

ICS 71.100.40
G 70
备案号: 60480—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5164—2017

纺织染整助剂 纺织涂层用水性聚氨酯乳液

Textile dyeing and finishing auxiliaries—
Water-borne polyurethane emulsions for textile coating

2017-11-07 发布

2018-04-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》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。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：传化智联股份有限公司、杭州传化精细化工有限公司、杭州美高华颐化工有限公司。

本标准主要起草人：赵立慧、刘云、曾凡文、胡婷婷、赵梅、赵婷、何齐海、袁碧云。

纺织染整助剂

纺织涂层用水性聚氨酯乳液

1 范围

本标准规定了纺织染整助剂中纺织涂层用水性聚氨酯乳液的术语和定义、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于纺织染整助剂中纺织涂层用水性聚氨酯乳液产品的质量控制。

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 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

HG/T 4164 纺织染整助剂 pH 值的测定

HG/T 4266 纺织染整助剂 含固量的测定

HG/T 4443 纺织染整助剂 粘度的测定

HG/T 4737 纺织染整助剂 液体产品离心稳定性的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

挥发性有机化合物 volatile organic compounds (VOC)

在 101.3 kPa 标准大气压下任何初沸点低于或等于 250 °C 的有机化合物。

4 要求

纺织涂层用水性聚氨酯乳液的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 纺织涂层用水性聚氨酯乳液的质量要求

项 目		指 标
(1) 外观		乳白色至透明液体
(2) pH 值		7.0~9.0
(3) 含固量/%		商定
(4) 黏度/(mPa·s)	≤	1 000
(5) 离心稳定性/mm	≤	0.5
(6) 贮存稳定性		无异常
(7) 冻融稳定性		无异常
(8) 机械稳定性		无异常
(9) 挥发性有机化合物含量	优级品/%	3.0
	合格品/%	10.0

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 pH 值的测定

称取约 50 g（精确至 1.00 g）纺织涂层用水性聚氨酯乳液于 50 mL 小烧杯中，按 HG/T 4164 的规定测试其原液的 pH 值。

5.4 含固量的测定

按 HG/T 4266 的规定进行。

5.5 黏度的测定

5.5.1 仪器和设备

旋转黏度计：测量范围可满足测试要求，并保证测试时扭矩在合理的范围内。ROOKFIELD DV2TLVTJ0 型旋转黏度计是被推荐使用的。

5.5.2 测定方法

称取约 200 g（精确至 1.00 g）纺织涂层用水性聚氨酯乳液于 250 mL 高脚烧杯中，在 25℃±2℃下，采用适用的旋转黏度计，按 HG/T 4443 的规定进行测定。测定时根据乳液的实际情况选择转子和转速。

5.6 离心稳定性的测定

称取约 30 g（精确至 1.00 g）纺织涂层用水性聚氨酯乳液于 B 型离心管中，B 型离心管应符合附

录 A 的规定,在旋转速度为 1 000 r/min 和离心时间为 30 min 的条件下,按 HG/T 4737 的规定进行测定。

5.7 贮存稳定性的测定

5.7.1 仪器和设备

5.7.1.1 高低温试验箱:温度范围 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度波动度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度均匀度 $\pm 2.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.1.2 分析天平:感量为 0.01 g。

5.7.2 测定方法

将 200 g (精确至 1.00 g) 纺织涂层用水性聚氨酯乳液装入 250 mL 圆筒状塑料或玻璃容器中,密封后放入 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高低温试验箱中,14 d 后取出。打开容器,观察乳液是否有分层、沉淀、硬块、絮凝等异常现象。亦可借助玻璃棒,将乳液倒在干净的玻璃板上,涂布均匀,观察是否有硬块、絮凝等异常现象。如无所述异常现象,则判定乳液“无异常”。

5.8 冻融稳定性的测定

5.8.1 仪器和设备

5.8.1.1 高低温试验箱:温度范围 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度波动度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度均匀度 $\pm 2.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.1.2 分析天平:感量为 0.01 g。

5.8.2 测定方法

将 50 g (精确至 1.00 g) 纺织涂层用水性聚氨酯乳液装入约 100 mL 圆筒状塑料或玻璃容器中,密封后放入 $-5\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高低温试验箱中,18 h 后取出,再在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下放置 6 h。如此反复 3 次。打开容器,用玻璃棒搅拌,观察乳液是否有分层、沉淀、絮凝、硬块等异常现象。亦可借助玻璃棒,将乳液在干净的玻璃板上涂布成均匀薄层观察。如无所述异常现象,则判定乳液“无异常”。

5.9 机械稳定性的测定

5.9.1 试剂和材料

滤网:80 目。

5.9.2 仪器和设备

5.9.2.1 高速分散机:调速范围为无级恒力调速 100 r/min \sim 8 000 r/min,搅拌头为盘齿形,叶轮直径为 40 mm。

5.9.2.2 塑料容器:直径约 100 mm,高度约 180 mm。

5.9.2.3 分析天平:感量为 0.01 g。

5.9.3 测定方法

在 1 000 mL 塑料容器中称入约 400 g (精确至 1.00 g) 已经过 80 目滤网过滤的纺织涂层用水性聚氨酯乳液,将其放在高速分散机的机座上,用夹子固定,开启高速分散机,调速至 2 500 r/min,分散 0.5 h,再过 80 目滤网。观察滤网上是否出现明显絮凝物、颗粒等异常现象。如无所述异常现

象，则判定乳液“无异常”。

5.10 挥发性有机化合物含量的测定

按附录 A 的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 组批

检验以批为单位，在一个生产周期内以同一原料、同一配方、同一工艺生产的纺织涂层用水性聚氨酯乳液为一批。

6.2 抽样规则

6.2.1 抽样方法

由批量大小按表 2 确定样本大小，从批中随机抽取。

表 2 样本大小

单位为桶

批 量	≤15	16~50	51~150	151~500	>500
样本大小	2	3	5	8	13

6.2.2 取样注意事项

所采样产品的包装必须完好，采样时勿使外界杂质落入产品中。用取样管从上、中、下部分别采样，所采样品总量不得少于 1 kg。将采得的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、产品批号、生产厂名称、取样日期、取样地点。一个供检验用，另一个保存备查。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

纺织涂层用水性聚氨酯乳液应由生产厂的质量检验部门检验合格，附合格证明后方可出厂。本标准第 4 章中规定的外观、pH 值、含固量、黏度、离心稳定性为出厂检验项目。生产厂应保证所有出厂的纺织涂层用水性聚氨酯乳液产品符合本标准的全部要求。

6.3.2 型式检验

有下述情况时应按本标准第 4 章规定的所有要求进行型式检验：

- a) 新产品最初定型时；
- b) 产品异地生产时；
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- d) 停产 3 个月后恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

6.4 复验

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中取样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品判定为不合格。

6.5 供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商解决，或由法定质量监督机构按本标准规定检验后进行仲裁。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

纺织涂层用水性聚氨酯乳液的每个包装容器上都应涂上或张贴耐久、清晰的标志，标明制造商名、产品名称、产品标准编号、商标、厂址、批号、保质期、净含量等。同时应附有产品质量检验合格证明。

7.2 包装

纺织涂层用水性聚氨酯乳液产品装于塑料桶或铁桶内，每桶净含量可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应轻装、轻卸，避免碰撞，切勿损坏包装。

7.4 贮存

常温下室内避光密闭贮存，产品的保质期为 6 个月。超过保质期的产品经重新检验，检验结果符合本标准时，仍可继续使用。

附 录 A
(规范性附录)

纺织涂层用水性聚氨酯乳液中挥发性有机化合物含量的测定——气相色谱法

A.1 范围

本方法规定了纺织涂层用水性聚氨酯乳液中挥发性有机化合物 (VOC) 含量测试方法。

本方法适用于挥发性有机化合物 (VOC) 含量大于或等于 0.1 % 且小于或等于 15.0 % 的纺织涂层用水性聚氨酯乳液的测定。

A.2 原理

试样经稀释后,通过气相色谱分析技术使样品中挥发性有机化合物分离,定性鉴定被测化合物后,用内标法测试其含量。

A.3 试剂和材料

A.3.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.995\%$ (体积分数)。

A.3.2 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$ (体积分数)。

A.3.3 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.995\%$ (体积分数)。

A.3.4 助燃气:空气。

A.3.5 内标物:试样中不存在的化合物,而且该化合物能够与色谱图上其他成分完全分离。纯度至少为 99 % (质量分数),或已知纯度。例如异丁醇、正辛烷等。

A.3.6 校准化合物:本标准中校准化合物为经 GC-MS 定性出的化合物,如乙醇、三乙胺、丙酮、丁酮、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、N-甲基吡咯烷酮、N-乙基吡咯烷酮、二乙二醇单丁醚、丙二醇单甲醚、二乙二醇二甲醚等。纯度至少为 99 % (质量分数),或已知纯度。

A.3.7 稀释溶剂:用于稀释试样的有机溶剂,不含有任何干扰测试的物质。纯度至少为 99 % (质量分数),或已知纯度。例如乙腈、四氢呋喃等溶剂。

A.3.8 标记物:用于按 VOC 定义区分 VOC 组分与非 VOC 组分的化合物。本标准中为己二酸二乙酯 (沸点 251 °C)。

A.4 仪器和设备

A.4.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器 (FID)。

A.4.2 气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS):配有质量选择检测器 (MSD)。

A.4.3 进样器:微量注射器,容量至少是进样量的 2 倍。

A. 4. 4 配样瓶：约 20 mL 的玻璃瓶，具有密封的瓶盖。

A. 4. 5 分析天平：感量为 0. 000 1 g。

A. 4. 6 固相微萃取进样器：配有 75 μm 碳分子筛/聚二甲基硅氧烷 (CAR/PDMS) 萃取头。

A. 4. 7 顶空进样瓶：20 mL，具有密封的瓶盖。

A. 5 测定步骤

A. 5. 1 样品处理

A. 5. 1. 1 定性分析样品前处理

取适量搅拌均匀后的纺织涂层用水性聚氨酯乳液，加入 20 mL 顶空进样瓶 (A. 4. 7) 中，加盖密封。先将顶空进样瓶在 60 $^{\circ}\text{C}$ 下预热 10 min，再将老化后的 75 μm 碳分子筛/聚二甲基硅氧烷萃取头 (A. 4. 6) 插入顶空进样瓶中，吸附 30 min。吸附完成后，插入 GC-MS 进样口，解吸检测。

注：可根据待测试样的实际情况优化选择最佳的固相微萃取过程。

A. 5. 1. 2 定量分析样品溶液的配制

称取约 1 g (精确至 0. 000 1 g) 搅拌均匀后的纺织涂层用水性聚氨酯乳液以及与被测物质量近似相等的内标物 (A. 3. 5) 于配样瓶 (A. 4. 4) 中，加入 10 mL 稀释溶剂 (A. 3. 7) 稀释试样，密封配样瓶 (A. 4. 4) 并摇匀。

A. 5. 2 色谱条件

测试结果取决于所使用仪器及产品的具体情况，因此不可能给出色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离。下列给出的参数证明是可行的。

A. 5. 2. 1 气相色谱条件 (FID)

包括如下内容：

- a) 色谱柱：5 % 苯基/95 % 聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30 m \times 0. 25 mm \times 0. 25 μm 。
- b) 柱温：程序升温，40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min，以 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 65 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 260 $^{\circ}\text{C}$ 保持 10 min。
- c) 进样口温度：260 $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 检测器温度：280 $^{\circ}\text{C}$ 。
- e) 载气：氮气；控制方式：恒流；流速：1. 0 mL/min。
- f) 分流比：分流进样，分流比可调。
- g) 进样量：0. 4 μL 。

A. 5. 2. 2 气相色谱-质谱联用仪条件 (GC-MS)

包括如下内容：

- a) 色谱柱：5 % 苯基/95 % 聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30 m \times 0. 25 mm \times 0. 25 μm 。
- b) 柱温：程序升温，40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min，以 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 65 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 260 $^{\circ}\text{C}$ 保持 10 min。
- c) 进样口温度：260 $^{\circ}\text{C}$ 。

- d) 色谱-质谱接口温度：280 ℃。
- e) 进样方式：不分流进样。
- f) 载气：氦气；控制方式：恒流；流速：1.0 mL/min。
- g) 进样量：1.0 μL。
- h) 数据采集方式：全扫描（Scan）。
- i) 电离方式：EI 离子源。
- j) 离子源温度：230 ℃。
- k) 电离能量：70 eV。

注：可根据所用气相色谱仪/气相色谱-质谱联用仪的性能及待测试样的实际情况选择最佳的色谱条件。

A. 5. 3 定性分析

选用气相色谱-质谱联用仪（A. 4. 2）对分离出的组分进行定性鉴定。将 A. 5. 1. 1 吸附完成后的萃取头插入 GC-MS 进样口，260 ℃解吸 5 min。按 GC-MS 条件（A. 5. 2. 2）对固相微萃取组分进行测定，记录其总离子流色谱图，根据特征离子碎片及其丰度比对各组分化合物进行确证。

A. 5. 4 定量分析

A. 5. 4. 1 校准试样的配制

分别称取一定量（精确至 0.000 1 g）A. 5. 3 鉴定出的各种校准化合物于配样瓶（A. 4. 4）中，称取的质量与待测试样中各自的含量应在同一数量级。再称取与待测化合物相同数量级的内标物（A. 3. 5）于同一配样瓶（A. 4. 4）中，用稀释溶剂（A. 3. 7）稀释混合物，密封配样瓶（A. 4. 4）并摇匀。

A. 5. 4. 2 相对校正因子的测试

调整仪器参数使其灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。在与测试试样相同的色谱测试条件（A. 5. 2. 1）下，将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中，记录色谱图。

每种化合物 i 的相对校正因子 R_i 分别按公式（A. 1）计算：

$$R_i = \frac{m_{ci}A_{is}}{m_{is}A_{ci}} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

m_{ci} ——校准混合物中化合物 i 的质量的数值，单位为克（g）；

m_{is} ——校准混合物中内标物的质量的数值，单位为克（g）；

A_{is} ——内标物的峰面积；

A_{ci} ——化合物 i 的峰面积。

R_i 值取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于 5 %，结果保留 3 位有效数字。

经 GC-MS 定性出的化合物在得不到标准品的情况下，则假设其相对校正因子为 1.0。

A. 5. 4. 3 试样的测定

将标记物（A. 3. 8）注入气相色谱仪中，采用 A. 5. 2. 1 色谱条件，记录其在 5 % 苯基/95 % 聚二甲基硅氧烷毛细管柱上的保留时间，以便按 VOC 定义确定色谱图中的积分终点。

将试样溶液（A. 5. 1）注入气相色谱仪中，采用 A. 5. 2. 1 色谱条件进行测定，记录标记物之前各种化合物的峰面积（除稀释溶剂外）。

A.5.4.4 空白试验

除不加样品外，按本标准的 A.5.1～A.5.4 测定步骤进行。

A.6 结果计算

A.6.1 纺织涂层用水性聚氨酯乳液中各种被测化合物 i 的含量以质量分数 W_i 计，数值用克每克 (g/g) 表示，按公式 (A.2) 计算：

$$W_i = \frac{m_{is} A_i R_i}{m_s A_{is}} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

R_i ——化合物 i 的相对校正因子；

m_{is} ——内标物的质量的数值，单位为克 (g)；

m_s ——测试样品的质量的数值，单位为克 (g)；

A_{is} ——内标物的峰面积；

A_i ——被测化合物 i 的峰面积。

A.6.2 纺织涂层用水性聚氨酯乳液中 VOC 含量以质量分数 $W_{(VOC)}$ 计，按公式 (A.3) 计算：

$$W_{(VOC)} = \sum_{i=1}^n W_i \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

W_i ——纺织涂层用水性聚氨酯乳液中各种被测化合物 i 的质量分数的数值，单位为克每克 (g/g)。

取两次平行测定结果的算术平均值，按 GB/T 8170 修约至小数点后 1 位为测定结果。

A.7 测定低限、回收率和精密度

A.7.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.002 %。

A.7.2 回收率

本方法对纺织涂层用水性聚氨酯中挥发性有机化合物的回收率为 85 %～105 %。

A.7.3 精密度

在同一个实验室，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 %。以大于这两个测定值的算术平均值的 10 % 的情况不超过 5 % 为前提。