

ICS 71.080.15
G 17
备案号: 65270—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5342—2018

阻燃化学品 十溴二苯乙烷

Flame retardant chemical—Decabromodiphenylethane

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：寿光卫东化工有限公司、山东天一化学股份有限公司、泰州百力化学股份有限公司、济南泰星精细化工有限公司、山东润科化工股份有限公司、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：刘瑞祥、张腾腾、单美青、黄冬如、王艳辉、王东全、李向梅、刘建志。

阻燃化学品 十溴二苯乙烷

1 范围

本标准规定了阻燃化学品十溴二苯乙烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以二苯乙烷和工业溴为原料制得的用于阻燃剂使用的十溴二苯乙烷。

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。

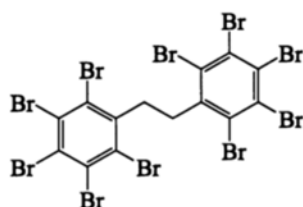
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 5950 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法

3 分子式、相对分子质量、分子结构式

3.1 分子式： $C_{14}H_4Br_{10}$

3.2 相对分子质量：971.22（按 2015 年国际相对原子质量）

3.3 分子结构式：



4 要求

4.1 外观为白色或淡黄色粉末。

4.2 阻燃化学品十溴二苯乙烷应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
溴含量/% \geq	81.5	80.5
熔点（初熔点）/℃ \geq	345.0	340.0
水分/% \leq	0.10	0.20
粒径（ D_{50} ）/μm \leq	3.0	5.0
白度（ R_{457} ） \geq	89.0	85.0
1 %热失重温度/℃ \geq	330.0	310.0

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，严禁使用明火加热。

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 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、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 溴含量的测定

5.3.1 方法提要

采用碱熔后电位滴定法测定试样的溴含量。在微酸性条件下，以硝酸银标准滴定溶液滴定溴离子的含量，以电极电位的突跃点判定滴定终点。

5.3.2 试剂及溶液

5.3.2.1 氢氧化钠。

5.3.2.2 氢氧化钾。

5.3.2.3 碳酸钙。

5.3.2.4 乳化剂 OP-10（烷基酚聚氧乙烯醚-10）。

5.3.2.5 硝酸溶液：1+2。

5.3.2.6 硝酸溶液：1+200。

5.3.2.7 氢氧化钠溶液：40 g/L。

称取 40 g 氢氧化钠，溶于水中，用水稀释至 1 000 mL。

5.3.2.8 氢氧化钾溶液：400 g/L。

称取 40 g 氢氧化钾，溶于水中，用水稀释至 100 mL。

5.3.2.9 淀粉溶液：10 g/L。

5.3.2.10 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.11 溴酚蓝指示液：1 g/L。

称取 0.1 g 溴酚蓝，溶于乙醇（95 %），用乙醇（95 %）稀释至 100 mL，混合均匀。

5.3.2.12 乙醇：95 %。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 分析天平：精确到 0.1 mg。

5.3.3.2 镍坩埚：50 mL。

5.3.3.3 调温电炉：2 000 W。

5.3.3.4 电位滴定仪。

5.3.4 试验步骤

用镍坩埚称取 $0.15 \text{ g} \pm 0.02 \text{ g}$ 试样（精确至 0.000 1 g），滴加 1 滴乳化剂，加入 10 滴氢氧化钾溶液（5.3.2.8）及 1 滴~2 滴乙醇，摇匀，再加入 2.0 g 固体氢氧化钠、2.6 g 固体氢氧化钾，覆盖在试样表面。盖上坩埚盖子（不盖严），在电炉上慢慢加热。待氢氧化钠、氢氧化钾熔化后，继续加热，至试样完全熔融。

将坩埚冷却后，放入 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，加热使坩埚内固体全部溶解在水中。用镊子将坩埚从烧杯中取出，用少量水将坩埚冲洗干净。待烧杯中的溶液完全冷却后，加入 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液，溶液呈蓝紫色。依次滴加硝酸（5.3.2.5）溶液、氢氧化钠溶液（5.3.2.7）、硝酸溶液（5.3.2.6），溶液颜色由蓝紫色变为黄色，再变为淡蓝紫色，最终变为淡黄色。再加入约 20 mg 碳酸钙（此时溶液的 $\text{pH}=5\sim6$ ），加水稀释至约 90 mL，加入 10 mL 淀粉溶液，用硝酸银标准滴定溶液滴定，利用电位滴定仪确定滴定终点。同时做空白试验。

5.3.5 试验数据处理

溴的质量分数 w_1 ，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——溴（Br）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=79.90$ ）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

5.3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.2 %。

5.4 熔点的测定

按 GB/T 617 的规定进行。

5.5 水分的测定

按 GB/T 6284 的规定进行。

5.6 粒径 (D_{50}) 的测定

按 GB/T 19077 的规定进行。采用湿法测定，样品的折射率为 1.525。

5.7 白度 (R_{457}) 的测定

按 GB/T 5950 的规定进行。

5.8 1 %热失重温度的测定

5.8.1 方法提要

采用热失重分析仪测量物质的热失重温度，以此评价物质的热稳定性。

5.8.2 仪器设备

热失重分析仪 (TGA)。

5.8.3 试剂

高纯氮气：纯度为 99.999 %。

5.8.4 试验步骤

5.8.4.1 试样制备

取 20 g 试样，放入 125 °C 烘箱内，干燥 60 min。取出，放入干燥器中，冷却至室温，备用。

5.8.4.2 试验条件

初始温度 50 °C，以 10 °C/min 的速率升温至 500 °C，样品室氮气保护气流量为 40 mL/min，测试过程中使用的坩埚均不加盖。

5.8.4.3 试验步骤

根据仪器操作规程的要求，测试前需要对实验仪器进行温度和重量校准以及对测试用坩埚进行高温煅烧至恒重。测试时先放入空坩埚去皮重，然后将约 10 mg 试样放入坩埚中，设置测试条件，启动仪器，记录 TGA 曲线，读取试样失重为 1 %时的温度。

5.8.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 2.0 °C。

6 检验规则

6.1 检验项目为本标准中所规定的所有指标项目。

6.2 产品应由生产厂的质量检验部门按本标准的要求进行检验，每批出厂的产品都应附有质量检验部门的质量合格证。

6.3 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或者同一班组生产的产品为一批。每批产品不超过 25 t。

6.4 按 GB/T 6678 确定取样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的 3/4 处取样。将所取的试样混匀，用四分法缩分至 500 g，分装入两个清洁、干燥的试样袋（瓶）中，密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号、取样日期和取样人姓名。一袋（瓶）由质量检验部门检验，另一袋（瓶）保存 6 个月备查。

6.5 使用单位有权按本标准的规定对所收到的产品进行质量检验。检验结果有一项指标不合格时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果仍不合格时，则整批产品为不合格产品。

6.6 检验结果按 GB/T 8170 中的修约值比较法进行。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 包装袋上应有牢固的标志，内容包括生产厂家名称、厂址、产品名称、等级、生产日期、批号、净重、标准编号及其商标，并印有 GB/T 191 中规定的“怕雨”标志。

7.2 本产品用带内衬的纸塑包装，每袋净重 25 kg，或按客户要求包装。

7.3 本产品在运输过程中应防止受潮、雨淋和破袋。

7.4 本产品应贮存在干燥的库房内，防止雨淋和日晒。贮存期为 2 年。超过贮存期，经检验合格后方可使用。