

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T XXX—202X

聚乳酸用稀土增韧改性剂

Rare earth toughening modifier for polylactic acid

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会 SAC/TC 229 提出并归口。

本文件起草单位：包头稀土研究院、北方稀土瑞泓（包头）新材料科技有限责任公司、浙江海正生物材料股份有限公司、江西禾尔斯环保科技有限公司、内蒙古北方稀土新材料创新技术有限公司

本文件主要起草人：曹鸿璋、曹露雅、于晓丽、韩德全、王慧、白雪、朱荣华、陈志明、翟国强、高婉琴、赵静、韩智慧

聚乳酸用稀土增韧改性剂

1 范围

本文件规定了聚乳酸用稀土增韧改性剂产品的分类与牌号、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于以镧、铈、钕等轻稀土化合物与其他化合物复配而成的聚乳酸用稀土增韧改性剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件，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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16913-2008 粉尘物性试验方法

GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法

GB/T 27761-2011 热重分析仪失重和剩余量的试验方法

GB/T 28724 固体有机化学品熔点的测定 差示扫描量热法

GB/T 37631 化学纤维 热分解温度试验方法

GB/T 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

GB/T 39560.5-2021 电子电气产品中某些物质的测定 第5部分：AAS、AFS、ICP-OES和ICP-MS法测定聚合物和电子件中镉、铅、铬以及金属中镉、铅的含量

GB/T 39560.702-2021 电子电气产品中某些物质的测定 第7-2部分：六价铬 比色法测定聚合物和电子件中的六价铬[Cr(VI)]

HG/T 3072 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 吸油值的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

稀土增韧改性剂 rare earth toughening modifier

以镧、铈、钕等轻稀土化合物为关键功能成分，与其它化合物复配而成，用于提高聚乳酸（PLA）拉伸性能的助剂。

3.2

吸油值 oil absorption value

在规定试验条件下，使一定量 REO 样品刚好形成均匀、不松散、无游离油的膏状团块时，所需要的邻苯二甲酸二丁酯（DBP）体积，以单位质量样品消耗油的体积计，用来表征 REO 粒子的聚集程度，单位： $10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$ 。

3.3

粉尘堆积密度 bulk density of dust

包括粉尘内部孔隙和粉尘之间空隙在内的单位体积粉尘松散体的质量，用 g/cm³ 表示。

[来源 GB/T 16913-2008 3.5]

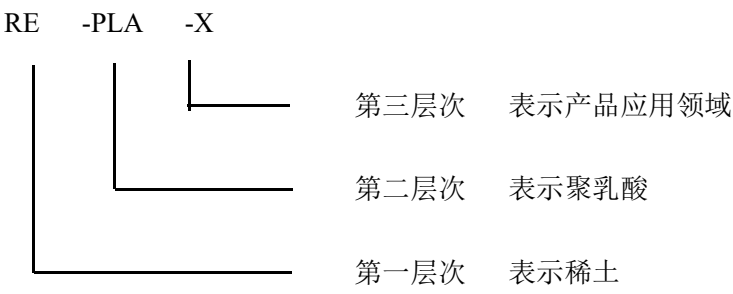
4 分类与牌号

4.1 产品分类

产品根据应用领域分为 RE-PLA-B 和 RE-PLA-Z 两个牌号。

4.2 产品牌号表示方法

产品牌号分为三个层次。第一层次表示稀土，用 RE 表示。第二层次表示产品用于聚乳酸，用 PLA 表示。第三层次表示该产品的应用领域，B 表示用于薄膜制品，Z 表示用于注塑制品。具体表示方法如下：



牌号示例：RE-PLA-B 表示用于薄膜制品的聚乳酸用稀土增韧改性剂。

5 技术要求

5.1 成分组成

稀土增韧改性剂的成分组成见表 1，需方如有特殊要求，供需双方可另行协商。

表 1 成分组成

成分	质量分数 %	
	RE-PLA-B	RE-PLA-Z
REO	5~15	15~30
其他化合物	余量	余量
注：其他化合物均为有机物		

5.2 理化性能

稀土增韧改性剂的理化性能应符合表 2 的规定，需方如有特殊要求，供需双方可另行协商。

表 2 理化性能

产品牌号		RE-PLA-B	RE-PLA-Z
REO吸油值 D_{OAN} $10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$		25~30	
REO粒度	D50 μm	≤ 1.5	≤ 1.7
	D90 μm	≤ 4	≤ 6
熔点 $^{\circ}\text{C}$		≥ 100	≥ 105
起始分解温度 $^{\circ}\text{C}$		≥ 300	
粉尘堆积密度 g/cm^3		0.42 ~ 0.52	0.47 ~ 0.58

5.3 有害物质限量

有害物质限量应符合表3的要求。

表 3 有害物质限量

元素	限量 mg/kg
Pb	< 100
Cd	< 50
Hg	< 50
Cr(VI)	< 100

5.4 外观质量

产品外观为白色粉末，无目视可见杂物。

6 试验方法

6.1 成分组成

稀土（REO）含量的分析方法参照附录 A 中的方法进行。

6.2 理化性能

- 6.2.1 REO 吸油值的测定，按照 HG/T 3072 中的方法进行。
- 6.2.2 REO 粒度的测定，按照 GB/T 19077 规定的方法进行。
- 6.2.3 熔点的测定，按照 GB/T 28724 规定的方法进行。
- 6.2.4 起始分解温度的测定，热失重分析方法按照 GB/T 27761 规定的方法进行测试，起始分解温度的确定，按照 GB/T 37631 规定的方法进行。
- 6.2.5 粉尘堆积密度的测定，按照 GB/T 16913 中 4.3 规定的方法进行。

6.3 有害物质的测定

- 6.3.1 Pb、Cd、Hg 含量的测定，按 GB/T 39560.5-2021 中 ICP-OES 或 AAS 的方法进行。
- 6.3.2 Cr(VI)含量的测定，按 GB/T 39560.702-2021 中规定的方法进行。

6.4 外观质量

在自然散射光下目视检查。

7 检验规则

7.1 检查与验收

- 7.1.1 产品由供方质量检验部门进行检验，保证产品质量符合本文件规定，并填写产品质量证明书。
- 7.1.2 需方应对收到的产品进行检验，如检验结果与本文件规定不符，应在收到产品之日起 1 个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一牌号的产品组成，组批数量应满足供需双方协议需求。

7.3 检验项目

每批产品应进行成分组成、理化性能、有害物质、外观质量的检验。

7.4 取样与制样

- 7.4.1 取样件数按表 4 的规定进行。

表 4 取样件数

件（袋）数	1 ~ 5	6 ~ 50	51 ~ 100	> 100
取样件（袋）数	逐袋	5	件（袋）数的 10% 只进不舍取整数	件（袋）数的平方根 只进不舍取正整数

- 7.4.2 取样方法用四分法缩分至试样所需数量，采样量不得少于 100g，分装于两个清洁、干燥的的包装袋中封口，贴标签并注明生产厂名称、产品名称、采样日期、批号、采样人等，一个用于出厂检验，另一个保存以备复检。

7.5 检验结果的判定

- 7.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

7.5.2 成分组成、理化性能与有害物质测试结果与本文件规定不符时，则从该批产品中取双倍样对不合格项目进行重复试验，如有任意一项结果不合格，则判该批产品为不合格。

7.5.3 外观检验中任一件(袋)与本文件规定不符合时，则判定该件(袋)为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

标志、包装、运输、贮存及随行文件按照 GB/T 39176 的规定进行

附 录 A

(资料性)

聚乳酸用稀土增韧改性剂化学分析方法
稀土总量的测定 草酸盐重量法

A.1 方法原理

试样在 750 °C 马弗炉中灼烧 30 min 后, 用硝酸和氢氟酸分解, 经高氯酸冒烟分解氟化稀土, 以盐酸提取, 在 pH 1.8~2.0 的条件下用草酸沉淀稀土, 于 950 °C 将草酸稀土灼烧成氧化物, 称其质量, 计算稀土总量。

A.2 试剂与材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

A.2.1 硝酸 ($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

A.2.2 氢氟酸 ($\rho = 1.13 \text{ g/mL}$)。

A.2.3 高氯酸 ($\rho = 1.67 \text{ g/mL}$)。

A.2.4 过氧化氢 (30%)。

A.2.5 盐酸溶液 (1+1)。

A.2.6 氨水 (1+1)。

A.2.7 草酸溶液 (100 g/L)。

A.2.8 草酸洗液 (2 g/L)。

A.2.9 精密 pH 试纸 (测试范围 0.5~5.0)。

A.2.10 甲酚红溶液 (2 g/L) (使用 50%乙醇溶液配置)。

A.3 试样

取样后立即称量。

A.4 实验步骤

A.4.1 试料

称取 2.00 g 试样 (A.3), 精确至 0.0001 g。

A.4.2 平行试验

平行做两份试验。

A.4.3 空白试验

随同试料 (A.4.1) 做空白试验。

A.4.4 测定

A.4.4.1 将试料 (A.4.1) 置于 100 mL 石英烧杯中, 于 750 °C 马弗炉中灼烧 30 min, 取出冷却, 加入 5 mL 硝酸 (A.2.1), 1 mL 过氧化氢 (A.2.4), 2 mL 氢氟酸 (A.2.2), 5 mL 高氯酸 (A.2.3), 低温加热至冒高氯酸烟, 待试料溶解完全, 蒸发至 1 mL 左右, 加入 10 mL 盐酸 (A.2.5), 加热使盐类溶解, 取

下冷却至室温，溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤备用。

表 A.1 移取体积

稀土总量质量分数 %	移取体积 mL
>5.00~20.00	50
≥20.00~40.00	25

A.4.4.2 根据表 A.1 移取不同体积的试液(A.4.4.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 100 mL 热水(80~90 °C)，加入近沸的 50 mL 草酸溶液(A.2.7)，加 4~6 滴甲酚红溶液(A.2.10)，用氨水(A.2.6)调至溶液呈橘黄色(pH 1.8~2.0)；或用氨水(A.2.6)、盐酸(A.2.4)和精密 pH 试纸(A.2.9)调节 pH 为 2.0。将溶液于 80 °C~90 °C保温 40 min，冷却至室温，放置 2 h。

A.4.4.3 用慢速定量滤纸过滤，将沉淀全部转移至滤纸上，用草酸洗液(A.2.8)洗涤烧杯 2~3 次并用小块滤纸擦净烧杯，洗涤沉淀 8~10 次。将沉淀连同滤纸放入 950 °C灼烧至质量恒定的铂坩埚中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。

A.4.4.4 将铂坩埚和沉淀于 950 °C高温炉中灼烧 1 h。将铂坩埚及烧成的氧化稀土置于干燥器中，冷却至室温，称其质量。

A.4.4.5 重复 A.4.4.4 操作，直至坩埚连同烧成物的质量恒定。

A.5 分析结果的计算与表述

稀土总量以质量分数 w 计，按公式(A.1)计算：

$$w = \frac{(m_1 - m_2) \times V_0}{m_0 \times V_1} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

- 式中： m_1 ——铂坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；
 m_2 ——铂坩埚的质量，单位为克（g）；
 V_0 ——原试液总体积，单位为毫升（mL）；
 m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；
 V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

分析结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

参考文献

[1] GB/T 3780.2-2017 炭黑 第2部分：吸油值的测定

[2] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
