

01CS 71.080.80

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

阻燃化学品 溴代三嗪

Flame retardant chemical—Tri(tribromophenyl) cyanurate

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：。

# 阻燃化学品 溴代三嗪

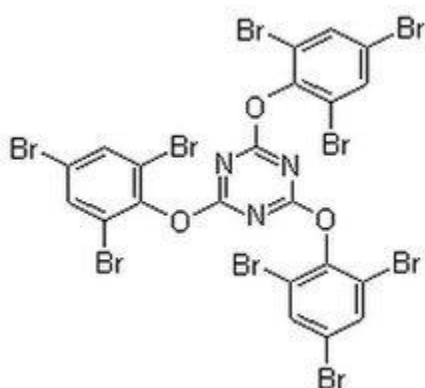
警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了阻燃用溴代三嗪的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于苯酚、溴素、三聚氯氰为原料生产的阻燃化学品溴代三嗪。主要用于 ABS、PS、HIPS、PC、PBT、PET、PE、PVC 中作阻燃剂。

分子式： $C_{21}H_6Br_9N_3O_3$



结构简式：

相对分子质量：1067.4266（按 2018 年国际相对原子质量）

CAS 号：25713-60-4

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- 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 26792 高效液相色谱仪

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

溴代三嗪的技术要求见表1。

表1 溴代三嗪的技术要求

项 目	指 标	
	优级	一级
外观	白色粉末	
溴代三嗪含量, w/%	≥ 99.0	98.5
溴, w/%	≥ 67.0	67.0
加热减量, w/%	≤ 0.10	0.20
熔点/℃	≥ 228	227
异色点/个	≤ 10	20

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂；试验中所用标准滴定溶液、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。试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定。

5.2 外观

取适量样品，放在滤纸上，在自然光线或日光灯下目测。

5.3 溴代三嗪含量的测定

5.3.1 原理

采用液相色谱法，在选定的工作条件下，使试样溶液通过色谱柱，使各组分得到分离，用紫外检测器检测，面积归一化法计算有关组分的含量。

5.3.2 试剂

乙腈：色谱纯。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器的高效液相色谱仪。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 26792 的有关规定。

5.3.3.2 色谱柱：ODS C18。

5.3.3.3 容量瓶：25 mL。

5.3.3.4 进样器：10 μL。

5.3.3.5 分析天平：分度值为 0.1 mg。

#### 5.3.4 色谱柱及色谱操作条件

典型色谱操作条件如表2所示，典型色谱图及各组分保留时间参见附录A，其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
流 动 相	乙腈：水=95：5
柱 长 × 柱 内 径 × 粒 径	250 mm × 4.6 mm × 5 μm
柱温箱温度/℃	25
流 动 相 流 速 /(mL/min)	1.0
检 测 波 长 nm	230
进 样 量 μL	5

#### 5.3.5 试样配制

称取 0.01 g (精确至 0.0001 g) 溴代三嗪产品，放入 25 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度。

#### 5.3.6 试验步骤

达到上述色谱操作条件并稳定后，将 5 μL 样品注入色谱仪中，用色谱工作站记录各组分的峰面积，用面积归一化法计算各组分的含量。

#### 5.3.7 结果计算

溴代三嗪含量  $w$ ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_i$  ——组分  $i$  的峰面积；

$\sum A_i$  ——各组分的峰面积的总和。

#### 5.3.8 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.10%。

### 5.4 溴含量的测定

#### 5.4.1 方法提要

试样在含氢氧化钠和过氧化氢吸收液的氧燃烧瓶中充氧燃烧，有机物中的溴转化成钠盐，以硝酸汞标准滴定溶液滴定溴离子的含量，以电极电位的突跃点来判定滴定终点。

#### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 过氧化氢溶液：3%。

5.4.2.2 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3) \approx 0.5 \text{ mol/L}$  和  $c(\text{HNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.4 溴酚蓝乙醇溶液指示剂：0.5 g/L。

5.4.2.5 95%乙醇。

5.4.2.6 二苯偶氮碳酰肼乙醇溶液指示剂：15 g/L。

5.4.2.7 乙二醇。

5.4.2.8 硝酸汞标准滴定溶液： $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。

#### 5.4.3 仪器

5.4.3.1 定量滤纸：剪成旗状（约 2 cm 见方），尾宽 0.5 cm，长 2 cm，见图 1。

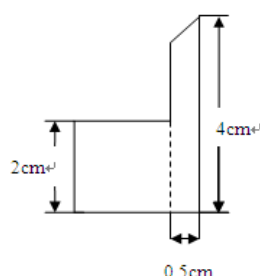


图 1 氧瓶燃烧法包样纸形状

5.4.3.2 燃烧瓶：500 mL 碘量瓶，在塞子上接玻璃棒，玻璃棒末端焊接 1 mm 直径的螺旋状铂丝，如图 2 所示。



图 2 氧瓶燃烧瓶

5.4.3.3 分析天平：分度值为 0.1 mg。

#### 5.4.4 试验步骤

5.4.4.1 称取试样约 0.005 g（精确至 0.1 mg）于剪好的滤纸上，然后加以折叠后夹在螺旋状铂丝中，露出尾部，以备引火。在氧燃烧瓶中加入 2 mL 氢氧化钠溶液（0.5 mol/L）、10 mL 过氧化氢溶液（3%），通入氧气 1 min（流速 2 L/min），立即用橡皮塞塞住，将焊有铂丝的碘量瓶磨口处用蒸馏水润湿，点燃铂丝上的滤纸尾部，然后迅速打开橡皮塞，将它放入瓶中用手压紧瓶塞燃烧，燃烧完毕后摇动燃烧瓶，使其充分吸收，水封瓶口，静置 30 min 后，将瓶塞拔出，用蒸馏水冲洗燃烧瓶瓶口、瓶塞及内壁，煮沸破坏  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，并浓缩至 5 mL 左右。

5.3.4.2 将燃烧瓶中溶液冷却至室温，加 5 滴溴酚蓝乙醇溶液指示剂（0.5 g/L），用 0.5 mol/L 硝酸溶液中和过量的碱，至溶液变成黄色后，然后用 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液中和至蓝色，再加入 0.1 mol/L

硝酸溶液调至微黄色，并过量 4~6 滴。加入 20 mL 95% 的乙醇，加 5 滴二苯偶氮碳酰肼乙醇溶液指示剂（15 g/L），用 0.01 mol/L 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变紫红色为止。除不加试样以外，以相同条件做空白试验。

#### 5.4.5 结果计算

溴的含量  $w_2$ ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.0799}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$c$  ——硝酸汞标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_1$  ——消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$  ——空白消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$m$  ——试样的质量，单位为克（g）；

0.0799 ——与 1.00 mL 硝酸汞标准滴定溶液  $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 1.000 \text{ mol/L}$  相当的，以 g 表示的溴的质量。

#### 5.4.6 允许差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果。计算结果保留到小数点后一位，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

### 5.5 加热减量的测定

#### 5.5.1 仪器和设备

5.5.1.1 分析天平：分度值为 0.01 mg。

5.5.1.2 电热恒温干燥箱：精度  $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.5.1.3 称量瓶：高 30 mm~50 mm，直径 50 mm~70 mm。

5.5.1.4 干燥器：内放硅胶干燥器。

#### 5.5.2 测定方法

称取试样 3~4 g（精确至 0.00001 g），置于预先在  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  下干燥至恒重的称量瓶中。将此称量瓶放入  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  的电热干燥箱内。将称量瓶盖开启斜放，以便通气。烘 2 h 后，将盖盖严，取出称量瓶置于干燥器中，冷却至室温后称量，反复此操作至最后两次质量之差小于 0.3 mg。

#### 5.5.3 结果计算

加热减量的质量百分含量  $w_3$ ，数值以%表示，按式（3）式计算：

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

式中：

$m_1$  ——称量瓶及试样在干燥前的质量，单位为克（g）；

$m_2$  ——称量瓶及试样在干燥后的质量，单位为克（g）；

$m$  ——试样的质量，单位为克（g）。



#### 5.5.4 允许差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果。计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

#### 5.6 熔点的测定

按 GB/T 21781-2008 的规定进行。

#### 5.7 异色点的测定

##### 5.7.1 试剂

二氯乙烷。

##### 5.7.2 测定方法

称取样品 50 g，放入干净的烧杯中，再加入二氯乙烷约 200 mL，用玻璃棒搅拌均匀后静置沉淀 10 min 后，自烧杯底部目视，查看样品中黑点的数量。

### 6 检验规则

6.1 本文件第4章的全部项目为型式检验项目，其中外观、溴代三嗪含量、溴含量、加热减量、熔点为出厂检验项目。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时；
- c) 正常生产满一年时；
- d) 停产半年以上，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

6.2 产品以同一批原料、同一条生产线生产的的产品为一批，按批编号。最大批量不超过 1 t。

6.3 按 GB/T 6678、GB/T 6679 中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，一袋由质量检验部门检验，另一袋保存一个月备查。

6.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如有任何一项指标不符合本文件要求时，则应重新自两倍量的包装中采样进行复验，或同一包装中两倍量采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

### 7 标志、包装、运输和贮存

#### 7.1 标志

7.1.1 包装袋上应有牢固的标志<sup>1)</sup>，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。

7.1.2 每批出厂产品均应附有合格证和一定格式的产品质量检验报告，其内容包括：产品名称、生产日期、生产批号、检验依据、检验项目和结论。

## 7.2 包装

产品用带内衬的纸塑包装，每袋净重25kg，或按客户要求包装。

## 7.3 运输

产品在运输过程中防止受潮，雨淋和破袋。

## 7.3 贮存

产品贮存于避光、干燥、通风的仓库中。仓温不宜超过40℃，保持容器密封。远离火种、热源，应与酸类物质分开存放，储藏间内的照明、通风等设施应采用防爆型，配置相应的消防器材。

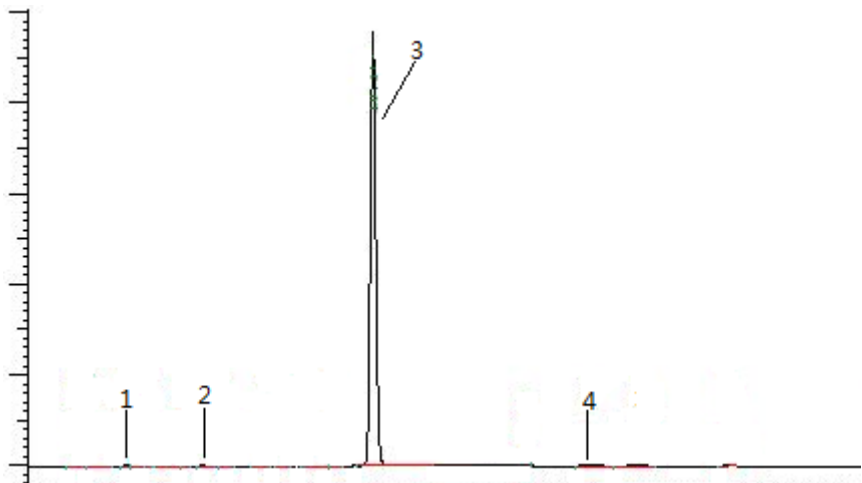
---

1) 工业用溴代三嗪安全部分的内容见附录 B。

附 录 A  
(资料性)  
溴代三嗪的典型色谱图和各组分保留时间

A.1 溴代三嗪的典型色谱图

溴代三嗪典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明：  
1——未知杂质1；  
2——三溴苯酚；  
3——溴代三嗪；  
4——未知杂质2。

图 A.1 溴代三嗪典型色谱图

A.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	未知杂质 1	2.933
2	三溴苯酚	5.220
3	溴代三嗪	10.373
4	未知杂质 2	16.873

附 录 B  
(资料性)  
安全

A.1 安全防范措施：操作产品中应远离热源，禁止吸烟。操作人员须戴防护手套，穿防护服，戴防护眼罩。

A.2 安全操作信息：工作现场禁止吸烟，避免接触皮肤和眼睛，避免吸入蒸汽或雾滴。严禁烟火。采取措施防止静电积聚。

---

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到  
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。  
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层  
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194  
网址：[www.ciesc.cn](http://www.ciesc.cn)