

ICS 71.080.15; 71.100.40
G 17
备案号: 65268~65271—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5340~5343—2018

阻燃化学品 三聚氰胺磷酸盐、三聚氰胺氰尿酸盐、 十溴二苯乙烷和四溴双酚 A (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5340—2018	阻燃化学品	三聚氰胺磷酸盐	(1)
HG/T 5341—2018	阻燃化学品	三聚氰胺氰尿酸盐	(15)
HG/T 5342—2018	阻燃化学品	十溴二苯乙烷	(31)
HG/T 5343—2018	阻燃化学品	四溴双酚 A	(41)

ICS 71. 100. 40
G 17
备案号: 65268—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5340—2018

阻燃化学品 三聚氰胺磷酸盐

Flame retardant chemical—Melamine phosphate

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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/TC63) 归口。

本标准起草单位：四川省精细化工研究设计院、安庆市月铜铝业股份有限公司、中国林科院木材工业研究所、青岛中化新材料实验室检测技术有限公司、北京理工大学。

本标准主要起草人：黄维光、赵世比、徐生运、陈志林、陈福花、李向梅。

阻燃化学品 三聚氰胺磷酸盐

1 范围

本标准规定了阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于由三聚氰胺和磷酸为主要原料反应制得的三聚氰胺磷酸盐。本产品主要用作聚烯烃、聚酯、涂料等的阻燃剂。

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—2008 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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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

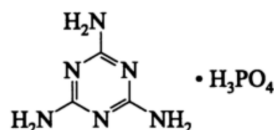
GB/T 23769 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

3 分子式、相对分子质量和分子结构

3.1 分子式： $C_3H_3N_6O_4P$

3.2 相对分子质量：224.11（按 2015 年国际相对原子质量）

3.3 分子结构式：



3.4 鉴别试验：见附录 A。

4 要求

4.1 外观：白色粉末。

4.2 阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
磷 (P) $w/\%$	≥ 12.0
氮 (N) $w/\%$	≥ 36.0
水分 $w/\%$	≤ 0.3
pH 值	2.0~4.0
溶解度 (20℃)/(g/L H ₂ O)	6

5 试验方法

5.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 操作者须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。使用易燃品时, 禁止使用明火加热。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、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。

5.3 磷含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性介质中, 样品中的磷酸根全部与加入的喹钼柠酮形成磷钼酸喹啉沉淀。过滤、洗涤、干燥和称量, 计算磷的含量。

5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 硝酸溶液: 1+1。

5.3.2.2 喹钼柠酮试剂:

溶液 a——70 g 钼酸钠于 400 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水溶解;

溶液 b——60 g 柠檬酸于 1 000 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水溶解后, 加入 85 mL 硝酸;

溶液 c——将溶液 a 加入溶液 b 中, 混匀;

溶液 d——混合 35 mL 硝酸和 100 mL 水于 400 mL 烧杯中, 再加入 5 mL 喹啉;

溶液 e——将溶液 d 加入溶液 c 中, 混匀, 静置 24 h 后, 过滤, 滤液中加入 280 mL 丙酮, 用水稀释至 1 000 mL。溶液贮存于聚乙烯瓶中, 置于暗处, 避光、避热。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 玻璃砂坩埚: 滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

5.3.3.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 180℃ \pm 2℃。

5.3.4 试验步骤

5.3.4.1 样品溶液的制备

称取 0.25 g 样品 (精确至 0.000 2 g), 置于 150 mL 烧杯中, 加入 15 mL 硝酸溶液, 于电炉上加

热微沸并保持 1 min。取下烧杯，待冷却后转移至 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀（浑浊时，干过滤）。

5.3.4.2 空白试验

除不加样品外，其他加入的试剂量与样品溶液的制备相同，并与样品同时进行同样的处理。

5.3.4.3 测定

用移液管移取 50 mL 样品溶液和空白试验溶液，分别置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100 mL。在电炉上加热至沸。取下，加入 35 mL 喹钼柠酮试剂，盖上表面皿，在电热板上微沸 1 min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层。取出烧杯，冷却至室温，冷却过程中搅拌 3 次~4 次。

用预先在 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的玻璃砂坩埚抽滤，先将上层清液滤完，然后用倾泻法洗涤沉淀 1 次~2 次（每次用水约 20 mL），将沉淀全部转移至玻璃砂坩埚中，再用水继续洗涤，所用水共 125 mL~150 mL。把玻璃砂坩埚与沉淀置于 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱内，待温度达到 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后干燥 45 min，移入干燥器中冷却至室温，称量。

5.3.5 试验数据处理

磷含量以磷（P）的质量分数 w_1 计，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.014\ 00}{m_0 \times (50/250)} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 7}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——样品溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

0.014 00——磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

计算结果表示到小数点后 2 位。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 0.15 %。

5.4 氮含量的测定

5.4.1 方法提要

样品经硫酸分解，在碱性溶液中蒸馏出氨，用过量的硫酸溶液吸收，以甲基红-亚甲基蓝溶液为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 硫酸。

5.4.2.2 氢氧化钠溶液：400 g/L。

5.4.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.5\text{ mol/L}$ 。

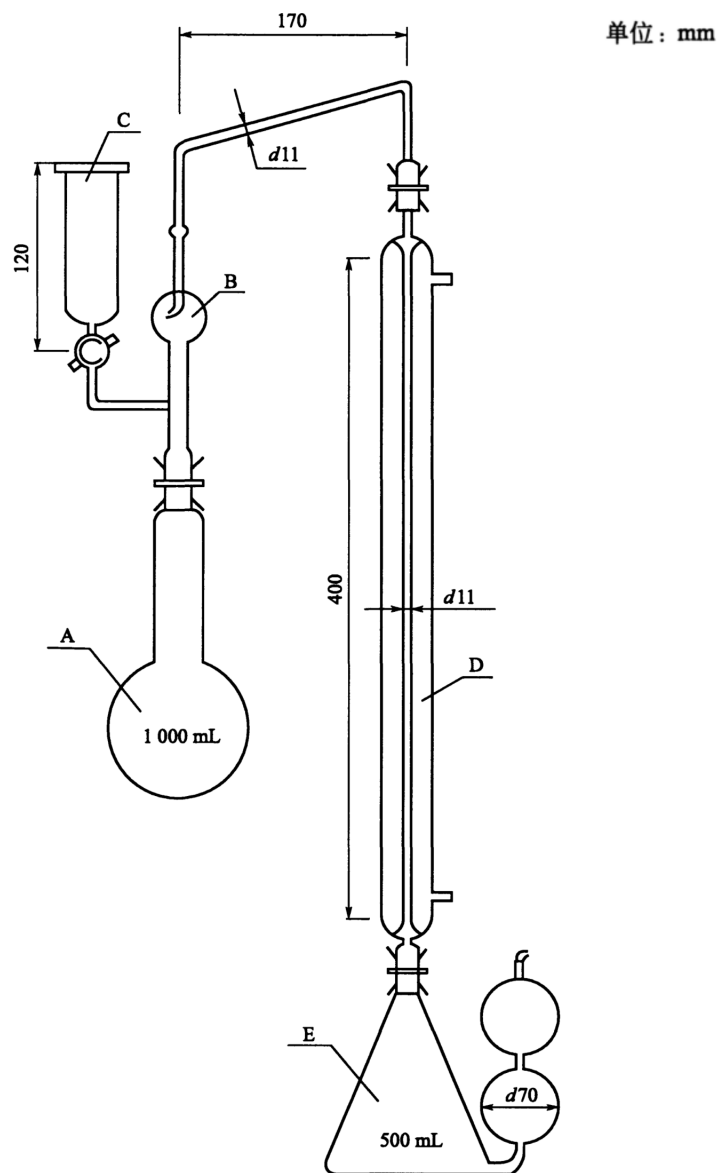
5.4.2.4 硫酸溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 1\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。

5.4.3 仪器设备

本标准推荐的蒸馏仪器如图 1 所示（或其他具有相同功效的定氮蒸馏仪器），包括以下各部分：

- a) 蒸馏烧瓶：容积为 1 L 的圆底烧瓶；
- b) 单球防溅球管和顶端开口、容积约 50 mL、与防溅球进出口平行的圆筒形滴液漏斗；
- c) 直形冷凝管：有效长度约 400 mm；
- d) 接收瓶：容积约为 500 mL 的锥形瓶，瓶侧连接双连球；
- e) 梨形玻璃漏斗。



说明：

- A——蒸馏烧瓶；
- B——防溅球管；
- C——圆筒形滴液漏斗；
- D——直形冷凝管；
- E——带双连球锥形瓶。

图 1 蒸馏装置图

5.4.4 试验步骤

称取 0.35 g 样品（精确至 0.000 2 g），置于蒸馏烧瓶中，用少量水润湿，小心加入 15 mL 硫酸（5.4.2.1），插上梨形玻璃漏斗。在通风橱内加热至冒浓的硫酸白烟，至少保持 15 min。冷却至室温，小心加入 300 mL 水，同时加入几粒防爆沸石。

用移液管移取 20 mL 硫酸溶液（5.4.2.4）于接收瓶中，加水使溶液量能淹没接收瓶的双连球瓶颈，加入 4 滴～5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂（5.4.2.5）。

按图 1 装好蒸馏仪器，保证仪器所有连接部分密封。

通过蒸馏装置的圆筒形滴液漏斗加入 80 mL 氢氧化钠溶液（5.4.2.2），加水冲洗圆筒形滴液漏斗，圆筒形滴液漏斗内应存留几毫升溶液。

加热蒸馏，直到接收瓶中的收集量达到 200 mL 时，移开接收瓶，用 pH 试纸检查冷凝管出口的液滴，如无碱性时结束蒸馏。

用氢氧化钠标准滴定溶液（5.4.2.3）返滴定过量硫酸溶液，至混合指示剂呈现灰绿色为终点。同时做空白试验。

5.4.5 试验数据处理

氮含量以氮（N）的质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c[(V_2 - V_1)/1\,000]M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——滴定样品溶液时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——滴定空白试验溶液时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

M ——氮的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=14.01$ ）。

计算结果表示到小数点后 2 位。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 %。

5.5 水分含量的测定

5.5.1 方法提要

于 105 ℃±2 ℃下将样品烘干至恒重，测定样品减少的质量。

5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 称量瓶：φ50 mm×30 mm。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 ℃±2 ℃。

5.5.3 试验步骤

称取 5 g 样品（精确至 0.000 2 g），置于在 105 ℃±2 ℃下烘至恒重的称量瓶中，于 105 ℃±2 ℃下烘至恒重。

5.5.4 试验数据处理

水分含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥前样品和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后样品和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。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 %。

5.6 pH 值的测定

5.6.1 仪器设备

酸度计：精度 0.02 pH 单位，配有复合电极或玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极。

5.6.2 试验步骤

称取 1 g 样品（精确至 0.01 g），置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 不含二氧化碳的水，在室温下按 GB/T 23769 进行测定。

测定结果表示到小数点后 2 位。取平行测试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 pH 单位。

5.7 溶解度的测定

5.7.1 方法提要

在 100 mL 水中加入一定量的样品，恒温振荡，过滤，取一定量的滤液蒸干，烘至恒重。

5.7.2 仪器设备

5.7.2.1 瓷蒸发皿：150 mL。

5.7.2.2 水浴恒温振荡器：控温精度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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

5.7.3 试验步骤

称取 1 g 样品（精确至 0.01 g），置于 150 mL 具塞三角瓶中，用移液管加入 100 mL $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右的水，加水时同时摇动三角瓶，在 $20.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴恒温振荡器中振荡 20 min 后，用慢速定量滤纸干过滤，弃去最初的几毫升滤液。用移液管移取 50 mL 滤液于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒重的瓷蒸发皿中，在沸水浴上蒸干，移入电热恒温干燥箱，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘至恒重。

5.7.4 试验数据处理

溶解度以 ρ 计，数值以克每升（g/L）表示，按公式（4）计算：

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{50} \times 1\,000 = (m_2 - m_1) \times 20 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——瓷蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——水溶物和瓷蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。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 0.5 g/L。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

本标准要求中规定的所有指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 组批

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阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐为一批。每批产品不超过 10 t。

6.3 抽样方案

按 GB/T 6678 的规定确定采集样品单元数。采集样品时，将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装入两个清洁、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、采集样品日期和采集者姓名。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 结果判定

6.4.1 生产厂应保证每批出厂的阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐产品都符合本标准的要求。

6.4.2 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标准的要求，则整批产品为不合格。

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

7 标志、标签

7.1 阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐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、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐都应附有质量证书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用纸塑复合袋或塑料编织袋。包装内袋用尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳绳现象。如需特殊包装，供需双方另行协商。每袋净含量 25 kg，也可根据用户要求的规定进行包装。

8.2 运输

阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐在运输过程中应防潮、防雨。

8.3 贮存

阻燃化学品三聚氰胺磷酸盐应贮存于通风、干燥的库房内，防潮。贮存期为 1 年。超过贮存期，经检验合格后方可使用。

附 录 A

(资料性附录)

三聚氰胺磷酸盐的鉴别试验

红外光谱法——试样与三聚氰胺磷酸盐标样在 $3\,900\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。三聚氰胺磷酸盐标样红外光谱图见图 A.1。

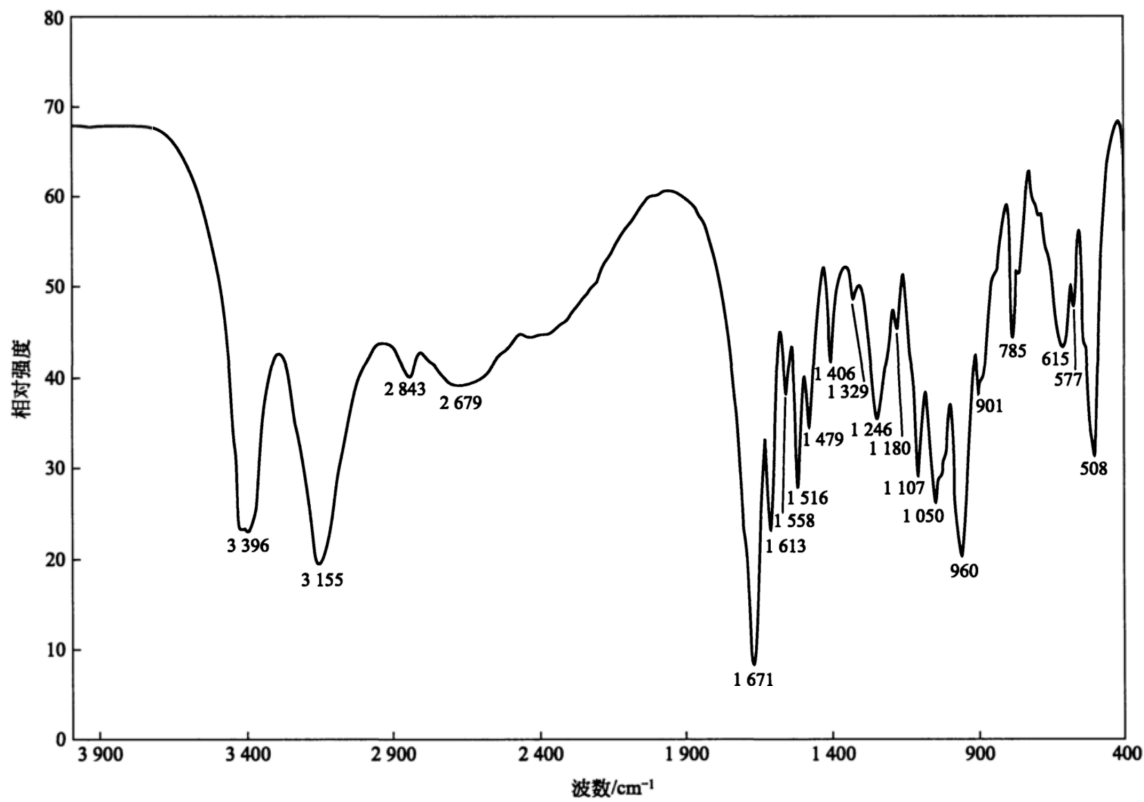


图 A.1 三聚氰胺磷酸盐标样红外光谱图

中华人民共和国
化工行业标准
阻燃化学品
三聚氰胺磷酸盐、三聚氰胺氰尿酸盐、
十溴二苯乙烷和四溴双酚 A
(2018)

HG/T 5340~5343—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3½ 字数 79.4 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2510

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

