

ICS 点击此处添加 ICS 号
点击此处添加中国标准文献分类号



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）塑料再生料的表征

The Characterisation of Recycled poly(ethylene terephthalate)(PET)
(DIN EN 15348:2008-02,IDT)

EN 15348:2008-02, IDT)

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）塑料再生料的表征

1 范围

此标准给出了再生 PET 性质表征的指南。

它指明了用于半成品和成品生产的 PET 再生塑料的最重要表征特性和评估使用的相关测试方法。该标准支持相关的使用再生 PET 的各方，使各方在特殊的和一般应用的详细计划上达成一致。

该标准的应用不违背任何现行法规。

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，仅所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。

ISO 472:2001，塑料 词汇（ISO 472:1999）

ISO 565，试验筛 金属丝编织网、金属穿孔板和电成型薄板 筛孔的公称网孔尺寸

ISO 1628-5，塑料 用毛细管粘度计测定稀溶液中聚合物的粘度 第 5 部分：热塑性聚酯(TP)均聚物和共聚物

ISO 3534-2，统计学 术语和符号 第 2 部分：统计质量控制 应用统计学

CEN/TR 15353:2007，塑料 再生塑料 与再生塑料相关标准研发指南

3 术语、定义和缩略语

对于此欧洲标准，采用 ISO 472:2001 和 CEN/TR 15353:2007 中给定的术语和定义。

3.1 筛残余

测试后筛中残余物占样品总量的百分比、质量。

3.2 容器残余

筛子下面的收集容器中剩余的再生物样品占样品总量的百分比。

3.3 平均颗粒尺寸

具有整体代表性的颗粒的尺寸。

4 PET 再生料的表征

所谓一批是指在指定公差内具有均一特性的再生料的数量。

PET 再生料的特性是指任一批次 PET 产品的特性（见 ISO 3534-2），详见表 1，主要分为两种：

——必需的表征特性，总体上表征 PET 再生料，所有再生料都需要。

——可选的表征特性，根据消费者的规格和应用来表征 PET 再生物。

这些特性应该用表 1 所示的测试方法进行评定。如果可能，供应者应该提供材料的首次应用信息。

供方应根据要求提供给买方有关每批再生料测试结果的分析证明。

为了保证再生物的合法使用，供应商应根据购买商的说明，来提供再生物材料成分的必要信息。

安全措施—警告：出于安全问题考虑，操作人员在用到溶剂时穿上防护服是非常重要的。本标准中涉及到的溶剂将在其他国家级标准及地方标准中受到进一步的管理。

表1 PET 再生料的必需的表征特性

特性	单位	测试方法	注释	
必需的表征特性				
形状		目视	扁平或者球状	
最大颗粒尺寸	mm		由研磨物的屏幕尺寸提供	
小颗粒含量	%	附录 A		
颜色		目视		
熔体重量流动速率				附录 B (尚未明确)
水含量	%	附录 C		
PVC 含量	mg/kg	附录 D		
聚烯烃含量	%	附录 D		
其他杂质含量	mg/kg	附录 D		
可选的表征特性				
黏度	Dl/g	ISO 1628-5		
pH 值	pH	附录 E	仅对扁平状	
过滤性	100bar/h/cm ²	附录 F		
颜色	L, a, b	色彩度		铸模圆盘
其他测试可根据供方和买方之间的协议执行，并上报结果。				

5 质量保证

为了保证再生物的购买商对产品的质量有信心，供应商应保留执行的质量控制的记录，包括引入的材料、加工过程和最终的产品。

备注 1：EN ISO 9001 体系认证的质量管理系统可以保证再生料质量的稳定性。

不同批量材料的规格、标准偏差或数值范围应该在供应商和购买商之间达成一致。

如果要求表述再生料含量或材料的历史，如果没有分析方法能提供这些信息，则应提供文件证明。应提供购买商要求的记录。

如果再生物是通过熔融的过程生产的，供应商可以选择表述此过程中过滤的等级。这将测定再生物中的任何未熔融的污染物的最大尺寸。过滤等级的表述可以包括过滤器的详细资料。未通过熔融过程生产的再生物不能用此方法量化，这一点供应商可以声明。

备注 2：EN 15343 描述了合格的再生过程、追溯的详细信息和再生成分的评估。

附录 A (规范性附录)

经筛分的 PET-R 碎片的尺寸及其分布的测定方法

A.1 范围

此附录详述了一种测定再生 PET-R 碎片尺寸分布的方法，该方法是通过测量不同孔径筛子中再生残留物的质量来进行的。

结果可以用不同孔径筛子中再生物碎片残留物的质量的形式来表示，也可以用能够代表样品整体的个别尺寸（出现频率最大的）来表示。

A.2 原理

再生 PET 化合物可以通过单一筛子过滤，也可以通过多层不同筛孔的筛子堆叠起来进行过滤，过滤过程辅以机械振动。当用多层筛子堆叠时，应将筛子按照筛孔大小升序排列，以保证最大筛孔的筛子置于最顶层。

A.3 装置

A.3.1 秤盘，精确至 $\pm 0.1\text{g}$ 。

A.3.2 筛子，根据 ISO 565，选择公称直径为 200mm 的筛子，附带盖子和接收容器。筛子由塞环线制成。

本测试方法中，筛孔采用方形网格，网格采用以下尺寸：1mm，2mm，3.15mm，4mm，6.30mm，8mm 和 12.5mm。

A.3.3 机动筛粉器

A.4 步骤

A.4.1 检查各个筛子的筛孔是否损坏、筛孔序列是否变形，替换有缺陷的筛子。

A.4.2 称量各个筛子，精确至 0.1g。

A.4.3 称量容器，精确至 0.1g。

A.4.4 组装筛子和容器，当用多层筛子堆叠时，应将筛子按照筛孔大小升序排列，以保证最大筛孔的筛子置于最顶层。

A.4.5 称量 $(100 \pm 0.1)\text{g}$ 的碎片样品准备测试。

A.4.6 将称量好的待测试样品转移至敞口的筛子中，注意避免外溢。

A.4.7 将筛子盖上，并将他们置于机动筛粉器上。

A.4.8 将自动计时器调至 12 分钟。

A. 4. 9 震荡后, 按照从上到下的顺序将筛子仔细分开, 称量每一个筛子和回收容器的质量。

A. 5 测定次数

每一份测试样品应进行两次测定。

A. 6 测定与结果的表示

A. 6. 1 测定特定孔径的筛子中残留碎片的平均质量, 同时测定容器中的平均容纳量。针对筛子或容器的每一个网孔, 计算碎片的平均残留质量, 公式如下:

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

$$(m_3 + m_6) / 2 = m_r \text{ (平均残留质量)} \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

m_1 和 m_4 : 分别为特定孔径的筛子或容器的质量, 装有碎片残留物, 第一次及第二次的测定;

m_2 和 m_5 : 分别为特定孔径的筛子或容器空白时的质量;

m_3 和 m_6 : 分别为特定孔径的筛子或容器的质量, 第一次及第二次的测定;

m_r : 特定孔径的筛子或容器中碎片的残余量。

A. 6. 2 对特定孔径的筛子和容器, 计算残余碎片样品的百分量。

$$R = m_r \times 100 / m_s \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中:

R 为特定孔径的筛子或容器中残留碎片所占的再生料总量的质量百分比。

m_s 为两次测定时所取样品的平均质量。

m_r : 特定孔径的筛子或容器中碎片的残余量。

A. 7 检测报告

检测报告应包括以下内容:

- a) 检测方法参照 EN 15348:2007;
- b) 批次 PET 碎片检测方法的参照;
- c) 测试用样品的平均质量;
- d) 不同孔径的筛子和容器中残留的样品的质量及其所占样品总量的百分比;
- e) 检测日期。

附录 B

(资料性附录)

PET 的熔融质量流率 (MFR) 的测定方法

注: ISO TC 61/SC 2 中也草拟了 PET 的熔融质量流率的测定方法。

B.1 范围

此方法描述了在特定温度和压力条件下，PET 的熔融质量流率的测定方法。
将溶液特性粘度（IV）测量值对熔融粘度测试值作标准曲线，得到测试结果。

B.2 方法简介

将待测 PET 样品（球状、片状或粉末状）置于真空干燥箱，在 150°C-160°C 之间干燥 2-16h，时间和温度可根据样品状态而定（最终目的是将 PET 干燥至 30mg/Kg 以下）。

然后将样品转移至加热的粘度计毛细管中，令样品在一定时间内熔化，控制压力，用活塞缓缓推动熔融样品在管中移动。

数值的测量和计算均由粘度计自动完成，IV 值通过特性参数的校正值来计算。

B.3 测试设备

- 粘度计毛细管
- 真空干燥箱
- 真空泵
- 样品瓶及样品瓶架
- 实验室研磨机
- 氮气瓶
- 天平（精确至 0.0001g）
- 防护眼镜、防护手套、护耳用具

B.4 安全措施

应遵循相关的实验室安全防护规则。

- 实验期间，需一直佩戴防护眼镜。
- 在电流计附近工作时，务必穿戴防护手套。
- 样品预处理需用到研磨机，操作时注意刀片锋利，应佩戴防护眼镜及护耳用具。

B.5 测量

测量时应遵循毛细管粘度计的使用规则，将样品浸泡。

B.5.1 样品制备

- 样品
颗粒或者碎片 Xg，用实验室研磨机将其研磨成粉末。
- 干燥

将样品置于真空干燥箱，在 150°C 至 160°C 之间干燥 2—16 小时，时间和温度可根据样品状态而定（最终目的是将 PET 干燥至 30mg/Kg 以下）。

B.5.2 打开粘度计

按照粘度计说明书操作。使用以下 PET 特定操作建议：

- 活塞承重量: 2.16kg
- 测试温度: 285℃
- 样品质量: 8g-12g
- 预热时间: 60s-360s

B.5.3 编辑、打印最终结果

B.5.4 清洗毛细管

安全警示——使用防护手套及护眼用具。

B.6 结果

数值的测量和计算均由粘度计自动完成, IV 值通过特性参数的校正值来计算, 直接由粘度计给出。

注1: 优化测试方法。使用树脂粘度计测量, 将测量值与真值相对照。

注2: 样品中残留的水分会使测量的粘度值偏小。

注3: 装载时样品包装不完整, 会影响结果的准确性。

注4: 样品装载的不连续也会影响结果的准确性。

附 录 C
(规范性附录)
残余湿度 (水分含量) 测量的重量分析法

C.1 总则

此附录描述了一种水分含量的测量方法, 针对消费后 PET 化合物的碎片。

C.2 原理

将特定重量的样品放入 150°C 的空气循环干燥箱中。待水分挥发后, 测量样品的重量损失量, 即可得水分含量。

C.3 装置

C.3.1 天平, 精确至 0.0001g。

C.3.2 瓷坩埚, 80ml-90ml。

C.3.3 干燥器

C.3.4 干燥箱, 带有空气循环机, 最高温度为 250°C。

C.4 警告

从干燥箱中取出样品时, 应戴隔热手套。

C.5 步骤

称量 50g 样品置于经干燥和恒重的铂坩埚中, 称量容器重量及样品重量。将装有样品的坩埚放入干燥箱中, 在 150°C 下放置 4 天。将坩埚取出后, 在干燥器内放置 30 分钟, 用天平再次称量。减去容器重量, 得到干燥样品的重量, 样品干燥前后重量的差值即为所测值。

C.6 结果的表示

含水量是以百分数的形式表示, 表达式如下:

$$(m_0 - m_1) \times 100 / m_0 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

m_1 为样品干燥后的质量, g。

m_0 为样品干燥前的质量, g。

C.7 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- a) 检测方法参照 EN 15348:2007；
- b) 样品测定所需的所有信息；
- c) 测试结果；
- d) 样品质量；
- e) 附加的步骤，以及与本步骤不同的内容。

附 录 D
(规范性附录)
残余杂质的快速测定方法

D.1 总则

此附录描述了一种测定 PET-R 碎片中杂质含量的方法。

- PVC
- 聚烯烃
- 胶状物及其他聚合物
- 其他杂质

D.2 原理

将特定重量的样品放入 220℃ 的空气循环干燥箱中。

在此热处理过程中，各种杂质将发生分解现象，出现褪色，可以与样品分离开。此过程中发生的变化如：

- PVC 褪色，可与样品分离开。
- 聚烯烃熔化并着色，可与样品分离开。
- 胶状物及其他聚合物熔化并着色，可与样品分离开。
- 其他杂质也会发生变化，如金属颜色会变等。

D.3 装置

D.3.1 干燥箱，带有空气循环机，最高温度为250℃。

D.3.2 技术天平，精确至0.1g。

D.3.3 分析天平，精确至0.0001g。

D.4 步骤

准确称量 1000g 样品碎片，精确至 0.1g，记录数据。将碎片均匀地装入铝制容器或其他金属容器中。将容器放入预热至 220℃ 的真空干燥箱，放置 1 小时后，取出并冷却，准确观察。

——将黑色焦状颗粒分离出来，用分析天平称量其质量，记为 m_1 。

——瓶盖上的聚烯烃可以根据其形状、厚度等特征鉴别，将褪色发黄或熔化发粘的颗粒分离出来，用分析天平称量其质量，记为 m_2 。

——将发生分解的胶状球形聚合物分离出来，用分析天平称量其质量，记为 m_3 。

——按照以下描述，分理出其他杂质：

纤维和纸=外观：棕褐色，有被烧的迹象；

金属=外观：灰白，光亮。

将分离出的物质（纤维、纸、金属）用分析天平称量其质量，记为 m_4 。

D.5 结果的表示

D.5.1 PVC 的总含量, mg/Kg, 公式如下:

$$m_1 \times 10^6 / m_0 \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

m_1 为褪色颗粒的质量, g;

m_0 为样品初始质量, g;

D.5.2 聚烯烃的总含量, mg/Kg, 公式如下:

$$m_2 \times 10^6 / m_0 \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

m_2 为聚烯烃颗粒的质量, g;

m_0 为样品初始质量, g;

D.5.3 胶状聚合物的总含量, mg/Kg, 公式如下:

$$m_3 \times 10^6 / m_0 \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

m_3 为发黄颗粒的质量, g;

m_0 为样品初始质量, g;

D.5.4 聚烯烃的总含量, mg/Kg, 公式如下:

$$m_4 \times 10^6 / m_0 \dots\dots\dots (D.4)$$

式中:

m_4 为聚烯烃颗粒的质量, g;

m_0 为样品初始质量, g;

D.6 检测报告

检测报告应包括以下内容:

- a) 检测方法参照 EN 15348:2007;
- b) 样品测定所需的所有信息;
- c) 测试结果;
- d) 附加的步骤, 以及与本步骤不同的内容。

附 录 E
(资料性附录)
残余碱度的电位测定法

E.1 总则

此附录描述了一种测定消费后再生化合物 PET 碎片残余碱度的测量方法。

E.2 原理

取一定质量的样品，加入一定体积的蒸馏水，搅拌并混合均匀。由于碎片表面残余碱性物质，水的 pH 会升高，用玻璃电极测量其 pH。

E.3 装置

E.3.1 磁力搅拌器；

E.3.2 技术天平，精确至0.1g；

E.3.3 烧杯，1000ml；

E.3.4 量筒，500ml；

E.3.5 装有玻璃电极的pH计。

E.4 试剂

蒸馏水

E.5 步骤

调整好 pH 计，备好已知 pH 值的缓冲溶液。准确称取 100g 样品，装入 1000ml 烧杯中，加入 500ml 蒸馏水，准确测量 PH；其值应在 6-8 之间。搅拌 10 分钟，确保所有碎片浸没在水中。

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。

E.6 结果的表示

记录下溶液的 pH 值，另记录蒸馏水的初始 pH 值用来做对比。

E.7 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- a) 检测方法参照 EN 15348:2007；
- b) 样品测定所需的所有信息；

- c) 测试结果;
- d) 附加的步骤, 以及与本步骤不同的内容。

附 录 F
(资料性附录)
经过滤的不溶性杂质的测定方法

F.1 总则

此附录描述了一种消费后再生 PET 化合物碎片中不溶性杂质的测量方法，目的是为了评价污染物的含量（如铝、纸、炭化 PVC 等）。

F.2 原理

熔融聚合物挤出过程中的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测量样品的纯度。

F.3 装置

单螺杆挤出剂，可控制挤出温度，附有齿轮输油泵、温度及压力记录器、金属过滤网（网孔尺寸为 35 微米）。

F.4 步骤

将网孔尺寸为 35 微米的金属过滤网安装在挤出口处。根据挤出机的型号，将齿轮输油泵调至最佳工作状态。预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，记录过滤器处的压力，当各参数稳定时，每隔 2 到 3 小时记录一次压力。

F.5 结果的表示

测试结果以压力的变化来表示，公式如下：

$$\Delta P = (P - P_0) \times Q_p / M_p \times A \dots\dots\dots (F.1)$$

式中：

P 为 t 时间后的压力，bars；

P_0 为初始压力，bars；

Q_p 为熔融聚合物的流速；

M_p 为 t 时间内挤出聚合物的质量，kg；

A 为滤网的面积， cm^2 。

F.6 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- a) 检测方法参照 EN 15348:2007；
- b) 挤出机的型号；

- c) 被测聚合物的流速；
- d) 滤网面积；
- e) 样品测定所需的所有信息；
- f) 测试结果；
- g) 附加的步骤，以及与本步骤不同的内容。