



中华人民共和国国家标准

GB/T 37560—2019

阻燃化学品 氰尿酸三聚氰胺盐中 三聚氰胺和氰尿酸的测定

Flame retardant chemicals—Determination of melamine and
cyanuric acid in melamine cyanurate

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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：山东泰星新材料股份有限公司、四川省精细化工研究设计院、寿光卫东化工有限公司、杭州捷尔思阻燃化工有限公司、合肥中科阻燃新材料有限公司、上海旭森非卤消烟阻燃剂有限公司、苏州市安特菲尔新材料有限公司、安庆市月铜铝业、北京理工大学。

本标准主要起草人：索伟、黄维光、孙凌刚、蔡晓英、王立贵、李金玉、刘丽、徐生运、李向梅、宋传君。



阻燃化学品 氰尿酸三聚氰胺盐中 三聚氰胺和氰尿酸的测定

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!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。

1 范围

本标准规定了阻燃用氰尿酸三聚氰胺盐中三聚氰胺和氰尿酸含量的测定方法、准确度和精密度。本标准适用于用液相色谱外标定量法测定氰尿酸三聚氰胺盐中三聚氰胺和氰尿酸的含量。本方法检出限:氰尿酸含量 $\geq 0.002\ 0\ \mu\text{g/mL}$,三聚氰胺含量 $\geq 0.007\ 8\ \mu\text{g/mL}$ 。

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 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法

3 通则

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指色谱纯试剂和符合 GB/T 33087 规定的仪器分析用高纯水。

4 三聚氰胺含量测定

4.1 方法提要

用 50 ℃ 的水溶解试样中残留的氰尿酸和三聚氰胺,冷却后过滤,取其滤液,用液相色谱外标法定量分析。

4.2 试剂与材料

4.2.1 甲醇。

4.2.2 柠檬酸(分析纯)。

4.2.3 辛烷磺酸钠(离子对试剂)。

4.2.4 乙腈。

4.2.5 三聚氰胺标准品:纯度大于 99.0%。

4.2.6 甲醇-水溶液:3+2。

4.2.7 离子对试剂缓冲溶液:称取 2.10 g(精确至 0.1 mg)柠檬酸和 2.16 g(精确至 0.1 mg)辛烷磺酸钠,用水溶解,定容至 1 000 mL。

4.2.8 三聚氰胺标准储备液:含三聚氰胺 1 mg/mL;称取三聚氰胺标准品 0.1 g(精确至 0.1 mg),用甲醇-水溶液定容至 100 mL 容量瓶中,作为标准储备液(1 mg/mL)。

4.2.9 流动相：离子对试剂缓冲溶液与乙腈按照体积比 83 : 17 配制。

4.3 仪器设备

4.3.1 液相色谱仪：配有紫外检测器，或其他能达到试验要求的设备。

4.3.2 电子天平（精度 0.1 mg）。

4.3.3 锥形瓶：500 mL。

4.3.4 漏斗（ $\phi 60\text{mm}$ ）。

4.3.5 容量瓶：100 mL。

4.3.6 分度吸量管（分刻度 0.01 mL）。

4.4 测试条件

4.4.1 色谱柱：C18 反相柱，250 mm \times 4.6 mm \times 5 μm ，或其他能达到测试条件的色谱柱。

4.4.2 检测波长：240 nm。

4.4.3 流速：1.0 mL/min。

4.4.4 进样量：20 μL 。

4.5 试验步骤

4.5.1 标准曲线的绘制

取三聚氰胺标准储备液，用流动相逐级稀释质量浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ ，0.2 $\mu\text{g/mL}$ ，0.4 $\mu\text{g/mL}$ ，0.8 $\mu\text{g/mL}$ ，1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，2.0 $\mu\text{g/mL}$ ，5.0 $\mu\text{g/mL}$ ，10.0 $\mu\text{g/mL}$ ，20.0 $\mu\text{g/mL}$ ，50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。将标准溶液依次进样检测，以峰面积-质量浓度作图，得到标准曲线回归方程。

4.5.2 试样的处理和测定

称取 1 g（精确至 0.1 mg）三聚氰胺氰尿酸盐试样置于 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，于 50 $^{\circ}\text{C}$ 恒温振荡水浴中恒温 10 min~15 min，趁热用中速定量滤纸过滤，并用 50 $^{\circ}\text{C}$ 的水将烧杯和漏斗冲洗干净，滤液收集于 100 mL 容量瓶中，冲洗干净后定容至刻度。此溶液即为待测溶液 A。取一定量的待测溶液 A 进行测定，记录色谱峰面积，并依据标准曲线计算其质量浓度。同时做空白试验。

4.6 试验数据处理

以质量分数表示的三聚氰胺含量 X_1 （%）按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——试样溶液中三聚氰胺的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白溶液中三聚氰胺的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

V ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；

1 000 000 ——克（g）换算成微克（ μg ）的数值。

取两次平行测试结果的算术平均值为测定结果，两次平行测试结果的绝对差值不大于 0.03 %。

5 氰尿酸含量的测定

5.1 方法提要

用 50 ℃ 的水溶解试样中残留的氰尿酸和三聚氰胺,冷却后过滤,取其滤液,用液相色谱外标法定量分析。

5.2 试剂与材料

5.2.1 甲醇。

5.2.2 四丁基溴化铵(分析纯)。

5.2.3 磷酸氢二钠(分析纯)。

5.2.4 乙腈。

5.2.5 氰尿酸:纯度大于 99.0%。

5.2.6 甲醇-水溶液:3+2。

5.2.7 离子对试剂缓冲溶液:称取 1.61 g(精确至 0.1 mg)四丁基溴化铵和 1.79 g(精确至 0.1 mg)磷酸氢二钠,用水溶解,调至 pH≈7.5,定容至 1 000 mL。

5.2.8 氰尿酸标准储备液:1 mL 溶液含氰尿酸 1 mg;称取氰尿酸 0.1 g(精确至 0.1 mg),用甲醇-水溶液定容至 100 mL 容量瓶中。

5.2.9 流动相:移取离子对试剂缓冲溶液与乙腈按照体积比 92:8 配制。

5.3 仪器设备

5.3.1 电子天平(精确至 0.1 mg)。

5.3.2 锥形瓶(500 mL)。

5.3.3 漏斗(ϕ 60 mm)。

5.3.4 容量瓶(100 mL)。

5.3.5 分度吸量管(分刻度 0.01 mL)。

5.3.6 液相色谱仪:配有紫外检测器,或其他能达到试验要求的设备。

5.4 测试条件

5.4.1 色谱柱:C18 反相柱,250 mm×4.6 mm×5 μ m,或其他能达到测试条件的色谱柱。

5.4.2 检测波长:220 nm。

5.4.3 流速:1.0 mL/min。

5.4.4 进样量:20 μ L。

5.5 试验步骤

5.5.1 标准曲线的绘制

取氰尿酸标准储备液,用流动相逐级稀释质量浓度为 0 μ g/mL,2.0 μ g/mL,5.0 μ g/mL,10.0 μ g/mL,20.0 μ g/mL,40.0 μ g/mL,50.0 μ g/mL,60.0 μ g/mL,80.0 μ g/mL,100.0 μ g/mL 的标准溶液。将标准溶液依次进样检测,以峰面积-质量浓度作图,得到标准曲线回归方程。

5.5.2 试样的处理和测定

取一定量由 4.5.2 得到的待测溶液 A 进行测定,记录色谱峰面积,并依据标准曲线计算其质量浓度。同时做空白试验。

5.6 试验数据处理

以质量分数表示的氰尿酸含量 $X_2(\%)$ 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ ——试样溶液氰尿酸的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——空白溶液氰尿酸的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 000 ——克(g)换算成微克(μg)的数值。

取两次平行测试结果的算术平均值为测定结果,两次平行测试结果的绝对差值不大于 0.02%。

6 方法的准确度和精密度

6.1 准确度

6.1.1 三聚氰胺含量的准确度

三聚氰胺含量测定方法在 0.007 8 $\mu\text{g/mL}$ ~1.5 $\mu\text{g/mL}$ 之间添加质量浓度的回收率在 95%~105%之间。

6.1.2 氰尿酸含量的准确度

氰尿酸含量测定方法在 0.002 $\mu\text{g/mL}$ ~10 $\mu\text{g/mL}$ 之间添加质量浓度的回收率在 95%~105%之间。

6.2 精密度

6.2.1 重复性

同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

6.2.2 再现性

不同实验室,由不同操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,在同一时间或不同时间内对同一被测对象互相独立进行测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。