

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、三聚氰胺氯尿酸盐、
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	三聚氰胺氯尿酸盐	(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)

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5341—2018

阻燃化学品 三聚氰胺氰尿酸盐

Flame retardant chemical—Melamine cyanurate

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、济南泰星精细化工有限公司、寿光卫东化工有限公司、杭州捷尔思阻燃化工有限公司、上海旭森非卤消烟阻燃剂有限公司、苏州市安特菲尔新材料有限公司、北京理工大学、山东省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：黄维光、李世荣、宋传君、谢忠财、张孟欢、李金玉、刘丽、李向梅、陈现景。

阻燃化学品

三聚氰胺氯尿酸盐

1 范围

本标准规定了阻燃化学品三聚氰胺氯尿酸盐的要求、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氯尿酸为主要原料反应制得的三聚氰胺氯尿酸盐。该产品主要用作树脂、橡胶等合成材料的阻燃剂，润滑油、脂、膏的润滑添加剂等。

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 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 9086 用于色度和光度测量的标准白板

GB/T 19077—2016 粒度分析 激光衍射法

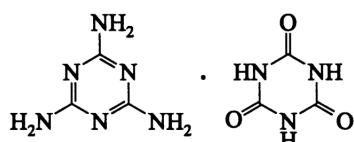
GB/T 23769 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

3 分子式、相对分子质量和分子结构式

3.1 分子式：C₆H₉N₉O₃

3.2 相对分子质量：255.18（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 外观为白色粉末，粒度测试方法见附录 B。

4.2 阻燃化学品三聚氰胺氯尿酸盐应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标
三聚氰胺氯尿酸盐 w/%	≥	99.5
水分 w/%	≤	0.2
游离三聚氰胺 w/%	≤	0.3
游离氯尿酸 w/%	≤	0.2
pH 值		5.0~7.5
白度 (R ₄₅₇)	≥	95.0

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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水，液相色谱用水为 GB/T 6682—2008 中规定的一级水。试验中所用的制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 603 的规定制备。

5.3 三聚氰胺氯尿酸盐含量的测定

5.3.1 方法提要

利用三聚氰胺氯尿酸盐溶解度极小的特点，将样品溶液加热至 50 ℃ 溶解其中的可溶物杂质，过滤、洗涤、干燥、称量。

5.3.2 仪器设备

5.3.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

5.3.2.2 水浴恒温振荡器：控温精度 ± 0.5 °C。

5.3.2.3 电热恒温干燥箱：控制温度 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.3 试验步骤

称取 1 g 样品（精确至 0.000 2 g），置于 500 mL 烧杯中，加入 200 mL 水，置于 50 ℃ 水浴恒温振荡器中，振荡 5 min~10 min。取下，冷却至室温，用在 105 ℃ ± 2 ℃ 下恒重的玻璃砂坩埚抽滤，用少量水洗涤滤饼，将玻璃砂坩埚和滤饼于 105 ℃ ± 2 ℃ 下烘至恒重。

5.3.4 试验数据处理

三聚氰胺氯尿酸盐含量以质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

m_1 ——干燥后的玻璃砂坩埚与滤饼的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——恒重的玻璃砂坩埚的质量的数值，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 0.3 %。

5.4 水分的测定

5.4.1 方法提要

于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下将样品烘至恒重，根据样品干燥前后的质量确定水分。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

5.4.2.2 电热恒温干燥箱：控制温度 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.3 试验步骤

称取 5 g 样品（精确至 0.000 2 g），置于在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下烘至恒重的称量瓶中，于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下烘至恒重。

5.4.4 试验数据处理

水分含量以质量分数 w , 计, 数值以%表示, 按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

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 %。

5.5 游离三聚氰胺含量的测定

5.5.1 重量法

5.5.1.1 方法提要

样品溶液与过量氯尿酸反应，生成难溶的三聚氯胺氯尿酸盐，干燥沉淀物，称量，计算含量。

5.5.1.2 试剂或材料

5.5.1.2.1 氯尿酸溶液: 1.8 g/L。

加热溶解 1.8 g 氯尿酸于 1 000 mL 水中。在保存过程中不得出现结晶。

5.5.1.2.2 氰尿酸溶液: 0.3 g/L。

溶解 0.3 g 氯尿酸于 1 000 mL 水中。

5.5.1.3 仪器设备

- 5.5.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。
- 5.5.1.3.2 电热恒温干燥箱：控制温度 105 ℃±2 ℃。
- 5.5.1.3.3 布氏漏斗。

5.5.1.4 试验步骤

称取 10 g 样品（精确至 0.01 g），加入 100 mL 水，加热近沸。趁热用三层慢速定量滤纸于布氏漏斗中抽滤，将滤液转移至 150 mL 烧杯中，加热近沸。在不断搅拌下滴加 25 mL 氯尿酸溶液（5.5.1.2.1），煮沸后，室温放置 1 h，再移入冷水中静置 1 h。然后用已于 105 ℃±2 ℃ 下恒重的玻璃砂坩埚抽滤，用氯尿酸溶液（5.5.1.2.2）洗涤沉淀。将玻璃砂坩埚移入 105 ℃±2 ℃ 电热恒温干燥箱中，烘 2 h。取出，冷却至室温，称量。

5.5.1.5 试验数据处理

游离三聚氰胺含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 \times 0.4942}{m_0} \times 100 = \frac{m_1 \times 49.42}{m_0} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——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）；

0.4942——三聚氰胺氯尿酸盐换算成三聚氰胺的系数。

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 %。

5.5.2 高效液相色谱法（仲裁法）

5.5.2.1 方法提要

用水加热溶解样品中的游离三聚氰胺，冷却后取其滤液，用液相色谱进行测定，以外标法定量。

5.5.2.2 试剂或材料

- 5.5.2.2.1 三聚氰胺：纯度≥99.0 %。

- 5.5.2.2.2 柠檬酸。

- 5.5.2.2.3 辛烷磺酸钠：色谱纯。

- 5.5.2.2.4 乙腈：色谱纯。

5.5.2.2.5 离子对试剂缓冲溶液。

称取 2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠，加入约 980 mL 水溶解，调节 pH 至 3.0 后，定容至 1 000 mL，备用。

- 5.5.2.2.6 三聚氰胺标准储备液：1 mL 溶液含 1 mg 三聚氰胺。

称取 0.100 g 三聚氰胺，用水溶解，定容至 100 mL。

5.5.2.3 仪器设备

液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.5.2.4 液相色谱参考条件

5.5.2.4.1 色谱柱: C₁₈ 柱, 250 mm×4.6 mm×5 μm。

5.5.2.4.2 流动相: 离子对试剂缓冲溶液-乙腈 (83+17, 体积比)。

5.5.2.4.3 检测波长: 240 nm。

5.5.2.4.4 流速: 1.0 mL/min。

5.5.2.4.5 柱温: 40 °C。

5.5.2.4.6 进样量: 20 μL。

5.5.2.5 试验步骤

5.5.2.5.1 标准曲线的绘制

用水将三聚氰胺标准储备液逐级稀释, 得到浓度为 5 μg/mL、10 μg/mL、15 μg/mL、20 μg/mL、30 μg/mL 的标准工作溶液。按浓度由低到高进样检测, 分别记录色谱峰面积。以三聚氰胺的浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

5.5.2.5.2 样品的处理和测定

称取 1 g 样品 (精确至 0.001 g), 置于 250 mL 烧杯中, 准确量取 100 mL 水, 加入盛有待测试样的烧杯中, 搅拌加热至 50 °C, 冷却后过滤, 取其滤液进行测定。记录色谱峰面积, 并依据标准曲线计算其浓度。

同时做空白试验。

5.5.2.5.3 试验数据处理

游离三聚氰胺含量以质量分数 w_4 计, 数值以%表示, 按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{(c_1 - c_0) \times 100}{m \times 10^6} \times 100 = \frac{c_1 - c_0}{m \times 100} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c_1 ——样品溶液中三聚氰胺的浓度的数值, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

c_0 ——空白溶液中三聚氰胺的浓度的数值, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

m ——样品的质量的数值, 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 %。

5.6 游离氰尿酸含量的测定

5.6.1 重量法

5.6.1.1 方法提要

样品溶液与过量三聚氰胺反应, 生成难溶的三聚氰胺氰尿酸盐, 干燥沉淀物, 称量, 计算含量。

5.6.1.2 试剂或材料

5.6.1.2.1 三聚氰胺溶液: 10 g/L。

称取 0.10 g 三聚氰胺于 50 mL 烧杯中，加入 10 mL 水，加热溶解。现用现加热配制。

5.6.1.2.2 三聚氰胺溶液：0.3 g/L。

溶解 0.3 g 三聚氰胺于 1 000 mL 水中。

5.6.1.3 仪器设备

5.6.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

5.6.1.3.2 电热恒温干燥箱：控制温度 105 °C ± 2 °C。

5.6.1.3.3 布氏漏斗。

5.6.1.4 试验步骤

称取 10 g 样品（精确至 0.01 g），加入 100 mL 水，加热近沸。趁热用三层慢速定量滤纸于布氏漏斗中抽滤，将滤液转移至 150 mL 烧杯中，加热近沸。在不断搅拌下滴加 10 mL 三聚氰胺溶液（5.6.1.2.1），煮沸后，室温放置 1 h，再移入冷水中静置 1 h。然后用已恒重的玻璃砂坩埚抽滤，用三聚氰胺溶液（5.6.1.2.2）洗涤沉淀。将玻璃砂坩埚移入 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中，烘 2 h。取出，冷却至室温，称量。

5.6.1.5 试验数据处理

游离氰尿酸含量以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 0.5058}{m_0} \times 100 = \frac{m_1 \times 50.58}{m_0} \quad \dots\dots\dots \quad (5)$$

式中：

m_1 ——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）；

0.5058——三聚氰胺氰尿酸盐换算成氰尿酸的系数。

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 %。

5.6.2 高效液相色谱法（仲裁法）

5.6.2.1 方法提要

用水加热溶解样品中的游离氰尿酸，冷却后取其滤液，用液相色谱进行测定，以外标法定量。

5.6.2.2 试剂或材料

5.6.2.2.1 氰尿酸：纯度 ≥ 99.0 %。

5.6.2.2.2 四丁基溴化铵：色谱纯。

5.6.2.2.3 十二水磷酸氢二钠。

5.6.2.2.4 乙腈：色谱纯。

5.6.2.2.5 离子对试剂缓冲溶液。

称取 1.61 g 四丁基溴化铵和 1.79 g 十二水磷酸氢二钠，加入约 980 mL 水溶解，调节 pH 至 7.5 后，定容至 1 000 mL，备用。

5.6.2.2.6 氟尿酸标准储备液：1 mL 溶液含 1 mg 氟尿酸。

称取 0.100 g 氟尿酸，用水溶解，定容至 100 mL。

5.6.2.3 仪器设备

液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.6.2.4 液相色谱参考条件

5.6.2.4.1 色谱柱：C₁₈ 柱，250 mm×4.6 mm×5 μm。

5.6.2.4.2 流动相：离子对试剂缓冲溶液-乙腈（92+8，体积比）。

5.6.2.4.3 检测波长：220 nm。

5.6.2.4.4 流速：1.0 mL/min。

5.6.2.4.5 柱温：40 °C。

5.6.2.4.6 进样量：20 μL。

5.6.2.5 试验步骤**5.6.2.5.1 标准曲线的绘制**

用水将氟尿酸标准储备液逐级稀释，得到浓度为 1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、30 μg/mL 的标准工作溶液。按浓度由低到高进样检测，分别记录色谱峰面积。以氟尿酸的浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

5.6.2.5.2 样品的处理和测定

称取 1 g 样品（精确至 0.001 g），置于 250 mL 烧杯中，准确量取 100 mL 水，加入盛有待测试样的烧杯中，搅拌加热至 50 °C，冷却后过滤，取其滤液进行测定。记录色谱峰面积，并依据标准曲线计算其浓度。

同时做空白试验。

5.6.2.5.3 试验数据处理

游离氟尿酸含量以质量分数 w₆ 计，数值以%表示，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{(c_1 - c_0) \times 100}{m \times 10^6} \times 100 = \frac{c_1 - c_0}{m \times 100} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

c₁——样品溶液中氟尿酸的浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

c₀——空白溶液中氟尿酸的浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

m——样品的质量的数值，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 0.02 %。

5.7 pH 值的测定**5.7.1 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。

5.7.2 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 pH 单位。

5.8 白度的测定

5.8.1 仪器设备

5.8.1.1 全自动白度计。

5.8.1.2 标准白板：符合 GB/T 9086 的规定。

5.8.2 试验步骤

取一定量的样品，放入压样器中，压制成表面平整、无纹理、无疵点、无污点的样品板。

按仪器的使用说明预热稳定仪器，调零，用标准白板调校仪器后，将样品板置于仪器上，测定样品的蓝光白度。

测定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 1.0。

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氯尿酸盐为一批。每批产品不超过 20 t。

6.3 采样方案

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 处采集样品。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氯尿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氰尿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—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的阻燃化学品三聚氰胺氰尿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氰尿酸盐采用双层包装，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格进行包装。

8.2 运输

阻燃化学品三聚氰胺氰尿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氰尿酸盐应贮存于通风、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)
三聚氰胺氯尿酸盐的鉴别试验

红外光谱法——试样在 $3900\text{ cm}^{-1}\sim400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应与三聚氰胺氯尿酸盐标样红外光谱图无明显差异。三聚氰胺氯尿酸盐标样红外光谱图见图 A. 1。

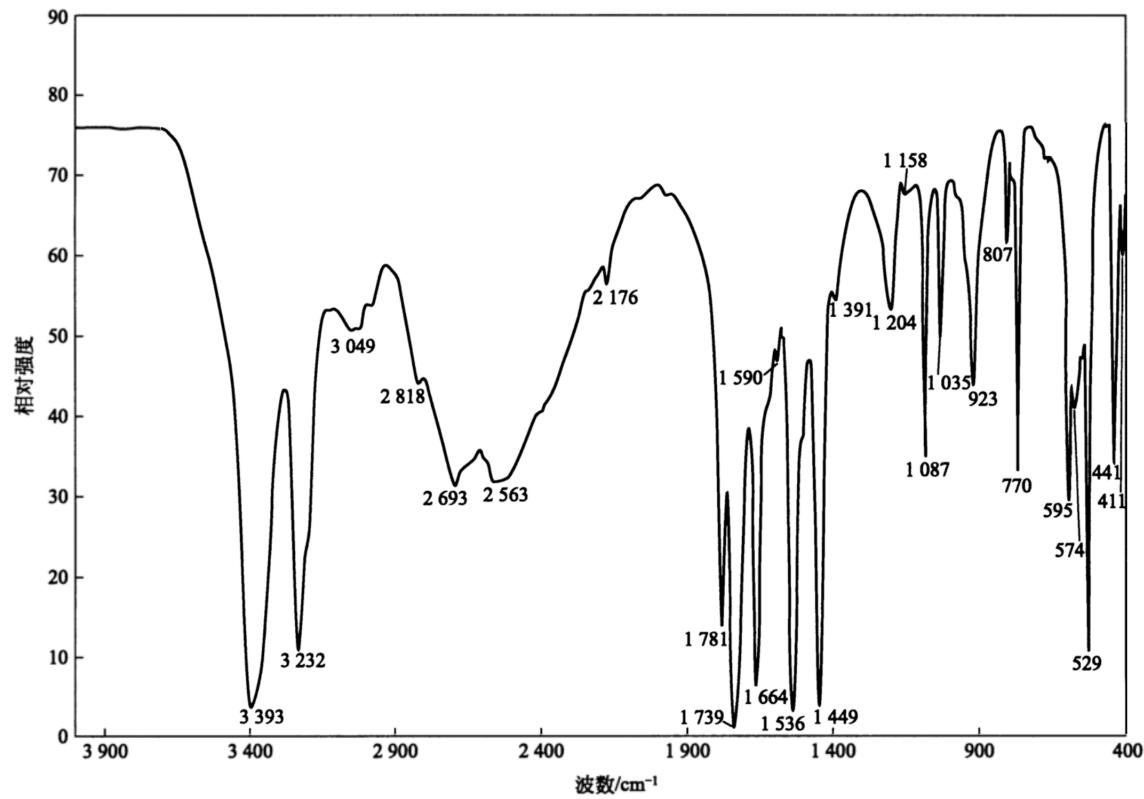


图 A. 1 三聚氰胺氯尿酸盐标样红外光谱图

附录 B
(资料性附录)
粒度测试方法

B. 1 方法提要

样品以适当的浓度在合适的液体中分散后，让一束单色的光束（通常是激光）通过其间。光波颗粒散射后，有规律地分布在不同的角度上，多元探测器在许多角度上接收到有关散射图的数值，并记录这些数值供以后分析。使用适当的光学模型和数学程序对散射数值进行计算，得到各粒度级别的颗粒体积占总体积的比值，从而得到粒度的体积分布。

B. 2 仪器

激光粒度分析仪：符合 GB/T 19077—2016 的规定。

B. 3 试验步骤

取适量样品，采用湿法测定，以水或乙醇作分散液，按 GB/T 19077—2016 第 6 章进行测定。

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

