

# 团体标准

T/XXXXX XXX—2021

## 全生物降解塑料及制品快速检测方法 指纹图谱法

Rapid detection method of biodegradable plastics and products fingerprint method

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

吉林省检验检测技术协会 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。

本文件由海南大学、北京市理化分析测试中心、吉林省产品质量监督检验院提出。

本文件起草单位：海南大学、北京市理化分析测试中心、吉林省产品质量监督检验院、安瑞检测认证（广东）有限公司。

本文件主要起草人：冯玉红、魏晓晓、王寒冰、陈乃永、张名楠、张梅、李琴梅、谢艳丽、于文辉、崔芑、刘伟丽、高峡、窦智峰、刘艳凤、王佳振、周雪晴、杨震、葛磊、徐进、张健、胡岷桐、程海龙、张楠、陶红、田野、刘爽、张宇、曹婧、郭东望、于雪婷、王博。



# 全生物降解塑料及制品快速检测方法

## 指纹图谱法

### 1 范围

本标准规定了全生物降解塑料及制品快速检测方法-指纹图谱法测定全生物降解塑料及制品的术语和定义、原理、仪器设备、仪器参数设定、试样处理、测定、结果分析、结果表述。

本标准适用于全生物降解塑料及制品的快速检测。

### 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。

GB/T 6040 红外光谱分析方法通则

### 3 方法原理

红外光谱法是根据物质对红外辐射的选择性吸收特性而建立的一种光谱分析方法。将波长连续变化的红外光照射到目标样品，若样品分子中基团的振动频率与照射的红外线频率一致，会吸收相同频率的红外光，从而发生振动和转动能级的跃迁，测定不同波数被吸收的强度，得到红外光谱。红外光谱法作为成分和比例鉴定的光谱指纹图谱法。

本标准使用光谱指纹图谱法对全生物降解塑料及制品进行测定，相同成分比例的全生物降解塑料及制品的光谱图应具有一致性。根据电子监管红外光谱指纹图法提供的信息，分别对比样品的红外光谱相应的指纹图谱的匹配程度，根据特征吸收峰的位置、相对强度和峰型，判定目标样品与电子监管光谱指纹图谱对应的样品是否成分比例相同。

### 4 试剂与材料

4.1 无水乙醇、分析纯。

### 5 仪器与设备

5.1 傅里叶变换红外光谱仪。

波长范围覆盖  $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ，符合 GB/T 6040 中 4.2.1 的规定，配有衰减全反射附件（ATR）。

5.2 热压机

压力范围为  $0\sim 8000\text{MPa}$ ，可控温度不低于  $300^{\circ}\text{C}$ ，温度精度为  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

## 6 分析步骤

### 6.1 仪器参数设定

傅里叶变换红外光谱仪开启后，自动进行初始化，设置仪器参数：

- 选择合适的采集模式，全生物降解塑料袋及制品宜选“反射模式”；
- 选择合适的分辨率，宜设置为 $4\text{ cm}^{-1}$ ；
- 选择合适的数据间隔，宜设置为 $0.482\text{ cm}^{-1}$ ；
- 选择光谱格式“透光率/吸光度”；
- 选择合适的“扫描次数”，宜设置为16~32次；
- 设置检测器光谱范围，宜设置为 $(4000\sim400)\text{ cm}^{-1}$ ；
- 上传的数据格式须为.TXT 格式；
- 其他参数根据需要进行调整。

### 6.2 红外吸收光谱测试

#### 6.2.1 试样处理

应选取塑料制品上洁净（若不洁净，需用无水乙醇擦拭干净并晾干样品）无褶皱无痕迹无针孔且无印刷油墨和胶黏剂的部位作为测试样品，当制品为均匀材质时，样品厚度应大于 $10\text{ }\mu\text{m}$ 、面积不小于 $4\text{mm}\times 4\text{mm}$ ；当制品为非均匀材质，如多层复合膜和褶皱较多如发泡餐盒时，需根据制品的性质选择合适的制样温度后，通过热压机加热成厚度 $10\text{ }\mu\text{m}\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 、面积不小于 $4\text{mm}\times 4\text{mm}$ 的样品，常见全生物降解塑料成分的参考制样温度见表1；对于纸塑制品，选取塑料层无褶皱无痕迹无针孔且无印刷油墨和胶黏剂的部位（若不洁净，需用无水乙醇擦拭干净并晾干样品），剪裁获得面积不小于 $4\text{mm}\times 4\text{mm}$ 的测试样品。

表1 试验方法

全生物降解塑料	参考制样温度（℃）
聚对苯二甲酸己二酸丁二醇酯（PBAT）	160
聚乳酸（PLA）	200
聚乙醇酸（PGA）	260
聚丁二酸丁二醇酯（PBS）	180
（丁二酸/己二酸/丁二醇酯）共聚物（PBSA）	180
聚己内酯（PCL）	70
聚-3-羟基丁酸（PHB）	180
聚-3-羟基丁酸-3-羟基戊酸酯（PHBV）	180
聚对二氧环己酮（PPDO）	180
聚碳酸亚丙酯（PPC）	180

#### 6.2.2 样品测试

将样品置于红外光谱仪载物台上，按照GB/T 6040方法进行测试得到试样的红外光谱图，测试要求如下：在匹配度分析中，所制备的样品宜使最强的吸收峰透过率为10%左右，基线保持平直。根据仪器的操作程序，进行背景背底峰的检测，且应扣除背景。在衰减全反射模式下，依次采集红外光谱背

景吸收谱图和试样吸收谱图，将全生物降解塑料层与 ATR 探头直接接触，扫描 16~32 次，谱图进行平滑处理，每个样品至少测试 3 个不同的部位。

### 6.2.3 常见全 Th 物降解塑料的红外光谱主要特征峰

常见的全生物降解塑料的红外主要特征峰如表 2 所示，相同成分比例的全生物降解塑料及制品的波长示值误差为 $\pm 5\text{cm}^{-1}$ 。

表 2 常见全生物降解塑料的红外主要特征峰

名称	特征峰 ( $\text{cm}^{-1}$ )										
PBAT	3439 $\pm$ 5	2956 $\pm$ 5	1457 $\pm$ 5	1273 $\pm$ 5	1107 $\pm$ 5	1021 $\pm$ 5	938 $\pm$ 5	874 $\pm$ 5	729 $\pm$ 5		
PLA	2996 $\pm$ 5	2945 $\pm$ 5	1754 $\pm$ 5	1455 $\pm$ 5	1384 $\pm$ 5	1358 $\pm$ 5	1211 $\pm$ 5	1179 $\pm$ 5	1128 $\pm$ 5	1084 $\pm$ 5	1044 $\pm$ 5
PGA	2945 $\pm$ 5	1713 $\pm$ 5	1426 $\pm$ 5	1335 $\pm$ 5	1159 $\pm$ 5						
PBS	3429 $\pm$ 5	2946 $\pm$ 5	1713 $\pm$ 5	1332 $\pm$ 5	1207 $\pm$ 5	1159 $\pm$ 5	1045 $\pm$ 5				
PBSA	2946 $\pm$ 5	2721 $\pm$ 5	1425 $\pm$ 5	1334 $\pm$ 5	1313 $\pm$ 5	1207 $\pm$ 5	1162 $\pm$ 5	1046 $\pm$ 5			
PCL	2599 $\pm$ 5	2873 $\pm$ 5	1730 $\pm$ 5	1461 $\pm$ 5	1167 $\pm$ 5						
PHB	2975 $\pm$ 5	1723 $\pm$ 5	1500 $\pm$ 5	1379 $\pm$ 5	1279 $\pm$ 5	1260 $\pm$ 5	1184 $\pm$ 5	1135 $\pm$ 5	1101 $\pm$ 5	1056 $\pm$ 5	980 $\pm$ 5
PHBV	3436 $\pm$ 5	2975 $\pm$ 5	2929 $\pm$ 5	1725 $\pm$ 5	1379 $\pm$ 5	1285 $\pm$ 5	1225 $\pm$ 5	1177 $\pm$ 5	1132 $\pm$ 5	1055 $\pm$ 5	980 $\pm$ 5
PPDO	2957 $\pm$ 5	1714 $\pm$ 5	1455 $\pm$ 5	1272 $\pm$ 5	1184 $\pm$ 5	1123 $\pm$ 5	1104 $\pm$ 5	1019 $\pm$ 5			
PPC	3394 $\pm$ 5	2951 $\pm$ 5	2922 $\pm$ 5	2851 $\pm$ 5	1756 $\pm$ 5	1718 $\pm$ 5	1457 $\pm$ 5	1271 $\pm$ 5	1185 $\pm$ 5	1100 $\pm$ 5	
PVA	3366 $\pm$ 5	2941 $\pm$ 5	1649 $\pm$ 5	1332 $\pm$ 5	1142 $\pm$ 5	1096 $\pm$ 5	837 $\pm$ 5				
CA	2947 $\pm$ 5	1743 $\pm$ 5	1462 $\pm$ 5	1367 $\pm$ 5	1227 $\pm$ 5	1167 $\pm$ 5	1060 $\pm$ 5				

## 7 结果分析

样品的红外光谱图与电子监管红外指纹图进行对比，红外光谱的匹配度低于85.00%时，判定样品的成分比例与电子监管指纹图谱对应的样品不一致。

## 8 试验报告

试验报告应包括但不限于以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 检测人员、日期；
- c) 样品来源；
- d) 样品的详细描述，包括厂家、样品编号、生产批号和样品形态；
- e) 检测方法；
- f) 仪器的名称和型号；
- g) 检测结果。