



中华人民共和国国家标准

GB/T 36792—2018

阻燃化学品 溴代聚碳酸酯

Flame retardant chemical—Brominated polycarbonate

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 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/TC 63)归口。

本标准起草单位:山东旭锐新材料有限公司、寿光卫东化工有限公司、济南泰星精细化工有限公司、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:王良民、陶书伟、刘瑞祥、肖学文、李向梅、刘建志。

阻燃化学品 溴代聚碳酸酯

1 范围

本标准规定了阻燃用溴代聚碳酸酯的技术要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以四溴双酚 A 和三溴苯酚为原料制得的用于阻燃剂使用的溴代聚碳酸酯。

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 605 化学试剂 色度测定通用方法
- 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

3 技术要求

3.1 外观

溴代聚碳酸酯的外观应为白色粉末。

3.2 技术指标

溴代聚碳酸酯的技术指标应符合表 1 中给出的量值。

表 1 溴代聚碳酸酯技术指标

特性	特性值		试验方法
	苯氧端基型	三溴苯氧端基型	
溴含量 ≥	52.0 %	58.0 %	4.3
熔点(初熔点) ≥	190.0 °C	190.0 °C	4.4
色度 ≤	90 Hazen	50 Hazen	4.5
游离氯含量 ≤	0.004 0 %	0.004 0 %	4.6

表 1 (续)

特性		特性值		试验方法
		苯氧端基型	三溴苯氧端基型	
水分	≤	0.20 %	0.20 %	4.7
白度(R457)	≥	90.0	90.0	4.8
1%热失重温度	≥	330.0 ℃	330.0 ℃	4.9

4 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。

4.1 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。

4.2 外观判别

在自然光下用目视法判定外观。

4.3 溴含量的测定

4.3.1 方法提要

采用碱熔后电位滴定法测定溴代聚碳酸酯的溴含量,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。

4.3.2 试剂及溶液

4.3.2.1 乳化剂:聚氧乙烯仲辛酚醚。

4.3.2.2 氢氧化钠。

4.3.2.3 氢氧化钾溶液(400 g/L):称取 40 g 氢氧化钾,加入 60 mL 溶解。

4.3.2.4 氢氧化钾。

4.3.2.5 硝酸(1+2):量取定量的浓硝酸和其 2 倍体积的水混合均匀。

4.3.2.6 硝酸(1+200):量取定量的浓硝酸和其 200 倍体积的水混合均匀。

4.3.2.7 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 40 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 水中。

4.3.2.8 碳酸钙。

4.3.2.9 淀粉溶液(10 g/L):称取 1 g 淀粉,加少量水搅拌成糊状,在搅拌下将糊状物倒入 90 mL 沸腾的水中,煮沸 1 min~2 min,冷却,稀释至 100 mL。

4.3.2.10 硝酸银标准滴定溶液(0.1 mol/L):配制方法参照 GB/T 601 的规定进行。

4.3.2.11 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。

4.3.3 仪器与设备

4.3.3.1 分析天平:精确到 0.000 1 g。

4.3.3.2 镍坩埚:50 mL。

4.3.3.3 电位滴定仪。

4.3.3.4 调温电炉:2 000 W。

4.3.4 测定

称取样品 $0.15\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ (精确至 0.000 1 g)，滴加 1 滴乳化剂、加 10 滴氢氧化钾溶液及 1~2 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，盖上盖子(不盖严)在电炉上慢慢加热，待氢氧化钠、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 2~3 滴溴酚蓝指示液，依次加入硝酸(1+2)、氢氧化钠溶液(40 g/L)、硝酸(1+200)，溶液颜色由黄变为蓝紫最终变为淡黄色，再加入约 20 mg 碳酸钙(此时溶液的 $\text{pH}=5\sim6$)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(10 g/L)，用 0.1 mol/L 的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。

4.3.5 结果计算

按式(1)计算溴元素的质量分数：

$$w(\text{Br}) = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 79.9}{1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，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的体积，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的体积，单位为毫升(mL)；

79.9 ——溴的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

取两次平行结果的算术平均值，并修约至小数点后两位为测定结果，两次平行测定结果的偏差不大于 0.20%。

4.4 熔点(初熔点)的测定

按 GB/T 617 的测试方法进行测试。

取两次平行结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的偏差不大于 0.5 ℃。

4.5 色度的测定

按 GB/T 605 的测试方法进行测试，将样品用二氯甲烷溶解，配制成 10% (mg/kg) 的二氯甲烷溶液，目视比色测定。

取两次平行结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的偏差不大于 10 Hazen。

4.6 游离氯含量的测定

4.6.1 方法提要

用水把溴代聚碳酸酯中游离氯萃取出来，在微酸性环境中，氯离子与硝酸汞生成氯化汞，二苯偶氮碳酰肼指示液与稍过量的硝酸汞生成蓝紫色络合物来判断终点。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 硝酸溶液:0.5 mol/L。

4.6.2.2 硝酸汞标准滴定溶液: $c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.02\text{ mol/L}$ 。

4.6.2.3 溴酚蓝指示液:称取 0.5 g 溴酚蓝溶解于 500 mL 无水乙醇中。

4.6.2.4 二苯偶氮碳酰肼指示液:称取 0.5 g 二苯偶氮碳酰肼溶解于 100 mL 无水乙醇中。

4.6.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.002 g。置于 250 mL 三角瓶内,加水 50 mL,搅拌使之成为悬浊液,分液漏斗分液,定性滤纸过滤溶液,再用适量水洗涤滤渣至无氯离子为止(用硝酸银检测氯离子),在收集的滤液中加入 3 滴溴酚蓝指示液,用硝酸标准滴定溶液调至溶液显黄色并过量 1 滴,加入 10 滴二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准溶液滴定至溶液显蓝紫色为终点。在相同条件下做空白实验。

4.6.4 结果计算

按式(2)计算氯元素的质量分数:

$$w(\text{Cl}) = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 35.45}{1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

 c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L); V_1 ——滴定试液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL); V_0 ——滴定空白溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

35.45 ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

 m ——试料的质量,单位为克(g)。

取两次平行结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的偏差不大于 0.001%。

4.6.5 硝酸汞标准滴定溶液后处理方法

参照附录 A 给出的方法,处理含汞废液。

4.7 水分的测定

按 GB/T 6284 的测试方法进行测试,试样称取 $2\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$,精确至 0.002 g。

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

4.8 白度的测定

按 GB/T 5950 的测试方法进行测试。

取两次平行结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的偏差不大于 0.5。

4.9 1%热失重温度的测定

4.9.1 方法提要

本方法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。

4.9.2 试剂

高纯氮气:纯度(体积分数)为 99.999%。

4.9.3 仪器

热失重分析仪。

4.9.4 测定步骤

4.9.4.1 试样制备

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

4.9.4.2 测试条件

初始温度 50 °C,以 10 °C/min 升温至 500 °C,样品室保护气氛为高纯氮气,流量 40 mL/min。

4.9.4.3 测定

根据仪器操作规程的要求,对试验仪器进行温度校准。称取约 10 mg 试样,精确至 0.000 2 g,放入预先高温灼烧至恒重的坩埚中,之后根据仪器操作规程及测试条件,启动仪器,记录热失重曲线,读取试样失重为 1% 时的温度,重复测试两次。

4.9.5 结果计算

取两次平行结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的偏差不大于 2 °C。

5 检验规则

5.1 表 1 中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一型号、同一级别的溴代聚碳酸酯为一批。每批产品不超过 50 t。

5.3 产品按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自料袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 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、类别、型号、批号、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。

5.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

5.5 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标准。

6 标志和标签

6.1 溴代聚碳酸酯包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、净含量、批号或生产日期、保质期、本标准编号及 GB/T 191 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的溴代聚碳酸酯都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、净含量、批号或生产日期、保质期、本标准编号。

7 包装、运输和贮存

7.1 内包装采用单层聚乙烯塑料薄膜袋,封口时先排出空气,内袋分别用维尼龙绳或其他质量相当的

绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用塑料编织袋,外袋用维尼龙绳或其他质量相当的线缝口,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。每袋净含量为 25 kg,或根据用户要求协商确定包装净含量。

7.2 溴代聚碳酸酯在运输过程中,防止日晒、雨淋、受潮。

7.3 溴代聚碳酸酯应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止日晒、雨淋、受潮。

7.4 溴代聚碳酸酯在符合本标准包装、运输、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。

附 录 A
(资料性附录)

硝酸汞标准滴定溶液后处理方法

将含汞废液收集于 10 L 的容器中,当废液达到 $1.0\text{ L}\pm 0.1\text{ L}$ 时,依次加入 $10\text{ mL}\pm 0.2\text{ mL}$ 工业氢氧化钠溶液(400 g/L), $2.5\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 工业硫化钠,搅拌均匀。10 min 后慢慢加入 $10\text{ mL}\pm 0.2\text{ mL}$ 过氧化氢溶液(30%),氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。充分混合,放置 24h 后将上部清液排入废水中,沉淀物对人体无害后转入另一容器内,回收。
