



中华人民共和国国家标准

GB/T 17932—1999

膜级聚酯切片

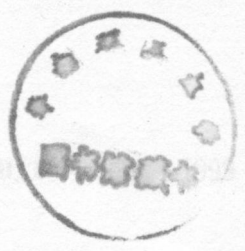
Film grade polyester chip



1999-12-24 发布

2000-07-01 实施

国家质量技术监督局 发布



膜级聚酯切片

前言

本标准技术指标主要参考国内外膜级聚酯切片生产产品质量水平制定。产品分膜级有光聚酯切片和膜用母料聚酯切片两类，产品等级分一等品和合格品两个等级。

本标准试验方法中，特性粘度测定等效采用 ISO 1628-5:1998《塑料 用毛细管粘度计测量聚合物稀溶液的粘度 第5部分：热塑性均聚和共聚聚酯》及等同采用 GB/T 14190—1993《纤维级聚酯切片分析方法》，熔点、端羧基、色值、二甘醇、水分、灰分、异状切片、凝集粒子的测定采用 GB/T 14190—1993。

本标准自 2000 年 7 月 1 日起实施。

本标准由国家纺织工业局提出。

本标准由上海化学纤维(集团)有限公司归口。

本标准起草单位：仪征化纤股份有限公司佛山聚酯公司。

本标准主要起草人：李敏嘉、胡俊祥、李智泉、黄玉波。

3 定义

- 3.1 膜级有光聚酯切片，指有加入添加剂的膜级聚酯切片。
- 3.2 膜级母料聚酯切片，指有添加剂的膜级聚酯切片。
- 3.3 色值 L、a、b 指在标准光源下测定的颜色值。
- 3.4 异状切片，指因分子或分子正常切片的缺陷，或杂质、杂质含量过大，或等于正常切片二倍者及其以上者。
- 3.5 凝集粒子指切片中大于或等于 10 μm 的粒子。

4 要求

- 4.1 外观，为大小均匀的颗粒，无杂质、杂质粒子和异状。
- 4.2 膜级有光聚酯切片应符合表 1 要求。

中华人民共和国国家标准

膜级聚酯切片

GB/T 17932—1999

Film grade polyester chip

1 范围

本标准规定了膜级有光聚酯切片和膜用母料聚酯切片的定义、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于膜级均聚有光聚酯切片和添加剂为二氧化硅的膜用母料均聚聚酯切片,其他添加剂的膜用母料聚酯切片可参照使用。

本标准不适用于片材用聚酯切片。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 14190—1993 纤维级聚酯切片分析方法

ISO 1628-1:1998 塑料 用毛细管粘度计测量聚合物稀溶液的粘度 第1部分:一般原理

ISO 1628-5:1998 塑料 用毛细管粘度计测量聚合物稀溶液的粘度 第5部分:热塑性均聚和共聚聚酯

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 膜级有光聚酯切片:没有加入添加剂的膜级聚酯切片。

3.2 膜用母料聚酯切片:加有添加剂的膜级聚酯切片。

3.3 色度 b 值:CIE 标准中物质由蓝色到黄色的程度。

3.4 异状切片:长度长于或等于正常切片的四倍,或厚度、宽度或直径大于或等于正常切片二倍者及其他异常的聚酯切片。

3.5 凝集粒子:聚酯切片中大于或等于 10 μm 的粒子。

4 要求

4.1 外观:为大小均匀的颗粒,无异色、碳黑粒子和异物。

4.2 膜级有光聚酯切片质量指标应符合表 1 要求。

表 1 膜级有光聚酯切片质量指标

序 号	项 目	单 位	指 标	
			一 等 品	合 格 品
1	特性粘度	dL/g	$M_1 \pm 0.015$	$M_1 \pm 0.020$
2	熔点	℃	≥ 259	≥ 257
3	端羧基	mol/t	≤ 35	≤ 40
4	色度 b 值	—	$M_2 \pm 2.0$	$M_2 \pm 2.5$
5	二甘醇	%	≤ 1.4	≤ 1.6
6	水分	%	≤ 0.4	
7	异状切片	%	≤ 0.4	≤ 0.6

注：M₁、M₂ 为中心值，由供需双方确定，确定后不得任意变更。

4.3 膜用母料聚酯切片质量指标应符合表 2 要求。

表 2 膜用母料聚酯切片质量指标

序 号	项 目	单 位	指 标	
			一 等 品	合 格 品
1	特性粘度	dL/g	$M_1 \pm 0.015$	$M_1 \pm 0.020$
2	熔点	℃	≥ 259	≥ 257
3	端羧基	mol/t	≤ 35	≤ 40
4	色度 b 值	—	$M_2 \pm 2.0$	$M_2 \pm 2.5$
5	二甘醇	%	≤ 1.4	≤ 1.6
6	水分	%	≤ 0.4	
7	灰分(含添加剂和 改性催化剂)	%	$M_3 \pm 0.025$	
8	异状切片	%	≤ 0.4	≤ 0.6
9	凝集粒子	个/mg	≤ 1.0	≤ 6.0

注

1 M₁、M₂ 为中心值，由供需双方确定，确定后不得任意变更。

2 M₃ 为添加剂和改性催化剂的总量。

5 试验方法

5.1 特性粘度的测定

5.1.1 苯酚/邻二氯苯(1：1)法(等效采用 ISO 1628-5:1998)

5.1.1.1 原理

在(25.00±0.05)℃测定空白溶剂和浓度为 0.005 g/mL 的聚酯溶液的流出时间，由这些测定值和已知溶液的浓度计算聚酯切片特性粘度，本方法中动能校正系数是很小的，可不予考虑。

5.1.1.2 试剂与溶剂

- a) 苯酚：分析纯、重蒸提纯；
- b) 邻二氯苯：分析纯、重蒸提纯。

5.1.1.3 仪器

- a) 恒温水浴: $(25.00 \pm 0.05)^\circ\text{C}$;
- b) 乌式粘度计: ISO 1628-1 中的 Ic 型毛细管粘度计, 毛细管直径 0.73 mm, 纯溶剂空白值 $> 80\text{ s}$;
- c) 加热装置: $90 \sim 100^\circ\text{C}$ 蒸汽浴(或恒温电磁搅拌加热器);
- d) 移液管: 50.00 mL;
- e) 分析天平: 感量 0.000 1 g;
- f) 锥形瓶: 100 mL, 带磨口玻璃塞;
- g) 研磨机: 能将样品研磨至粒径 0.5 mm 左右;
- h) 不锈钢滤网($63 \sim 90\text{ }\mu\text{m}$ 标准孔)或砂芯漏斗($40 \sim 100\text{ }\mu\text{m}$);
- i) 秒表: 最小分度值为 0.01 s 或自动粘度计自动计时。

5.1.1.4 试验步骤

5.1.1.4.1 混合溶剂: 将重蒸提纯好的苯酚/邻二氯苯按质量比 1:1 混合(称量精度为 1%), 标定好 [在 25°C 条件下溶液密度控制在 $(1.175 \pm 0.003)\text{ g/mL}$] 贮存于棕色试剂瓶中, 置于暗处。如流出时间比配制时的流出时间值大于 1% 时, 则该溶剂报废。

5.1.1.4.2 测定纯溶剂流出时间(空白值)

将约 17 mL 混合溶剂经不锈钢滤网($63 \sim 90\text{ }\mu\text{m}$ 标准孔)或砂芯漏斗($40 \sim 100\text{ }\mu\text{m}$)过滤后充入乌式粘度计中, 置于 $(25.00 \pm 0.05)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中, 恒温 15~20 min, 测定纯溶剂流出时间, 取五次测定值(连续测定的偏差不超过 0.1 s)的算术平均值为流出时间 t_0 。

5.1.1.4.3 试样的测定

将约 5 g 干燥的样品用液氮冷却 10 min, 取出, 经研磨机粉碎过筛后取 30~40 目的样品为试样。准确称取 0.250 0 g 试样于 100 mL 三角锥形瓶中, 加入 50.00 mL 混合溶剂, 上紧塞。在 $90 \sim 100^\circ\text{C}$ 蒸汽浴中(或恒温电磁搅拌加热器上)加热至完全溶解(不得超过 30 min), 冷却至室温, 用不锈钢滤网($63 \sim 90\text{ }\mu\text{m}$ 标准孔)或砂芯漏斗($40 \sim 100\text{ }\mu\text{m}$)过滤后, 将此试样溶液约 17 mL 充至乌式粘度计中, 置于 $(25.00 \pm 0.05)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中, 恒温 15~20 min, 测定其流出时间, 重复测定三次, 各次测定流出时间偏差不得大于 0.2 s, 取其算术平均值为流出时间 t 。

5.1.1.4.4 结果计算

$$VN = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$[\eta] = \frac{VN}{1 + K \cdot c \cdot VN} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: t ——试样溶液流出时间, s;

t_0 ——纯溶剂流出时间, s;

c ——试样溶液浓度, g/mL;

VN ——粘数, mL/g;

K ——经验常数, 见附录 A;

$[\eta]$ ——试样特性粘度, dL/g。

测定结果计算到小数点后四位, 按 GB/T 8170 修约到小数点后三位。

5.1.2 苯酚/四氯乙烷(1:1)法

按 GB/T 14190—1993 中 3.1 的规定。

5.2 熔点的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.3 的规定。

5.3 端羧基的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.4 的规定。

5.4 色度的测试

按 GB/T 14190—1993 中 3.5 的规定。

5.5 二甘醇的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.12 的规定。

5.6 水分的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.7 的规定。

5.7 灰分的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.10 的规定。

5.8 异状切片的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.8 的规定。

5.9 凝集粒子的测定

按 GB/T 14190—1993 中 3.6 的规定。

注：凝集粒子判别方法：

在自然光下观察，二氧化硅为浅黄色小点，凝集粒子为周边不规则浅黄色中间偏黑。

在偏振光下观察，二氧化硅为半透明晶体，凝集粒子为周边不规则半透明中间偏黑的粒子。

6 检验规则

6.1 检验项目

表 1 中的 5~7 项和表 2 中的 5~9 项为定期检验项目，根据生产情况定期检验；其余为出厂检验项目，每批产品都必需进行逐项检验。

6.2 分批规则

6.2.1 每批产品必须是原料、辅助原料、工艺条件和产品规格相同。

6.2.2 工艺异常时，应分批包装，另加明显标志。

6.3 取样方法

6.3.1 取样件(包)数的确定按 GB/T 6678—1986 中 6.6.1 的规定。

6.3.2 件装的取样方法按 GB/T 6679—1986 中 2.3.1.1 的规定；散装的取样方法按 GB/T 6679—1986 中 2.3.1.2 的规定；出厂检验时取样量约 500 g；仲裁时取样量为 1 000 g。

6.4 判定规则

6.4.1 本产品分为一等品、合格品二个等级。

6.4.2 第 4 章中的各个项目均为定等项目，以最低项的等级定为该批产品的等级，达不到合格品等级的为不合格品。

6.4.3 各项指标的检验结果，以各次测试结果的算术平均值表示。各项指标的有效数字按照 GB/T 8170 数值修约规则处理。

6.4.4 测试平行误差小于允许误差时，样品测试数值以一次测定为准，不允许复测。只有当测试人员发现操作或仪器异常，经采取措施后，由测试人员用原样复测，以复测结果作为检验结果。

6.5 复验规则

6.5.1 使用单位验收或检验机构抽检及复验均按本标准进行。

6.5.2 验收时如发现产品质量或数量不符合产品检验单或码单时，在货到使用单位的三个月内向生产厂提出复验，若该批产品数量已缺少三分之一以上时，不得申请复验。

6.6 任何一方对验收结果有异议时均可提出复验，仲裁单位应按本标准进行复验，其结果为最终结果，仲裁费用由责任方承担。

6.7 如因运输、保管等原因而影响品质时，应查明责任，由责任方负责。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

本产品外包装上应有明显标志,标志内容包括:商标、厂名、厂址、产品名称、品种、规格、等级、净重、批号、包装日期、标准号等标志。

7.2 包装

本产品包装可分袋装、槽车装两种形式。袋装产品用聚乙烯加厚薄膜内袋及聚烯烃柔性集装袋外袋包装,也可采用槽车装运。

7.3 运输

本产品可用一般交通运输工具运输,条件许可宜用集装箱运输,装卸时不得抛卸,以防破损。采用任何形式运输时,应有一定的防护措施,严格防止产品的潮湿、污染、破损。

7.4 贮存

本产品应置于阴凉、干燥、通风处贮存。

附录 A
(标准的附录)

K 值的测定

A1 试剂与溶剂

- A1.1 苯酚:分析纯,重蒸提纯;
- A1.2 邻二氯苯:分析纯,重蒸提纯;
- A1.3 混合溶剂:将一份质量的苯酚与一份质量的邻二氯苯充分混匀后贮存于棕色试剂瓶中,密度控制在 (1.175 ± 0.003) g/mL 范围内,避光保存。

A2 操作步骤

- A2.1 将约 17 mL 经过滤的混合溶剂充入乌氏粘度计中,并将其置于 $(25 \pm 0.05)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中保持 $(15 \sim 20)$ min,测定溶剂的流出时间,测定次数为五次,连续测定的偏差不得超过 0.1 s,取五次测定值的算术平均值作为溶剂的流出时间 t_0 。
- A2.2 分别称取 0.050 0, 0.150 0, 0.250 0, 0.350 0, 0.450 0 g 的试样于五只 100 mL 的锥形瓶中,分别加入 50.00 mL 混合溶剂,上紧塞,加热并搅拌(温度控制在 $90 \sim 100^\circ\text{C}$)至试样完全溶解(时间不超过 30 min),冷却至室温,分别将约 17 mL 试液过滤后充入乌氏粘度计中,并将其置于 $(25 \pm 0.05)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中恒温 $(15 \sim 20)$ min,测量试液的流出时间,重复测量三次,连续测定的流出时间偏差不得大于 0.2 s,取其三次测定值的算术平均值作为试液流出时间 t 。

A3 结果处理

$$VN = \frac{t - t_0}{t_0 c} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: VN——粘数, mL/g;
 t_0 ——空白溶剂的流出时间, s;
 t ——样品溶液的流出时间, s;
 c ——试样溶液的浓度, g/mL。

以各个浓度为横坐标,相对应的粘数为纵坐标作曲线(见图 A1),取得其纵坐标截距即为该样的特性粘度 $[\eta]$ 。

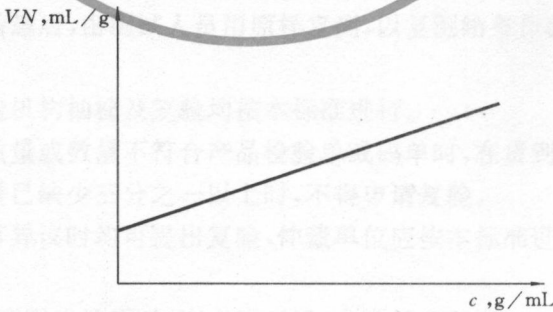


图 A1 粘数-浓度曲线

$$K = \frac{VN_2 - VN_1}{VN_2 \cdot VN_1 \cdot (c_2 - c_1)} \dots\dots\dots (A2)$$

- 式中：K——经验常数；
c₁——溶液浓度,g/mL；
VN₁——c₁ 对应的粘数,mL/g；
c₂——溶液浓度,g/mL；
VN₂——c₂ 对应的粘数,mL/g。

在此曲线上选择 c₁=0 时对应的 VN₁=[η],即图 A1 中纵坐标的截距,及 c₂=0.005 0 时对应的 VN₂ 即图 A1 中 c₂ 对应的纵坐标两点,计算 K 值。

