



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

聚丙烯包装容器掺杂回收塑料的分析方法

The analysis methods for polypropylene packaging container doped with recycled plastic

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品直接接触材料及制品标准化技术委员会（SAC/TC397）归口。

本文件起草单位：河北省产品质量监督检验研究院、河北科技大学、石家庄君乐宝乳业有限公司、河北上东包装科技有限公司、河北省产品质量安全检测技术中心、东光县质量技术监督检验所（河北省包装机械产品质量监督检验中心）、江南大学、雄县质量技术监督检验所。

本文件主要起草人：

引 言

聚丙烯包装容器（以下简称容器）是指以聚丙烯树脂为主要原材料，辅以其他助剂，采用合适的生产工艺加工制备的一类容器。

本文件给出了熔体质量流动速率、熔融温度、氧化诱导时间、热分解温度、灰分剩余量等特性参数的分析方法，通过容器和对应原材料特性参数的测试结果对比分析容器中是否掺杂回收塑料。

考虑共混和加工助剂的干扰因素，应用本文件，对于各项特性参数测试结果的比对规律均符合本文件中资料性文件的容器，可进行结论性判定，反之，部分符合特征评价指标或测试结果处于临界值的容器，则需慎重。

基于测试仪器、样品处理条件等因素可能导致测试结果出现差异，样品分析过程中，原则上需在同台仪器上进行制备、测试。

聚丙烯包装容器掺杂回收塑料的分析方法

1 范围

本文件规定了聚丙烯(PP)包装容器(以下简称容器)掺杂回收塑料的分析方法的适用范围、术语和定义、方法提要、测试装置、分析方法、试验报告等。

本文件适用于以聚丙烯树脂为主要原材料加工制备的包装容器,不适用于聚丙烯类复合材料制品。

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 2918 塑料试样状态调节和试验的标准环境

GB/T 3682.1-2018 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的测定 第1部分:标准方法

GB/T 19466.1-2004 塑料 差示扫描量热法(DSC)第1部分:通则

GB/T 19466.3-2004 塑料 差示扫描量热法(DSC)第3部分:熔融和结晶温度及热焓的测定

GB/T 19466.6-2009 塑料差示扫描量热法(DSC)第6部分:氧化诱导时间(等温OIT)和氧化诱导温度(动态OIT)的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 原材料 raw material

用于生产包装容器的聚丙烯树脂。

3.2 回收塑料 recycled plastic

从固体废弃物中分离、转移或移出的,用于再循环或代替原材料的塑料材料。

3.3 熔体质量流动速率 melt mass flow rate (MFR)

在规定的温度、负荷和活塞位置条件下,熔融树脂通过规定长度和内径的口模的挤出速率,以规定时间挤出的质量作为熔体质量流动速率,单位为克每10分钟(g/10min)。

3.4 熔融温度 melting temperature

完全结晶或半结晶聚合物从固态向具有不同粘度的液态转变时的温度,即熔融峰所对应的温度,单位为℃。

3.5 氧化诱导时间 oxidation induction time (OIT)

稳定化材料耐氧化分解的一种相对度量。在常压、氧气或空气气氛及规定温度下,通过量热法测定材料出现氧化放热的时间,单位为分(min)。

3.6 热分解温度 thermal decomposition temperature

材料在空气或惰性气体中以一定升温速率加热时,出现5wt%热失重时的温度,单位为℃。

3.7 灰分剩余量 ash residue

高温条件下，可挥发、分解组分挥发、分解以后剩余材料的质量，单位为%。

4 方法原理

对制品的熔体质量流动速率、熔融温度、氧化诱导时间、热分解温度、灰分剩余量等特征参数进行测试，与对应原材料的特征参数进行对比，分析制品是否掺杂回收塑料。

5 测试装置

5.1 熔体流动速率仪应符合 GB/T 3682.1-2018 中第 5 部分的规定。

5.2 差示扫描量热仪（DSC）应符合 GB/T19466.1-2004 中 5.1 的规定。

5.3 热重分析仪（TGA）应符合以下要求：

——热重天平：最小检测质量 10mg，灵敏度 $\pm 0.01\text{mg}$ 。

——电加热控温炉：最高温度不低于 1000℃，能够以（5~25）℃/min 恒定速率将试样均匀加热到设定温度。

——温度传感器：用来显示样品/炉子温度，灵敏度为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

——可控惰性气氛装置：惰性气体纯度为 99.9%以上，流量为（10~100）mL/min ± 5 mL/min。

——记录装置：能够显示和记录试样质量信号随温度的变化（TGA 曲线）。

——坩埚：不与试样反应，且在设定的最高温度下保持质量稳定。

5.4 电子天平：称量准确度为 $\pm 0.1\text{mg}$ 。

6 分析方法

6.1 熔体质量流动速率

6.1.1 取样

在原材料和制品上各取1份样品，每份取样量为3g~5g。

6.1.2 试验方法及条件

试验方法：按GB/T 3682.1-2018规定进行。

测试条件：测试温度 $230^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ，负荷为2.16kg（最大允许偏差为 $\pm 0.5\%$ ）。

6.1.3 参考指标

原材料测试结果作为参考指标。

6.1.4 指标分析

将样品的MFR测试结果与参考指标比较进行分析。

附录A给出了PP原材料掺杂不同比例回收塑料的MFR结果示例表。

6.2 熔融温度

6.2.1 取样

在原材料和制品上各取2份样品，每份取样量为5 mg~10 mg。

6.2.2 试验方法及条件

试验方法：按GB/T 19466.3-2004规定进行。

测试条件：氮气流速50 mL/min (1±10%)，升降温速率为10℃/min，温度范围20℃~200℃，取第二次升温的熔融峰温度。测量两次，结果取算术平均值。

6.2.3 参考曲线

原材料测试曲线作为参考曲线。

6.2.4 曲线分析

将样品的熔融峰温度和数量与参考曲线比较进行分析。

附录B给出了两种PP原材料掺杂不同质量比例回收塑料的DSC结果示例曲线。

6.3 氧化诱导时间

6.3.1 取样

在原材料和制品上各取3份样品，每份样品厚度为0.1mm±0.01mm。

6.3.2 试验方法及条件

试验方法：按GB/T 19466.6-2009规定进行。

测试条件：氮气流速50mL/min (1±10%)，氧气流速50mL/min (1±10%)，升温速率为20℃/min，测试温度200℃。测量三次，结果取算术平均值。

6.3.3 参考指标

原材料测试结果作为参考指标。

6.3.4 指标分析

将样品的氧化诱导时间与参考指标比较进行分析。

附录C给出了两种PP原材料掺杂不同质量比例回收塑料的氧化诱导时间结果示例表。

6.4 热分解温度

6.4.1 取样

在原材料和制品上各取3份样品，每份取样量为10mg~15mg。

6.4.2 试验方法及条件

将试样放入氧化铝坩埚，测试条件为氮气(分析纯)环境，升温速率10℃/min，温度范围25~600℃，600℃恒温30min。取失重5wt%时温度为热分解温度。测量三次，结果取算术平均值。

6.4.3 参考曲线

原材料测试曲线作为参考曲线。

6.4.4 曲线分析

将样品的热分解温度与参考曲线比较进行分析。

附录D给出了两种PP原材料掺杂不同质量比例回收塑料的TGA结果示例曲线。

6.5 灰分剩余量

6.5.1 取样

按照6.4.1规定的方法进行取样。

6.5.2 试验方法及条件

按照6.4.2规定的方法和试验条件进行试验，取最终剩余量为灰分剩余量。测量三次，结果取算术平均值。

6.5.3 参考指标

原材料测试结果作为参考指标。

6.5.4 指标分析

将样品的灰分剩余量与参考指标比较进行分析。

附录E给出了两种PP原材料掺杂不同质量比例回收塑料的灰分剩余量结果示例表。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本文件编号及名称；
- b) 仪器设备；
- c) 环境条件；
- d) 试验方法；
- e) 分析结果；
- f) 试验时间和试验人员等。

附 录 A
(资料性)
熔体质量流动速率

A.1 PP-S700 原材料掺杂不同质量比例回收塑料的 MFR 测试结果见表 A.1。

表 A.1 PP 原材料掺杂不同比例回收塑料的 MFR

样品编号	质量比例/%		MFR (g/10min)
	原材料	回收塑料	
1	100	0	14.86
2	95	5	17.21
3	80	20	18.12
4	70	30	18.55
5	50	50	21.15
6	30	70	23.60
7	0	100	27.62

附录 B
(资料性)
熔融温度

B.1 PP 原材料 (PP-S700 或 PP-T30S) 掺杂不同质量比例回收塑料的配比见表 B.1。

表 B.1 原材料掺杂回收塑料的质量比例

样品编号	质量分数/%	
	原材料	回收塑料
1	100	0
2	90	10
3	80	20
4	50	50
5	0	100

B.2 PP 原材料 (PP-S700 或 PP-T30S) 掺杂不同质量比例回收塑料的 DSC 曲线见图 B.1 和图 B.2。

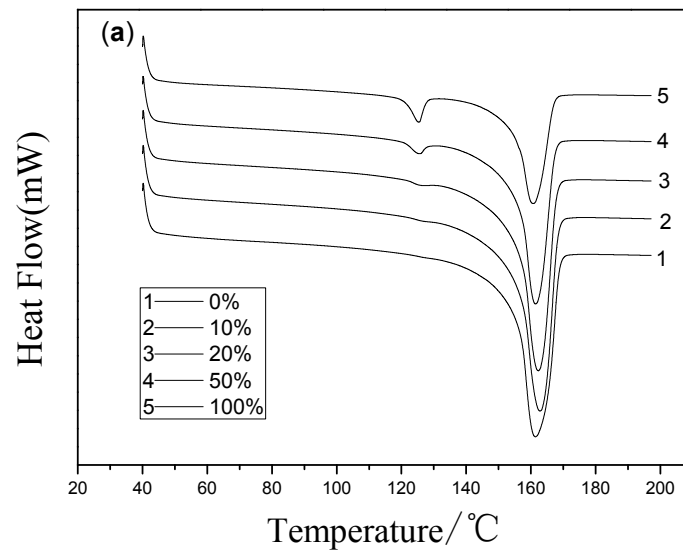


图 B.1 PP-S700 DSC 曲线

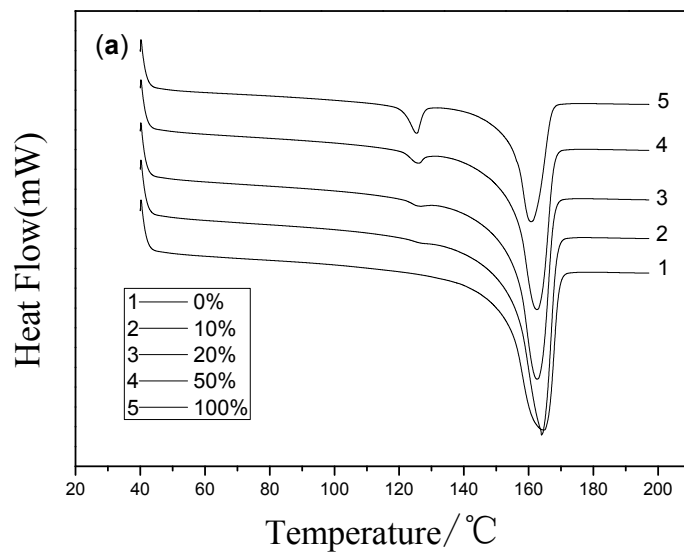


图 B. 2 PP-T30S DSC 曲线

附录 C
(资料性)
氧化诱导时间

C.1 PP 原材料 (PP-S700 或 PP-T30S) 掺杂不同质量比例回收塑料的氧化诱导时间见表 C.1。

表 C.1 氧化诱导时间

样品编号	OIT/min	
	PP-S700	PP-T30S
1	7.62	4.89
2	7.21	4.01
3	4.46	3.33
4	2.65	2.18
5	1.60	1.60

注：样品编号1-5的质量比例见表B.1

附录 D

(资料性)

热分解温度

D.1 PP 原材料 (PP-S700 或 PP-T30S) 掺杂不同质量比例回收塑料的 TGA 曲线见图 D.1 和图 D.2。

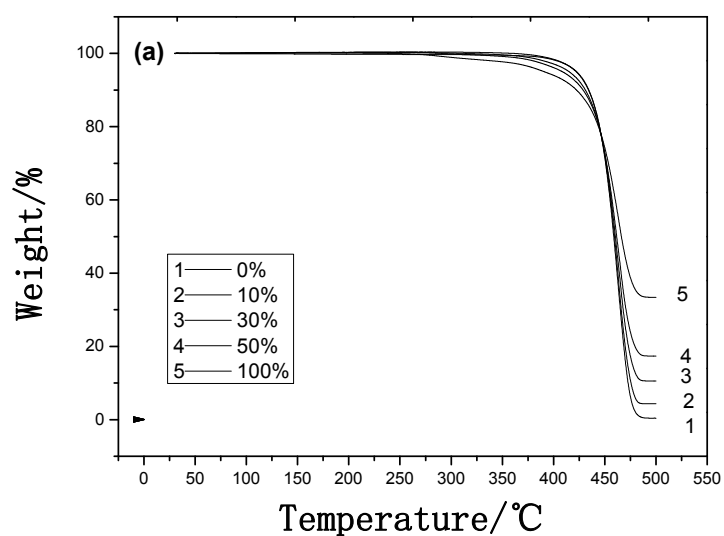


图 D.1 PP-S700 TGA 曲线

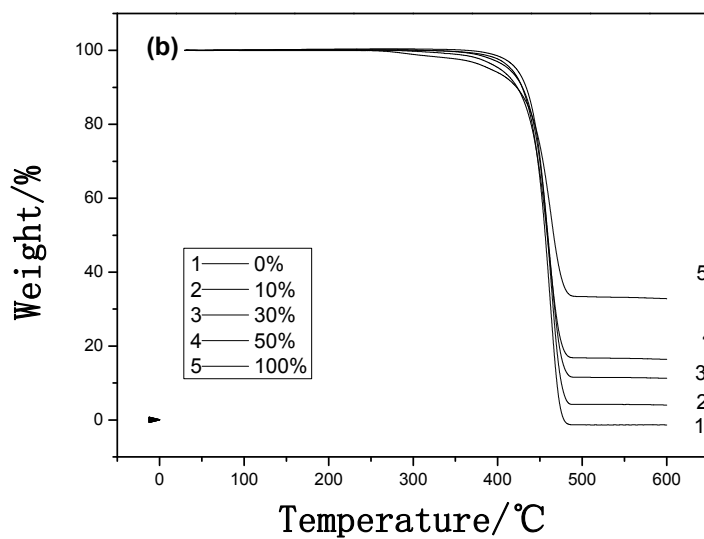


图 D.2 PP-T30S TGA 曲线

附录 E
(资料性)
灰分剩余量

E.1 PP 原材料 (PP-S700 或 PP-T30S) 掺杂不同质量比例回收塑料的灰分剩余量见表 E.1。

表 E.1 回收塑料掺杂后灰分剩余量

样品编号	灰分剩余量/%	
	PP-S700	PP-T30S
1	0.40	0.01
2	4.34	4.02
3	10.56	11.26
4	17.37	16.38
5	33.39	32.81

注：样品编号1-5的质量比例见表B.1