

国家标准

《聚丙烯包装容器掺杂回收塑料的分析方法》

编制说明

(征求意见稿)

一、任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2019 年第四批推荐性国家标准计划的通知》（国标委发【2019】40 号）的要求，制定国家标准《聚丙烯包装容器掺杂回收塑料的分析方法》。河北省产品质量监督检验研究院为负责起草单位，项目计划编号为 20194336-T-607，全国食品直接接触材料及制品标准化技术委员会为归口单位，完成时间 2022 年。

二、目的和意义

通过对原材料和制品的系列特征参数测试结果比对，分析总结比对的差异化规律，制定合适的聚丙烯包装容器制品掺杂回收塑料分析方法，形成分析聚丙烯包装容器掺杂回收塑料试验方法的国家标准，为国家进行食品公共安全风险评估提供技术支撑。

三、工作过程

1、接到修订任务后，于 2020 年 10 月召开了标准启动会，成立了标准编制工作组，确定各参与起草单位工作分工，先后查阅了大量国内外的相关文献、资料，并对使用量较大、适用范围较广泛的原材料进行了测试分析汇总，同时委托江南大学、上海质检院开展数据验证测试工作，在 2021 年 9 月完成了标准讨论稿。

2、2021 年 9 月至 2022 年 2 月，标准编制工作组不断修改完善标准讨论稿，编制完成《聚丙烯包装容器掺杂回收塑料的分析方法》（征求意见稿）。

四、标准起草单位及主要起草人

本标准的主要起草单位：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。

本标准的主要起草人：

任务分工如下：

序号	单位名称	任务分工
1	河北省产品质量监督检验研究院	总负责
2	河北科技大学	数据验证、标准起草
3	石家庄君乐宝乳业有限公司	标准起草
4	河北上东包装科技有限公司	标准起草

5	河北省产品质量安全检测技术中心	标准起草
6	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）	标准起草
7	江南大学	数据验证、标准起草
8	雄县质量技术监督检验所	标准起草

五、编制原则及技术指标确定依据

1、编制原则

本标准按照 GB/T 1.1-2020 制定的规则起草。

2、规范性引用文件

本标准主要参照和引用的的规范性文件如下：

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、技术指标确定依据

本标准技术指标的确定主要包括：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测试结果比对，通过分析总结各参数测试结果的比对规律，确定该参数能否用于分析聚丙烯包装容器制品掺杂回收塑料。同时，通过不同实验室间的结果比对，确保参数变化规律的一致性和再现性。

本标准中主要涉及的术语解释如下：

3.1 原材料：用于生产包装容器的聚丙烯树脂。

3.2 回收塑料：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：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：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：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：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：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%。

六、验证试验数据

1、熔体质量流动速率

表 1 PP 原材料掺杂不同质量比例回收塑料的 MFR

样品编号	质量分数/%		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

验证机构测试数据见表2.

表 2 PP 原材料掺杂不同质量比例回收塑料的 MFR

名称	质量比例	熔体质量流动速率 (g/10min)	测试机构
T300	—	3.10	江南大学
T300: 回收塑料	7:3	4.81	
	6:4	5.99	
	5:5	7.44	
T300	—	3.09	上海质检院
T300: 回收塑料	7:3	5.28	
	6:4	5.55	
	5:5	7.01	

2、熔融温度

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3。

表 3 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

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1、2。

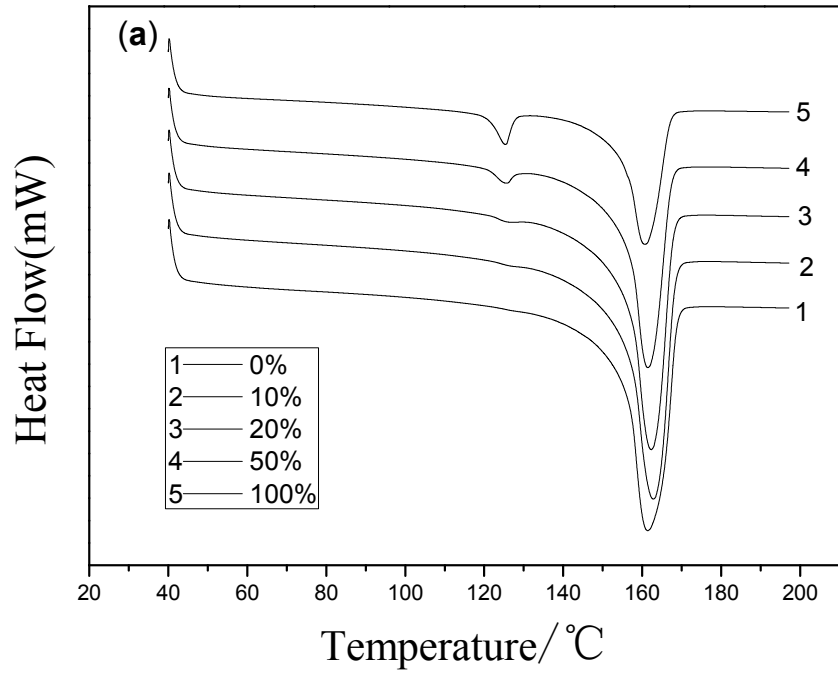


图 1 PP-S700 DSC 曲线

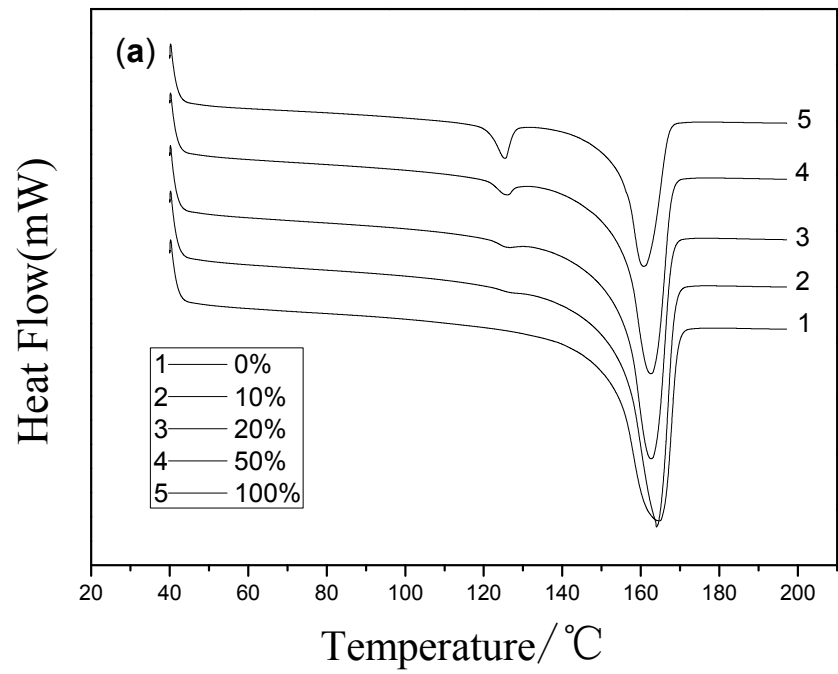


图 2 PP-T30S DSC 曲线

验证机构测试数据见表4.

表 4 原材料掺杂回收塑料的熔融温度

名称	质量比例	熔融温度/°C (第一峰)	熔融温度/°C (第二峰)	测试机构
T300	—	158.35	—	江南大学
T300: 回收塑料	7:3	120.51	157.63	
	6:4	120.81	158.43	
T300: 回收塑料	5:5	121.09	157.98	
	—	163.82	—	上海质检院
	7:3	164.98	124.54	
6:4	163.74	124.04		
T300: 回收塑料	5:5	163.21	123.92	

3、氧化诱导时间

表 5 原材料掺杂回收塑料的质量比例

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

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6.

表 6 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

验证机构测试数据见表7.

表 7 原材料掺杂回收塑料的氧化诱导时间

名称	质量比例	OIT/min	测试机构
T300	—	7.28	江南大学
T300: 回收塑料	7:3	14.40	
	6:4	12.31	
T300: 回收塑料	5:5	11.90	

T300	—	6.81	上海质检院
T300: 回收塑料	7:3	6.99	
	6:4	6.30	
	5:5	5.10	

4、热分解温度

表 8 原材料掺杂回收塑料的质量比例

样品编号	质量比例/%	
	原材料	回收塑料
1	100	0
2	90	10
3	70	30
4	50	50
5	0	100

PP原材料 (PP-S700或PP-T30S) 掺杂不同质量比例回收塑料的的TGA曲线见图3、图4。

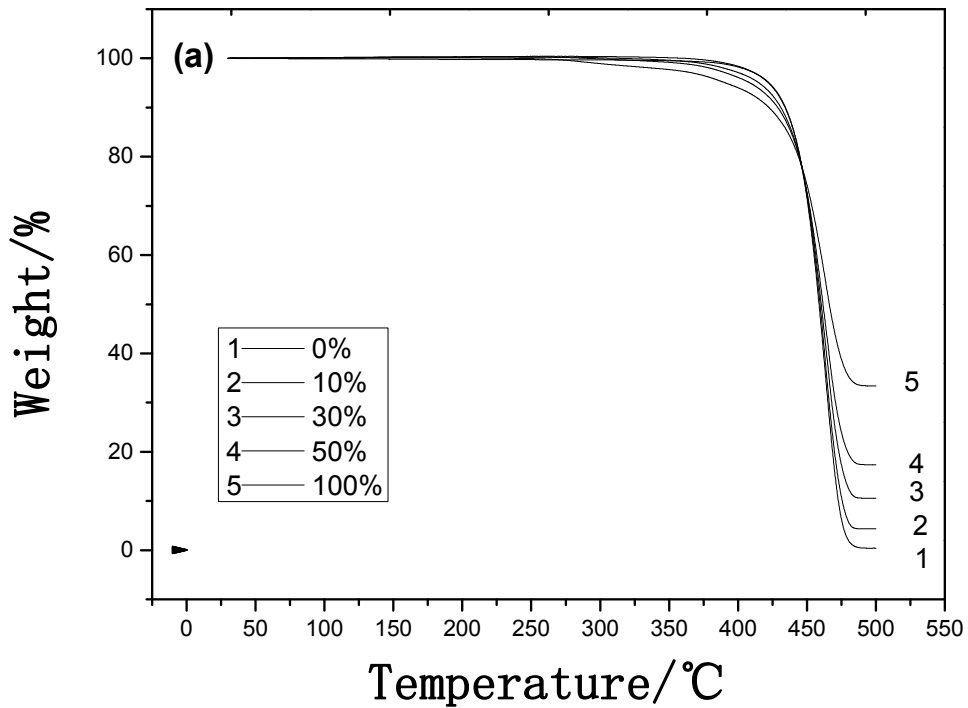


图 3 PP-S700 TGA 曲线

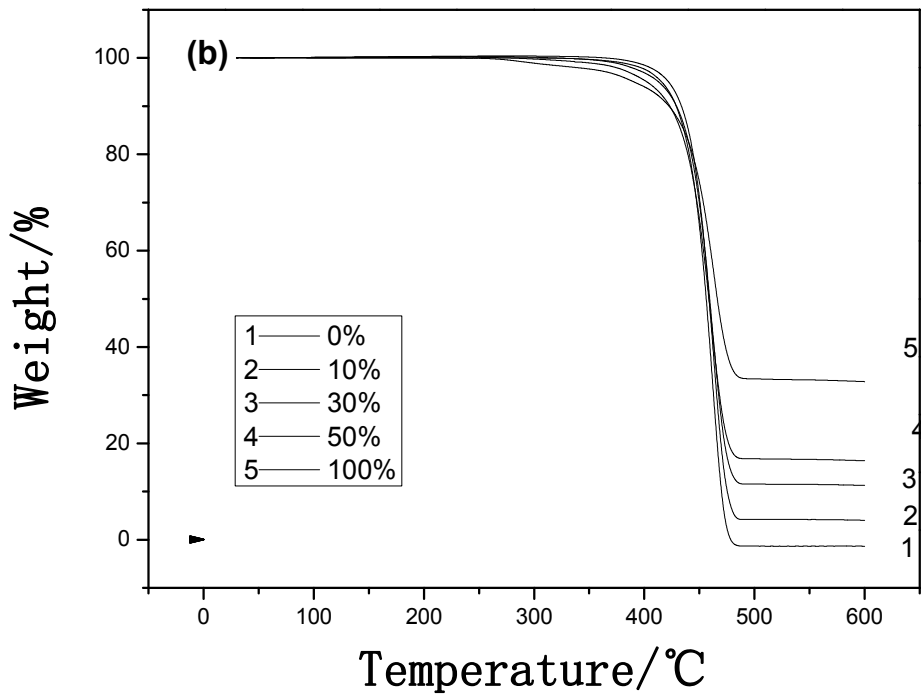


图 4 PP-T30S TGA 曲线

验证机构测试数据见表8.

表 8 原材料掺杂回收塑料的热分解温度

名称	质量比例	热分解温度/°C	测试机构
T300	—	432.51	江南大学
T300: 回收塑料	7:3	419.78	
	6:4	437.74	
	5:5	413.57	
T300	—	436.07	上海质检院
T300: 回收塑料	7:3	442.01	
	6:4	440.92	
	5:5	446.05	

5、灰分剩余量

表 9 原材料掺杂回收塑料的质量比例

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

PP原材料 (PP-S700或PP-T30S) 掺杂不同比例回收塑料的灰分剩余量见表10。

表 10 原材料掺杂回收塑料的灰分剩余量

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

验证机构测试数据见表11.

表 11 原材料掺杂回收塑料的灰分剩余量

名称	质量比例	灰分剩余量/%	测试机构
T300	—	0.21	江南大学
T300: 回收塑料	7:3	4.85	
	6:4	6.18	
	5:5	9.85	
T300	—	0.35	上海质科院
T300: 回收塑料	7:3	6.614	
	6:4	8.326	
	5:5	11.127	

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准符合国家《标准化法》等相关法律法规的规定，与其他相关标准没有矛盾和抵触。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在起草过程中未出现重大分歧意见。

九、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议本标准为推荐性标准

十、贯彻国家标准的要求和措施建议

建议组织培训班，标委会在行业内部组织宣贯。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准是第一次制订，未发现有需要废止的现行相关标准。

十二、其他应予以说明的事项

无。