

ICS XX. XXX. XX

GXX

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐

Flame retardant chemical Melamine hydrobromide

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：湖南美莱珀科技发展有限公司、广东聚石化学股份有限公司、上海工程技术大学、金发科技股份有限公司、上海力道新材料科技股份有限公司、老河口市高博化工材料有限公司、北京理工大学、山东泰星新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：彭治汉、姜向新、陈新泰、彭志宏、江振林、李向梅、周侃、郭承鑫、彭治权、刘洪鹏、何小春、彭斌、覃家祥、龚文幸、杨海明、郑雯。

征求意见稿

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐

1 范围

本文件规定了阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐产品的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以三聚氰胺、氢溴酸为原料，在水介质条件下经化学反应而成的三聚氰胺氢溴酸盐。

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 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 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 19077 粒度分析 激光衍射法
- GB/T 23774 无机化工产品白度测定的通用方法
- GB/T 27761 热重分析仪失重和剩余量的试验方法
- JJG 119-2018 实验室 pH(酸度)计 标准

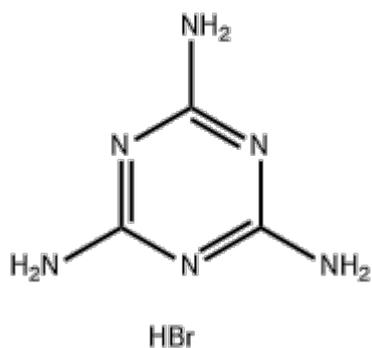
3 术语和定义

3.1

3 %热失重温度 3 % Weight loss temperature

试样在一定气氛条件下，按一定升温速率加热情况下，质量减少量达到 3 %时对应的温度。

4 分子结构式



5 要求

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	要 求
外观	白色粉末
白度% \geq	90
溴含量(Br) wt% \geq	31.0
3%热失重温度 $^{\circ}\text{C}$ \geq	250
pH值(100g/L悬浮液, 25 $^{\circ}\text{C}$)	3.0~5.0
水分 wt% \leq	0.5
粒径 D50 μm \leq	20.00

6 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

6.1 一般规定

本文件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 和 GB/T 603 的规定制备。

6.2 外观

在自然光下，用目视法判定。

6.3 白度的测定

按 GB/T 23774-2009 规定进行。

6.4 溴含量的测定

6.4.1 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。

6.4.2 试剂和溶液

6.4.2.1 氢氧化钠。

6.4.2.2 氢氧化钾。

6.4.2.3 碳酸钙。

6.4.2.4 乳化剂 OP-10（烷基酚聚氧乙烯醚-10）。

6.4.2.5 硝酸溶液：1+2。

6.4.2.6 硝酸溶液：1+200。

6.4.2.7 氢氧化钠溶液：40g/L。

称取 40g 氢氧化钠，溶于水中，用水稀释至 1000 mL。

6.4.2.8 氢氧化钾溶液：400g/L。

称取 40g 氢氧化钾，溶于水中，用水稀释至 100 mL。

6.4.2.9 淀粉溶液：10g/L。

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

6.4.2.11 溴酚蓝指示液：1g/L。

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

6.4.2.12 乙醇：95%。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 分析天平：精确到 0.0001 g。

6.4.3.2 镍坩埚：50 mL。

6.4.3.3 调温电炉：2000 W。

6.4.3.4 电位滴定仪。

6.4.4 试验步骤

用镍坩埚称取 $0.15\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ 试样（精确至 0.0001 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 $\text{pH} = 5\sim 6$ ），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。

6.4.5 试验数据处理

溴的质量分数 ω_1 ，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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）。

取平行测定结果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应不大于 0.2 %。

6.5 3 %热失重温度的测定

按照 GB/T 27761-2011 规定进行，其中所用试样为已于 $150 \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的试样，热失重分析仪升温速率为 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ，气氛为氮气。

6.6 pH 值的测定

6.6.1 仪器

6.6.1.1 酸度计：应符合 JJG 119-2018 中第 4 章“0.01 级”的要求。

6.6.1.2 电极：能用于悬浮液 pH 的测定。

6.6.2 操作步骤

称取样品约 10 g(精确至 0.1 g)，置于 150 mL 烧杯中，用纯水稀释至 100 mL，置于电磁搅拌器上，搅拌 5 min。静置 10 min，用 pH 计测量上层悬浮液的 pH 值。

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一位。两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2。

6.7 水分的测定

按 GB/T 6284-2006 的规定进行。

6.8 粒径的测定

按 GB/T 19077-2016 的规定进行，采用无水乙醇做分散介质。

7 检验规则

7.1 检验分类和检验项目

7.1.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

7.1.2 出厂检验

本文件规定的外观、白度、溴含量、3 %热失重温度、pH 值、水分、粒径指标为出厂检验项目，应逐批检验。

7.1.3 型式检验

本文件规定的全部检验项目为型式检验项目。

正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验。

有下述情况之一时，也应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产后复产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

当型式检验结果不符合本文件要求时，而后应每批进行检验，直至连续 5 批检验结果均符合本文件规定后，方可正常检验。

7.2 组批规则

在相同原料，相同配比和相同工艺条件下，同一生产厂生产的一釜或数釜经混合器一次混合均匀的同一种型号产品为一批，每批产品不超过 10t。

7.3 抽样方案

按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样单元以包装袋计。采样方法按 GB/T 6679 中的规定进行。对生产厂可以在生产线上抽取均匀的有代表性的样品。采集样品时，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，保存时间一般为 2 年，也可以由生产企业根据需要确定。

7.4 判定规则

7.4.1 检验结果按 GB/T 8170 中规定的“修约值比较法”进行判定。

7.4.2 产品由生产单位或委托有资质的质量检验机构进行检验，依据检验结果与标准要求对产品做出质量判定，并提供质量证明。

7.4.3 检验结果中所有指标应符合本文件的要求。如有指标不符合本文件的规定，应重新自二倍量的包装袋或散装产品中采取样品进行检验。重新检验结果中即使有一项指标不符合本文件要求，则该批产品不合格。

8 包装、标志、运输、贮存

8.1 包装

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐产品出厂（场）时应包装在清洁、干燥、密封良好的有塑料内袋的纸袋或其它材料的包装袋中，包装袋应严加密封。

8.2 标志

带包装的阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐产品应在包装上标志以下内容：产品名称、净含量、批号、生产厂名、厂址、本文件编号和 GB/T 191—2008 中规定的标志 6 “怕雨”标志。

8.3 运输

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐产品运输时应轻拿、轻放，注意防雨、防日晒、防潮、包装不得受污损。

8.4 贮存

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐产品应放在通风、干燥的库房内，防止受潮，不得与有毒有害物品混贮，防止污染。产品自生产之日起，贮存期为 24 个月。超过贮存期可按本文件规定再检验，如符合质量要求仍可继续使用。

征求意见稿

阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐

编制说明

征求意见稿

《阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐》

标准起草小组

二〇二四年

制定《阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐》行业标准编制说明

1 任务来源

本标准立项号为 2022-1260T-HG，由湖南美莱珀科技发展有限公司牵头起草本标准。上海力道新材料科技股份有限公司、北京理工大学、金发科技股份有限公司、广东聚石化学股份有限公司、老河口市高博化工材料有限公司、上海工程技术大学、山东泰星新材料股份有限公司（以上排名不分先后）共同承担该项工作，标准制定期限为 2022-2024 年。

2 目的意义

本项目为新材料领域重点项目，三聚氰胺氢溴酸盐属于《战略性新兴产业分类（2023）》分类中“3.3.6.1 专用化学品及材料制造中的化学试剂和助剂制造（2662*）”。

高分子材料引起的各类火灾给人民生命及生活财产带来巨大损失，阻燃剂的发明、发展应运而生。阻燃剂是指能够提高易燃或可燃物的难燃性、自熄性或消烟性的一种助剂，是重要的精细化工产品和合成材料的主要助剂之一。

三聚氰胺类阻燃剂属于氮系阻燃剂。绝大部分氮系阻燃剂受热分解为 NH_3 、 N_2 、 NO_2 等无毒低腐蚀气体，同时还能吸热、降温和稀释可燃自由基以及气体的作用。

卤素阻燃剂以高效的阻燃效果被广泛应用，卤素阻燃剂的严重缺点是产生大量的具有腐蚀性的浓烟，但是可以通过减少卤素阻燃剂的添加量来减少浓烟危害。三聚氰胺基氢卤酸盐集卤素阻燃剂的高效、三聚氰胺气相阻燃于一身，是上述问题的理想解决方案。

三聚氰胺氢溴酸盐（MHB）作为一种新型溴系环保阻燃剂，主要适用于聚丙烯（均聚和共聚）的阻燃。与常用的八溴醚相比，具有不析出、耐迁移等特点，是欧式插座、汽车波纹管、中空板、电器骨架、汽车接插件、暖风机外壳等阻燃聚丙烯制品的良好阻燃剂。

目前，国内尚无统一的三聚氰胺氢溴酸盐行业或国家标准，因此，各生产企业往往以其自身标准作为产品生产检验依据。这样的生产现状不可避免地导致各企业间数据难以对比互通，增加了下游企业和本行业企业的选用成本，不利于本行业的进一步发展。特别是，对于 MHB 产品的部分关键性指标缺乏统一规定，还往往导致市场中存在以次充好，以假当真等违法违规乱象。因此，制定相关行业标准，并对产品关键性指标给出明确规定，不仅可以促进本行业的发展，更能够充分保护下游生产企业的合法利益不受侵害。行业标准的制定与出台是十分必要的。

溴含量是产品的主要组成部分，会直接影响产品的阻燃效果，溴含量不合格的产品进入市场，被应用在下游制品中，会导致制品阻燃性能不合格，不仅造成相应损失，更会给消费者带来火灾安全隐患。

另外，阻燃剂粒径，热稳定性对产品品质也起到关键作用。粒径过粗的产品会导致阻燃剂难以分散，影响产品的添加量及阻燃效率。热稳定过低则导致加工企业出现加工困难等问题。

总结以上各点，建立三聚氰胺氢溴酸盐产品标准的意义有：

第一，有利于提高国内企业产品的质量，增加产品的市场竞争力，扫除出口壁垒，扩大出口，符合阻燃剂行业的发展趋势。

第二，有利于规范国内三聚氰胺氢溴酸盐的产品市场，形成一个良性的市场竞争环境，推动社会和经济的良性发展。

3 产品概况

3.1 产品名称：阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐英文名：Flame retardant chemicals—Melamine hydrobromide

3.2 产品性质

三聚氰胺氢溴酸盐是一种高效环保氮-溴阻燃剂，主要应用于用于聚丙烯、聚乙烯等烯烃材料的阻燃改性。

3.3 生产工艺

国内生产工艺主要是以三聚氰胺和氢溴酸为原料，在水相中经化学反应合成，后经脱水、干燥与粉碎等工艺制得成品。

3.4 生产厂、产量

目前国内三聚氰胺氢溴酸盐的生产厂家主要集中在湖南、湖北、山东等省市，年产量约5000吨，参与本标准起草的生产厂家主要有：

公司名称	年产量，吨
湖南美莱珀科技发展有限公司	1500
老河口市高博化工材料有限公司	1000
上海力道新材料科技股份有限公司	500

4 制标原则

- 4.1 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；
- 4.2 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 4.3 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4.4 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- 4.5 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

5 国内外标准概况及知识产权问题

- 5.1 针对该产品，目前没有《阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐》的标准。
- 5.2 搜集到企业标准有湖南美莱珀科技发展有限公司 Q/RWBI007-2018、南通意特化学有限公司 Q/320682 YT03-2019。
 - a) 各标准指标参数对比表（见附表 1）。
 - b) 各标准试验方法对比表（见附表 2）。
 - c) 各企业产品检测结果汇总（见附表 3）。
 - d) 各企业累积实验数据（见附表 4）。
 - e) 生产企业质量月报（见附表 5）。
 - f) 平行性试验数据（见附表 6）。
- 5.3 该项目不涉及国内外专利及知识产权问题。

6 制标依据

- 6.1 生产企业的企业标准。
- 6.2 用户要求。
- 6.3 生产厂家质量月报（见附表 5）。

7 制标的简要过程

本标准立项号为 2022-1260T-HG，由湖南美莱珀科技发展有限公司牵头起草本标准。上海力道新材料科技股份有限公司、北京理工大学、金发科技股份有限公司、广东聚石化学股份有限公司、老河口市高博化工材料有限公司、上海工程技术大学、山东泰星新材料股份有限公司（排名不分先后）共同承担该项工作，标准制定期限为 2022-2024 年。

2022 年 11 月接受本标准的制定任务后，编制单位成立了《阻燃化学品 三聚氰胺氢溴酸盐》编制工作小组，工作小组由湖南美莱珀科技发展有限公司、上海力道新材料科技股份有限公司、北京理工大学、金发科技股份有限公司、广东聚石化学股份有限公司、老河口市高博化工材料有限公司、上海工程技术大学、山东泰星新材料股份有限公司组成。工作小组对调查情况进行汇总，并查阅国内外标准及相关技术资料，明确了工作进度和各承担单位的

工作内容。

2023年5月，阻燃化学品工作组在广州召开标准启动会，与会代表对标准项目的名称、设置、项目的指标及标准涉及的内容进行了认真仔细的讨论。并拟定了标准制定的工作内容、试验方案以及工作进度。具体工作安排为：由湖南美莱珀科技发展有限公司提供标准中各个检测项目的试验方案，由参加起草的各个企业根据湖南美莱珀科技发展有限公司提供的试验方案进行试验验证工作。要求各个参与起草的企业确认方案的合理性并提供四个批次的产品样品，分别寄送各企业进行检测。同时参与起草的各生产企业至少提供连续两年的质量月报数据、平行性实验的检测数据和累积30个批次的样品数据。湖南美莱珀科技发展有限公司在各起草单位完成试验工作的基础上，对试验数据及试验方法进行分析整理，在此基础上提出标准的征求意见稿、编制说明。

随后，石化联合会将标准征求意见稿、编制说明寄送工作组各委员，共收集意见xx条，主要是xxxx的意见，已完成修订。在2024年xx月提交征求意见稿至石化联合会标准化工作委员会，将标准征求意见稿和编制说明在中国石油和化学工业联合会官网进行征求意见公示，同年x月，未收到修改意见，形成标准送审稿。

8 标准内容的确定

8.1 范围

本标准规定了三聚氰胺氢溴酸盐产品的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以三聚氰胺、氢溴酸为原料，在水介质条件下经化学反应而成的三聚氰胺氢溴酸盐。

8.2 指标项目的确定

目前国内的三聚氰胺氢溴酸盐生产企业根据各自的企业标准设定的指标不尽相同，本次标准的制定从规范行业行为、促进行业发展角度出发，将根据国内生产实际情况和用户的要求制定。参照三聚氰胺氢溴酸盐生产企业的产品指标和下游用户的基本要求，本次制定标准确定的指标归纳整理后确定为外观、白度、溴含量、3%热失重温度、pH值、水分含量、粒径D50共7项指标。

白度：白度是合格产品应具有的本初颜色，是下游客户肉眼可直接评价的标准，同时，白度还影响下游制品的关外与配色性能。

溴含量：溴含量是产品的主要组成部分，会直接影响产品的阻燃效果，溴含量不合格的产品进入市场，被应用在下游制品中，会导致制品阻燃性能不合格，不仅造成相应损失，更会给消费者带来火灾安全隐患。

3%热失重温度：热稳定性主要体现在应用上。在加工时不发泡，不影响加工性能等。由于三聚氰胺氢溴酸盐含 0.5 分子的结晶水，另外考虑水分含量在 0.5%以内，所以采用 3%热失重温度更能代表三聚氰胺氢溴酸盐的起始分解温度。

pH 值：酸性过高会严重腐蚀生产设备，不利于下游企业应用，同时，过高的 pH 还会影响产品的配伍性能。。

水分含量：阻燃剂中的含水量过高会导致阻燃剂结块以及加工析出或降解等问题。

粒径 D50：阻燃剂粒径对产品品质起到关键作用，粒径过粗的产品会导致阻燃剂难以分散，影响产品的添加量及阻燃效率

8.3 指标参数的确定

通过国内主要三聚氰胺氢溴酸盐生产厂家湖南美莱珀科技发展有限公司、上海力道新材料科技股份有限公司、老河口市高博化工材料有限公司提供的产品累积试验数据，依据各企业的企业标准制定了指标参数。

8.3.1 白度

按 GB/T 23774-2009 的方法测定蓝反白度。

根据各家生产企业的产品标准（详见附表 1）和各公司一年的台账报表（详见附表 5）（范围在 90-95 之间），将白度指标确定为 ≥ 90

8.3.2 溴含量

试验方法简介：按电位滴定法测定三聚氰胺氢溴酸盐溴含量，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。

根据各家生产企业的产品标准（详见附表 1）和各公司一年的台账报表（详见附表 5）（范围在 31-38 之间），将溴含量指标确定为 ≥ 31 。

8.3.2.1 实验室内精密度

取 3 个三聚氰胺氢溴酸盐采用上述方法测定其溴含量，分别平行测定 8 次，结果如下表：

样品编号	溴含量, %	平均值/%	允许差/%	标准偏差/%
1 [#]	33.13 33.14 33.12 33.13 33.12 33.11 33.11 33.12	33.12	0.03	0.01
2 [#]	33.32 33.35 33.31 33.36 33.33 33.32 33.34 33.32	33.33	0.05	0.02
3 [#]	33.24 33.25 33.22 33.21 33.21 33.22 33.24 33.23	33.23	0.04	0.01

从表中可以看出, 多次平行测定的标准偏差为 0.01%~0.02%, 通过计算得到的允许差为 0.03%~0.05%。故确定溴含量的平行测定结果的绝对差值为: 不大于 0.05%。

8.3.2.2 验证试验—再现性

取一份三聚氰胺氢溴酸盐样品, 由 5 家单位检测其溴含量, 检验结果如下表:

参与单位	溴含量, %
湖南美莱珀科技发展有限公司	33.41
金发科技股份有限公司	33.39
广东聚石化学股份有限公司	33.42
上海力道新材料科技股份有限公司	33.43
老河口市高博化工材料有限公司	33.39

由上表可知: 5 家检测单位对三聚氰胺氢溴酸盐样品的溴含量的检测结果符合允差 0.05% 的要求, 故标准中拟定的溴含量的检测方法是可行的。

8.3.3 3%热失重温度

按 GB/T 27761-2011 的方法进行测定, 其中所用试样为已于 150±2℃ 下干燥至质量恒定的试样, 升温速率为 10℃/min, 气氛为氮气。

根据各家生产企业的产品标准(详见附表 1)和各公司一年的台账报表(详见附表 5)(范围在 250-330 之间), 将 3%热失重温度指标确定为 ≥250。

8.3.4 pH 值

pH 值采用酸度计法测试, 称取样品约 10 g(精确至 0.1 g), 置于 150 mL 烧杯中, 用纯水稀释至 100 mL, 置于电磁搅拌器上, 搅拌 5 min。静置 10 min, 用 pH 计测量上层悬浮液的 pH 值。

根据各家生产企业的产品标准(详见附表 1)和各公司一年的台账报表(详见附表 5)

(范围在 3.0-5.0 之间), 将 pH 指标确定为 3.0-5.0。

8.3.4.1 实验室内精密度

取 3 个三聚氰胺氢溴酸盐采用上述方法测定其 pH 值, 分别平行测定 8 次, 结果如下表:

样品编号	pH 值	平均值	允许差	标准偏差
1 [#]	4.4 4.5 4.3 4.7 4.3 4.6 4.4 4.3	4.4	0.4	0.1
2 [#]	4.2 4.6 4.3 4.2 4.3 4.7 4.3 4.4	4.4	0.5	0.2
3 [#]	4.3 4.5 4.2 4.4 4.4 4.3 4.7 4.2	4.4	0.5	0.2

从表中可以看出, 多次平行测定的标准偏差为 0.1~0.2, 通过计算得到的允许差为 0.4~0.5。故确定 pH 值的平行测定结果的绝对差值为: 不大于 0.5。

8.3.4.2 验证试验—再现性

取一份三聚氰胺氢溴酸盐样品, 由 5 家单位检测其 pH 值, 检验结果如下表:

参与单位	pH 值
湖南美莱珀科技发展有限公司	4.3
金发科技股份有限公司	4.4
广东聚石化学股份有限公司	4.3
上海力道新材料科技股份有限公司	4.5
老河口市高博化工材料有限公司	4.3

由上表可知: 5 家检测单位对三聚氰胺氢溴酸盐样品的 pH 值的检测结果符合允差 0.5 的要求, 故标准中拟定的 pH 值的检测方法是可行的。

8.3.5 水分含量

按 GB/T 6284-2006 的方法测定水分含量。

根据各家生产企业的产品标准(详见附表 1)和各公司一年的台账报表(详见附表 5)(范围在 0.01-0.50 之间), 将水分含量指标确定为 ≤ 0.5 。

8.3.6 粒径 D50

按 GB/T 19077-2016 的方法测定粒径 D50 结果。

根据各家生产企业的产品标准(详见附表 1)和各公司一年的台账报表(详见附表 5)

(范围在 5-20 之间)，将粒径 D50 指标确定为 ≤ 20 。

9 标准属性

本标准为行业标准。

10 标准水平分析

本标准的制定按照国内实际生产和使用情况，针对三聚氰胺氢溴酸盐的产品特性，制定本标准，标准中规定了相应的技术指标、分析方法等内容，指标设置合理，分析方法均采用经典、常用的分析方法，可操作性强，从而使测定结果更加稳定、精确，可靠。综上所述，本标准综合水平达到国内先进水平。

征求意见稿

附件 1 各企业的企业标准指标对照表

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3 %热失重温度, $^{\circ}$ C
湖南美莱珀科技发展有限公司	≥ 90	≥ 31	3.0-5.0	≤ 0.5	≤ 15.0	≥ 250
老河口市高博化工材料有限公司	≥ 90	≥ 31	3.0-5.0	≤ 0.5	≤ 15.0	≥ 250
金发科技股份有限公司	≥ 90	≥ 32	3.0-5.0	≤ 0.5	≤ 10.0	≥ 250
上海力道新材料科技股份有限公司	≥ 90	≥ 31	3.0-5.0	≤ 0.5	≤ 15.0	≥ 250
广东聚石化学股份有限公司	≥ 90	≥ 31	3.0-5.0	≤ 0.5	≤ 20.0	≥ 250

征求意见稿

附件 2 各企业三聚氰胺氢溴酸盐试验方法对比表

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, $^{\circ}$ C
湖南美莱珀科技发展 有限公司	数显白度仪	电位滴定法	酸度计法	离心干燥法	激光粒径仪	热失重分析 仪
老河口市高博化工 材料有限公司	数显白度仪	XRF 光谱仪	酸度计法	卤素水分测定 仪	激光粒径仪	热失重分析 仪
金发科技股份有限 公司	Hunter 白度	电位滴定	酸度计法	红外水分测试	激光粒度仪	热失重分析 仪
上海力道新材料科 技股份有限公司	数显白度仪	电位滴定法	酸度计法	离心干燥法	激光粒径仪	热失重分析 仪
广东聚石化学股份 有限公司	白度仪	电位滴定法	酸度计法	干燥减量法	激光粒径仪	热失重分析 仪

附件 3 各企业产品测定结果汇总

生产厂家：湖南美莱珀科技发展有限公司

批号	检测机构	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, °C
20240310	湖南美莱珀	92.32	33.69	4.6	0.26	13.39	255
	高博化工	92.21	33.57	4.4	0.28	14.6	253
	金发科技	93.40	34.19	4.7	0.4	13.70	268.5
	上海力道新材料科技股份有限公司	93.10	33.73	4.5	0.23	13.71	254
	广东聚石化学股份有限公司	93.27	33.64	4.3	0.26	13.69	258
20240424	湖南美莱珀	93.61	33.54	4.7	0.18	13.36	253
	高博化工	93.57	33.67	4.2	0.21	14.9	250
	金发科技	92.50	33.81	3.9	0.2	12.94	265.3
	上海力道新材料科技股份有限公司	92.70	33.47	4.2	0.19	12.65	254
	广东聚石化学股份有限公司	93.31	33.53	4.3	0.18	13.24	256

生产厂家：老河口市高博化工材料有限公司

批号	检测机构	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, °C
20240322	湖南美莱珀	92.73	33.13	4.2	0.26	13.71	253
	高博化工	93.12	33.42	4.4	0.19	12.98	252
	金发科技	93.22	33.16	4.1	0.28	12.78	272
	上海力道新材料科技股份有限公司	92.89	33.52	3.9	0.25	12.74	256
	广东聚石化学股份有限公司	93.12	33.23	4.2	0.24	13.13	257
20240417	湖南美莱珀	93.23	33.13	4.3	0.26	14.14	254
	高博化工	93.17	32.19	4.1	0.28	14.54	252
	金发科技	93.32	33.24	4.3	0.31	13.75	266
	上海力道新材料科技股份有限公司	92.86	33.75	4.5	0.29	14.32	253
	广东聚石化学股份有限公司	93.15	33.46	4.5	0.31	13.66	256

生产厂家：上海力道新材料科技股份有限公司

批号	检测机构	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, °C
20240405	湖南美莱珀	93.45	33.43	4.3	0.16	13.41	255
	高博化工	93.33	33.52	4.2	0.19	13.98	253
	金发科技	93.81	33.34	4.6	0.18	14.78	275
	上海力道新材料科技股份有限公司	93.19	33.16	4.9	0.15	12.54	254
	广东聚石化学股份有限公司	93.25	33.34	4.7	0.17	13.12	256
20240422	湖南美莱珀	92.72	33.63	4.6	0.23	13.13	253
	高博化工	92.69	33.15	4.4	0.25	13.54	255
	金发科技	92.58	33.64	4.7	0.21	13.58	264
	上海力道新材料科技股份有限公司	92.86	33.37	4.4	0.24	13.37	255
	广东聚石化学股份有限公司	92.95	33.43	4.5	0.23	13.43	254

附件 4 各生产企业累积试验数据

湖南美莱珀科技发展有限公司累计试验数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, $^{\circ}$ C
1	91.50	33.76	3.93	0.12	10.40	256
2	92.12	33.63	3.97	0.23	12.39	255
3	92.72	31.58	3.89	0.26	13.13	254
4	93.03	36.46	3.85	0.28	12.65	253
5	92.72	35.19	3.81	0.26	11.08	257
6	92.91	36.63	3.79	0.22	10.76	255
7	94.03	31.99	3.78	0.23	10.69	257
8	93.25	33.67	3.82	0.25	11.19	252
9	92.74	34.78	3.80	0.21	11.22	258
10	92.86	33.92	3.87	0.2	12.33	254

老河口市高博化工材料有限公司累计试验数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温度, $^{\circ}$ C
1	92.57	32.3	3.7	0.22	14.5	253
2	94.12	31.73	4.3	0.23	14.3	255
3	92.97	32.15	3.9	0.26	14.7	252
4	93.12	32.19	4.1	0.28	14.5	251
5	91.33	32.03	3.7	0.26	14.8	255
6	92.21	31.57	4.2	0.22	14.6	254
7	91.77	32.33	4.2	0.23	14.5	255
8	92.27	32.15	3.8	0.25	14.7	253
9	93.52	31.67	4.3	0.21	14.9	251
10	92.86	31.92	3.9	0.2	14.6	252

金发科技股份有限公司累计试验数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, $^{\circ}$ C
1	93.5	32.43	3.6	0.3	8.90	277.2
2	94.2	33.26	3.7	0.4	9.10	273.8
3	93.5	34.18	3.6	0.5	9.20	279.8
4	93.2	34.42	3.7	0.4	8.70	275.2
5	94.1	32.19	3.5	0.2	8.60	273.8
6	93.8	35.66	3.5	0.2	9.86	272.7
7	92.5	33.81	3.9	0.2	8.94	265.3
8	93.4	34.19	4.7	0.4	10.70	268.5
9	92.9	33.64	5.0	0.4	8.82	263.7
10	94.2	32.29	3.1	0.4	12.8	275.4

上海力道新材料科技股份有限公司累计试验数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3%热失重温 度, $^{\circ}$ C
1	93.1	31.23	3.22	0.13	10.86	256
2	92.3	32.10	3.21	0.10	12.28	257
3	93.2	31.38	3.17	0.22	11.44	253
4	92.9	31.59	3.50	0.07	14.63	255
5	93.1	31.27	3.23	0.14	10.77	255
6	93.0	33.43	3.30	0.12	10.46	253
7	92.7	33.88	3.30	0.1	10.31	258
8	92.9	31.36	3.25	0.10	12.13	252
9	93.1	31.24	3.27	0.13	12.58	254
10	93.0	33.50	3.31	0.17	13.54	257

广东聚石化学股份有限公司累计试验数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μ m	3 %热失重温 度, $^{\circ}$ C
1	99.27	31.80	4.49	0.42	6.70	251.4
2	99.22	31.59	4.50	0.39	8.09	254.7
3	99.30	31.64	4.44	0.43	6.21	252.8
4	97.25	31.55	4.48	0.37	6.87	255.8
5	98.28	31.63	4.51	0.39	6.66	253.6
6	96.35	31.67	4.57	0.28	6.64	254.5
7	98.32	31.49	4.24	0.32	6.73	252.8
8	99.27	31.66	4.31	0.34	6.38	254.6
9	98.38	31.72	4.35	0.41	6.42	258.3
10	97.22	31.75	4.28	0.38	6.49	254.1

附件 5：生产企业质量月报

湖南美莱珀科技发展有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐产品质量月报

项目 月份	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温 度, $^{\circ}\text{C}$
2022 年 1 月	93.1	34.31	4.12	0.10	11.50	256
2022 年 2 月	93.0	33.09	4.05	0.15	10.97	252
2022 年 3 月	93.4	35.40	4.10	0.19	9.84	253
2022 年 4 月	93.3	34.42	4.03	0.16	8.54	252
2022 年 5 月	92.4	35.36	4.00	0.16	10.69	254
2022 年 6 月	92.7	35.07	3.96	0.13	7.89	256
2022 年 7 月	92.8	32.27	3.92	0.11	11.83	258
2022 年 8 月	92.8	33.41	4.01	0.37	7.37	253
2022 年 9 月	93.1	35.12	4.11	0.24	12.70	255
2022 年 10 月	92.5	35.96	3.95	0.25	10.72	252
2022 年 11 月	93.2	34.09	4.12	0.14	8.97	253
2022 年 12 月	93.6	30.69	3.89	0.09	9.68	257
2023 年 1 月	91.0	36.53	3.90	0.06	10.03	254
2023 年 2 月	91.0	31.27	3.83	0.07	12.57	255
2023 年 3 月	93.0	38.72	3.91	0.31	7.57	253
2023 年 4 月	92.5	39.36	3.75	0.13	11.14	256

2023年5月	92.9	34.48	3.86	0.12	9.64	252
2023年6月	92.3	32.87	3.80	0.07	10.88	253
2023年7月	93.0	35.34	3.84	0.26	11.29	251
2023年8月	91.9	31.48	3.95	0.12	13.23	254
2023年9月	92.6	35.59	3.83	0.17	13.37	256
2023年10月	92.6	33.10	3.81	0.27	9.22	258
2023年11月	92.4	31.90	3.90	0.11	13.80	256
2023年12月	92.4	34.33	3.95	0.20	9.90	255

征求意见稿

老河口市高博化工材料有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐产品质量月报

项目 月份	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温 度, $^{\circ}\text{C}$
2022 年 1 月	92.67	32.13	3.6	0.27	14.5	253
2022 年 2 月	94.12	31.74	4.1	0.26	12.3	253
2022 年 3 月	92.27	32.15	3.9	0.24	14.7	255
2022 年 4 月	93.52	32.19	4.5	0.28	13.5	252
2022 年 5 月	92.86	32.23	3.7	0.26	13.7	251
2022 年 6 月	92.51	31.57	4.2	0.22	14.6	255
2022 年 7 月	94.12	32.33	4.2	0.26	14.6	254
2022 年 8 月	92.97	32.15	3.7	0.25	12.7	253
2022 年 9 月	92.26	31.67	4.3	0.21	11.9	255
2022 年 10 月	93.52	31.92	3.9	0.23	14.6	251
2022 年 11 月	92.57	32.31	3.7	0.22	13.5	252
2022 年 12 月	94.12	31.73	4.3	0.23	14.4	253
2023 年 1 月	92.92	32.15	3.9	0.26	13.7	255
2023 年 2 月	93.12	32.19	4.1	0.28	13.5	252
2023 年 3 月	91.33	32.03	3.2	0.26	12.8	254
2023 年 4 月	92.21	31.57	4.2	0.22	11.6	253
2023 年 5 月	91.77	32.33	4.2	0.23	12.5	255

2023年6月	92.27	32.15	3.8	0.27	13.8	252
2023年7月	93.52	31.57	4.3	0.21	13.9	251
2023年8月	92.66	31.92	3.5	0.2	12.7	255
2023年9月	92.97	32.17	4.1	0.25	11.7	254
2023年10月	92.26	31.63	3.6	0.21	12.9	253
2023年11月	93.54	31.92	3.8	0.23	13.6	255
2023年12月	92.51	32.31	3.6	0.22	14.5	251

征求意见稿

上海力道新材料科技股份有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐产品质量月报

项目 月份	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温 度, $^{\circ}\text{C}$
2022 年 1 月	93.3	34.09	4.00	0.09	13.13	254
2022 年 2 月	92.2	31.69	4.01	0.15	12.65	258
2022 年 3 月	91.3	31.27	3.93	0.07	11.08	253
2022 年 4 月	91.3	34.48	3.90	0.21	10.76	255
2022 年 5 月	92.3	31.71	3.92	0.11	10.69	251
2022 年 6 月	92.1	34.59	3.86	0.16	5.54	257
2022 年 7 月	91.6	32.87	3.92	0.12	12.27	253
2022 年 8 月	92.4	35.34	3.95	0.09	13.94	256
2022 年 9 月	92.6	31.48	4.01	0.15	6.78	258
2022 年 10 月	92.2	35.59	3.90	0.17	11.14	256
2022 年 11 月	92.3	33.10	4.05	0.29	10.58	254
2022 年 12 月	93.1	31.90	3.99	0.12	10.20	255
2023 年 1 月	92.3	34.33	3.96	0.26	6.80	253
2023 年 2 月	93.0	31.76	4.12	0.19	12.12	257
2023 年 3 月	93.2	32.20	3.98	0.26	6.96	254
2023 年 4 月	92.9	31.83	4.05	0.13	12.30	257
2023 年 5 月	93.1	33.74	3.93	0.16	7.76	254

2023年6月	93.0	35.07	3.95	0.13	10.52	257
2023年7月	92.7	35.85	3.90	0.14	9.84	255
2023年8月	92.9	34.55	3.93	0.11	12.89	253
2023年9月	93.1	33.09	3.91	0.14	8.62	254
2023年10月	93.0	32.69	3.95	0.27	9.34	253
2023年11月	92.7	31.27	3.88	0.16	7.73	256
2023年12月	93.0	34.24	3.85	0.11	11.19	254

征求意见稿

附件 6：平行性试验数据

湖南美莱珀科技发展有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐平行测试数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温度, $^{\circ}\text{C}$
1	92.3	33.78	3.7	0.26	12.34	256
2	92.5	33.54	3.6	0.27	12.37	255
3	92.3	33.64	3.8	0.26	12.43	256
4	92.4	33.66	3.6	0.25	12.44	257
5	92.5	33.58	3.7	0.27	12.36	258
6	92.3	33.65	3.7	0.26	12.35	254
7	92.3	33.75	3.6	0.27	12.43	256
8	92.5	33.63	3.8	0.26	12.44	255
绝对差值	0.2	0.24	0.2	0.02	0.1	4
标准偏差	0.09	0.08	0.08	0.01	0.04	1.17

老河口市高博化工材料有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐平行测试数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温度, $^{\circ}\text{C}$
1	92.41	31.67	4.1	0.21	14.6	251
2	92.22	31.73	4.2	0.23	14.3	253
3	92.97	32.35	3.8	0.18	14.7	255
4	92.36	31.67	4.1	0.21	14.9	250
5	93.52	31.72	3.9	0.23	14.5	254
6	92.27	32.21	3.7	0.22	14.7	255
7	92.12	31.43	4.3	0.23	14.4	250
8	92.45	32.25	3.8	0.16	14.2	257
绝对差值	0.85	0.78	0.6	0.07	0.07	7
标准偏差	0.44	0.32	0.20	0.02	0.22	2.42

金发科技股份有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐平行测试数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温度, $^{\circ}\text{C}$
1	92.7	33.45	3.7	0.23	11.32	274
2	92.5	33.74	3.6	0.25	11.67	276
3	92.8	33.58	3.6	0.23	11.46	275
4	92.7	33.67	3.7	0.28	11.52	276
5	92.6	33.66	3.8	0.25	11.83	273
6	92.7	33.56	3.6	0.27	11.47	275
7	92.6	33.62	3.6	0.25	11.73	276
8	92.6	33.72	3.7	0.24	11.61	274
绝对差值	0.3	0.29	0.2	0.05	0.51	3
标准偏差	0.09	0.09	0.07	0.02	0.16	1.05

上海力道新材料科技股份有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐平行测试数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3%热失重温度, $^{\circ}\text{C}$
1	92.4	33.39	3.8	0.22	13.32	256
2	92.6	33.46	3.9	0.18	13.25	258
3	92.7	33.67	3.6	0.21	13.47	256
4	92.4	33.58	3.7	0.19	13.62	257
5	92.5	33.53	3.6	0.24	13.27	254
6	92.5	33.47	3.8	0.23	13.38	259
7	92.6	33.72	3.7	0.18	13.49	253
8	92.6	33.61	3.6	0.21	13.51	257
绝对差值	0.3	0.33	0.3	0.06	0.37	6
标准偏差	0.10	0.11	0.11	0.02	0.12	1.85

广东聚石化学股份有限公司阻燃化学品三聚氰胺氢溴酸盐平行测试数据

项目	白度%	溴含量, %	pH 值	水分, %	粒径 D50/ μm	3 %热失重温度, $^{\circ}\text{C}$
1	98.87	31.38	4.45	0.28	6.87	251.61
2	98.82	31.41	4.43	0.27	6.88	251.58
3	98.89	31.39	4.46	0.29	6.87	251.60
4	98.86	31.42	4.43	0.28	6.86	251.56
5	98.87	31.41	4.47	0.26	6.89	251.52
6	98.91	31.38	4.45	0.29	6.87	251.62
7	98.88	31.39	4.42	0.26	6.88	251.58
8	98.85	31.37	4.46	0.27	6.89	251.59
平均值	98.87	31.39	4.45	0.28	6.88	251.58
标准偏差	0.03	0.02	0.02	0.01	0.01	0.03