

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 57



ZZB

浙 江 制 造 团 体 标 准

T/ZZB 0384—2018

分散黑 NP-ECT 300%

Disperse black NP-ECT 300%

ZHEJIANG MADE

2018 - 07 - 13 发布

2018 - 08 - 01 实施

浙江省品牌建设联合会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由浙江省品牌建设联合会提出并归口。

本标准由绍兴市质量技术监督检测院牵头组织制定。

本标准主要起草单位：浙江龙盛集团股份有限公司。

本标准参与起草单位：浙江闰土股份有限公司，绍兴出入境检验检疫局（排名不分先后）。

本标准的主要起草人：欧其、赵广明、钱爱芬、王建刚、陈素娟、汪仁良、寿谦益、赵立祥、顾伟娣。

本标准由绍兴市质量技术监督检测院负责解释。

ZHEJIANG MADE

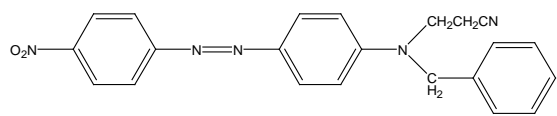
分散黑 NP-ECT 300%

1 范围

本标准规定了分散黑 NP-ECT 300%产品的基本要求、技术要求、采样、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存、质量承诺。

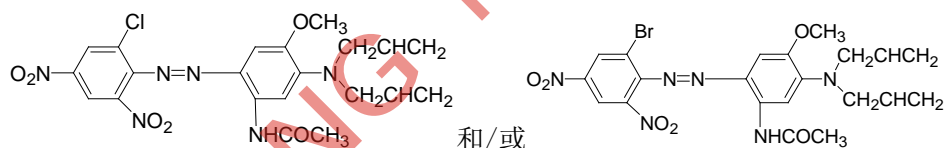
本标准适用于由以下几种偶氮化合物为主成分组成的分散黑NP-ECT 300%:

——偶氮化合物 I:



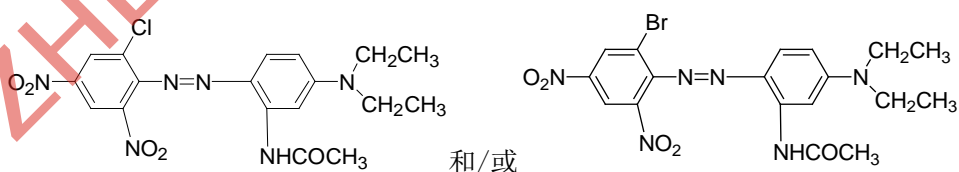
- 结构式:
- 分子式: $C_{22}H_{19}N_5O_2$;
- 相对分子量: 385.42 (按 2016 年国际相对原子质量);
- CAS RN: 96662-24-7;

——偶氮化合物 II:



- 结构式:
- 分子式: $C_{21}H_{21}ClN_6O_6$ / $C_{21}H_{21}BrN_6O_6$;
- 相对分子量: 488.88/ 533.33 (按 2016 年国际相对原子质量);
- CAS RN: 85508-41-4/ 51868-46-3;

——偶氮化合物 III:



- 结构式:
- 分子式: $C_{18}H_{19}ClN_6O_5$ / $C_{18}H_{19}BrN_6O_5$;
- 相对分子量: 434.83/479.28 (按 2016 年国际相对原子质量);
- CAS RN: 122463-28-9/ 52697-38-8。

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 2374—2017 染料 染色测定的一般条件规定

GB/T 2394—2013 分散染料 色光和强度的测定

GB/T 2397 分散染料 提升力的测定

- GB/T 3920 纺织品 色牢度试验 耐摩擦色牢度
- GB/T 3921—2008 纺织品 色牢度试验 耐皂洗色牢度
- GB/T 3922 纺织品 色牢度试验 耐汗渍色牢度
- GB/T 4841.2—2006 染料染色标准深度色卡 藏青和黑色
- GB/T 5540 分散染料 分散性能的测定 双层滤纸过滤法
- GB/T 5541 分散染料 高温分散稳定性的测定 双层滤纸过滤法
- GB/T 5718—1997 纺织品 色牢度试验 耐干热
- GB/T 6152—1997 纺织品 色牢度试验 耐热压色牢度
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6688—2008 染料 相对强度和色差的测定 仪器法
- GB/T 8427—2008 纺织品 色牢度试验 耐人造光色牢度：氙弧
- GB 19601 染料产品中23种有害芳香胺的限量及测定
- GB 20814 染料产品中重金属元素的限量及测定
- GB/T 24101 染料产品中4-氨基偶氮苯的限量及测定
- GB/T 24164 染料产品中多氯苯的测定
- GB/T 24166 染料产品中含氯苯酚的测定
- GB/T 24167 染料产品中氯化甲苯的测定
- GB/T 27597 染料扩散性能的测定

3 基本要求

3.1 原料要求

应使用2,4-二硝基-6-氯苯胺为主要原料，四氯苯酚不超过3 mg/kg和五氯苯酚不超过3 mg/kg。

3.2 工艺及装备要求

3.2.1 应使用分布式控制系统（DCS），在硫酸和亚硝酰硫酸中进行重氮反应，与偶合组分进行偶合得到滤饼。

3.2.2 偶合反应应通过渗圈法定性控制偶合组分显色，重氮组分不显色；偶合反应终点应通过高效液相色谱法（HPLC）进行控制。

3.2.3 需配备全自动反应釜、密闭压滤机、高效砂磨机、喷雾干燥塔等生产设备。

3.3 检验要求

3.3.1 应配备可见分光光度计、电子测色仪、气相色谱-质谱联用仪、原子吸收分光光度计等检测设备。

3.3.2 应具备表1、表2全项目的检测能力。

3.4 环保要求

应配备废水资源化综合利用的先进设备，如采用机械式蒸汽再压缩技术（MVR）或多效浓缩技术的设备。

4 技术要求

4.1 质量要求

分散黑NP-ECT 300%的质量要求应符合表1的规定。

表1 分散黑 NP-ECT 300%质量要求

项目		指标	试验方法	
外观		黑色均匀粉末或颗粒	6.1	
强度（为标准品的）/分		100	6.2	
色光（与标准品）	目测	近似~微级	6.2	
	测色（D65 光源） ^a	DE	≤0.30	6.2
		DC	-0.20~0.20	
		DH	-0.20~0.20	
		DA	-0.30~0.30	
DB	-0.30~0.30			
扩散性能/级		≥4	6.3	
分散性/（级/级）		≥A/3	6.4	
高温分散稳定性/（级/级）		≥A/3	6.5	
提升力/级		A	6.6	
有害芳香胺/（mg/kg）		符合 GB 19601 和 GB/T 24101 中的要求	6.7	
重金属元素/（mg/kg）		符合 GB 20814 的标准要求	6.8	
一氯苯、多氯苯和氯化甲苯 ^b 总量/（mg/kg）		≤20	6.9	
含氯苯酚 ^c	一氯苯酚/（mg/kg）	≤5	6.10	
	二氯苯酚/（mg/kg）	≤5	6.10	
	三氯苯酚/（mg/kg）	≤2	6.10	
	四氯苯酚/（mg/kg）	≤1	6.10	
	五氯苯酚/（mg/kg）	≤1	6.10	
^a 供需双方协商决定是否控制测色色光指标。 ^b 一氯苯、多氯苯和氯化甲苯包含种类见附录 A。 ^c 含氯苯酚包含种类见附录 B。				

4.2 在涤纶织物上的色牢度

分散黑NP-ECT 300%在涤纶织物上的色牢度按本标准的6.11测定，应不低于表2的规定。

表2 分散黑 NP-ECT 300%在涤纶织物上的色牢度

单位为级

染色深度	耐光（氙弧）	耐洗 60℃			耐汗渍						耐干热 180℃			耐摩擦		耐热压 180℃
		变色	棉沾	涤沾	酸			碱			变色	棉沾	涤沾	干	湿	变色（4h后）
					变色	棉沾	涤沾	变色	棉沾	涤沾						
浅黑	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4~5	4	3	2~3	4	4	4~5

注：2.5%（o.w.f）相当于浅黑染色标准深度。

5 试验方法

5.1 外观的评定

在自然北昼光下目视评定。

5.2 色光和强度的测定

5.2.1 染色一般条件

染色时的一般条件应符合GB/T 2374—2017的有关规定。

染色深度规定为1.0% (o. w. f)，染浴pH值为5~6。染色用2g涤纶织物，染色浴比为1:100；或用5g涤纶织物，染色浴比为1:20或1:40（在染色均匀的前提下，也可根据实际情况选择其他浴比）。

5.2.2 染浴的配制

以2g涤纶织物染色为例，于5个染杯中，按表3的规定配制染浴。如使用5g涤纶织物，则染料用量增加到2.5倍。

表3 染浴的配制

单位为毫升

染浴组分	染样编号和染浴中各组分的体积				
	1	2	3	4	5
0.5g/L 标样溶液	38	40	42	—	—
0.5g/L 试样溶液	—	—	—	38	40
水	162	160	158	162	160

5.2.3 染色操作

染色操作按GB/T 2394—2013中6.2的规定执行。

5.2.4 色光和强度的评定

按GB/T 2374—2017中第7章的规定执行。按GB/T 6688—2008中第6章的规定测定测色色光，测色色差按CMC (2:1) 色差公式计算。

5.3 扩散性能的测定

按GB/T 27597的规定执行。

5.4 分散性的测定

按GB/T 5540的规定执行。

5.5 高温分散稳定性的测定

按GB/T 5541的规定执行。

5.6 提升力的测定

按GB/T 2397的规定执行。

5.7 有害芳香胺的测定

按GB 19601和GB/T 24101的规定执行。

5.8 重金属元素的测定

按GB 20814的规定执行。

5.9 一氯苯、多氯苯和氯化甲苯的测定

多氯苯的测定按GB/T 24164的规定执行，一氯苯的测定参照GB/T 24164的规定执行，氯化甲苯按GB/T 24167规定执行，其中四氯甲苯的测定参照GB/T 24167规定执行。

5.10 含氯苯酚的测定

2,3,5,6-四氯苯酚、五氯苯酚的测定按GB/T 24166的规定执行，一氯苯酚、二氯苯酚、三氯苯酚、2,3,4,5-四氯苯酚、2,3,4,6-四氯苯酚的测定参照GB/T 24166的规定执行。

5.11 在涤纶织物上色牢度的测定

5.11.1 一般规定

所有色牢度的测试样按GB/T 4841.2—2006的规定染成浅黑染色标准深度。

5.11.2 耐摩擦色牢度的测定

按GB/T 3920的规定执行。

5.11.3 耐皂洗色牢度的测定

按GB/T 3921—2008的规定执行。试验条件采用GB/T 3921—2008表2中的试验方法C（3）。

5.11.4 耐汗渍色牢度的测定

按GB/T 3922的规定执行。

5.11.5 耐干热色牢度的测定

按GB/T 5718—1997的规定执行，180℃。

5.11.6 耐热压色牢度的测定

按GB/T 6152—1997的规定执行，180℃干压（4h后评定）。

5.11.7 耐光色牢度的测定

按GB/T 8427—2008中的方法3规定执行。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分型式检验和出厂检验。

6.2 出厂检验

出厂检验项目为外观、强度、色光、扩散性能、分散性、高温分散稳定性、一氯苯、多氯苯和氯化甲苯总量、含氯苯酚，应逐批进行检验，检验合格方可放行。

6.3 型式检验

型式检验为全项目检验，在正常连续生产情况下，每年至少进行一次型式检验，有下列情形之一时，应进行型式检验：

- 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) 停产三个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

6.4 采样

以批为单位采样，一次拼混均匀的产品为一批。每批采样件数应符合GB/T 6678—2003中7.6的规定。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。用探管从上、中、下三部分采样，所采样品总量不得少于200 g。将所采得样品充分混匀后，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、批号、生产厂名称、采样日期、地点。一个供检验，一个保存备查。

6.5 判定

检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时，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标准要求，则整批产品判定为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志。

标志内容至少应有：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、地址；
- c) 生产日期；
- d) 净含量。

7.2 标签

产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号、《全球化学品统一分类和标签制度》规定的相关内容。

7.3 包装

装于内衬塑料袋的包装容器内，并加密封，每件净含量25 kg，其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时应防止倒置，小心轻放，避免碰撞，切勿损坏包装。

7.5 贮存

应贮存于阴凉，干燥、通风处，防止受潮、受热。

8 质量承诺

- 8.1 在用户正常的运输、贮存且包装完好条件下，产品保质期为 60 个月。
- 8.2 在产品保质期内，每批产品均有质量档案，保证产品的可追溯性。
- 8.3 在产品保质期内，若用户对产品提出异议，制造商应 24 小时内及时响应。
- 8.4 若用户操作不当或其他非质量问题导致产品无法正常使用，制造商应安排专业的售后人员协助解决。

ZHEJIANG MADE

附 录 A
(规范性附录)
一氯苯、多氯苯和氯化甲苯种类

一氯苯、多氯苯和氯化甲苯包含种类见下表。

表B.1 一氯苯、多氯苯和氯化甲苯种类及特征离子碎片一览表

序号	名称	CAS号	特征碎片离子/amu	
			目标离子	特征离子
1	2-氯甲苯	95-49-8	91	126, 63
2	3-氯甲苯	108-41-8	91	126, 63
3	4-氯甲苯	106-43-4	91	126, 63
4	2,3-二氯甲苯	32768-54-0	125	160, 89
5	2,4-二氯甲苯	95-73-8	125	160, 89
6	2,5-二氯甲苯	19398-61-9	125	160, 89
7	2,6-二氯甲苯	118-69-4	125	160, 89
8	3,4-二氯甲苯	95-75-0	125	160, 89
9	2,3,6-三氯甲苯	2077-46-5	159	194, 123
10	2,4,5-三氯甲苯	6639-30-1	159	194, 123
11	四氯甲苯	5216-25-1	193	123, 195
12	2,3,4,5,6-五氯甲苯	877-11-2	229	264, 193
13	一氯苯	108-90-7	112	77, 114
14	1,2-二氯苯	95-50-1	146	148, 111
15	1,3-二氯苯	541-73-1	146	148, 111
16	1,4-二氯苯	106-46-7	146	148, 111
17	1,2,3-三氯苯	87-61-6	180	182, 145
18	1,2,4-三氯苯	120-82-1	180	182, 145
19	1,3,5-三氯苯	108-70-3	180	182, 145
20	1,2,3,4-四氯苯	634-66-2	216	214, 218
21	1,2,3,5-四氯苯	634-90-2	216	214, 218
22	1,2,4,5-四氯苯	95-94-3	216	214, 218
23	五氯苯	608-93-5	250	252, 215
24	六氯苯	118-74-1	284	286, 282

附 录 B
(规范性附录)
含氯苯酚种类

含氯苯酚包含种类见下表。

表B.1 含氯苯酚种类及特征离子碎片一览表

序号	名称	CAS号	特征碎片离子/amu	
			目标离子	特征离子
	一氯苯酚			
1	2-氯苯酚	95-57-8	128	130, 170
2	3-氯苯酚	108-43-0	128	130, 170
3	4-氯苯酚	106-48-9	128	130, 170
	二氯苯酚			
4	2,3-二氯苯酚	576-24-9	162	164, 166
5	2,4-二氯苯酚	120-83-2	162	164, 166
6	2,5-二氯苯酚	583-78-8	162	164, 166
7	2,6-二氯苯酚	87-65-0	162	164, 166
8	3,4-二氯苯酚	95-77-2	162	164, 166
9	3,5-二氯苯酚	591-35-5	162	164, 166
	三氯苯酚			
10	2,3,4-三氯苯酚	15950-66-0	196	198, 200
11	2,3,5-三氯苯酚	933-78-8	196	198, 200
12	2,3,6-三氯苯酚	933-75-5	196	198, 200
13	2,4,5-三氯苯酚	95-95-4	196	198, 200
14	2,4,6-三氯苯酚	88-06-2	196	198, 200
15	3,4,5-三氯苯酚	609-19-8	196	198, 200
	四氯苯酚			
16	2,3,4,5-四氯苯酚	4901-51-3	232	230, 234
17	2,3,4,6-四氯苯酚	58-90-2	232	230, 234
18	2,3,5,6-四氯苯酚	935-95-5	232	230, 234
19	五氯苯酚	87-86-5	266	264, 268