41.6	5.1	0.05	0.37	377	97.9
2	13.3	42.2	5.0	0.08	0.37	376	98.0
3	13.5	42.2	5.0	0.04	0.45	374	97.8
4	13.5	42.0	5.1	0.04	0.41	377	97.7
5	13.5	42.1	5.2	0.05	0.35	376	97.7
6	13.4	41.6	5.2	0.04	0.41	380	97.4
7	13.2	42.4	5.1	0.06	0.33	380	97.6
8	13.1	41.5	5.1	0.03	0.37	376	97.0
9	13.6	42.0	4.8	0.04	0.46	375	97.8
10	13.4	42.3	5.0	0.05	0.36	377	97.2
11	13.2	41.7	4.8	0.05	0.35	383	97.1
12	13.5	42.3	5.1	0.09	0.34	375	97.4
13	13.5	42.2	5.1	0.06	0.45	378	97.5
14	13.2	41.6	5.0	0.06	0.35	374	97.3
15	13.4	41.6	4.8	0.03	0.42	385	97.8
16	13.5	42.0	5.1	0.06	0.45	384	97.2
17	13.3	41.9	5.1	0.04	0.41	384	98.0
18	13.3	42.1	4.9	0.07	0.35	384	97.8

19	13.7	41.6	5.0	0.04	0.35	377	97.1
20	13.2	41.9	4.9	0.08	0.44	379	98.0
21	13.1	41.9	5.0	0.03	0.46	375	97.5
22	13.3	42.3	5.1	0.04	0.47	375	97.5
23	13.7	42.4	5.2	0.08	0.43	380	97.2
24	13.3	42.3	5.0	0.06	0.42	385	97.0
25	13.3	42.4	5.1	0.06	0.45	383	97.4
26	13.2	41.8	5.2	0.05	0.42	385	97.1
27	13.3	41.8	5.1	0.08	0.43	380	97.7
28	13.3	41.7	5.2	0.09	0.49	379	97.9
29	13.6	41.8	4.9	0.04	0.39	376	97.7
30	13.5	42.5	4.9	0.03	0.38	377	97.6

四川省精细化工研究设计院累积试验数据

项目	磷含量, %	氮含量, %	pH 值	水溶性, %	水分, %	2%热失重温度	白度
1	13.3	41.9	5.7	0.06	0.37	376	96.3
2	13.3	42.0	5.3	0.06	0.37	367	96.5
3	13.2	42.1	5.5	0.06	0.44	370	96.4
4	13.2	42.1	5.2	0.07	0.42	376	96.5
5	13.2	42.0	5.2	0.07	0.43	377	96.9
6	13.3	41.6	5.3	0.07	0.40	369	96.5
7	13.4	42.1	5.6	0.03	0.40	365	96.8
8	13.3	41.9	5.1	0.03	0.46	372	96.2
9	13.3	42.1	5.3	0.05	0.40	367	96.3
10	13.3	41.8	5.3	0.06	0.41	366	96.1
11	13.3	42.1	5.3	0.03	0.42	376	96.8
12	13.3	41.6	5.6	0.04	0.38	369	96.2
13	13.2	42.0	5.6	0.04	0.44	369	96.2
14	13.3	42.0	5.4	0.05	0.48	367	96.8
15	13.3	41.9	5.5	0.05	0.47	369	96.0
16	13.1	42.1	5.6	0.05	0.49	371	96.7
17	13.1	42.0	5.6	0.04	0.41	374	96.9
18	13.2	41.8	5.7	0.04	0.44	370	96.5

19	13.3	41.6	5.4	0.07	0.41	372	96.1
20	13.1	41.8	5.4	0.07	0.38	369	96.4
21	13.4	42.0	5.1	0.03	0.44	375	96.8
22	13.1	42.0	5.7	0.07	0.45	371	96.3
23	13.2	41.7	5.3	0.04	0.38	366	97.0
24	13.3	41.8	5.4	0.04	0.43	367	96.0
25	13.3	42.2	5.6	0.03	0.48	371	96.3
26	13.3	41.8	5.3	0.03	0.43	374	96.4
27	13.2	41.8	5.2	0.07	0.46	365	96.1
28	13.3	42.1	5.7	0.07	0.48	375	96.7
29	13.3	41.9	5.6	0.05	0.47	371	96.2
30	13.3	41.9	5.2	0.07	0.42	366	96.0