

HG

中华人民共和国化工行业标准

染料中间体 (2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3412—1990《三聚氰氨》进行修订而成。

本标准与 HG/T 3412—1990 的主要差异:

——对含量、细度、甲苯不溶物的技术指标进行了修订。

——增加了堆积密度技术指标。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3412—1990。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:沈阳化工研究院、营口三征有机化工股份有限公司、天津鑫得利化学总厂。

本标准主要起草人:王非、李春荣、孙涣浦。

本标准于 1980 年首次发布为化工部颁标准 HG 2—1380—1980,1990 年进行第一次修订,并调整为专业标准 ZB G56 007—1990,1998 年调整为推荐性化工行业标准,并重新编号为 HG/T 3412—1990。

本标准由全国染料标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3412—2002

三聚氯氰

代替 HG/T 3412—1990

Cyanuric Chloride

1 范围

本标准规定了三聚氯氰的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

该产品主要用于染料、农药。

结构式：



分子式： $(\text{CNCl})_3$

相对分子质量：184.41(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2384—1992 染料中间体熔点范围测定通用方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)

3 要求

三聚氯氰的质量应符合表 1 要求。

表 1 三聚氯氰的质量要求

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
外观	白色均匀粉末	白色至微黄色均匀粉末
初熔点, °C	≥ 145.5	145.0
三聚氯氰含量, %	≥ 99.3	99.0
细度(通过孔径 125 μm 标准筛后残余物的量), % ¹⁾	≤ 5.0	10.0
甲苯不溶物含量, %	≤ 0.3	0.5
堆积密度, g/mL	≤ 0.90	1.20
注:		
1) 细度指标为用于染料行业的产品所规定。		

4 采样

采样以批为单位,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样桶数应符合 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定。所取产品的包装必须完好,取样时勿使外界杂质落入产品中,用探管探取包括上、中、下三部分的样品,采样量不得少于 500 g。将取得的样品仔细混匀,分装于两个清洁、干燥、密封良好的棕色磨口瓶中,其上粘贴标签,注明产品名称、生产厂名称、批次、取样日期和地点。一个用于检验,一个保存备查。

5 试验方法

除另有说明,本标准所用试剂均指分析纯试剂,水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

本标准中所需标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 603 中的有关规定制备。

检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中 5.2 修约值比较法进行。

5.1 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.2 初熔点的测定

按 GB/T 2384 的规定进行。

5.3 三聚氯氰含量的测定

5.3.1 方法提要

采用水解定氯法。

三聚氯氰在碱性条件下,水解生成的氯离子,用硝酸银标准滴定溶液定量求出。其中已水解的三聚氯氰可用氢氧化钠标准滴定溶液滴定水解反应生成的游离酸来进行定量。将其从三聚氯氰总量中扣除。

5.3.2 试剂和材料

- 硝酸。
- 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 丙酮。
- 氢氧化钾溶液: 200 g/L。
- 甲基橙指示液: 1 g/L。
- 淀粉指示液: 20 g/L。

h) 刚果红试纸。

5.3.3 仪器、设备

a) 毫伏计(或酸度计): 测量范围(0±1400)mV。最小分度 10 mV。

b) 银电极: 216 型。

c) 甘汞电极: 217 型或其他型号带硝酸钾盐桥的甘汞电极。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 游离酸(折合成已水解三聚氯氰)含量的测定

称取试样约 2 g(精确至 0.000 1 g), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 20 mL 丙酮, 使试样溶解, 加 1 滴甲基橙指示液, 立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色即为终点。

以质量分数(%)表示的游离酸(折分成已水解三聚氯氰)含量 w_1 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 V_1 \times 0.1844}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中: c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定所耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——三聚氯氰试样的质量, g;

0.1844——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的三聚氯氰的质量。

两次平行测定结果之差不应大于 0.1%。取其算术平均值作为测定结果。

5.3.4.2 三聚氯氰含量的测定

用清洁、干燥具有磨口塞的称量瓶, 称取三聚氯氰试样约 0.2 g(精确至 0.000 1 g), 置于清洁、干燥具有磨口塞的三角瓶中, 立即加入 15 mL 氢氧化钾溶液, 装上冷凝器, 加热回流 10 min。冷却后, 将溶液移入 250 mL 烧杯中, 用 50 mL 蒸馏水多次洗涤冷凝器和三角瓶(使试样溶液总体积为 75 mL)。投入一小块刚果红试纸, 用浓硝酸中和至试纸由红变蓝, 再加入 2 mL 浓硝酸冷却至室温。加入 5 mL 淀粉指示液, 插入银电极和甘汞电极, 调好仪器, 用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。在接近终点时, 每滴入 1 滴, 同时记录滴定毫升数和毫伏数。当滴定至邻近两次毫伏数之差达到最大时, 即为终点。

在同样条件下做一空白试验。

以质量分数(%)表示的三聚氯氰含量 w_2 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c_2 (V_2 - V_0) \times 0.1844 \times 100}{3m_2} - w_1 \quad (2)$$

式中: w_1 ——游离酸含量, %;

c_2 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——滴定所耗用硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验所耗用硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

m_2 ——三聚氯氰试样的质量, g;

0.1844——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的三聚氯氰的质量。

两次平行测定结果之差不应大于 0.2%。取其算术平均值作为测定结果。

5.4 细度的测定

称取三聚氯氰试样约 50 g(精确至 0.1 g), 置于孔径为 125 μm 的标准筛上振动过筛(试样结块用牛角勺压碎), 然后用羊毛排笔轻刷至放在筛子下面的白纸上, 在 0.5 min 内无细粒落下为止。收集标准筛上的残余物并称量。

以质量分数(%)表示的细度(通过 125 μm 标准筛残余物的量) w_3 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3}{m_4} \times 100 \quad (3)$$

式中： m_3 ——残余物质量，g；

m_4 ——三聚氯氰试样的质量，g。

5.5 甲苯不溶物含量的测定

称取三聚氯氰试样约 5 g(精确至 0.1 g)，置于 400 mL 烧杯中，在室温下加入 200 mL 甲苯，用玻璃棒搅拌，使之溶解。若上部溶液清亮透明，烧杯底部无沉淀即为合格。若烧杯底部有沉淀，则用已预先烘至恒重的 G₃ 坩埚式过滤器减压过滤。用 30 mL 甲苯分多次洗涤烧杯，并将洗液移入过滤器中抽滤。待玻璃坩埚内的甲苯完全挥发后，将过滤器置于 105~110℃ 烘箱中烘至恒重。

以质量分数(%)表示的甲苯不溶物含量 w_4 按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{m_5 - m_3}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_5 ——空玻璃坩埚质量，g；

m_6 ——过滤后玻璃坩埚质量，g；

m_7 ——三聚氯氰试样质量，g。

5.6 堆积密度的测定

5.6.1 装置和材料

a) 量筒：10 mL。

b) 架盘药物天平：感量不大于 0.01 g。

c) 橡皮锤。

5.6.2 测定步骤

将量筒洗净自然凉干后称量，然后将试样轻轻装入 10 mL 量筒内，用橡皮锤轻轻敲击底部，并再次添加试样继续敲击，直至试样的体积正好在 10 mL 刻度线上不再减少为止，称其质量。

堆积密度 ρ (g/mL) 按式(5)计算：

$$\rho = \frac{m_8 - m_9}{V} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_8 ——量筒与试样质量，g；

m_9 ——量筒质量，g；

V ——试样的体积，mL。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中外观、初熔点、三聚氯氰含量和细度为出厂检验项目，甲苯不溶物含量和堆积密度为定期检验项目，在连续正常生产时每个季度应检验一次。

6.2 出厂检验

三聚氯氰应由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的三聚氯氰产品均符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中取样进行复验。重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

三聚氯氰的每个包装桶上应涂上牢固、清晰的标志，注明产品名称、等级、注册商标、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上，并和产品质量合格的证明

一起放入包装桶内的塑料袋外面。并注明“有毒”、“防潮”的标志。

7.2 包装

三聚氯氰采用内衬两层聚乙烯内袋的铁桶或塑料桶包装,塑料袋口必须严密熔封,并加密封和封印,每个包装净含量为 40 kg 或 50 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

三聚氯氰对于泪腺有较大的刺激,与皮肤接触会使皮肤发红,产生湿疹、水泡等不同反应。在包装、运输、使用时应注意避免与皮肤接触。在运输过程中防止一切机械损坏内外包装或高温、受潮。

7.4 贮存

由于三聚氯氰的化学活泼性,遇水或潮湿空气容易变质,所以要避免日晒、受潮,产品应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内。避免与醇类、氨类接触,以防变质。自包装之日起,贮存期为半年,其间含量下降不得超过 1%。
