

中华人民共和国国家标准

GB/T 29284—2012

聚 乳 酸

Poly (lactic acid)

2012-12-31 发布

2013-09-01 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由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：浙江海正生物材料股份有限公司、河南金丹乳酸科技有限公司、轻工业塑料加工应用研究所、中科院长春应用化学研究所、四川大学环保型高分子材料国家地方联合工程实验室、同济大学、四川琢新生物材料研究有限公司、南通九鼎生物工程有限公司、深圳市光华伟业实业有限公司、国家塑料制品质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：翁云宣、陈学思、陈志明、卢秀剑、董丽松、王玉忠、崔耀军、于培星、任杰、袁明龙、阮刘文、杨义浒、边新超。

聚 乳 酸

1 范围

本标准规定了聚乳酸树脂的术语和定义、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于以乳酸或丙交酯为原料,经聚合得到的聚乳酸(以下简称 PLA)树脂。

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 1033.1—2008 塑料 非泡沫塑料密度的测定 第1部分:浸渍法、液体比重瓶法和滴定法

GB/T 1040.2—2006 塑料 拉伸性能的测定 第2部分:模塑和挤塑塑料的试验条件(ISO 527-2:1993, IDT)

GB/T 1843—2008 塑料 悬臂梁冲击强度的测定

GB/T 2547—2008 塑料 取样方法

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 9352—2008 塑料 热塑性塑料材料试样的压塑

GB 17931—2003 瓶用聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)树脂

GB/T 19276.1—2003 水性培养液中材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定密闭呼吸计中需氧量的方法

GB/T 19276.2—2003 水性培养液中材料最终需氧生物分解能力的测定 采用测定释放的二氧化碳的方法

GB/T 19277.1—2011 受控堆肥条件下材料最终需氧生物分解和崩解能力的测定 采用测定释放的二氧化碳的方法 第1部分:通用方法

GB/T 19466.2—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第2部分:玻璃化转变温度的测定

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

聚乳酸 poly (lactic acid); polylactide

以乳酸或乳酸的二聚体丙交酯为单体由化学合成得到的,具有图1所示化学结构式的聚合物。

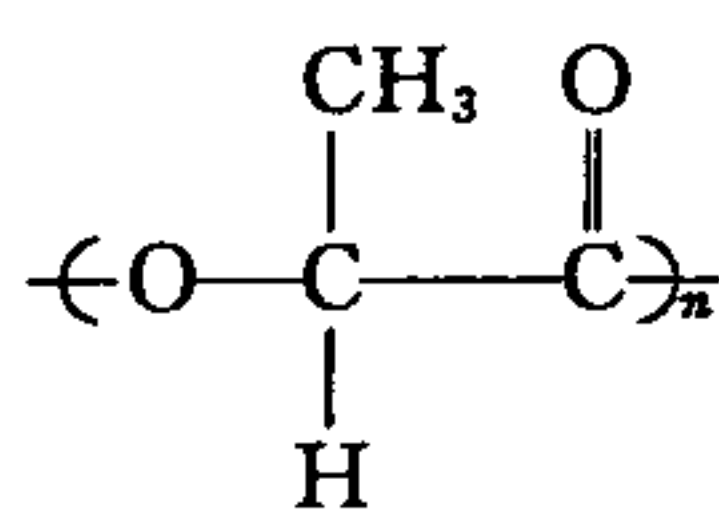


图1 聚乳酸化学结构式

4 要求

PLA 树脂性能要求见表 1。

表 1 PLA 树脂性能要求

序号	检验项目		要求
1	感观		一般为透明或半透明颗粒,无异味,无异物
2	水分/%		≤0.05
3	密度/(g/cm ³)		1.25±0.05
4	熔体质量流动速率 [MFR/(g/10 min)] 偏差(2.16 kg)/%	MFR<5	±0.5
		5≤MFR<10	±2
		10≤MFR<20	±5
		MFR≥20	±10
5	熔点/℃		≥125
6	玻璃化转变温度/℃		≥50
7	拉伸强度/MPa		≥45
8	缺口冲击强度/(kJ/m ²)		≥1
9	生物分解率/%		≥60
10	灼烧残渣/%		≤0.3
11	正己烷提取物/%		≤2
12	挥发性物质含量/%		≤0.5
13	特性粘度偏差/(dL/g)		±0.02
14	重均分子量偏差/%		±20
注 1: 10~12 项检验项目仅当树脂被用于加工成食品用包装材料时进行检验。 注 2: 13~14 项为可选择项(有要求时,一般情况下两者中有其中一项要求即可)。 注 3: 对表中未列出的性能要求如弯曲强度、断裂标称应变等,感兴趣各方可以协商确定具体技术要求和试验方法。			

5 试验方法

5.1 试样的制备

70 °C 的真空干燥 PLA 树脂,使其水分在 0.02% 以下。

按 GB/T 9352—2008 规定进行。选用塑料式模具和 A 冷却方法,即平均冷却速率为 10 °C/min±5 °C/min,模塑温度 190 °C。

5.2 试样状态调节和试验的环境

按 GB/T 2918—1998 中的标准环境(23 °C±2 °C、50%±10% RH)进行,并在此条件下进行试验。状态调节时间应大于 4 h。

5.3 感观

正常光线和室内环境下进行。

5.4 水分

5.4.1 方法 1

称取 1 g 样品(精确至 0.000 1 g),放入 90 °C 烘干至恒重的称量瓶内,在 70 °C 真空干燥箱内烘至少 4 h 后,放入干燥器中冷却至室温后称量,再放入真空干燥箱内烘 0.5 h,冷却后称量,直至前后两次称量之差 $\leq 0.000 3$ g,即为恒重,记下称量结果。

结果按式(1)计算:

$$\Delta w = \frac{w - (w_1 - w_2)}{w} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

Δw ——水分含量, %;

w ——称取的 PLA 质量,单位为克(g);

w_1 ——烘干后 PLA 和称量瓶的总质量,单位为克(g);

w_2 ——称量瓶质量,单位为克(g)。

5.4.2 方法 2

把铝盘放入热天平中 105 °C 烘干,调零,快速加入样品 10 g~15 g,105 °C 加热 15 min,计算加热损失的质量分数,即为水分含量。

产品在仲裁检验时,水分试验按方法 1 进行。

5.5 密度

用 5.1 规定,制得样条。按 GB/T 1033.1—2008 中 A 方法进行。

5.6 熔体质量流动速率偏差

熔体质量流动速率按 GB/T 3682—2000 规定进行,试验温度 190 °C,标称负荷 2.16 kg。

取 50 g 样品在真空烘箱中 90 °C 烘 4 h,取出后立即试验,得到熔体质量流动速率。

按式(2)计算熔体质量流动速率偏差。

$$\epsilon = \frac{MFR_1 - MFR_0}{MFR_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ϵ ——熔体质量流动速率偏差, %;

MFR_1 ——熔体质量流动速率测试算术平均值,单位为克每十分钟(g/10 min);

MFR_0 ——标识的熔体质量流动速率,单位为克每十分钟(g/10 min)。

5.7 熔点

按 GB/T 19466.3—2004 进行。

5.8 玻璃化转变温度

按 GB/T 19466.2—2004 进行。

5.9 拉伸强度

用 5.1 规定,制得样条。按 GB/T 1040.2—2006 规定进行,采用 1A 型试样,试验速度为 50 mm/min。

5.10 缺口冲击强度

按 GB/T 1843—2008 进行。

5.11 生物分解率

按 GB/T 19277.1—2011 或 GB/T 19276.1—2003 或 GB/T 19276.2—2003 执行。产品在仲裁检验时,采用 GB/T 19277.1—2011。

5.12 灼烧残渣

5.12.1 方法 1

称取 5.0 g~10.0 g 试样,放于已在 800 °C 灼烧至恒重的坩埚中 4 h,再放于 650 °C 马弗炉内灼烧 2 h,冷后取出,放干燥器内冷却 30 min 称量,再放进马弗炉内,于 650 °C 灼烧 30 min,冷却称量,直至两次称量之差不超过 0.002 g。

按式(3)计算结果。

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- X —— 试样的灼烧残渣, %;
- m_1 —— 坩埚加残渣质量,单位为克(g);
- m_2 —— 空坩埚质量,单位为克(g);
- m_3 —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

5.12.2 方法 2

称取 5 mg~10 mg 试样,用热重分析仪空气中测定,升温速率 10 °C/min,升温至 650 °C,计算 650 °C 的残余量质量分数。

产品在仲裁检验时,灼烧残渣试验按方法 1 进行。

5.13 正己烷提取物

称取约 1.00 g~2.00 g 试样,于 250 mL 回流冷凝器的烧瓶中,加 100 mL 正己烷,接好冷凝管,于水浴中加热回流 2 h,立即用快速定性滤纸过滤,用少量正己烷洗涤滤器及试样,洗液与滤液合并。将正己烷放入已恒量的浓缩器的小瓶中,浓缩并回收正己烷,残渣于 100 °C~105 °C 干燥 2 h,在干燥器中冷却 30 min,称量。

按式(4) 计算结果。

$$y = \frac{W_1 - W_2}{W_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- y —— 试样中正己烷的提取物, %;
- W_1 —— 残渣加浓缩器小瓶的质量,单位为克(g);
- W_2 —— 浓缩器的小瓶质量,单位为克(g);

W_3 —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

5.14 挥发性物质

将敞口称量瓶置于温度为 $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱内放置 1 h,取出后马上放入室温下的干燥器内,冷却放置 1 h,然后用精度为 0.1 mg 天平称量(v_1)。

称取 10.00 g 左右试样,放入已恒量的称量瓶中,然后置于温度为 $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱内放置 1 h,取出后马上放入室温下的干燥器内,冷却放置 1 h,称量(v_2)。

将上述称量后的称量瓶和试样再放入温度为 $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥箱内放置 4 h,在干燥器内冷却放置 1 h,称量(v_3)。

按式(5)计算挥发性物质含量。

$$\Delta v = \frac{v_2 - v_3}{v_2 - v_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

Δv —— 挥发性物质含量, %;

v_2 —— 挥发前试样加称量瓶的质量,单位为克(g);

v_3 —— 挥发后试样加称量瓶的质量,单位为克(g);

v_1 —— 称量瓶的质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%,结果取两次测定结果的平均值。

5.15 特性粘度偏差

特性粘度测试按 GB 17931—2003 的附录 A 进行,溶剂为三氯甲烷。

按式(6)计算特性粘度偏差。

$$\Delta[\eta] = [\eta]_1 - [\eta]_0 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$\Delta[\eta]$ —— 特性粘度偏差,单位为分升每克(dL/g);

$[\eta]_1$ —— 特性粘度测试值,单位为分升每克(dL/g);

$[\eta]_0$ —— 标识的特性粘度,单位为分升每克(dL/g)。

5.16 重均分子量及其偏差

重均分子量用凝胶色谱法(GPC)测得。

按式(7)计算重均分子量偏差。

$$\Delta M = \frac{M_1 - M_0}{M_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

ΔM —— 重均分子量偏差, %;

M_1 —— 重均分子量测试值;

M_0 —— 标识的重均分子量。

6 检验规则

6.1 组批

按同一原料、同一配方、同一工艺生产的产品为一批次，同一批次不超过 50 t。

6.2 抽样

按表 2 抽取样品。

表 2 取样方法

批量范围/包或袋	样本大小/包或袋
1~25	3
26~150	5
151~500	8
>500	13

按 GB/T 2547—2008 规定进行，每包取样 200 g~300 g，样品分别装入两个干燥、洁净的铝塑袋或可密封的广口瓶中，封好袋口，贴上标签，一份进行分析，另一份保存备查。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为感官、水分、熔体质量流动速率。

6.4 型式检验

型式检验为本标准中除生物分解率外的全部项目，一般情况下一年进行一次型式检验。若有以下情况之一，应进行型式检验：

- a) 新产品试制和生产定型时；
- b) 原料及生产工艺有较大变动可能影响产品性能时；
- c) 停产半年以上恢复生产时；
- d) 出厂检验和上次型式检验有较大差异时；
- e) 国家质量技术监督部门有要求时。

6.5 判定规则

当检验结果中，有一项检验项目不合格时，应重新自同批产品中抽取两倍量的样本复验不合格项，以复验结果为准，有一项不合格，则判整批为不合格产品。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 包装袋上应标识：

- a) 本标准号；
- b) 产品名称；
- c) 生产厂名；

- d) 批号或生产日期;
- e) 净重。

7.1.2 包装袋或说明书或检验合格证上应标识:

- a) 熔体质量流动速率、特性粘度或重均分子量;
- b) 树脂用途,如注塑、挤片、吹膜等;
- c) 保质期。

7.2 包装

应密封包装,宜充氮保护,包装应能防潮,例如采用内包装为铝塑复合或塑料袋,外包装为纸袋或编织袋等包装方式。

7.3 运输和贮存

在装卸过程中严禁使用铁勾等锐利工具,切忌抛掷以免损坏包装袋,运输时,不得在阳光下曝晒或雨淋,不得与沙土、碎金属、煤炭等混合装运,更不可与有毒物品、腐蚀性物品以及易燃物混装。运输时产品环境温度不宜超过 40 ℃。

应存放在通风、干燥的仓库内,应远离火源,防止阳光直接照射,不得露天堆放。贮存时产品环境温度不应超过 40 ℃。
