

ICS 83.040.10

G 32



# ZZB

## 浙 江 制 造 团 体 标 准

T/ZZB 0285—2017

### 偏二氯乙烯共聚乳液

Vinylidene chloride copolymer emulsion

ZHEJIANG MADE

2017 - 12 - 15 发布

2017 - 12 - 22 实施

浙江省浙江制造品牌促进会 发布



## 前 言

本标准依据GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由浙江省浙江制造品牌建设促进会提出并归口。

本标准由浙江省标准化研究院牵头组织制订。

本标准主要起草单位：浙江巨化股份有限公司电化厂。

本标准参与起草单位：浙江衢州巨塑化工有限公司、浙江巨化股份有限公司（排名不分先后）。

本标准主要起草人：吴周安、韩金铭、何坚华、吴志刚、余子英、程治平、陈艳艳、吴宇鹏、张红英、余云飞、琚惠芳、胡肖波。

本标准为首次发布。

本标准由浙江省标准化研究院负责解释。

ZHEJIANG MADE



# 偏二氯乙烯共聚乳液

## 1 范围

本标准规定了偏二氯乙烯共聚乳液的术语与定义、基本要求、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、贮存和运输、质量承诺。

本标准适用于以偏二氯乙烯为主要原料与其他单体共聚合成的非热型乳液，该乳液主要应用于对阻隔要求较高的包装材料的涂布。

## 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 1037—1988 塑料薄膜和片材透水蒸气性试验方法 杯式法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19789—2005 包装材料 塑料薄膜和薄片氧气透过性试验 库仑计检测法

GB/T 21529—2008 塑料薄膜和薄片水蒸气透过率的测定 电解传感器法

GB 31604.31—2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 氯乙烯的测定和迁移量的测定

BB/T 0012—2014 聚偏二氯乙烯（PVDC）涂布薄膜

SH/T 1150 合成橡胶胶乳pH值的测定

SH/T 1152 合成橡胶胶乳表观粘度的测定

SH/T 1154 合成橡胶胶乳总固体含量的测定

SH/T 1156 合成橡胶胶乳表面张力的测定

HG/T 4628 工业用偏二氯乙烯

## 3 术语与定义

GB/T 21529—2008、GB/T 19789—2005 中界定的术语与定义适用于本标准。

## 4 基本要求

### 4.1 设计研发

通过单体选择，以及分子量和分布、配方组合及分子结构的设计，达到下游制品的高阻隔性要求。

### 4.2 原材料

主要原材料偏二氯乙烯应符合 HG/T 4628 中优等品的要求。

### 4.3 工艺

- 4.3.1 应采用全过程自动精密控制技术，确保乳液质量的均匀性和稳定性。
- 4.3.2 应采用单体回收技术，减少 VOCs 排放。
- 4.3.3 应采用自动切断连锁系统（SIS）技术，提高装置本质安全水平。

### 4.4 检测能力

应配备含固量、表面张力、粘度、残留等项目的检测仪器和设备，具备原材料的管控和产品出厂指标的检测能力。

## 5 技术要求

### 5.1 外观

白色均匀乳状液体，无明显可见杂质。

### 5.2 技术指标

偏二氯乙烯共聚乳液应符合表1所示的技术指标。

表1 技术指标

项 目		指 标
含固量/ (ω/%)		50.0±1.0
表面张力 (25℃) / (mN/m)		35~47
粘度 (25℃) / (mPa·s)		≤16
pH 值		1.0~3.0
残留氯乙烯/ (μg/g)		≤5.0
残留偏二氯乙烯/ (μg/g)		≤50.0
稳定性	贮存稳定性 (50℃, 20h)	合格
	机械稳定性	合格
水蒸气透过率/ (g/ (m <sup>2</sup> ·24h))	双向拉伸聚丙烯 (BOPP) 涂布膜 (KOPP)	≤6.0
	双向拉伸聚酯 (BOPET) 涂布膜 (KPET)	≤13.0
	双向拉伸聚酰胺 (BOPA) 涂布膜 (KOPA)	≤15.0
氧气透过率/ (cm <sup>3</sup> / (m <sup>2</sup> ·24h))	双向拉伸聚丙烯 (BOPP) 涂布膜 (KOPP)	≤20.0
	双向拉伸聚酯 (BOPET) 涂布膜 (KPET)	≤15.0
	双向拉伸聚酰胺 (BOPA) 涂布膜 (KOPA)	≤10.0

## 6 试验方法

### 6.1 一般要求

本方法所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。

### 6.2 外观

取100 mL样品于无色透明样品瓶中，自然光下目视观察。

### 6.3 含固量

按SH/T 1154的规定进行测定，条件：温度（120±2）℃、常压干燥60 min。

### 6.4 表面张力

按SH/T 1156的规定进行测定，测定温度（25±1）℃。

### 6.5 粘度

按SH/T 1152的规定进行测定，测定温度（25±2）℃。

### 6.6 pH值

按SH/T 1150的规定进行测定。

### 6.7 残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯

#### 6.7.1 原理

将试样放入顶空瓶中，用N，N-二甲基乙酰胺溶解。在一定温度下，试样中的残留氯乙烯、偏二氯乙烯扩散，当达到气液平衡时，取液上气体注入气相色谱仪，氢火焰离子化检测器测定，外标法定量。

#### 6.7.2 试剂与材料

6.7.2.1 N，N-二甲基乙酰胺：纯度大于99%。

6.7.2.2 氯乙烯标准溶液：2000 μg/mL，甲醇作溶剂（市售）。

6.7.2.3 偏二氯乙烯：纯度大于99.9%。

6.7.2.4 偏二氯乙烯标准溶液：24 mg/mL。取5 mL N，N-二甲基乙酰胺于10 mL容量瓶中，准确称取200 μL 偏二氯乙烯（精确至0.0001g）加入容量瓶，摇匀后用N，N-二甲基乙酰胺定容至刻度，根据称取的质量计算标准溶液的准确浓度。

6.7.2.5 混合标准溶液：氯乙烯40 μg/mL+偏二氯乙烯240 μg/mL。取5 mL N，N-二甲基乙酰胺于10 mL容量瓶中，用微量注射器吸取100 μL 氯乙烯标准溶液、50 μL 偏二氯乙烯标准溶液加入容量瓶，摇匀后用N，N-二甲基乙酰胺定容至刻度，平衡2h后使用，现配现用。

#### 6.7.2.6 工作标准溶液的配制

于4个顶空瓶中分别加入5.0 mL N，N-二甲基乙酰胺，用微量注射器分别吸取0 μL、20 μL、40 μL、80 μL混合标准溶液缓慢注射到顶空瓶中，立即加盖密封，混合均匀，得到氯乙烯质量分别为0 μg、0.8 μg、1.6 μg、3.2 μg；偏二氯乙烯质量分别为0 μg、4.8 μg、9.6 μg、19.2 μg的工作标准溶液。

#### 6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 同GB 31604.31—2016中4，其中顶空瓶体积为10 mL。

6.7.3.2 容量瓶：10 mL。

#### 6.7.4 推荐色谱条件

同GB 31604.31—2016中5.2.1，其中色谱柱为DB-624，长30m，内径0.32mm，膜厚1.8 μm，载气流速为2 mL/min。

#### 6.7.5 试验步骤

6.7.5.1 标准曲线制作

对6.7.2.6中配制的工作标准溶液在6.7.4所列的仪器参数下进行检测，以氯乙烯、偏二氯乙烯准确质量为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，分别绘制标准曲线。

6.7.5.2 样品测定

称取1g（精确到0.0001g）乳液试样于顶空瓶中，加入5.0mL N,N-二甲基乙酰胺，立即加盖密封，摇匀后，在6.7.4所列的仪器参数下进行检测，由标准曲线计算出样液中残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯。

6.7.6 试验数据处理

试样中残留氯乙烯或残留偏二氯乙烯以  $X_i$  计，单位为  $\mu\text{g/g}$ ，按式（1）计算：

$$X_i = \frac{m_i}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_i$ —试样中残留氯乙烯或残留偏二氯乙烯，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

$m_i$ —由标准曲线中查得的氯乙烯或偏二氯乙烯质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m$ —试样的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

6.8 稳定性

6.8.1 贮存稳定性

6.8.1.1 仪器设备

6.8.1.1.1 恒温箱：能保持在（50±2）℃。

6.8.1.1.2 样品瓶：100 mL。

6.8.1.2 试验步骤

将试样装满样品瓶，盖严，放入（50±2）℃的恒温箱内放置 20 h 后，在室温下冷却 3 h，目视观察无分层为合格。

6.8.2 机械稳定性

6.8.2.1 仪器设备

6.8.2.1.1 搅拌器：转轴转速（1000±2）r/min，叶盘直径（5~6）cm。

6.8.2.1.2 平底烧瓶：2000 mL。

6.8.2.2 试验步骤

取 700mL 试样于烧瓶中，将搅拌桨置于离烧瓶底部 10mm 的位置，在（1000±2）r/min 的转速下搅拌 30 min。停止搅拌静置消泡后，目视观察，无分层为合格。

6.9 水蒸气透过率、氧气透过率

6.9.1 试样的制备

取280kg偏二氯乙烯共聚乳液，选择表2的基膜及涂布机工作条件，制成涂布厚度（2~3） $\mu\text{m}$ 的薄膜。

表2 基膜规格及涂布机工作条件

项目	要求				
涂布机规格	最高速度 280m/min，双轴双工位，具有高速不停机自动驳接料卷功能				
基膜规格	双向拉伸聚丙烯（BOPP）、双向拉伸聚酯（BOPET）、双向拉伸聚酰胺（BOPA）， 基膜厚度（12-20） $\mu\text{m}$ ，长：2000 m，宽：（0.8~1.4）m。				
工作条件	涂布量： 3g/m <sup>2</sup>	线速度： （180~220）m/min	底涂干燥器温度： （65~75） $^{\circ}\text{C}$	红外温度： （100~150） $^{\circ}\text{C}$	烘道 1： （100~105） $^{\circ}\text{C}$
	烘道 2： （110~115） $^{\circ}\text{C}$	烘道 3： （100~110） $^{\circ}\text{C}$	冷却辊 1 温度： （20~30） $^{\circ}\text{C}$	冷却辊 2 温度： （20~25） $^{\circ}\text{C}$	收、放卷形式： 双轴双工位

### 6.9.2 水蒸气透过率测定

由6.9.1制得的试样，按BB/T 0012—2014中5.12或GB/T 1037—1988进行测定，其中BB/T 0012—2014为仲裁法。

### 6.9.3 氧气透过率的测定

由6.9.1制得的试样，按BB/T 0012—2014中5.13进行测定。

## 7 检验规则

### 7.1 出厂检验

本标准5.1外观及表1中含固量、表面张力、粘度、pH值、残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯为出厂检验项目，逐批检验。

### 7.2 型式检验

7.2.1 本标准 5.1 外观及表 1 要求的所有项目均为型式检验项目。其中水蒸气透过率和氧气透过率可采用客户薄膜产品第三方检测机构的检测报告（一年内）进行验证。

7.2.2 有下列情况之一，应进行型式检验：

- 新产品或老产品转厂生产时；
- 当生产的产品在设计、工艺、生产设备、管理等方面有较大改变，可能影响产品性能时；
- 正常生产时每年进行一次检验；
- 停产一年及以上恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- 国家质量监督检测机构提出进行型式检验的要求时。

### 7.3 组批

偏二氯乙烯共聚乳液以每釜产品为一批。

### 7.4 采样

偏二氯乙烯共聚乳液从成品釜采样口按GB/T 6680的规定取得有代表性的样品。取样总量不得少于500 mL，在进行型式检验时采样量不少于300 kg。

## 7.5 判定规则

检验结果的判定按GB/T 8170中的修约值比较法进行，如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新加倍在成品釜中采取有代表性样品，对不符合标准要求的项目进行复检，如仍不符合本标准的要求，即为不合格品。

## 8 标志、包装、贮存和运输

### 8.1 标志

每个包装桶上应有牢固清晰的标志，其内容包括生产厂名、厂址、产品名称、批号、生产日期、净含量和本标准编号、GB/T 191中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

### 8.2 包装

偏二氯乙烯共聚乳液采用带密封盖的有色聚丙烯塑料桶包装，每桶净含量为1200 kg，也可根据用户需要采用其它规格的包装桶。

### 8.3 贮存

产品应贮存在清洁干燥、通风良好的仓库中，库内温度保持在（5~30）℃，不得与有毒、有害物品混放。

### 8.4 运输

运输时防止剧烈震荡，运输过程保持（5~30）℃。

## 9 质量承诺

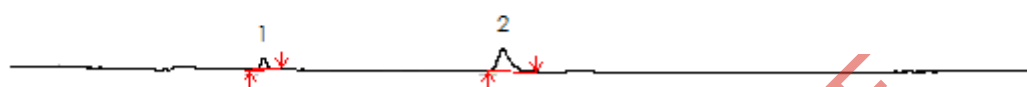
9.1 在符合标准包装、运输、贮存条件下，自生产之日起，产品保质期为10个月。在保质期内的产品出现属于生产商责任的质量问题，负责退换。

9.2 用户对产品质量有异议时，生产商应在24小时内做出响应，帮助用户及时解决产品使用过程中遇到的问题。

附 录 A  
(资料性附录)

残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯测定典型色谱图及相对保留时间

A.1 残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯测定典型色谱图见下图。



说明：

1——氯乙烯；

2——偏二氯乙烯。

图A.1 残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯测定典型色谱图

A.2 残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯测定相对保留时间见下表。

表A.1 残留氯乙烯、残留偏二氯乙烯测定相对保留时间

峰序	组分名称	保留时间 min	相对保留时间
1	氯乙烯	2.353	1
2	偏二氯乙烯	4.026	1.71