

团 体 标 准

T/CIECCPA XXX—2025

纺织活性染料污水零排放无盐高固着率 染色技术要求

Technical requirements for textile's zero wastewater, salt-free, and high fixation rate
of reactive dyeing

2024 - XX - XX 发布

2025 - XX - XX 实施

中国工业节能与清洁生产协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	2
5 染色工艺设计及产品质量要求	4
6 检验规则	6
附录 A（规范性）无盐高固着率有机溶剂残留的测试方法	7

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会提出并归口。

本文件起草单位：浙江绿宇纺织科技有限公司、上海工程技术大学、新疆绿宇清纺织科技有限公司、上海纺织化学清洁生产工程技术研究中心、兵团非水介质印染技术创新中心。

本文件主要起草人：裴刘军、王际平、刘今强、詹磊、王毅、靳凯丽。

纺织活性染料污水零排放无盐高固着率染色技术要求

1 范围

本文件规定了纺织活性染料污水零排放无盐高固着率染色技术的技术要求、染色工艺设计及产品质量要求和检验规则。

本文件适用于活性染料染色的天然纤维及人造纤维素纤维等纺制的纺织品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 251 纺织品 色牢度试验 评定沾色用灰色样卡
- GB/T 6529 纺织品 调湿和试验用标准大气
- GB/T 7573 纺织品水萃取液 pH 值的测定
- GB/T 8427 纺织品色牢度试验 耐人造光色牢度：氙弧
- GB/T 8628 纺织品 测定尺寸变化的试验中织物试样和服装的准备、标记及测量
- GB/T 8629 纺织品试验用家庭洗涤和干燥程序
- GB/T 8630 纺织品洗涤和干燥后尺寸变化的测定
- GB/T 2912.1 纺织品甲醛的测定第 1 部分：游离和水解的甲醛（水萃取法）
- GB/T 3920 纺织品耐摩擦色牢度试验方法
- GB/T 3921 纺织品耐皂洗色牢度试验方法 方法 B2
- GB/T 3922 纺织品耐汗渍色牢度试验方法
- GB 3923.1 纺织品 织物拉伸性能第 1 部分：断裂强力和断裂伸长率的测定（条样法）
- GB/T 5713 纺织品色牢度试验耐水色牢度标准
- GB/T 17592 纺织品禁用偶氮染料的测定
- GB 18401 国家纺织产品基本安全技术规范
- GB/T 18886 纺织品色牢度实验耐唾液色牢度
- GB/T 22846 针织布（四分制）外观检验
- GB/T 40909 纺织品甲基环硅氧烷残留量的测定
- FZ/T 10008 棉及化纤纯纺、混纺本色纱线标志与包装
- GSB16-2159-2007 针织产品标准深度样卡（1/12）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

染色全过程 the whole dyeing process

染料吸附、反应固色及皂洗、水洗加工过程。

3.2

活性染料 reactive dye

T/CIECCPA XXX—20XX

也叫反应性染料。分子中含有化学性活泼的基团，能在水溶液中与棉、毛等纤维反应形成共键的染料。

具有较高的耐洗坚牢度

污水零排放 zero discharge of wastewater

将生产过程中产生的废水经处理后全部回收再利用，残留物以固体形式安全处置。

3.3

无盐染色 salt-free dyeing

染色全过程不添加任何的促染盐，包括无机盐和有机盐。

3.4

高固着率 high fixation rate

活性染固着率 ≥90%。

4 产品质量基本要求及测试方法

4.1 产品内在质量要求

产品内在质量要求见表 1。

表 1 产品内在质量要求

项目		优等品	一等品	合格品	
pH 值		4.0-7.5	4.0-8.5	4.0-9.0	
甲醛含量 / (mg / kg)		≤20	≤75	≤300	
异味		无	无	无	
可分解致癌芳香胺染料/ (mg/kg)		≤20	≤20	≤20	
断裂强力/N ≥	80g/m ² -110g/m ²	150			
	110g/m ²	220			
水洗后扭曲率/% ≤		4.0	5.0	6.0	
水洗尺寸变化率/%	经向	-1~+1	-3~+2		
	纬向	-1~+1	-3~+2		
染色牢度/ 级 ≥	耐皂洗	变色	4	3-4	
		沾色	4	3-4	
	耐汗渍	变色	4	3-4	
		沾色	3-4	3 (婴幼儿 3-4)	
	耐摩擦	干摩	4	3-4 (婴幼儿 4)	3 (婴幼儿 4)
		湿摩	4	3-4	3 (深色 2-3)
	耐干热	变色	4	3-4	3
		沾色	4	3-4	3
	耐光	变色	4	---	
	耐水洗	变色	3-4	3	3
		沾色	3-4	3	3
	耐唾液	变色	4	---	
		沾色	4	---	
	溶剂残留	mg/kg	≤50	1.按 GB/T40909 规定执行;	

注：色别分档按 GSB 16-2159 标准执行，>1/12 标准深度为深色，≤1/12 标准深度为浅色；产品其他内在质量指标、质量等级应符合 GB/T18401 要求。

4.2 外观质量要求

按纺织面料质量检验-美标四分制执行。

表 2 外观质量要求

单位：分/百平方米

优等品	一等品	合格品
≤20	≤24	≤28

织物外观疵点评等要求应满足相应的标准。散布性疵点、接缝和长度大于 60 cm 的局部性疵点，每匹超过 3 个 4 分者，顺降一等。

4.3 内在质量试验方法

4.3.1 pH 值试验

按 GB/T 7573 规定方法执行。

4.3.2 甲醛含量试验

按 GB/T 2912.1 规定方法执行。

4.3.3 异味试验

按 GB/T 18401 规定方法执行。

4.3.4 可分解芳香胺染料试验

按 GB/T 17592 规定方法执行。

4.3.5 断裂强力试验

按 GB/T 3923.1 规定执行，条样法。

4.3.6 水洗尺寸变化率试验

4.3.6.1 试样的准备

按 GB/T 8628 规定执行。

4.3.6.2 操作

按 GB/T 8629 中 5 程序规定执行，其中干燥方法用 A-悬挂晾干。

4.3.6.3 测量

按 GB/T 8630 规定执行。

4.3.7 染色牢度试验

4.3.7.1 耐皂洗色牢度

试验按 GB/T 3921 规定执行，试验条件按 A（1）执行。

4.3.7.2 耐汗渍色牢度试验

T/CIECCPA XXX—20XX

按 GB/T 3922 规定执行。

4.3.7.3 耐水色牢度

试验按 GB/T 5713 规定执行。

4.3.7.4 耐摩擦色牢度

试验按 GB/T 3920 规定执行。

4.3.7.5 耐唾液色牢度

试验按 GB/T 18886 规定执行。

4.3.7.6 耐光色牢度

试验按 GB/T 8427 方法 3 规定执行。

4.3.8 染色牢度评级

按 GB/T 251 规定执行。

4.4 生态质量试验

按 GB/T 18401 规定执行。

5 染色工艺设计及技术要求

5.1 染色工艺设计

工艺路线规定了标准涉及的活性染料污水零排放无盐染色应具备的主要加工工艺，各设备厂商设备流程应满足工艺路线的要求。

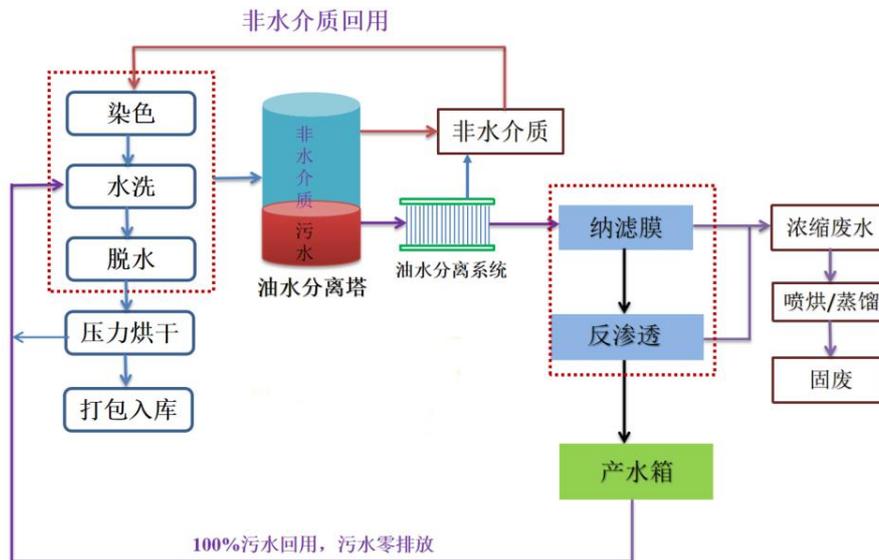


图 1 活性染料污水零排放无盐高固着率染色主要工艺路线

待染纺织品加入到配制好染料和碱液的染浴后，升温、保温完成染色过程，加酸皂洗和水洗后进行固色，脱水后烘干、打包入库。将染色、水洗、脱水的残液收集到静置分离塔中，借助自然沉降的方法使非水介质与污水自动分层，上层非水介质进入介质储备箱中备用，介质回收率达到总量的 90%以上；下层污水借助高效的油水分离系统将污水中以及从被染物上洗脱收集的洗液中少量的非水介质分离回收，最终可实现非水介质回收率超过 99%；分离后的污水进入纳滤系统（NF），将大分子的有机物去除，然

后进入到反渗透系统（RO），将小分子的无机盐去除，产水回用到后期的染色过程中。

5.2 技术要求

5.2.1 质量

纺织品在质量确认前，需在标准环境中进行预调湿处理，标准环境参数按 GB/T 6529 执行，采用电子天平称量直至达到质量恒定（连续两次质量差值 $\leq 0.02\%$ ），记录数据。计算每缸染色所需的标准质量，称出准确质量，记录数据。

5.2.2 精练水洗

精练剂：脂肪醇聚氧乙烯+十二烷基苯磺酸钠（质量比：1:1），2g/L，97°C，60min，水洗2次，每次精练的水位固定。

5.2.3 染前脱水

脱水机脱水，记录数据，计算含水率。

5.2.4 加入介质

在染缸中加入非水介质，开启主泵，在保证循环的情况下，泵速逐渐从 50 rpm 升至预设泵速，预设泵速根据具体工艺确定。

5.2.5 加染料和碱

使用物料需求计划系统（MRP）和母液系统配合计算并输送染液和碱液，并补足染色所需用水。

5.2.6 运行

染色过程中，全程关盖运行。

5.2.7 升温、保温

严格按照 1°C/min 的速度升温至 80°C，保温过程温度偏差正负不能超过 1°C。

5.2.8 排出染液

染色步骤完成后，将染液单独分离，上层非水介质用作下次染色使用。

5.2.9 加酸皂洗

低温加酸，升温至 50°C~60°C时，加入皂洗剂，升温至 97°C保温 20min。

5.2.10 皂洗后水洗

根据染色深度不同选择合适的水洗次数。

5.2.11 固色

60°C固色 20min。

5.2.12 染后脱水

在保证脱水机振动不大时，尽量提高脱水频率，降低色饼的含水含介质的量，提高回收效率和烘干效率。

5.2.13 烘干

将染色后的纺织品转移至压力烘干机烘干，烘至绝干。

5.2.14 打包

将染色纺织品按计划包重打饼，记录实际包重数据，并在棉包上贴上标签。

5.2.15 入库

将棉包按计划放入成品仓库指定位置。

5.3 标志与包装

标志、包装、运输和储存按 FZ/T 10008 规定执行。

6 检验规则

6.1 抽样

6.1.1 外观质量

针织布按 GB/T 22846 抽样。按品种、规格、色别随机抽取 1%–3%，但不少于 200 m；批≤200 m 时全检。

6.1.2 内在质量

按批分品种、规格、色别随机取样，水洗尺寸变化率试验从 3 匹中取 700mm 全幅三块，其他指标的试验至少取 500mm 全幅一块。

6.2 判定规则

6.2.1 外观质量

外观质量分品种、规格按式（1）计算不符品等率，不符品等率 5% 及以内，判该批产品外观质量合格，超过者，判该批产品外观质量不合格。

$$F = \frac{A}{B} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中：

F ——不符品等率，%；

A ——不合格量，单位为米（m）；

B ——样本量，单位为米（m）。

6.2.2 内在质量

内在质量全部合格，判该批产品内在质量合格，有一项不合格则判该批产品内在质量不合格。

附录 A (规范性)

无盐高固着率有机溶剂残留的测试方法

A.1 易挥发有机溶剂的测试方法

A.1.1 原理

用顶空进样装置提取样品中残留可挥发的有机溶剂，采用气相色谱电子俘获检测器（GC-ECD）进行定性、定量测定。

用甲醇在超声波浴中提取试样中残留的有机溶剂，浓缩定容后用气相色谱-质谱仪或气相色谱-氢火焰离子化检测器进行检测，根据保留时间和 / 或质谱选择离子进行定性分析，外标法定量。

A.1.2 试剂和标准溶液

有机溶剂：色谱纯。

正己烷：色谱纯。

标准储备液：准确称取适量的色谱纯有机溶剂，用正己烷配制成质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。

标准工作溶液：根据需要再用正己烷逐级稀释成适用浓度的标准工作液。

注：在 0°C~4°C 冰箱中保存标准储备液有效期为 12 个月，标准工作液有效期为 6 个月。

A.1.3 仪器与设备

自动顶空进样装置。

气相色谱仪：配有电子俘获检测器（ECD）。

A.1.4 分析步骤

A.1.4.1 样品的制备

从实验室样品中取有代表性的试样，剪碎至 5mm×5mm 以下，混匀。从混匀的试样中称取 1g，精确至 0.01g，置于 20mL 顶空瓶中。然后在顶空瓶中加入 10mL 正己烷溶剂混匀。

A.1.4.2 分析仪器条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

A.1.4.3 顶空提取条件

- 载气压力 120 kPa;
- 加压时间 30s，进样时间 3s;
- 放空时间 20s;
- 加热时间 15min，加热温度 50°C;
- 进样针温度 55°C，传输管温度 60°C。

A.1.4.4 色谱条件

- 色谱柱：TR-1MS 30m×0.25mm×0.25 μm 或相当;
- 程序升温：40°C (1min) 50°C/min 200°C (3min) ;
- 检测器温度：300°C;
- 载气流量：2.0mL/min。

A.1.4.5 标准曲线

在 20mL 顶空瓶中加入 10mL 的 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 和 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作液，按仪器分析条件分析并绘制标准曲线。

A.1.5 结果计算

试样中有机溶剂的含量按式 (A.1) 计算:

$$F = \frac{C \times 10}{m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

F ——试样中有机溶剂的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

C ——标准工作曲线中有机溶剂的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

m ——试样质量, 单位为克 (g)。

计算 2 次结果的平均值, 结果保留到小数点后两位。

A.1.6 测定低限、回收率和精密度

A.1.6.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.05mg/kg。

A.1.6.2 回收率

本方法对纺织品中有机溶剂的回收率为 85%~105%。

A.1.6.3 精密度

在同一实验室, 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测试获得的两次独立测试结果的相对标准偏差不大于 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。

A.2 难挥发性溶剂的测试方法

A.2.1 原理

用甲醇在超声波浴中提取试样中残留的有机溶剂, 浓缩定容后用气相色谱-质谱仪或气相色谱-氢火焰离子化检测器进行检测, 根据保留时间和/或质谱选择离子进行定性分析, 外标法定量。

A.2.2 试剂和材料

除非另有说明, 在分析中所用试剂均为分析纯或以上纯度试剂。

甲醇, 经分析检测无被测有机溶剂或其他干扰物质存在; 甲醇: 色谱纯; 有机溶剂标准物质。标准储备溶液 (1000mg/L): 分别称取适量的有机溶剂标准物质, 用甲醇或其他合适的溶剂配制成浓度约为 1000mg/L 的标准储备溶液 (标准储备溶液在 0°C~4°C 的冰箱中保存, 有效期为 6 个月); 混合标准工作溶液 (1mg/L): 分别吸取有机溶剂标准储备溶液置于同一容量瓶中, 用甲醇逐级稀释至 1mg/L。现配现用 (根据需要可配制成其他合适的浓度)。

A.2.3 仪器和设备

气相色谱仪: 配有质量选择检测器 (GC/MSD); 气相色谱仪; 天平: 感量分别为 0.01mg 和 0.01g; 超声波发生器: 工作频率为 40kHz; 提取器: 50mL, 由硬质玻璃制成, 带旋盖密封; 浓缩瓶: 150mL; 旋转蒸发器; 有机微孔滤膜: 0.45 μ m, 尼龙滤膜。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 样品溶液制备

取代表性样品, 将其剪碎至 5mm \times 5mm 以下, 混匀。称取 1.0g (精确至 0.01g) 试样置于提取器中, 加入 20mL 甲醇, 旋紧盖子, 于超声波发生器中提取 (30 \pm 2) min 后, 冷却至室温, 转移提取

液至浓缩瓶中。残渣再用 20mL 甲醇提取一次，合并提取液于浓缩瓶中。浓缩，置于旋转蒸发仪上，在 30℃左右的温度下缓慢浓缩至约 1mL，用甲醇溶解并定容至 2mL，上清液用 0.45μm 有机微孔膜过滤，供 GC/MSD 或 GC 分析用。

注：样品溶液存在基体干扰时，可用石墨化碳柱（250mg，3mL）固相萃取净化。

A.2.4.2 气相色谱-质谱分析

A.2.4.3 GC / MSD 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明是合适的。

- a) 毛细管色谱柱：DB-WAX，30m×0.25mm×0.25μm，或相当者；
- b) 进样口温度：200℃；
- c) 柱温：50℃（5min）10℃/min 160℃（3min）20℃/min 220℃（2min）；
- d) 质谱接口温度：230℃；
- e) 质谱扫描模式：选择特征离子监测（SIM）模式；
- f) 进样方式：不分流进样；
- g) 载气：氦气（≥99.999%），流量为 1.0mL/min；
- h) 进样量：1μL；
- i) 离子化方式：EI；
- j) 离子化电压：70eV。

A.2.4.4 定性定量分析

分别取试样溶液和标准工作溶液等体积参插进样测定，测试并分析。通过比较试样溶液与标准工作溶液色谱峰的保留时间以及特征离子的相对丰度比值进行定性分析（见表 A.1），通过比较试样与标样在定量离子通道下的色谱峰面积进行定量分析。

表 A.1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 /%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差 /%	±20	±25	±30	±50

A.2.5 结果计算和表示

试样中有机溶剂残留量按式（A.2）计算：

$$Xi = \frac{Ai \times ci \times V}{Ais \times m} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

Xi —— 试样中有机溶剂的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

Ai —— 样液中有机溶剂的色谱峰面积；

Ci —— 标准工作液中有有机溶剂的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —— 样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；

Ais —— 标准工作液中有有机溶剂的色谱峰面积；

m —— 最终样液代表的试样量，单位为克（g）。

本方法测定结果以各种有机溶剂的检测结果（mg/kg）分别表示，计算结果表示到小数点后一位。

A.2.6 回收率和精密度

在同一实验室，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

T/CIECCPA XXX—20XX

互独立进行的测试获得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。

附 录 B

(规范性)

济社会效益指标要求

不同生产工艺标准布数据，按照统筹兼顾、技术合理原则，制定工艺的经济社会效益指标值，见表 B.1。

表 B.1 经济效益指标要求

项目	指标要求	
	传统活性染料染色工艺	污水零排放无盐高固着率染色工艺
促染盐/kg	800-1000	0
污水排放/kg	50-100	0
染料固着率/%	40-60	≥90
取水量/kg	100-150	≤10

注：经济效益指标考核正常连续生产 24h 每生产 1 吨标准布的统计数据。