



中华人民共和国国家标准

GB/T 40409—2021

阻燃化学品 四溴苯酞二醇

Flame retardant chemical—Tetrabromophthalate diol

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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/TC 63)归口。

本文件起草单位：山东旭锐新材有限公司、山东润科化工有限公司、山东泰星新材料股份有限公司、四川大学、北京理工大学、山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：王良民、陶书伟、吴多坤、白振华、赵海波、李向梅、刘建志。

阻燃化学品 四溴苯酞二醇

1 范围

本文件规定了阻燃用四溴苯酞二醇的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于作为阻燃剂使用的四溴苯酞二醇。

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 611 化学试剂 密度测定通用方法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液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 12008.3—2009 塑料 聚醚多元醇 第3部分：羟值的测定
- GB/T 12008.5 塑料 聚醚多元醇 第5部分：酸值的测定
- GB/T 12008.7—2010 塑料 聚醚多元醇 第7部分：黏度的测定
- GB/T 22313—2008 塑料 用于聚氨酯生产的多元醇 水含量的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

四溴苯酞二醇产品可分为低黏度型（简称 LV 型）、中黏度型（简称 MV 型）和高黏度型（简称 HV 型）。

5 技术要求

5.1 外观

四溴苯酞二醇的外观应为均匀透明的琥珀色液体。

5.2 技术指标

四溴苯酐二醇的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术要求

项目	指标			试验方法
	LV 型	MV 型	HV 型	
羟值/(mg/g)	210.0~235.0	185.0~210.0	165.0~190.0	6.3
酸值/(mg/g) $\leq$	1.0	1.0	1.0	6.4
溴含量(质量分数)/% $\geq$	44.0	45.0	46.0	6.5
水分(质量分数)/% $\leq$	0.20	0.20	0.20	6.6
黏度(25℃)/Pa·s	10.000~50.000	50.000~100.000	100.000~200.000	6.7
密度(20℃)/(g/mL)	1.60~1.90	1.60~1.90	1.60~1.90	6.8

6 试验方法

警告:本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者应小心谨慎!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。

6.1 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。试验中所用的标准滴定溶液、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。

6.2 外观

将 50 mL 试样装入 50 mL 比色管中,在透射光条件下从侧面对目测。

6.3 羟值

按 GB/T 12008.3—2009 规定的方法 A 测定。

两次平行测定结果的绝对偏差不大于 1.0 mg/g,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

6.4 酸值

按 GB/T 12008.5 的测试方法进行测定。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对偏差不大于 0.1 mg/g。

6.5 溴含量

6.5.1 方法提要

采用碱熔后电位滴定法测定四溴苯酐二醇的溴含量,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为判定滴定终点。

6.5.2 试剂及溶液

6.5.2.1 氢氧化钠。

6.5.2.2 氢氧化钾。

6.5.2.3 碳酸钙。

6.5.2.4 乙醇。

6.5.2.5 硝酸银标准滴定溶液(0.1 mol/L)。

6.5.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液(1 mol/L)。

6.5.2.7 溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)。

6.5.2.8 氢氧化钾溶液(质量分数为 40%)：称取 40 g 氢氧化钾，加入 60 mL 水溶解。

6.5.2.9 硝酸(1+2)：量取定量的硝酸(质量分数为 25%)和其 2 倍体积的水混合均匀。

6.5.2.10 硝酸(1+200)：量取定量的硝酸(质量分数为 25%)和其 200 倍体积的水混合均匀。

6.5.2.11 淀粉溶液(10 g/L)。

6.5.3 仪器与设备

6.5.3.1 分析天平：精确到 0.000 1 g。

6.5.3.2 镍坩埚：50 mL。

6.5.3.3 电位滴定仪：分辨率 0.1 mV，误差范围 0.2 mV。

6.5.4 测定

称取样品 $0.27\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ (精确至 0.000 1 g)，加 10 滴氢氧化钾溶液(6.5.2.8)及 1 滴～2 滴乙醇，摇匀，再加入 $2.00\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ 氢氧化钠、 $2.60\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ 氢氧化钾，覆盖在试样表面，盖上盖子(不盖严)在电炉上慢慢加热，氢氧化钠、氢氧化钾融化后继续加热至试样完全熔融。

取下坩埚冷却后放入 250 mL 烧杯中，加入适量水加热，使坩埚内固体全部溶解在水中。取下烧杯，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 滴溴百里香酚蓝指示液(6.5.2.7)，使溶液呈蓝色，加入硝酸(6.5.2.9)调节至黄色；加入氢氧化钠标准滴定溶液(6.5.2.6)回调至浅蓝色，加入硝酸(6.5.2.10)使溶液颜色变为淡黄色，再加入约 20 mg 碳酸钙(此时溶液的 pH 值为 5～6)将溶液调至蓝紫色，添加水稀释至大约 90 mL，加入 10 mL 淀粉溶液(6.5.2.11)，用硝酸银标准滴定溶液(6.5.2.5)滴定，利用电位滴定仪确定滴定终点。同时做空白试验。

6.5.5 结果计算

溴含量以溴(Br)元素的质量分数 w 计，数值以 % 表示，按(1)式计算：

$$w = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \cdot M}{1\,000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——滴定试液消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0 ——滴定空白溶液消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

M ——溴的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=79.9$)；

m ——试样质量的准确数值，单位为克(g)。

两次平行测定结果的绝对偏差不大于 0.2%，取两次平行测定的算术平均值，并修约至小数点后一位为测定结果。

6.6 水分

按 GB/T 22313—2008 规定的方法 A(手动滴定)测定。

两次平行测定结果的绝对偏差不大于 0.03 %,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

6.7 黏度

按 GB/T 12008.7—2010 的测试方法进行测定。

两次平行测定结果的绝对偏差不大于 0.500 Pa·s,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

6.8 密度的测定

按 GB/T 611 规定的韦氏天平法测定。

两次平行测定结果的绝对偏差不大于 0.03 g/mL,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

7 检验规则

7.1 检验项目

第 5 章规定的所有项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 组批规则

四溴苯酐二醇以每一生产釜或混合均匀的同一储槽产品为一组批。每批产品不超过 50 t。

7.3 取样规则

采样单元数按 GB/T 6678 的规定。采样方法按 GB/T 6680 的规定进行。取样容器干燥、清洁,总取样量不应少于 250 mL。样品应分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、分类、批号或生产日期、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。

7.4 判定规则和复验规则

7.4.1 判定规则

四溴苯酐二醇应由质量检验部门按照本文件规定的试验方法进行检验,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文件。依据检验结果和本文件中的要求,对产品作质量判定。

7.4.2 复验规则

检验结果若某项指标不符合本文件要求时,应重新双倍取样对该项目进行复验。以复验结果作为该批产品的质量判定依据。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时,则整批产品为不合格。

8 标志

每批出厂的四溴苯酐二醇都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、种类、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号及 GB/T 191 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

采用 1 000 L 塑料集装箱包装,其注料口应盖好。每桶净含量为 1 500 kg $\pm$ 1 kg,也可根据用户的要求协商确定包装净含量。

9.2 运输

四溴苯醌二醇不属于危险品。在运输过程中防止日晒、雨淋、受潮,防止和坚硬物体相撞而漏损。

9.3 贮存

四溴苯醌二醇产品应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止日晒、雨淋、受潮。产品在符合本文件规定的包装、运输和贮存条件下,自生产之日起保质期为 12 个月。逾期检验合格,仍可继续使用。
