



中华人民共和国国家标准

GB/T 30923—2014

塑料 聚丙烯(PP)熔喷专用料

Plastics—Polypropylene materials for meltblown

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分技术委员会(SAC/TC 15/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司树脂应用研究所。

本标准参加起草单位:上海伊士通新材料发展有限公司、山东道恩高分子材料股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司塑料分公司、山东俊富无纺布有限公司。

本标准主要起草人:陈青葵、殷昌平、于晓宁、柳先友、黄文胜、王素玉、李景清、赫妮娜、赵磊、陈全虎、慕春霞。

塑料 聚丙烯(PP)熔喷专用料

1 范围

本标准规定了聚丙烯(PP)熔喷专用料的命名、要求、试验方法、检验规则、标志及包装、运输和贮存。

本标准适用于以聚丙烯为主要原料,以二叔丁基过氧化物(DTBP)为降解剂,经改性制得的聚丙烯熔喷专用料。

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 2546.1—2006 塑料 聚丙烯(PP)模塑和挤出材料 第1部分:命名系统和分类基础
GB/T 2547—2008 塑料 取样方法
GB/T 2914—2008 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂挥发物(包括水)的测定
GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境
GB/T 3682—2000 热塑性塑料熔体质量流动速率和熔体体积流动速率的测定
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 9345.1—2008 塑料 灰分的测定 第1部分:通用方法
GB 15979 一次性使用卫生用品卫生标准
SH/T 1541—2006 热塑性塑料颗粒外观试验方法
ISO 16014-4:2012 塑料 体积排除色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布 第4部分:高温法(Plastics—Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography—Part 4:High-temperature method)

3 命名

3.1 总则

聚丙烯熔喷专用料产品的命名与分类按 GB/T 2546.1—2006 的规定,并按以下方法进行:

命名 方式	命名		
	特征项目组		
	字符组 1	字符组 2	字符组 3

字符组 1:按照 GB/T 2546.1—2006 中 3.1 规定,均聚聚丙烯材料以代号“PPH”表示。
字符组 2:按照 GB/T 2546.1—2006 中 3.2 规定,纤维级的聚丙烯材料以代号“Y”表示。
字符组 3:特征性能,见 3.2。
字符组 1 和字符组 2 之间用逗号“,”隔开。

3.2 特征性能

聚丙烯熔喷专用料以熔体质量流动速率作为特征性能,并以其标称值为基础用四个数字做代号进行区分,代号的规定见表1。

表1 聚丙烯熔喷专用料熔体质量流动速率使用代号的规定

熔体质量流动速率的标称值 g/10 min	代号的规定
$\geq 1\ 000$	将其标称值取前两位有效数字并在后加“00”
$< 1\ 000$	将其标称值取前两位有效数字并在前和后分别加“0”

聚丙烯熔喷专用料的生产者应对材料进行命名。由于生产过程的容许限,材料的试验值一般与命名值不同,该命名不受影响。

示例:某种聚丙烯熔喷专用料,熔体质量流动速率标称值为1 200 g/10 min(1 200)。该材料命名如下:



4 通用要求

对于有卫生要求的聚丙烯熔喷专用料应符合 GB 15979 的规定。

5 要求

5.1 聚丙烯熔喷专用料为本色颗粒,无杂质。

5.2 聚丙烯熔喷专用料的其他技术要求见表2。

表2 聚丙烯熔喷专用料的要求

序号	测试项目	单位	PPH, Y0450	PPH, Y1000	PPH, Y1200	PPH, Y1300	PPH, Y1500
1.1	颗粒外观	黑粒	个/kg	0			
1.2		大粒和小粒	g/kg	≤ 30			
2	熔体质量流动速率	g/10 min	450 $\pm$ 50	1 000 $\pm$ 100	1 200 $\pm$ 100	1 300 $\pm$ 100	1 500 $\pm$ 100
3	灰分(质量分数)	%	≤ 0.03				
4	挥发分(质量分数)	%	≤ 0.2				
5	二叔丁基过氧化物(DTBP)残留量	mg/kg	≤ 5				
6	分子量分布	—	2~4				

6 试验方法

6.1 试验结果的判定

试验结果采用全数值比较法,应按 GB/T 8170—2008 规定进行。

6.2 试验的标准环境

试验应在 GB/T 2918—1998 规定的标准环境下进行,温度为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $50\%\pm 10\%$ 。

6.3 颗粒外观

试验按 SH/T 1541—2006 规定进行。

6.4 熔体质量流动速率

试验按 GB/T 3682—2000 中 B 法规定进行。试验条件为 M(温度: $230\text{ }^{\circ}\text{C}$, 负荷: 2.16 kg), 熔体密度值为 0.7386 g/cm^3 。试验时,在装试样前应用氮气吹扫料筒 $5\text{ s}\sim 10\text{ s}$,氮气压力为 0.05 MPa 。先测得熔体体积流动速率,然后利用熔体密度值计算熔体质量流动速率。试验时,应使用口模塞。

6.5 灰分

试验按 GB/T 9345.1—2008 规定的方法 A 进行,采用直接煅烧法,煅烧温度为 $850\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 挥发分

试验按 GB/T 2914—2008 规定的方法 A 进行,烘箱温度为 $110\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.7 二叔丁基过氧化物(DTBP)残留量的测定

试验按附录 A 规定进行。

6.8 分子量分布

试验按 ISO 16014-4:2012 规定进行,溶剂使用三氯苯,流速为 1 mL/min ,柱温为 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7 检验规则

7.1 检验分类与检验项目

7.1.1 检验分类

第 4 章通用要求的内容只在需要时进行检验。

聚丙烯熔喷专用料产品的检验分为型式检验和出厂检验两类。

7.1.2 检验项目

第 5 章中所有的项目为型式检验项目。

出厂检验项目为颗粒外观(黑粒、大粒和小粒)、熔体质量流动速率和灰分。

当有下列情况时应进行型式检验:

- a) 新产品试制定型鉴定时;
- b) 正式生产后,若原材料或工艺有较大改变,可能影响产品性能时;

- c) 产品装置检修,恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 上级质量监督机构提出进行型式检验要求时。

7.2 组批规则与抽样方案

7.2.1 组批规则

聚丙烯熔喷专用料以同一生产线上、相同原料、相同工艺生产的同一牌号的产品组批。生产厂可按一定生产周期或储存料仓为一批对产品进行组批。

产品以批为单位进行检验和验收。

7.2.2 抽样方案

聚丙烯熔喷专用料可在料仓的取样口抽样,也可根据生产周期等实际情况确定具体的抽样方案。包装后产品的取样应按 GB/T 2547—2008 规定进行。

7.3 判定规则和复验规则

7.3.1 判定规则

聚丙烯熔喷专用料应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法进行检验,依据检验结果和本标准中的技术要求对产品作出质量判定,并提出证明。

产品出厂时,每批产品应附有产品质量检验合格证。合格证上应注明产品名称、牌号、批号、执行标准,并盖有质检专用章。

7.3.2 复验规则

检验结果若某项指标不符合本标准要求时,应重新加倍取样对该项目进行复验。以复验结果作为该批产品的质量判定依据。

8 标志

聚丙烯熔喷专用料产品的外包装袋上应有明显的标志。标志内容可包括:商标、生产厂名称、厂址、标准号、产品名称、牌号、批号(含生产日期)和净含量等。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

聚丙烯熔喷专用料可用内衬聚乙烯薄膜袋的聚丙烯编织袋包装或其他包装形式包装。包装材料应保证在运输、码放、贮存时不被污染和泄漏。

每袋产品的净含量可为 25 kg 或其他。

9.2 运输

聚丙烯熔喷专用料为非危险品。在运输和装卸过程中不应使用铁钩等锐利工具,切忌抛掷。运输工具应保持清洁、干燥并备有厢棚或苫布。运输时不应与沙土、碎金属、煤炭及玻璃等混合装运,更不应与有毒及腐蚀性或易燃物混装。不应暴晒或雨淋。

9.3 贮存

聚丙烯熔喷专用料应贮存在通风、干燥、清洁并保持有良好消防设施的仓库内。贮存时,应远离热源,并防止阳光直接照射,不应在露天堆放。

聚丙烯熔喷专用料应有贮存期的规定,一般从生产之日起,不超过 12 个月。



附录 A
(规范性附录)

气相色谱法聚丙烯熔喷专用料中二叔丁基过氧化物(DTBP)残留量的测定

A.1 范围

本附录规定了用气相色谱法测定聚丙烯熔喷专用料中二叔丁基过氧化物(DTBP)残留量的试验方法。

本附录适用于聚丙烯熔喷专用料中二叔丁基过氧化物(DTBP)残留量的测定。

A.2 原理

在甲苯溶剂中将样品溶解或溶胀,溶剂中含有已知量的正己烷作为内标物。用微量进样器吸取适量溶液,直接注入气相色谱仪,在一定条件下进行气相色谱分析,用内标法测定二叔丁基过氧化物(DTBP)残留量。

A.3 试剂与材料

A.3.1 正己烷,分析纯。

A.3.2 二叔丁基过氧化物。

A.3.3 甲苯,分析纯。

A.3.4 氮气(N_2),其体积分数不低于 99.8%。使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。

A.3.5 氢气(H_2),其体积分数不低于 99.8%。使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。

A.3.6 空气,应无腐蚀性杂质。使用前进行脱油、脱水处理。

A.4 样品

取聚丙烯熔喷专用料颗粒充分混合作为试验样品,并密封备用。

A.5 仪器和设备

A.5.1 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器(FID)和能适应毛细管色谱柱的分流进样器。

A.5.2 色谱柱,长 50 m、内径 0.32 mm、固定液为 100%二甲基聚硅氧烷、液膜厚度 0.3 μm 的毛细管色谱柱,或性能相当的其他色谱柱。

A.5.3 色谱数据处理系统或合适的记录仪。

A.5.4 分析天平,准确度 0.1 mg。

- A.5.5 微量进样器,10 μL 。
- A.5.6 容量瓶,50 mL。
- A.5.7 具塞烧瓶,25 mL。
- A.5.8 移液管,1 mL。
- A.5.9 计量管,1 mL,分度值 0.01 mL。

A.6 设备准备

A.6.1 当使用新的色谱柱或色谱柱长期未使用时,色谱柱应进行老化处理。将色谱柱的一端与进样器连接,另一端不接检测器,以免柱内流失物污染检测器。将载气(氮气)流速调到表 A.1 规定的操作条件值,在柱箱温度为 300 $^{\circ}\text{C}$ 下将色谱柱老化 4 h,老化完毕后应在氮气中逐渐降温。

表 A.1 推荐操作条件

项 目		操 作 条 件
温度/ $^{\circ}\text{C}$	进样口	110
	检测器	110
	色谱柱	76
载气流速/(mL/min)		1
进样体积/ μL		1
分流比		1 : 20

A.6.2 将色谱柱的出口与检测器连接。并按表 A.1 的操作条件,使仪器达到充分平衡,此时色谱图基线应稳定。

A.7 内标法校准

A.7.1 校准溶液的配制

- A.7.1.1 在一个 50 mL 容量瓶(A.5.6)中加入适量的甲苯(A.3.3),用分析天平(A.5.4)称量此时容量瓶的质量,精确至 0.1 mg。用计量管(A.5.9)加入约 0.5 g 正己烷(A.3.1),用分析天平(A.5.4)称量此时的容量瓶(A.5.6)的质量,精确至 0.1 mg。再用甲苯(A.3.3)稀释至体积刻度,摇匀,记为溶液 A。
- A.7.1.2 在一个 50 mL 容量瓶(A.5.6)中加入适量的甲苯(A.3.3),用分析天平(A.5.4)称量此时容量瓶的质量,精确至 0.1 mg。用计量管(A.5.9)加入约 0.5 g 二叔丁基过氧化物(A.3.2),用分析天平(A.5.4)称量此时容量瓶(A.5.6)的质量,精确至 0.1 mg。再用甲苯(A.3.3)稀释至体积刻度,摇匀,记为溶液 B。
- A.7.1.3 用移液管(A.5.8)分别移取 1 mL 溶液 A(A.7.1.1)和溶液 B(A.7.1.2)置于一个 50 mL 的容量瓶(A.5.6)中,再加入甲苯(A.3.3)溶剂稀释至体积刻度,摇匀,作为校准溶液。根据溶液 A(A.7.1.1)中正己烷的浓度和溶液 B(A.7.1.2)中二叔丁基过氧化物的浓度,计算校准溶液中正己烷(A.3.1)的含量

M_s (mg)和二叔丁基过氧化物的含量 M_i (mg)。

A.7.1.4 溶液的存放:将配制好的校准溶液(A.7.1.3)、溶液 A(A.7.1.1)和溶液 B(A.7.1.2)均放于 5℃~15℃的冷藏箱内。使用时从冷藏箱内取出,待溶液和室温一致后方可使用。溶液存放期限为 60 天。

A.7.2 校准溶液的气相色谱测定

用微量进样器(A.5.5)吸取 A.7.1.3 制备的校准溶液 1 μL,注入气相色谱仪(A.5.1)进行分析。得到气相色谱图后,从气相色谱图上确定正己烷的峰面积 A_s 和二叔丁基过氧化物的峰面积 A_i 。

A.7.3 校正因子的确定

二叔丁基过氧化物的校正因子 R_f 按式(A.1)计算:

$$R_f = \frac{A_s \times M_i}{A_i \times M_s} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_s ——校准溶液中正己烷的峰面积;

A_i ——校准溶液中二叔丁基过氧化物的峰面积;

M_s ——校准溶液中正己烷的含量,单位为毫克(mg);

M_i ——校准溶液中二叔丁基过氧化物的含量,单位为毫克(mg)。

A.8 试验步骤

A.8.1 试样溶液的制备

用分析天平(A.5.4)称取约 1 g 样品,精确到 0.1 mg,记为 W_1 。将其置于 25 mL 具塞烧瓶(A.5.7)中,并向烧瓶中加入约 10 mL 甲苯(A.3.3),放在电加热套上加热至溶液沸腾,保持约 20 min,待样品全部溶解或溶胀后,取下烧瓶,放入冷水中冷却至室温,用玻璃棒搅拌,打碎沉淀物。再加入约 10 mL 甲苯(A.3.3),用移液管(A.5.8)加入 1 mL 溶液 A(A.7.1.1)于制备好的试样溶液中,摇匀待测。

A.8.2 试样溶液的气相色谱测定

用微量进样器(A.5.5)吸取 A.8.1 制备的试样溶液 1 μL,注入气相色谱仪的进样口,进行气相色谱分析,在气相色谱图上确定试样溶液中正己烷的峰面积 A_s' 和二叔丁基过氧化物的峰面积 A_i' 。

A.8.3 试验结果的计算

样品中二叔丁基过氧化物残留量 C_i (mg/kg)按式(A.2)计算:

$$C_i = \frac{M_s' \times A_i' \times R_f}{W_1 \times A_s'} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_s' ——试样溶液的正己烷的峰面积;

A_i' ——试样溶液的二叔丁基过氧化物的峰面积;

M_s' ——试样溶液中正己烷的含量,单位为毫克(mg);

W_1 ——样品质量,单位为克(g)。

取两次平行试验的算术平均值作为结果,并修约至整数位进行报告。

A.9 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试样进行测试获得的两次重复测定值的绝对差值不大于其平均值的 10%。
