

ICS 83.180
G 38; G 39
备案号: 65309~65311—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5375~5377—2018

水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的测定、 复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂 和乙烯-醋酸乙烯酯 (EVA) 胶膜 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5375—2018	水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的测定	(1)
HG/T 5376—2018	复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂	(9)
HG/T 5377—2018	乙烯-醋酸乙烯酯 (EVA) 胶膜	(23)

ICS 83.180
G 39
备案号: 65310—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5376—2018

复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂

Two components polyurethane adhesive in flexible packaging

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会（SAC/TC 185）归口。

本标准起草单位（排名不分先后）：北京华腾新材料股份有限公司、北京高盟新材料股份有限公司、上海康达化工新材料股份有限公司、中山市新辉化学制品有限公司、湖州欧美化学有限公司、新东方油墨有限公司、上海橡胶制品研究所有限公司。

本标准主要起草人：崔正、赫长生、胡红梅、欧华新、宁超峰、刘国文、张建庆、朱玉合、唐岩、赵有中、王竹、隋学斌。

复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂

1 范围

本标准规定了复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以多元醇（包括聚酯多元醇、聚醚多元醇）及异氰酸酯等反应合成的端羟基或端异氰酸酯基等反应性基团，以 A、B 两组分调和使用的溶剂型或无溶剂型复合软包装用聚氨酯胶粘剂。

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 2791 胶粘剂 T 剥离强度试验方法 挠性材料对挠性材料

GB/T 2793—1995 胶粘剂不挥发物含量的测定

GB/T 2794 胶黏剂黏度的测定 单圆筒旋转黏度计法

GB/T 2943 胶粘剂术语

GB 9685 食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准

GB/T 12009.4 塑料 聚氨酯生产用芳香族异氰酸酯 第 4 部分：异氰酸根含量的测定

GB/T 18446 色漆和清漆用漆基 异氰酸酯树脂中二异氰酸酯单体的测定

GB/T 20740 胶粘剂取样

GB/T 30777 胶粘剂闪点的测定 闭杯法

GB/T 31604.30 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯的测定和迁移量的测定

GB/T 32448 胶粘剂中可溶性重金属铅、铬、镉、钡、汞、砷、硒、锑的测定

GB/T 33372—2016 胶粘剂挥发性有机化合物限量

HG/T 3075 胶粘剂产品包装、标志、运输和贮存的规定

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

SN/T 2893 出口食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中芳香族伯胺的测定 气相色谱-质谱法

YC/T 207—2014 烟用纸张中溶剂残留的测定 顶空-气相色谱/质谱联用法

国家质量监督检验检疫总局令 [2005] 第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》

3 术语和定义

GB/T 2943 界定的术语和定义适用于本文件。

4 分类

复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂分为溶剂型胶粘剂和无溶剂型胶粘剂两大类，其中溶剂型细分为酯溶型和醇溶型。

5 要求

5.1 外观

复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂外观为均一液体。

5.2 性能指标

复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂性能指标见表 1。

表 1 复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂性能指标

项 目		指 标					
		溶剂型				无溶剂型	
		酯溶型		醇溶型			
		—OH 组份	—NCO 组份	A 组份	B 组份	—OH 组份	—NCO 组份
不挥发物含量（质量分数）/%		标称值±2				≥95	
黏度/(mPa·s)		商 议					
异氰酸根含量（质量分数）/%		—	标称值±0.5	—	—	—	标称值±0.5
剥离强度 /(N/15 mm) ≥	通用级	1.0		1.0		1.0	
	水煮级	2.0		—		2.0	
	半高温蒸煮级	3.5		—		3.5	
	高温蒸煮级	4.5		—		—	
游离 TDI 单体含量（质量分数）/% ≤		—	1.0	—	—	—	—
初级芳香胺迁移量 ^a /(μg/kg) ≤		10		10		10	
可溶性重金属含 量 ^a /(mg/kg) ≤	铅	90					
	铬	60					
	镉	75					
	钡	1 000					
	汞	60					
	砷	25					
	硒	500					
	锑	60					
邻苯二甲酸酯类增塑剂含量 ^a /(mg/kg)		不得检出					
苯类溶剂（苯、甲苯、乙苯、二甲苯）含量 ^a /(mg/kg) ≤		10		10		1	
挥发性有机化合物（VOC）含量 /(g/kg) ≤		550				50	

^a 适用于食品和药品包装用的胶粘剂。同时其添加剂应符合 GB 9685 和其他相关标准的规定。

注 1：溶剂型胶粘剂闪点≤28℃，属甲类危险化学品。

注 2：邻苯二甲酸酯类增塑剂种类及定量限见表 3。

6 试验方法

6.1 外观

目测。

6.2 不挥发物含量

按 GB/T 2793—1995 中 4.1 的规定进行检测。

6.3 黏度

按 GB/T 2794 的规定或采取商定方法进行检测。

6.4 异氰酸根含量

按 GB/T 12009.4 的规定进行检测。

6.5 剥离强度

6.5.1 试验材料

材料为薄膜，满足以下要求：

- 复合结构采用 PET/RCPP；
- 薄膜均为透明光膜，无污染，无印刷，未涂覆其他涂层；
- PET 膜厚度为 12 μm ，RCPP 膜厚度为 70 μm ；
- RCPP 膜无爽滑剂析出，RCPP 膜经电晕处理，经达因笔测试表面张力 $\geq 38 \text{ mN/m}$ ，PET 膜经达因笔测试表面张力 $\geq 50 \text{ mN/m}$ 。

6.5.2 试件制备

试件制备按下列步骤进行：

- 按照使用说明书进行胶粘剂配胶并混合均匀；
- 将配制好的胶粘剂均匀涂于 PET 膜上，上胶量（干胶量）控制见表 2；
- 涂胶后的 PET 膜充分干燥后，与 RCPP 膜用可加温、加压的复合辊压合在一起，复合辊由钢辊、橡胶辊（橡胶辊的邵 A 硬度不低于 80）组成，复合压力 $\geq 1.0 \text{ MPa}$ ，温度控制在 $55^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$ ；
- 按照胶粘剂说明书中要求的时间、温度条件进行熟化，裁成宽 $(15 \pm 0.1) \text{ mm}$ 、长 $(150 \pm 1) \text{ mm}$ 的试件备用。

表 2 复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂上胶量（干胶量）要求

项 目		指 标			
		通用级	水煮级 (100 $^\circ\text{C}$, 30 min)	半高温蒸煮级 (121 $^\circ\text{C}$, 30 min)	高温蒸煮级 (135 $^\circ\text{C}$, 30 min)
复合结构		PET (12 μm) / RCPP (70 μm)			
上胶量/(g/m ²)	酯 溶 型	2.5~3.0	3.0~3.5	3.5~4.0	4.0~4.5
	醇 溶 型	2.5~3.0	—	—	—
	无溶剂型	1.2~1.8	1.6~2.0	1.8~2.5	—

6.5.3 测定

按 GB/T 2791 的规定进行。采用 T 剥离，试样宽度采用 (15 ± 0.1) mm，剥离速度采用 (300 ± 10) mm/min。

6.6 游离 TDI 单体含量

按 GB/T 18446 的规定进行测定。

6.7 初级芳香胺迁移量

6.7.1 试验材料

材料为薄膜，满足以下要求：

- a) 复合结构采用 PET/RCPPE，或采用 NY/PE，或其他与客户商议结构；
- b) 薄膜均为透明光膜，无污染，无印刷，未涂覆其他涂层；
- c) PET 膜厚度为 $12 \mu\text{m}$ ，RCPPE 膜厚度为 $70 \mu\text{m}$ （若采用 NY/PE 结构，NY 膜厚度为 $18 \mu\text{m}$ ，PE 膜厚度为 $30 \mu\text{m}$ ）；
- d) RCPPE 膜、PE 膜无爽滑剂析出，RCPPE 膜、PE 膜经电晕处理，经达因笔测试，RCPPE 膜表面张力 ≥ 38 mN/m，PET 膜表面张力 ≥ 50 mN/m，NY 膜表面张力 ≥ 56 mN/m，PE 膜表面张力 ≥ 38 mN/m。

6.7.2 试件制备

试件制备按下列步骤进行：

- a) 按照使用说明书进行胶粘剂配胶并混合均匀；
- b) 使用配制好的胶粘剂进行复合，上胶量（干胶量）控制见表 2；
- c) 将复合膜放入烘箱中，按照胶水说明书中要求的时间、温度条件进行熟化；
- d) 将熟化好的薄膜放在铝箔袋中包装送检，需在 7 d 内完成测试。

6.7.3 测定

按 SN/T 2893 的规定进行。迁移试验条件为 100°C 、4 h，模拟物选用 4 %（体积分数）乙酸溶液。

6.8 可溶性重金属含量

6.8.1 试样制备

将适量胶粘剂样品混合，倒入直径为 100 mm 左右的培养皿中，盖上滤纸，放置在 50°C 左右的鼓风干燥箱中固化干燥。待溶剂挥发完全，将胶粘剂从培养皿中取出，放入超低温冰箱中，冷冻 4 h 以上。取出，用高速粉碎机粉碎至 1 mm~2 mm 的颗粒。

准确称取 5 g 左右（精确至 0.1 mg）胶粘剂颗粒，加入 4.0 % 乙酸溶液，定容至 100 mL， 60°C 水浴浸泡 2 h。同时做空白对照。

6.8.2 测定

按 GB/T 32448 的规定进行。

6.9 邻苯二甲酸酯类增塑剂含量

邻苯二甲酸酯类增塑剂种类及定量限见表 3。

表 3 邻苯二甲酸酯类增塑剂种类及定量限

序号	名 称	代号	定量限/(mg/kg) ≤
1	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	50
2	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	5
3	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	5
4	邻苯二甲酸二烯丙酯	DAP	5
5	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	5
6	邻苯二甲酸二正丁酯	DBP	5
7	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	DMEP	5
8	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊)酯	BMPP	5
9	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	DEEP	5
10	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	5
11	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	5
12	邻苯二甲酸丁苄酯	BBP	5
13	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	DBEP	5
14	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	5
15	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	5
16	邻苯二甲酸二苯酯	DPhP	5
17	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	5
18	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	5

6.9.1 试样制备

准确称量 0.2 g~0.5 g (精确至 0.1 mg) 胶粘剂样品于具塞三角瓶中, 加入 20 mL 正己烷, 超声提取 30 min 后过滤, 残渣再用 20 mL 正己烷重复提取 1 次, 合并滤液于 50 mL 容量瓶中, 用正己烷定容至刻度, 再根据试样中邻苯二甲酸酯含量做相应的稀释, 混匀后过 0.45 μm 有机相玻璃滤膜, 进气相色谱-质谱仪分析。

6.9.2 测定

按 GB/T 31604.30 的规定进行。

6.10 苯类溶剂 (苯、甲苯、乙苯、二甲苯) 含量

按附录 A 的规定进行测定。

6.11 挥发性有机化合物 (VOC) 含量

按 GB/T 33372—2016 中附录 A 和附录 E 的规定进行测定。

6.12 闪点

按 GB/T 30777 的规定进行测定。

7 检验规则

7.1 取样

按 GB/T 20740 的规定进行采样，试样总量不少于 0.2 kg，存放于密闭容器内。

7.2 组批与检验

每一釜生产的产品为一批，按批进行检验。

7.3 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验两类。

7.3.1 出厂检验

出厂检验项目如下：

- a) 外观；
- b) 不挥发物含量；
- c) 黏度；
- d) 异氰酸根含量。

7.3.2 型式检验

型式检验项目为第 5 章中要求的全部项目。

正常生产时，每年应进行一次型式检验。

有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 新产品试制鉴定时；
- b) 正式投产后，如原料、生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 产品停产半年以上，恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- e) 国家质量监督机构或用户提出要求时。

7.4 判定规则

7.4.1 出厂检验判定

出厂检验项目全部符合本标准规定，判为合格品。出厂检验项目中只要有 1 项不符合本标准规定的要求，应加倍随机抽样复检，复检后只要有 1 项不符合本标准规定的要求，判定该批产品为不合格品。

7.4.2 型式检验判定

型式检验项目全部符合本标准规定的要求，判为合格品。不符合本标准规定的要求不超过 3 项的，可以加倍抽样复检，复检后仍有 1 项不符合本标准规定的要求，则判定该批产品为不合格品；不符合本标准规定的要求超过 3 项的，无需复检，直接判定该批产品为不合格品。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

每个包装桶附有产品标签和质检合格证，内容包括：生产单位名称、地址、产品名称、型号（牌号）、商标、净含量（净重）、生产批号、保质期等。

净含量（净重）测定按 JJF 1070 的规定检验和判定，应符合国家质量监督检验检疫总局令〔2005〕第 75 号的规定。

8.2 包装、运输

按 HG/T 3075 的有关规定。

8.3 贮存

复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂应在阴凉、干燥条件下贮存，注意防火。密闭未开封的产品贮存期至少 6 个月。

附 录 A
(规范性附录)

苯、甲苯、乙苯、二甲苯含量的测定

A.1 试剂

A.1.1 苯：分析纯或以上。

A.1.2 甲苯：分析纯或以上。

A.1.3 乙苯：分析纯或以上。

A.1.4 二甲苯：分析纯或以上。

A.1.5 三乙酸甘油酯：分析纯或以上。

A.2 仪器设备

A.2.1 顶空-气相色谱/质谱联用仪。

A.2.2 分析天平：最小分度值 0.1 mg。

A.2.3 移液枪：1 000 μ L。

A.2.4 顶空瓶：20 mL。

A.3 试验准备

A.3.1 混合标准储备液的制备

分别准确称取苯、甲苯、乙苯、二甲苯各 15 mg，放入已盛有 30 mL 三乙酸甘油酯的 100 mL 容量瓶中，以三乙酸甘油酯定容。

混合标准储备液中苯、甲苯、乙苯、二甲苯含量为 150 mg/L，在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下保存，有效期 6 个月。

A.3.2 标准工作溶液制备

以三乙酸甘油酯为溶剂，稀释混合标准储备液，制备系列标准工作溶液。

系列标准工作溶液至少配制 5 级。

根据样品实际含量配制合适的浓度梯度。

混合标准储备液取用时，需调节至常温 ($23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) 方可使用。

A.4 试验步骤

A.4.1 顶空-气相色谱/质谱联用仪设置

顶空-气相色谱/质谱联用仪条件按 YC/T 207—2014 中 4.1、4.2、4.3 设置。

A.4.2 定量分析

A.4.2.1 标准工作曲线的绘制

使用移液枪，分别从配制的5级标准工作溶液中移取1000 μL不同浓度梯度的标准工作溶液，置于不同编号的顶空瓶中。

将顶空瓶放入顶空仪中，按照A.4.1设置仪器测试条件，进行顶空-气相色谱/质谱分析，得到标准工作溶液中被测组分的总离子图和定量离子峰。

根据不同浓度梯度的标准工作溶液、被测组分的定量离子峰面积及其含量（1000 μL标准工作溶液中所含化合物的质量，单位为μg），建立标准工作曲线。

标准工作曲线强制过原点，标准工作曲线线性关系 $R^2 \geq 0.995$ 。

每测试20次样品，则用一个中等浓度的标准工作溶液验证标准工作曲线。如果测定值与原值偏差超过5%，应重新制作标准工作曲线。

A.4.2.2 样品检测

用移液枪移取1000 μL三乙酸甘油酯，置于干净的顶空瓶中。再精确称取0.1 g~0.2 g待测样品，放入顶空瓶中。盖紧顶空瓶塞，轻轻摇晃，充分润湿样品。

将顶空瓶放入顶空仪中，按A.4.1设置仪器测试条件，测定样品。

每个样品平行测定两次。

A.4.2.3 空白检测

顶空瓶中不加样品，检测步骤同A.4.2.2。每组样品测定一次空白。

A.4.2.4 试验结果

样品中苯、甲苯、乙苯、二甲苯含量按公式（A.1）计算：

$$W_i = \frac{C_1 - C_0}{m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W_i ——样品中目标组分含量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_1 ——样品溶液中测得的目标组分的质量的数值，单位为微克（μg）；

C_0 ——空白溶液中测得的目标组分的质量的数值，单位微克（μg）；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终检测结果，两次测定值之间的相对平均偏差应小于10%。

中华人民共和国
化工行业标准
水性胶粘剂中丙烯酰胺含量的测定、
复合软包装用双组份聚氨酯胶粘剂
和乙烯-醋酸乙烯酯 (EVA) 胶膜
(2018)

HG/T 5375~5377—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3 字数 66.2 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2532

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：42.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

