

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2454—93

聚氨酯清漆（分装）

1993-06-29 发布

1994-04-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

聚氨酯清漆（分装）

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚氨酯清漆(分装)的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存、运输等事项。

本标准适用于由含甲苯二异氰酸酯的预聚物为组分一、含羟基的醇酸树脂为组分二组成的分装型涂料。

本标准规定的产品适用于木器、家俱及金属制品表面作装饰保护之用。

2 引用标准

- GB 1721 清漆、清油及稀释剂外观和透明度测定法
 GB 1727 漆膜一般制备法
 GB 1728 漆膜、腻子膜干燥时间测定法
 GB 1764 漆膜厚度测定法
 GB 1768 漆膜耐磨性测定法
 GB 3186 涂料产品的取样
 GB 5208 涂料闪点测定法 快速平衡法
 GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
 GB 6739 涂膜硬度铅笔测定法
 GB 6742 漆膜弯曲试验(圆柱轴)
 GB 6751 色漆和清漆 挥发物和不挥发物的测定
 GB 9274 色漆和清漆 耐液体介质的测定
 GB 9278 涂料试样状态调节和试验的温湿度
 GB 9286 色漆和清漆 漆膜的划格试验
 GB 9750 涂料产品的包装标志
 GB 9754 色漆和清漆 不含金属颜料的色漆漆膜之 20°、60°和 85°镜面光泽的测定
 GB 9761 色漆和清漆 色漆的目视比色

3 技术要求

产品应符合下表技术要求。

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
原漆外观	浅黄至棕黄透明液体,无机械杂质	
漆膜外观	平整光滑	
不挥发物含量,%	不小于	
组分一	42	40

续表

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
组分二	45	
干燥时间,h	不大于	
表干	4	
实干	24	
烘干(120±2℃)	1	
光泽,60°	不小于	
划格试验,级	1	
弯曲性,mm	2	3
硬度	H	HB
耐水性(浸于 GB 6682 三级水中,23±2℃)	72h 不起泡、不起皱、不脱落,允许漆膜变白,2h 恢复	48h 不起泡、不起皱、不脱落,允许漆膜变白,2h 恢复
耐酸性(浸入 50%乙醇)	5h 不起泡、不起皱、漆膜无异常变化	4h 不起泡、不起皱、漆膜无异常变化
耐醇性(浸入 5%硫酸中 12h)	不起泡、不起皱、不脱落	
耐磨性(750g/500r),g	不大于	
闪点,℃	26	
游离 TDI 单体,%	2	—

4 试验方法

4.1 试验的一般条件

4.1.1 组分的配比,按各生产厂产品介绍及说明书上组分的配比调配漆液,制板方法按 GB 1727 规定进行。

4.1.2 试验室状态调节按 GB 9278 规定进行。

4.1.3 漆膜厚度测定按 GB 1764 规定进行,试验干膜厚度在 30±4μm 之间;试板除另有规定外,其余均用马口铁板。

4.1.4 制板后漆膜各项物性指标的测试,除光泽在恒温恒湿条件下干燥 48h 后测试外,其余性能均在 120±2℃条件下烘烤 1h 后,放置恒温恒湿条件下恢复 0.5~1h 后测试。

4.2 原漆外观

按 GB 1721 规定中“外观的测定”进行。

4.3 不挥发物含量

按 GB 6751 规定进行。

4.4 漆膜外观

按 GB 9761 规定进行。

4.5 干燥时间

按 GB 1728 规定,其中表干按乙法,实干按甲法进行。

4.6 光泽

按 GB 9754 规定进行。

4.7 弯曲

按 GB 6742 规定进行。

4.8 硬度

按 GB 6739 规定进行。

4.9 划格试验

按 GB 9286 规定进行,切割数为 6×6,间距为 1mm,不用粘胶带。

4.10 耐水性

按 GB 6682 规定配制水液,按 GB 9274 中 5.4 条检查结果。

4.11 耐醇性

按 GB 9274 规定中甲法进行,试验应在 90mm×120mm×(2~3)mm 规格的玻璃板上制板,并用石蜡封边。

4.12 耐酸性

按 GB 9274 规定中甲法进行。试验应在 50mm×120mm×(0.45~0.55)mm 钢板上进行。

4.13 耐磨性

按 GB 1768 规定进行。

4.14 闪点

按 GB 5208 规定进行。

4.15 游离 TDI 单体

按附录 B 进行测定。

5 检验规则

5.1 本标准技术要求所列全部项目为型式检验项目。其中原漆在容器中的状态、漆膜外观、干燥时间、光泽、划格试验、硬度、弯曲、流出时间、耐水性、游离 TDI 单体为出厂检验项目,其余项目每半年检验一次。

5.2 产品由生产厂的检验部门按 GB 3186 取样,并按本标准规定的项目进行检验,产品应有合格证,必要时另附使用说明及注意事项。

5.3 接受部门有权按本标准的规定对产品进行检验,如发现质量不符合本标准指标规定时,供需双方共同按 GB 3186 重新取样进行复验,如仍不符合本标准技术要求时,产品即为不合格品,接受部门有权退货。

5.4 供需双方对产品包装、数量及标志检查核对,如发现包装有损漏,数量有出入,标志不符合规定等现象时,即为不合格品。

5.5 供需双方在产品质量上发生争议时,由产品质量监督检验机构执行仲裁检验。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 产品应贮存于清洁、干燥、密封的容器中,容器外标志按 GB 9750 规定进行。

6.2 产品在存放时应保持通风、干燥、防止日光直接照射,并隔绝火源、远离热源,夏季温度过高时应设法降温。

6.3 产品在运输时应防雨淋、日光曝晒,并应符合运输部门的有关规定。

6.4 产品在符合 6.1 和 6.2 条的贮运条件下,自生产之日起,有效贮存期一年。

7 安全、卫生、环保规定

该漆含有环己酮、二甲苯等有机溶剂,属易燃液体,并含少量游离 TDI 单体,有一定毒性。因此,施工现场应遵守涂装作业及安全操作规程,采取防火、防尘、防静电、防毒等措施。

附录 A
施工参考
(参考件)

- A1** 刷涂、喷涂、浸涂均可,调节粘度可用聚氨酯漆稀释剂稀释。
- A2** 使用前,两组分按生产厂包装上或使用说明书上规定的比例配合使用,用多少、配多少。配制好的漆液最好在 4h 内($23\pm 2^{\circ}\text{C}$)用完。
- A3** 该漆在常温干燥,也可在 $120\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下烘烤 1h 干燥。
- A4** 该漆组分必须妥善保管,容器密封严实、防止渗水、漏气而使漆液胶化变质。

附录 B
气相色谱法测定聚氨酯涂
料中的游离甲苯二异氰酸酯
(补充件)

B1 适用范围

本附录适用于聚氨酯涂料中的游离甲苯二异氰酸酯(TDI)的测定。

B2 方法原理

试样经气化后通过色谱柱,使欲测的游离甲苯二异氰酸酯与其他组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,以内标法定量。

B3 材料

- B3.1** 载气:氮气,纯度 $\geq 99.8\%$;
- B3.2** 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.8\%$;
- B3.3** 助燃气:空气。

B4 试剂

- B4.1** 乙酸乙酯:分析纯,用 5A 分子筛脱水;
- B4.2** 十四烷:色谱纯;
- B4.3** 甲苯二异氰酸酯:分析纯(80%2,4-甲苯二异氰酸酯和 20%2,6-甲苯二异氰酸酯混合物)。

B5 仪器

- B5.1** 气相色谱仪:能满足分析条件要求的任何型号的色谱仪,配有氢火焰离子化检测器,对苯的检出限 $D \leq 1 \times 10^{-9} \text{g/s}$ 。气化器内衬可更换玻璃管或者柱前置一段空柱,定期清洗。
- B5.2** 色谱柱:内径 2mm,长 1m 不锈钢柱。
柱填料:
a. 固定液:7%二甲基硅油 SE-30。
b. 载体:102 硅烷化白色载体,80~100 目。
- B5.3** 进样器:微量注射器,1 μL 。

B6 色谱操作条件

内标物:十四烷;
柱温:150℃;
检测器温度:200℃;
气化室温度:150℃;
载气流速:氮气,30mL/min;
进样量:0.2μL。

B7 准备工作**B7.1 固定相的配制**

按液载比,准确称取一定量的固定液二甲基硅油,量取相当于载体体积 1.2 倍的溶剂三氯甲烷,加进磨口圆底烧瓶中,上接磨口冷凝器,加热回流半小时,待固定液完全溶解后,将载体倒入,继续回流 1.5~2h,然后切断电源取下冷凝器,在通风柜中用红外灯加热至 50℃左右,缓慢挥发溶剂至干,升温到 60℃,干燥半小时,筛分后备用。

B7.2 色谱柱的填充和老化

将洗好烘干的柱子一端用铜丝网堵好,并接在真空泵上抽气,另一端接上漏斗,缓缓加入配制好的固定相,并轻轻敲打色谱柱至固定相不再进入为止,两端塞上玻璃棉。然后将柱子接到色谱仪上(不接检测器)通氮气进行分段老化,在 80℃、120℃、160℃分别老化 2h,再升至 185℃老化到基线走直为止。

B7.3 校正因子测定

B7.3.1 配制内标物溶液:称取 1.0g(精确至 0.000 2g)十四烷,放入干燥的容量瓶中,用无水乙酸乙酯稀释至 100mL。

B7.3.2 配制甲苯二异氰酸酯溶液:称取 1.0g(精确至 0.000 2g)甲苯二异氰酸酯单体,放入干燥的容量瓶中,用无水乙酸乙酯稀释至 100mL。该溶液保存期为二天。

B7.3.3 配制标准样品:用移液管准确吸取 5mL 内标物溶液和 5mL 甲苯二异氰酸酯溶液,注入样品瓶中混合,摇匀。

B7.3.4 按色谱操作条件,将仪器稳定后,往色谱仪注入标准样品,并记录色谱图。

B7.3.5 按式(B1)计算甲苯二异氰酸酯的相对校正因子:

$$f = \frac{m_{\text{TDI}} \cdot A_{\text{C14}}}{m_{\text{C14}} \cdot A_{\text{TDI}}} \dots\dots\dots (\text{B1})$$

式中: f ——甲苯二异氰酸酯的相对校正因子;

m_{TDI} ——标准样品中甲苯二异氰酸酯的质量,g;

m_{C14} ——标准样品中十四烷的质量,g;

A_{TDI} ——甲苯二异氰酸酯的峰面积;

A_{C14} ——十四烷的峰面积。

用上述试验步骤测得的相对校正因子,两次测定结果之差小于 10%,测定结果才可使用。

B7.4 相对保留时间的测定

B7.4.1 按色谱操作条件,待仪器稳定后,往色谱仪注入标准样品,记录各组分的保留时间。以十四烷为基准,算出各组分的相对保留时间,用此相对保留时间进行定性。

B7.4.2 各组分的保留时间顺序如下:

乙酸乙酯;

甲苯二异氰酸酯;

十四烷。

附聚氨酯涂料中游离甲苯二异氰酸酯单体的典型色谱图。

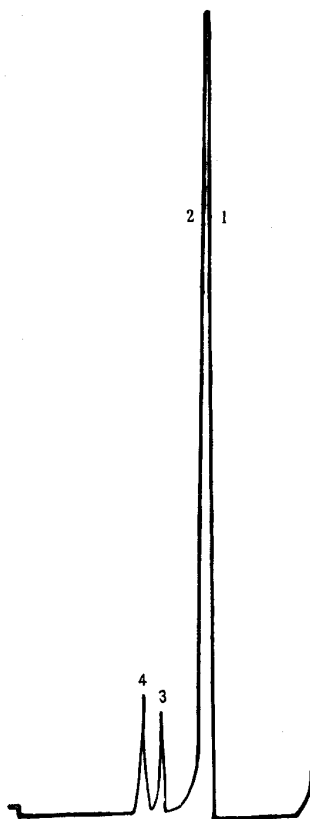


图 B1 聚氨酯涂料中游离甲苯二异氰酸酯单体的典型色谱图
1—乙酸乙酯;2—涂料中的溶剂

B8 测定步骤

B8.1 样品重量的确定:样品重量根据游离甲苯二异氰酸酯的含量确定。见表 B1:

表 B1

游离甲苯二异氰酸酯百分含量	称 样 量,g
<1	5.0
1~2	3.3
2~4	1.7
>4	1.3

B8.2 按上表将样品注入样品瓶中,用增量法称出试样的质量(精确至 0.0002g),再用移液管加入内标物溶液 5mL,用 10mL 量筒加入无水乙酸乙酯 5mL,混合摇匀。

B8.3 按色谱操作条件,待仪器稳定后,往色谱仪注入 0.2mL 按上述要求配制的样品,并记录色谱图。

B8.4 根据相对保留时间对各组分定性。

B8.5 测量游离甲苯二异氰酸酯和十四烷(内标物)的峰面积。用手工测量时,量出峰高和半峰宽。峰面积由峰高乘以半峰宽而得。如用数据处理器,可预先编好分析和计算程序进行自动计算。

B9 计算

按式(B2)计算游离甲苯二异氰酸酯百分含量。计算至 0.01%。

$$X_{\text{TDI}}\% = \frac{m_{\text{C14}} \cdot A_{\text{TDI}} \cdot f}{m \cdot A_{\text{C14}}} \dots\dots\dots (B2)$$

式中： X_{TDI} ——试样中游离甲苯二异氰酸酯的质量百分含量；

m ——试样的质量，g；

m_{C14} ——加入内标物十四烷的质量，g；

A_{TDI} ——游离甲苯二异氰酸酯的峰面积， cm^2 ；

A_{C14} ——内标物十四烷的峰面积， cm^2 ；

f ——甲苯二异氰酸酯的相对校正因子。

B10 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性。

B10.1 重复性：同一操作者重复测定两次结果之差的绝对值不应大于 0.10%。

B10.2 再现性：两个实验室对同一试样测定结果之差的绝对值不应大于 0.20%。

B11 报告

取平行测定两次结果的算术平均值作为试样中游离甲苯二异氰酸酯的测定结果，报告结果取到 0.01%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由涂料产品分技术委员会归口。

本标准由武汉双虎涂料工业公司、化工部涂料工业研究所负责起草。

本标准主要起草人刘杏萍、王抑洪、刘纪元。

本标准参照采用加拿大政府规格局 1—GP—180M 通用型两包装聚氨酯涂料标准。

自本标准实施之日起，原中华人民共和国专业标准 ZB G51 107—88《S01-3 聚氨酯清漆(分装)》作废。