

ICS 83.040.30
G 85



中华人民共和国国家标准

GB/T 33385—2016

阻燃化学品 水镁石

Flame retardant chemical—Brucite

2016-12-30 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:海城精华矿产有限公司、合肥中科阻燃新材料有限公司、济南泰星精细化工有限公司、营口帝尔科技新材料有限公司、营口环球粉体工程有限公司、营口航盛科技实业有限责任公司、北京理工大学。

本标准主要起草人:张雅民、杨雪、王立贵、钱铭、鲍元春、仪德启、索伟、朱军。

阻燃化学品 水镁石

1 范围

本标准规定了阻燃化学品水镁石的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输及贮存。
本标准适用于水镁石矿经粉碎后加工处理得到的粉末状阻燃剂用水镁石。

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 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
 GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛
 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 化工产品采样通则
 GB/T 6682 分析实验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 无机化工产品白度测定的通用方法

3 要求

3.1 外观

阻燃化学品水镁石外观为白色粉末,无可见杂质。

3.2 理化指标

阻燃化学品水镁石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	
	一等品	合格品
氧化镁(MgO) w_1 /%	\geq 64	60
氧化钙(CaO) w_2 /%	\leq 1.5	2.0
盐酸不溶物 w_3 /%	\leq 3.0	6.0
水分 w_4 /%	\leq 0.5	1.0

表 1 (续)

项 目	指 标	
	一等品	合格品
铁(Fe) $w_5/\%$	≤ 0.2	0.3
灼烧失量 $w_6/\%$	≥ 28.0	28.0
白度	≥ 88	85
筛余物(45 μm 试验筛) $w_7/\%$	≤ 5	≤ 5
粒径(D_{50})/ μm	≤ 12	≤ 12

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水,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定外观。

4.3 氧化镁、氧化钙含量的测定

4.3.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子,在 pH 值为 12.5 时,以钙试剂羧酸钠盐为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。在 pH 为 10 时,以铬黑 T 作指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定钙镁含量,从中减去钙含量,计算出氧化镁的含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.2 三乙醇胺溶液:1+3。

4.3.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH \approx 10。

4.3.2.4 硝酸银溶液:10 g/L。

4.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.6 铬黑 T 指示液:5 g/L。

4.3.2.7 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.3.2.8 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

4.3.3 分析步骤

4.3.3.1 试验溶液的制备

称取约 7 g 试样,精确至 0.002 g。置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿,盖上表面皿,加入适量盐酸溶液(约 45 mL)使试样溶解,在电炉上加热煮沸 3 min~5 min。趁热用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤至无氯离子(用硝酸银溶液检查)。冷却后,将滤液和洗液一并转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用于氧化镁含量、氧化钙含量和铁含量的测定。

保留残渣及滤纸,用于盐酸不溶物含量的测定。

4.3.3.2 氧化镁含量的测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液(4.3.3.1),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 上述溶液,置于 250 mL 锥形瓶中。依次加入 50 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 氯化铵缓冲溶液甲和 2 滴~3 滴铬黑 T 指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色即为终点。

4.3.3.3 氧化钙含量的测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液(4.3.3.1),置于 250 mL 锥形瓶中。依序加入 30 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液,摇动下滴加氢氧化钠溶液,当溶液刚出现沉淀时,加入 0.1 g 左右钙试剂羧酸钠盐指示剂,继续滴加氢氧化钠溶液至溶液由蓝色变为酒红色,再过量 0.5 mL。然后用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为终点。

4.3.4 结果计算

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1 - V_2/20)/1\ 000]cM_1}{m \times (25/500) \times (25/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_2/1\ 000)cM_2}{m \times (50/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——4.3.3.2 滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——4.3.3.3 滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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,单位为克(g);

M_1 ——氧化镁 MgO 的摩尔质量($M_1=40.30$),单位为克每摩尔(g/mol);

M_2 ——氧化钙 CaO 的摩尔质量($M_2=56.08$),单位为克每摩尔(g/mol)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,氧化镁两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%,氧化钙两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 盐酸不溶物的测定

4.4.1 仪器

高温炉:控制温度(875 ± 25)℃。

4.4.2 分析步骤

将 4.3.3.1 保留的残渣及滤纸转入已灼烧至质量恒定的瓷坩埚中。灰化后,置于高温炉中,于(875 ± 25)℃下灼烧 2 h,取出放入干燥器中冷却称量,此项操作反复进行多次,直至质量恒定。

4.4.3 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数 w_3 计,按式(3)计算:

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

式中：

m_1 ——灼烧后坩埚和不溶物的质量，单位为克(g)；

m_2 ——坩埚的质量，单位为克(g)；

m ——试料的质量，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 0.02%。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6284 进行，试样称取 2 g，水分以质量分数 w_4 计，按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

m_0 ——称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_1 ——称量瓶和干燥前试样的质量，单位为克(g)；

m_2 ——称量瓶和干燥后试样的质量，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%。

4.6 铁的测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液(4.3.3.1)，按 GB/T 3049 进行。

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计，按式(5)计算：

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0)/1\,000}{m \times (10/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量，单位为毫克(mg)；

m ——4.3.3.1 中所称试料的质量，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 0.02%。

4.7 灼烧失量的测定

4.7.1 方法提要

在(875±25)℃温度下，阻燃化学品水镁石失水变为氧化镁，同时失去游离水，根据试样减少的质量，确定灼烧失量。

4.7.2 仪器

高温炉：控温在(875±25)℃。

4.7.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(测试完水分的样品)置于已于(875±25)℃下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，精确至 0.000 2 g，盖上坩埚盖并留少许空隙。置于高温炉中，于(875±25)℃下灼烧至质量恒定。

4.7.4 结果计算

灼烧失量以质量分数 w_6 计，按式(6)计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

m_1 ——灼烧前坩埚和试样的质量，单位为克(g)；

m_2 ——灼烧后坩埚和试样的质量，单位为克(g)；

m ——试料的质量，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 0.2%。

4.8 白度的测定

按照 GB/T 23774 进行。

4.9 筛余物(45 μm 试验筛)

4.9.1 仪器、设备

4.9.1.1 试验筛：GB/T 6003.1—2012 的 R40/3 系列， $\Phi 200 \times 50-0.045/0.032$ 。

4.9.1.2 软毛刷。

4.9.1.3 电热恒温干燥箱：控制精度 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.9.2 分析步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g。置于已在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的试验筛中，用水将试样润湿，将试验筛下部浸于水中，用软毛刷轻轻刷洗，酌情更换新水，直至水澄清且软毛刷上无试样为止，然后用水冲洗试验筛。将试验筛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 2 h，迅速取出放入干燥器中，冷却至室温称量(精确至 0.000 2 g)。

4.9.3 结果计算

筛余物以质量分数 ω_7 计，按式(7)计算：

$$\omega_7 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

m_1 ——试验筛和筛余物质量，单位为克(g)；

m_0 ——试验筛质量，单位为克(g)；

m ——试料质量，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%。

4.10 粒径的测定

4.10.1 仪器

激光粒径分析仪：量程应满足测试的粒径范围，仪器具备超声分散、电磁循环及数据分析处理功能，或配置外部超声分散装置。

4.10.2 分析步骤

根据激光粒径分析仪的要求取一定量的试样，置于已确认了仪器背景样品池中，将试样用超声手段在分散介质中分散成适当浓度，将激光粒径分析仪的相关参数调整到仪器最佳使用状态，按照激光粒径分析仪操作步骤测定试样的激光粒径(D_{50})。

5 检验规则

5.1 组批

生产企业用相同材料,相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的阻燃化学品水镁石为一批,每批产品不超过 50 t。

5.2 采样

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。

5.3 检验

表 1 中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

5.4 判定

检验结果采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行修约。全部符合本标准要求时,判该批产品合格。如有一项或一项以上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,复验结果有一项指标不符合本标准要求时,则判该批产品为不合格。

6 标志、标签

6.1 阻燃化学品水镁石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、商标、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的阻燃化学品水镁石都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、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。

7 包装、运输及贮存

7.1 阻燃化学品水镁石产品采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装可采用聚丙烯塑料编织袋或牛皮纸袋。包装内袋采用热合压制或用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。

7.2 阻燃化学品水镁石产品运输中应有遮盖物,防止雨淋、受潮、污染、破损。

7.3 阻燃化学品水镁石产品应贮存于通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮、污染。