

团 体 标 准

T/QGCML XXXX—XXXX

苯代三聚氰胺合成技术规范

Technical specification for synthesis of benzene melamine

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

全国城市工业品贸易中心联合会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 基本要求 1

5 原料要求 2

6 合成工艺 2

7 产品技术指标 3

8 试验方法 3

9 检验规则 7

10 标志、包装、运输、贮存 8

11 安全环保要求 8

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。

本文件由山东维尤纳特生物科技有限公司提出。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会归口。

本文件起草单位：山东维尤纳特生物科技有限公司、

本文件主要起草人：XXX。

苯代三聚氰胺合成技术规范

1 范围

本文件规定了苯代三聚氰胺合成技术的基本要求、原料要求、合成工艺、产品技术指标、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全环保要求。

本文件适用于苯代三聚氰胺的合成。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB 2894 安全标志及其使用导则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（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 8978 污水综合排放标准
- GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
- GB 12348 工业企业厂界环境噪声排放标准
- GB 14554 恶臭污染物排放标准
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB 16297 大气污染物综合排放标准
- GB 18597 危险废物贮存污染控制标准
- GB 18599 一般工业固体废物贮存和填埋污染控制标准
- GB 50016 建筑设计防火规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本要求

4.1 厂房

- 4.1.1 厂房设计应根据加工要求进行合理布局，面积和空间与加工能力相适应，应符合生产和环保要求。
- 4.1.2 厂房和生产线的的设计应符合国家及行业相关规定。
- 4.1.3 加工区域与办公区域分开布置，并设置有分隔或分离措施。
- 4.1.4 采用节能措施，回收再利用热能、电能等能源。
- 4.1.5 厂区应设置符合消防、安全和运输要求的消防通道及安全出口，确保紧急情况下人员疏散和救援畅通。
- 4.1.6 厂房和仓库应独立建造，不设置员工宿舍，确保生产与生活区域分离。
- 4.1.7 厂区安全标识应符合 GB 2894 的要求。厂区内建筑物间距、消防车道、防火、防烟分区设计应符合 GB 50016 的要求。

4.2 设备设施

- 4.2.1 供水设施能确保水质、水压、水量及其他要求符合加工和安全的需要。
- 4.2.2 排水设施能确保排水通畅，排水系统入口应安装带水封的地漏等装置。
- 4.2.3 应配备专门的废弃物分类存放设施，确保不泄露，易清洁。
- 4.2.4 具有自然通风或机械通风措施，通风和排气设施应易于清洁、维修和更换。
- 4.2.5 根据加工需要，配备控制生产环境温度和湿度的设施。
- 4.2.6 安装照明设施，光线和亮度符合生产需要。
- 4.2.7 应配备满足加工能力、贮存要求相适应的仓储设施。仓库地面平整，贮存成品应与墙壁、地面保持适当距离，有利于物品防护、搬运和空气流通。确保原料、半成品、成品、包装材料等分类、分区域存放。
- 4.2.8 生产区域应配备安全防护设施、消防设施。
- 4.2.9 应配备与生产能力相适应的生产设备。建立设备保养和维修制度，加强日常维护、保养。进行相关维护保养和检修记录。
- 4.2.10 应定期校准、维护用于监测和控制的设备。
- 4.2.11 生产用设备应符合以下要求：
 - a) 反应釜应具有密封性能和温控系统；
 - b) 循环水系统压力应稳定；
 - c) 抽滤设备应采用无油真空泵；
 - d) 干燥设备应能精确控制干燥温度和时间；
 - e) 计量仪器如天平、温度计、压力计等应定期校准。

4.3 人员

- 4.3.1 生产操作人员应经过专业培训，熟悉苯代三聚氰胺的合成工艺和安全操作规程，考核合格后方可上岗。
- 4.3.2 质量检验人员应熟悉质量管理相关知识，掌握质量检测的相关技能，胜任检测工作。
- 4.3.3 企业应定期组织人员参加质量控制、工艺控制、安全环保、操作技能等方面的培训。

5 原料要求

原料要求应符合表1的规定。

表 1 原料要求

项目	要求
苯甲腈	外观为无色透明液体，含量≥99.6%，水分≤0.1%
双氰胺	外观为白色固体，含量≥99.5%，干燥减量≤0.3%，40目筛过筛率≥85%
正丁醇	外观为无色透明粘稠液体，含量≥99.5%，水分≤0.1%
氢氧化钾	外观为白色片状固体，含量≥95.0%

6 合成工艺

6.1 升温加成

- 6.1.1 向反应釜内加入高纯水，循环水泵压力控制在 0.4 MPa~0.5 MPa。
- 6.1.2 加入正丁醇作为溶剂，再加入苯甲腈和双氰胺，以氢氧化钾为催化剂，升温至 114℃~120℃，在蒸汽压力 0.1 MPa 条件下搅拌，维持回流加成反应 4 h 生成粗品。
- 6.1.3 升温过程中，85℃~117℃时段升温速度控制为 2℃/5 min，避免反应热量聚集导致反应剧烈。

6.2 洗涤

- 6.2.1 对洗涤釜进行抽滤，抽出合成高浓废水进入高浓废水中转罐。
- 6.2.2 向洗涤釜内加入 65℃~70℃高纯水进行搅拌洗涤，洗涤次数不少于 5 次。

6.2.3 第一次洗涤时 PH 值控制在 7~9，第二次洗涤时 PH 值控制在 5~6，第三次和第四次洗涤时 PH 值控制在 7.0~8.5，PH 值采用冰醋酸中和调节。

6.3 抽滤

开启无油真空泵和冷却循环水进回水阀门，将物料打至抽滤槽进行抽滤，直至物料手握无水滴出。

6.4 干燥及筛分

6.4.1 采用盘式干燥器，干燥温度保持在 85℃~95℃，干燥后控制产品水分小于 0.1%。

6.4.2 干燥完成后进行筛分。

7 产品技术指标

苯代三聚氰胺技术指标应符合表2的要求。

表 2 技术指标

项目		电子级	颜料级	树脂级
外观		白色结晶粉末，无肉眼可见外来杂质		
纯度（HPLC），%		99.7	99.5	99.0
三聚氰胺质量分数，%		0.2	0.3	0.5
水分，%	≤	0.1		
灰分，%	≤	0.05		
游离碱，%	≤	0.05		
pH值（10%水溶液）		6.5~8.0		
甲醛溶解性实验	澄清度 ≤	II		
	色度（铂-钴法）≤	15	20	25
白度，%（白度仪）		≥ 97	≥ 95	≥ 92

8 试验方法

8.1 总则

除另有说明外，试验所使用的试剂均为分析纯试剂，水符合GB/T 6682中的三级水要求。

8.2 外观的测定

8.2.1 基本要求

8.2.1.1 环境温度应在 20℃~25℃。

8.2.1.2 试验人员应采取适当的安全防护措施，避免与试样的不当接触。

8.2.2 测定步骤

在要求环境温度、日光或其它没有色彩偏差的人造光线下，将试样置于白色背景上，对试样进行视觉观察。

8.3 鉴别试验

鉴别试验可与苯代三聚氰胺纯度的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样中苯代三聚氰胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

8.4 苯代三聚氰胺纯度测定

8.4.1 试剂和溶液

应符合以下要求：

- a) 甲醇：色谱纯；
- b) 乙腈：色谱纯；
- c) 磷酸：分析纯；
- d) 水：新蒸二次蒸馏水。

8.4.2 仪器

应符合以下要求：

- a) 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；
- b) 色谱数据处理机或工作站；
- c) 色谱柱：250 mm×3.9 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 Nova-Pak C₁₈，5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；
- d) 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；
- e) 微量进样器：100 μL；
- f) 定量进样管：20 μL；
- g) 超声波清洗器。

8.4.3 高效液相色谱操作条件

应符合以下要求：

- a) 流动相：甲醇+乙腈+水+H₃PO₄=350+150+500+0.5；
- b) 流速：0.8 mL/min；
- c) 柱温：室温（温差变化应不大于 2℃）；
- d) 检测波长：240 nm；
- e) 进样体积：20 μL。

注：上述为典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

8.4.4 测定步骤

8.4.4.1 试样溶液的制备

称取0.03 g左右的试样（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用25 mL的甲醇溶解均匀后加流动相稀释至刻度，超声波震荡5 min使试样完全溶解，冷却至室温，摇匀备用。

8.4.4.2 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，取样品进样，进样量3 uL（峰高控制700 mv），并进行平行测定。

8.4.4.3 计算

苯代三聚氰胺的纯度X（%），按式（1）进行计算：

$$X = \frac{A_i}{\sum A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i——苯代三聚氰胺峰面积；
ΣA_i——所有组分峰面积之和。

8.5 三聚氰胺质量分数的测定

8.5.1 试剂和溶液

应符合以下要求：

- a) 甲醇：色谱纯；
- b) 乙腈：色谱纯；
- c) 磷酸：分析纯；
- d) 水：新蒸二次蒸馏水；

- e) 三聚氰胺标样：已知三聚氰胺质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

8.5.2 仪器

应符合以下要求：

- 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；
- 色谱数据处理机或工作站；
- 色谱柱：250 mm×3.9 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 Nova-Pak C₁₈，5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；
- 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；
- 微量进样器：100 μL；
- 定量进样管：20 μL；
- 超声波清洗器；
- 万分之一电子天平。

8.5.3 高效液相色谱操作条件

应符合以下要求：

- 流动相：甲醇+乙腈+水+H₃PO₄=350+150+500+0.5；
- 流速：0.8 mL/min；
- 柱温：室温（温差变化应不大于 2℃）；
- 检测波长：240 nm；
- 进样体积：20 μL。

注：上述为典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

8.5.4 测定步骤

8.5.4.1 标样溶液的制备

称取0.05 g三聚氰胺标样（精确至0.000 2 g），置于250 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，超声波震荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液2 mL于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

8.5.4.2 试样溶液的制备

称取0.03 g左右的试样（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用25 mL的甲醇溶解均匀后加流动相稀释至刻度，超声波震荡5 min使试样完全溶解，冷却至室温，摇匀备用。

8.5.4.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相连两针三聚氰胺峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进行测定。

8.5.5 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中的三聚氰胺峰面积分别进行平均。试样中三聚氰胺的质量分数按式（2）计算：

$$W_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times W}{A_1 \times m_2 \times 250} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

W_1 ——试样中三聚氰胺的质量分数，%；

A_2 ——试样溶液中三聚氰胺峰面积的平均值；

m_1 ——三聚氰胺标样的质量，g；

W ——标样中三聚氰胺的质量分数，%；

A_1 ——标样溶液中三聚氰胺峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，g。

8.6 水分的测定

8.6.1 按 GB/T 6283-2008 中卡尔·费休法进行。

8.6.2 干燥失重法（仲裁法）：用蒸发皿称取约 5 g 待测样品（准确到 0.000 2 g）于恒重的蒸发皿中，记录所称样品质量，放入烘箱中在 105℃ 下烘干 2 h，取出蒸发皿放入干燥器中冷却至室温称重，记录质量，计量其含水量。

8.7 灰分的测定

8.7.1 仪器试剂

应符合以下要求：

- 高温电阻炉（马福炉）；
- 分析天平：感量为 0.000 1 g；
- 坩埚：50 mL；
- 电炉：100 0 W 可调压式；
- 坩埚钳；
- 浓硫酸：分析纯。

8.7.2 试验步骤

8.7.2.1 试验步骤如下：

- 将瓷坩埚在高锰酸钾洗液中浸泡 2 h 后取出洗净、烘干，放入到 650℃±20℃ 的高温炉中煅烧 20 min，取出空气中冷却 3 min，再放入干燥器中冷却 45 min，称量，称准至 0.000 2 g；
- 在已恒重的坩埚内称取 2 g 试样（称准至 0.000 2 g），在电炉上缓缓加热直至试样全部炭化（小心防止样品溅出，引起燃烧），加 0.5 mL~1.0 mL 浓硫酸，继续灼烧，烧干为止；
- 然后将样品炭化后的坩埚小心移入 800℃±20℃ 的高温炉中，煅烧 2 h；
- 取出坩埚放在空气中冷却 3 min，再移入干燥器中，冷却 45 min 进行称重，称准至 0.000 2 g。

8.7.2.2 在同一实验中，应使用同一个干燥器，放入相同数量的坩埚，严格控制在空气中和在干燥器中的冷却时间。

8.7.3 计算

8.7.3.1 灰分按式（3）计算：

$$X_1 = \frac{G_1}{G} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

G_1 ——灰烬的重量，g；

G ——试样的重量，g。

8.7.3.2 两次平行测定结果的差值不大于 0.05 %，取算术平均值为测定结果。

8.8 游离碱的测定

8.8.1 仪器和试剂

应符合以下要求：

- 盐酸标准滴定溶液 $c(\text{HCl}) = 0.01 \text{ mol/L}$ ；
- 蒸馏水经煮沸且冷却后使用；
- 79-1 磁力加热搅拌器或相当功能的搅拌器；
- 微量滴定管：5 mL。

8.8.2 测定步骤

称取试样约 10.0 g（准确至 0.01 g）于 250 mL 三角锥形瓶中，加 70 mL 乙二醇甲醚，在电炉上加热至完全溶解，冷却至室温，加 3~5 滴玫红酸指示液，用盐酸标准溶液进行滴定至淡黄色为终点，记下所消耗的体积为 V ，单位 mL。

8.8.3 计算

游离碱（以氢氧化钠计）含量 X_2 按式（4）计算：

$$X_2 = \frac{CV \times 0.04}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

C——盐酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V——滴定时消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.040——与1.00 mL盐酸标准滴定溶液（ $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ ）相当的以克表示的氢氧化钠的质量。

8.9 甲醛溶解度 色度测定

8.9.1 仪器

所需仪器为：

- a) 分析天平；
- b) 恒温水浴；
- c) 三口烧瓶；
- d) （0-200）℃温度计。

8.9.2 试剂

所需试剂为：

- a) 37%分析纯甲醛溶液；
- b) 0.1 mol/L 氢氧化钠。

8.9.3 测定方法

开启恒温水浴调整温度在85℃时恒温，称取试样78 g（精确至0.02 g）置于250 mL烧瓶中，加入预先用氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）调节PH为8.3±0.2的甲醛溶液100 mL，将冷凝器和温度计安装在烧瓶上，在水浴中边加热边搅拌，使之达到85℃并在10 min内溶解后，按照GB/T 605-2006的规定进行试样溶液色度的测定。

8.10 pH 值测定

称取5 g（精确到0.02 g）左右的待测样品于100 mL碘量瓶中，然后加入50 mL水溶解，搅拌均匀，按GB/T 9724的规定测定，平行测定两次取平均值。

8.11 白度的测定

采用白度仪进行检测该产品白度。

9 检验规则

9.1 组批

同一班组生产的产品为一批。

9.2 抽样

按GB/T 6678及GB/T 6680之规定采样。用清洁干燥的取样管从袋中取出均匀的样品，总量不少于500 g，收集于清洁干燥的样品袋中，混匀，分别装于两个清洁干燥的样品袋，贴好标签，标签上注明产品名称、批号或生产日期等。一袋供检验用，另一袋作为留样保存备查。

9.3 出厂检验

9.3.1 产品经公司质量检验部门按本文件进行检验，符合本文件要求方可出厂。

9.3.2 出厂检验项目为本文件规定的所有项目。

9.4 判定规则

9.4.1 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合要求。

9.4.2 检验结果如果有一项指标不符合本文件要求时，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文件要求，则判该批产品为不合格。

10 标志、包装、运输、贮存

10.1 标志

10.1.1 苯代三聚氰胺产品包装上应有牢固清晰的标志、标签，标志应符合 GB 190 的规定，产品标签应符合 GB 15258 的规定。内容应包括：

- a) 产品名称；
- b) 商标；
- c) 厂名、厂址；
- d) 净含量；
- e) 批号；
- f) 执行标准编号。

10.1.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容应包括公司名称、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量证明和执行标准编号。

10.2 包装

产品应使用编织袋或其它能满足产品包装要求的外包装材料内衬塑料包装，所用包装材料应符合相关要求。客户有特殊包装要求的，可根据客户要求包装。

10.3 运输和贮存

产品在运输过程中应注意防潮，应贮存在阴凉、干燥库房内，严禁在日光下曝晒。

11 安全环保要求

11.1 安全要求

11.1.1 使用本品应戴防护手套、口罩，穿干净防护服，使用后，应立即用肥皂和水洗净，如粉尘与皮肤接触，应用肥皂水冲洗；如误入眼睛，立即用大量流水冲洗 15 min；如吸入，应将患者移至新鲜空气处，立即送医。

11.1.2 该产品验收期为一个月，从交货之日起一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合本文件要求。

11.2 环保要求

11.2.1 生产过程中废气排放应符合 GB 16297 和 GB 14554 的要求。废水排放应符合 GB 8978 的要求。

11.2.2 应采取基础减振、厂房隔声、消声等措施，厂界噪声应符合 GB 12348 的要求。

11.2.3 固废

11.2.3.1 固体废弃物应分类收集、存储、处置利用。

11.2.3.2 一般固体废弃物的临时贮存应按 GB 18599 的要求进行管理。

11.2.3.3 危险固体废物贮存应按 GB 18597 的规定进行。