



中华人民共和国国家标准

GB/T 35173—2017

聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)塑料 回收料的表征特性及检测方法

Characterisation and testing methods of recycled poly
(ethylene terephthalate) (PET)

2017-12-29 发布

2018-07-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)塑料
回收料的表征特性及检测方法
GB/T 35173—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年12月第一版

*

书号: 155066 • 1-59054

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国产品回收利用基础与管理标准化技术委员会(SAC/TC 415)提出。

本标准由全国产品回收利用基础与管理标准化技术委员会(SAC/TC 415)和全国塑料制品标准化技术委员会(SAC/TC 48)归口。

本标准起草单位:山东省产品质量检验研究院、齐鲁工业大学、中国标准化研究院、中建万生控股有限公司、江西龙一再生资源有限公司。

本标准主要起草人:陈淑祥、高翠玲、熊大伟、贺祥珂、刘春宏、郭鑫、彭晓辉、王焕雷、张灵翠、任勇、于洋、高东峰、付允、吴丽丽。

聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)塑料 回收料的表征特性及检测方法

1 范围

本标准规定了用于塑料成品或半成品生产的聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)塑料回收料的表征特性、检测方法以及质量保证。

本标准适用于交易过程中 PET 塑料回收料的评价,相关方可依据本标准选择适用的表征特性并协商确定交货条件。

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 1632.5 塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物 稀溶液黏度 第5部分:热塑性均聚和共聚型聚酯(TP)

GB/T 2035 塑料术语及其定义

GB/T 3682 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 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸

GB/T 12006.2 塑料 聚酰胺 第2部分:含水量测定

ISO 11664-4 比色法 第4部分: CIE 1976 $L^* a^* b^*$ 颜色空间(Colorimetry—Part 4: CIE 1976 $L^* a^* b^*$ Colour space)

3 术语和定义

GB/T 2035 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

回收料 recycled material

使用过的材料或回收的材料,或两者兼具的材料。

4 PET 回收料的表征特性及检测方法

4.1 PET 回收料的表征特性分为基本表征特性和参考表征特性。前者用于 PET 回收料的基本评价,后者可根据客户要求和回收料的用途由供需双方协商确定选择使用。表征特性及对应检测方法见表1。

表 1 PET 回收料的表征特性及检测方法

表征特性		单位	检测方法	备注
基本表征特性	形状	—	目测	瓶片、粒料
	最大颗粒尺寸	mm	—	由粉碎机的筛网尺寸决定
	粒径分布	%	附录 A	由小于 1 mm 的颗粒所占百分比表示
	颜色	—	目测	单一颜色的、透明的、多种颜色的
	含水量	%	附录 B 或 GB/T 12006.2	—
	聚氯乙烯(PVC)含量	mg/kg	附录 C	—
	聚烯烃含量	mg/kg	附录 C	—
参考表征特性	熔体质量流动速率(MFR)	—	GB/T 3682	—
	特性黏度(I.V.)	dL/g	GB/T 1632.5	—
	碱度		附录 D	—
	过滤性	MPa/(h·cm ²)	附录 E	—
	其他杂质含量	mg/kg	红外光谱法 X 射线荧光能谱法 差示扫描量热法等	可参考 GB/T 32198, GB/T 19466.1, JY/T 016—1996 等标准。双方约定其中一种、多种或其他检测方法
	色度	L, a, b 值	ISO 11664-4	适用于以片料、粒料注塑成的圆盘

4.2 供需双方可协商采用表 1 以外的其他表征特性。

5 质量保证

5.1 为确保回收料质量,供方应保留以下的质量控制记录:

- a) 原料控制:记录回收料所用原料的详细信息,每批次原料应有明确的标识;
- b) 加工过程:对加工过程进行控制,记录过程参数并设置关键质量控制点;
- c) 产品控制:按本标准对每批次产品进行检验。

注 1: 供方可建立符合 ISO 9001 要求的质量管理体系以保证回收料质量的稳定性。

5.2 供需双方应事先约定表征特性,并确定同一批次以及不同批次之间各项表征特性检测结果的标准差范围。

5.3 当要求提供回收料含量和使用历史时,供方应提供相应的证明文件。

5.4 为保证回收料的正确使用,若客户要求,供方应提供回收料的组成信息。

5.5 若客户要求,供方应提供每一批次回收料的检验报告。

附 录 A (规范性附录)

筛分法测定 PET 回收料碎片的粒径及粒径分布

A.1 范围

本附录规定了一种测定 PET 回收料碎片粒径及粒径分布的方法。

A.2 原理

借助机械振摇,使 PET 回收料通过一单筛或一组不同筛孔尺寸试验筛被筛分。若选用几个试验筛组成筛组,应按筛孔尺寸向上增加的顺序装配试验筛,以使筛孔尺寸最大的试验筛置于顶部。

结果可以用单个试验筛上的筛余物来表示。

A.3 仪器和设备

A.3.1 称重天平,精度为 0.1 g。

A.3.2 试验筛,依据 GB/T 6005,筛框直径为 200 mm,具盖和接料盘。筛孔尺寸分别为:1 mm、2 mm、3.15 mm、4 mm、6.30 mm、8 mm 和 12.5 mm。

A.3.3 振筛机。

A.4 步骤

A.4.1 检查试验筛(A.3.2)或筛组是否有筛网损坏或筛体变形,如有上述缺陷需更换试验筛。

A.4.2 准确称量各试验筛(A.3.2)质量,精确至 0.1 g。

A.4.3 准确称量接料盘质量,精确至 0.1 g。

A.4.4 装配试验筛(A.3.2)或筛组及接料盘,逐层加高。当装配筛组时,应确保按筛孔尺寸向上增加的顺序安装,以使最大筛孔尺寸的筛子置于顶部。

A.4.5 准确称量 100 g~300 g(精确至 0.1 g)的碎片试样准备测试。

A.4.6 将已称量的试样移入最顶部的试验筛(A.3.2),避免洒落。

A.4.7 用盖子盖上试验筛(A.3.2),安装在振筛机(A.3.3)上。

A.4.8 设定振筛机的振动时间为 12 min。

A.4.9 振筛后,从顶部开始小心分离试验筛(A.3.2)或筛组。将试验筛或筛组中每个试验筛、接料盘及其上样品一起称量。

A.4.10 每一试样进行两次测定。

A.5 结果表示

A.5.1 按式(A.1)计算各试验筛或接料盘中样品质量:

$$(m_1 - m_2) = m_3 \text{ 及 } (m_4 - m_5) = m_6 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_1, m_4 ——第一次、第二次测定时试验筛或接料盘加上存留碎片的质量，单位为克(g)；

m_2, m_5 ——第一次、第二次测定时试验筛或接料盘的质量，单位为克(g)；

m_3, m_6 ——第一次、第二次测定时试验筛或接料盘存留碎片的质量，单位为克(g)。

按式(A.2)计算两次测定结果的平均值：

$$\frac{(m_3 + m_6)}{2} = m_r \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_r ——各试验筛筛余量或接料盘余量的平均值，单位为克(g)。

A.5.2 按式(A.3)计算各试验筛筛余量或接料盘余量占样品总量的百分比 R ：

$$R = \frac{m_r}{m_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

R ——各试验筛筛余量或接料盘余量所占样品总量的质量百分比，以%表示；

m_s ——两次测定时所取样品质量的平均值，单位为克(g)；

m_r ——各试验筛筛余量或接料盘余量的平均值，单位为克(g)。

A.6 测试报告

测试报告中应包括以下内容：

- a) 参照本标准；
- b) 完整鉴别所测试样的必要说明；
- c) 两次测定时所取样品质量的平均值；
- d) 根据式(A.2)和式(A.3)表示的结果；
- e) 测试日期。

附 录 B
(规范性附录)
重量分析法测定含水量

B.1 总则

本附录规定了一种 PET 回收料碎片中含水量的测定方法。

B.2 原理

将一定质量的样品放入 150 ℃ 的鼓风烘箱中。待水分挥发后,测量样品的重量损失量,即可得含水量。

B.3 仪器和设备

B.3.1 分析天平,精度为 0.000 1 g。

B.3.2 瓷坩埚,80 mL~90 mL。

B.3.3 干燥器。

B.3.4 烘箱,带有鼓风系统,最高温度为 250 ℃。

B.4 步骤

将瓷坩埚(B.3.2)进行干燥和恒重处理,用天平(B.3.1)称量(精确至 0.000 1 g)并记录其质量。将约 50g 试样置于坩埚中,称量其质量(精确至 0.000 1 g)后放入烘箱(B.3.4),在 150 ℃ 下干燥 4 h。将坩埚取出后,在干燥器(B.3.3)内放置 30 分钟,用天平再次称量其质量(精确至 0.000 1 g)。

B.5 结果表示

按式(B.1)计算含水量 C ,以 % 表示。

$$C = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

m_0 ——瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥前瓷坩埚和试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后瓷坩埚和试样的质量,单位为克(g)。

B.6 测试报告

测试报告应包括以下内容:

- a) 参照本标准；
- b) 完整鉴别所测试样的必要说明；
- c) 依据 B.5 表示的结果；
- d) 试样质量；
- e) 任何可能影响结果的情况的说明。

附 录 C
(规范性附录)
残留杂质的快速测定方法

C.1 总则

本附录规定了一种 PET 回收料碎片中残留杂质含量的测定方法。

本附录适用于 PET 回收料碎片中残留 PVC、聚烯烃的检测。

C.2 原理

将一定质量的试样放入 220 ℃ 的鼓风烘箱中进行热处理。在此过程中,各种杂质发生降解、色变等现象,用肉眼可以将其与试样区分。此过程中发生的变化如下:

- PVC 色变;
- 聚烯烃熔融,色变。

C.3 仪器和设备

C.3.1 鼓风烘箱,最高温度为 250 ℃。

C.3.2 称重天平,精度为 0.1 g。

C.3.3 分析天平,精度为 0.000 1 g。

C.4 步骤

准确称量 1 000 g 试样碎片,精确至 0.1 g。将碎片均匀地装入铝制容器或其他金属容器后,放入预热至 220 ℃ 的烘箱(C.3.1)中,1 h 后取出置于干燥器中冷却至室温。按下列方法将杂质分离:

- 将黑色炭化颗粒分离出来,用分析天平(C.3.3)称量其质量,记为 m_1 ;
- 聚烯烃可以通过其外形和厚度等特征进行鉴别。经过热处理后,将散落的和黏在 PET 上的淡黄色的分解或熔融部分分离出来,用分析天平(C.3.3)称量其质量,记为 m_2 。

C.5 结果表示

C.5.1 用公式(C.1)计算 PVC 的总含量 X_1 ,单位为毫克每千克(mg/kg)。

$$X_1 = \frac{m_1}{m_0} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

m_1 ——PVC 颗粒的质量,单位为克(g);

m_0 ——样品初始质量,单位为克(g)。

C.5.2 用公式(C.2)计算聚烯烃的总含量 X_2 ,单位为毫克每千克(mg/kg)。

$$X_2 = \frac{m_2}{m_0} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中：

m_2 ——聚烯烃颗粒的质量，单位为克(g)；

m_0 ——样品初始质量，单位为克(g)。

C.6 测试报告

测试报告应包括以下内容：

- a) 参照本标准；
- b) 完整鉴别所测试样的必要说明；
- c) 依据 C.5 表示的结果；
- d) 任何可能影响结果的情况的说明。

附 录 D
(资料性附录)
电位法测定残余碱度

D.1 总则

本附录规定了一种 PET 回收料残余碱度的测定方法。

D.2 原理

将一定质量的试样加入到一定体积的蒸馏水中,充分搅拌。试样表面残余碱性物质会使水的 pH 值升高,用玻璃电极测量其 pH 值。

D.3 仪器和设备

D.3.1 磁力搅拌器,或其他具备相同功能的装置。

D.3.2 称重天平,精度为 0.1 g。

D.3.3 烧杯,1 000 mL。

D.3.4 量筒,500 mL。

D.3.5 带有玻璃电极的 pH 计。

D.4 试剂

蒸馏水。

D.5 步骤

用已知 pH 值的缓冲溶液校准 pH 计。准确称取 100 g 样品,放入 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 蒸馏水。确保所有碎片浸没在水中,搅拌 10 分钟。

搅拌结束后,滤出溶液,将玻璃电极浸入溶液测量 pH 值,数值稳定时,记录测试结果。

D.6 结果表示

残余碱度以溶液的 pH 值表示。另记录蒸馏水的初始 pH 值用来做空白对照。

D.7 测试报告

测试报告应包括以下内容:

- a) 参照本标准;
- b) 完整鉴别所测试样的必要说明;
- c) 依据 D.6 表示的结果;
- d) 任何可能影响结果的情况的说明。

附 录 E

(资料性附录)

过滤法测定不溶性杂质

E.1 总则

本附录规定了一种通过熔融过滤法测定 PET 回收料碎片中不熔杂质含量(如铝、纸、炭化 PVC 等)的方法。

本附录也适用于 PET 原生料或者其化合物的检测,但不适用于在测试条件下会热分解的聚合物。

E.2 原理

熔融聚合物在一定规格过滤器中的挤出压力变化与聚合物中固体颗粒的含量呈函数关系。测试条件恒定不变时,可根据压力的变化来反映样品的纯度。

E.3 仪器和设备

单螺杆挤出机,可控制挤出温度,附有进料泵、温度、压力记录器及金属过滤网,网孔尺寸 35 μm 。

E.4 步骤

将网孔尺寸为 35 μm 的金属过滤网安装在挤出口处。根据挤出机的型号,将进料泵调至最佳工作状态。设置挤出机及过滤头的温度,应保证过滤头内聚合物的温度能达到 $(290 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。开启挤出机,当各参数稳定后,每隔一定时间记录过滤器处的压力,持续 2 h~3 h。

E.5 结果表示

按式(E.1)计算压力的变化 ΔP ,单位为兆帕每小时平方厘米 $[\text{MPa}/(\text{h} \cdot \text{cm}^2)]$ 。

$$\Delta P = (P - P_0) \times Q_P / (M_P \times A) \quad \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中:

P —— t 时间后的压力,单位为兆帕(MPa);

P_0 ——初始压力,单位为兆帕(MPa);

Q_P ——熔融聚合物的流速,单位为千克每小时(kg/h);

M_P —— t 时间内挤出聚合物的质量,单位为千克(kg);

A ——滤网面积,单位为平方厘米(cm^2)。

E.6 测试报告

测试报告应包括以下内容:

- a) 参照本标准;
- b) 挤出机的型号;

- c) 被测聚合物的流速；
- d) 滤网面积；
- e) 完整鉴别所测试样的必要说明；
- f) 依据 E.5 表示的结果；
- g) 任何可能影响结果的情况的说明。

参 考 文 献

- [1] GB/T 19466.1 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第1部分:通则
 - [2] GB/T 32198 红外光谱定量分析技术通则
 - [3] GB/T 32199 红外光谱定性分析技术通则
 - [4] JY/T 016—1996 波长色散型 X 射线荧光光谱方法通则
 - [5] ISO 9001 Quality management systems—Requirements
-



GB/T 35173-2017

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-59054