

T/SDAQI

团 体 标 准

T/SDAQI xxx—xxxx

生物基降解塑料己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物（PBAT）的快速评价技术规范

Technical specification for rapid evaluation of the copolymer of butanediol adipate and butanediol terephthalate (PBAT) for biodegradable plastics

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2023 - xx - xx 发布

2023 - xx - xx 实施

山东质量检验协会 发 布

版 权 声 明

本文件系由山东质量检验协会（简称“协会”）组织创制的团体标准文本（含制定过程中的草案），协会拥有本文件的著作权，受《中华人民共和国著作权法》保护。除法律所允许的情形或事先得到协会书面许可外，任何组织和个人不得以任何理由进行复制、销售、传播本文件，或抄袭、歪曲本文件等侵权行为，否则，行为人应承担相应的民事、行政责任，构成犯罪的，将依法追究其刑事责任。其他文件引用本文件，不属侵权行为。

凡利用本文件进行或支持贸易、认证等商业活动，应事先购买正式文本或得到协会书面授权。购买本文件或获得授权，请与协会联系。

欢迎社会各界举报侵权盗版行为，协会将依法严格保护举报人信息。

联系人：范红梅

联系电话：0531-89701986 15668365153

联系邮箱：keyanjishuzhongxin@163.com

协会对本版权声明拥有最终解释权。

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。

本文件由山东质量检验协会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

生物基降解塑料己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物 (PBAT) 的快速评价技术规范

1 范围

本标准规定了生物基降解塑料己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物（PBAT）的快速评价技术规范。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

生物基降解塑料己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物（PBAT）经高温裂解后，通过气相色谱-质谱联用仪对产生的裂解碎片进行测定，苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮为己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物（PBAT）主要裂解特征产物，以苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮的特征离子作为定量离子，外标法定量。本方法最终以苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮响应值之和表示己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物浓度。

5 试剂与材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的三级水。

5.1 试剂

5.1.1 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：色谱纯。

5.1.2 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）：色谱纯。

5.2 标准品

聚对苯二甲酸-己二酸丁二醇酯，CAS：55231-08-8， $M_n \sim 120000$ 。

5.3 标准溶液的配制

5.3.1 标准储备液（500mg/L）：准确称取聚对苯二甲酸-己二酸丁二醇酯25mg（精确至0.1mg），用二氯甲烷溶解后，定容至50mL容量瓶，于4℃冰箱中保存。

5.3.2 标准使用液（100mg/L）：准确移取10mL的标准储备液于容量瓶内，加入二氯甲烷定容至50mL，于4℃冰箱中保存。

5.3.3 标准工作液:准确移取适量体积的标准使用液,用二氯甲烷配制成质量浓度分别为1mg/L、5mg/L、10mg/L、20mg/L、40mg/L系列的标准工作溶液,于4℃冰箱中保存。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪 (GC/MS)。
- 6.2 热裂解仪。
- 6.3 分析天平: 感量0.00001g。
- 6.4 超声波萃取仪。
- 6.5 棕色容量瓶: 10mL、25mL、50mL、250mL。
- 6.6 微量注射器: 10μL、25μL。
- 6.7 有机滤膜: 0.22μm。
- 6.8 裂解石英管。

7 分析步骤

7.1 试样制备

准确称取10mg~20mg待测样品,剪碎后将样品溶解于250mL二氯甲烷中(若样品不能完全溶解可通过加热或超声的方式将其溶解),将裂解石英管一端塞入石英棉,用微量注射器吸取少量溶液于裂解石英管中,迅速用石英棉塞好裂解石英管另一端,通过热裂解/气质色谱仪进行检测。

7.2 空白试验

除不加试样外,其他按 7.1 处理,试液供 GC-MS 测定。

7.3 气相色谱-质谱参考条件

7.3.1 气相色谱仪参考条件

由于测试条件与所使用的仪器有关,因此不可能给出气相色谱的通用参数。设定参数的原则是在最短的时间内获得最好的分离效果,下面给出的参数已经试验证明是可行的:

- a) 色谱柱: 5%苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱或性能类似的分析柱,规格为: 柱长 30.0m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25μm;
- b) 进样口温度: 280℃;
- c) 升温程序: 初始柱温40℃, 保持2min, 以20℃/min升温至280℃, 保持5min; 载气: 高纯氦气, 流速: 1mL/min;
- d) 进样模式: 分流进样, 分流比: 10:1; 进样量: 5μL/min。

7.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源温度: 230℃, 传输线: 300℃, 辅助加热区温度: 300℃;
- b) 电离方式: 电子轰击电离源(EI), 电子能量: 70eV;
- c) 监测方式: 选择离子扫描模式(SIM), 监测离子见附录 A;

7.3.3 热裂解条件:

初始温度 50℃, 以 20℃/ms 升至 650℃, 保持 6s, 传输线温度 300℃、阀箱温度 300℃。

7.4 标准曲线的绘制

将系列标准工作液分别注入将试样溶液注入注入裂解石英管中，通过热裂解/气相色谱-质谱仪，测定相应的苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化合物的峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化合物的峰面积和为纵坐标，绘制标准曲线。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入注入裂解石英管中，通过热裂解/气相色谱-质谱仪，得到苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化合物的峰面积和，根据标准曲线得到待测液中己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物的浓度。

7.6 定性

试样待测液和标准品的选择离子在相同保留时间处(±0.5%)出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合表1，可定性确证目标分析物。苯甲酸和1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化合物的保留时间、定性离子和定量离子见附录A。己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物标准物质的气相色谱-质谱总离子流色谱图和标准质谱图见附录B。

表1 离子相对丰度比最大允许偏差

相对离子丰度 %	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差 %	±10	±15	±20	±50

8 分析结果表示

试样中1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮/苯甲酸的浓度按式(1)计算：

$$C_i = \frac{(C_{\text{标}} - C_0) \times X_i}{X_{\text{标}}} + C_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X_i ——待测样品中1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮+苯甲酸的响应值；
- C_i ——待测样品中1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮和苯甲酸的浓度（mg/L）；
- C_0 ——空白试样中1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮/苯甲酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $C_{\text{标}}$ ——标准溶液中1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮/苯甲酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $X_{\text{标}}$ ——标准溶液中1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮+苯甲酸的响应值；

注：1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化/苯甲酸为己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯聚合物的裂解特征峰，以/苯甲酸1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化合物浓度表示己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯浓度。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 20%。

10 其他

T/SDAQI xxx—xxxx

本方法中己二酸丁二醇酯和对苯二甲酸丁二醇酯共聚物的检出限为 1 mg/kg，定量限 3 mg/kg。

附 录 A
(资料性)

1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮化合物定量和定性选择离子表

1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮的保留时间、定性离子和定量离子见表 A.1。

表A. 1 1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮的保留时间、定性离子和定量离子

序号	化合物名称	保留时间/min	定性离子 (m/z)	丰度比
1	苯甲酸	6.183	102、122、77、51	100：79：64：55
2	1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮	10.104	55、54、84、100	100：83：60：50

附录 B
(资料性)

1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮标准色谱质谱图

1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮标准溶液气相色谱-质谱总离子流色谱图见图 B.1。

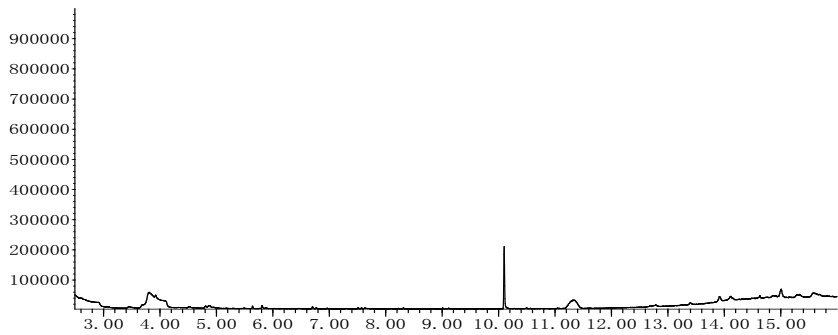


图 B.1 1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮标准工作溶液总离子流色谱图

1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮标准工作溶液质谱图见图 B.2。

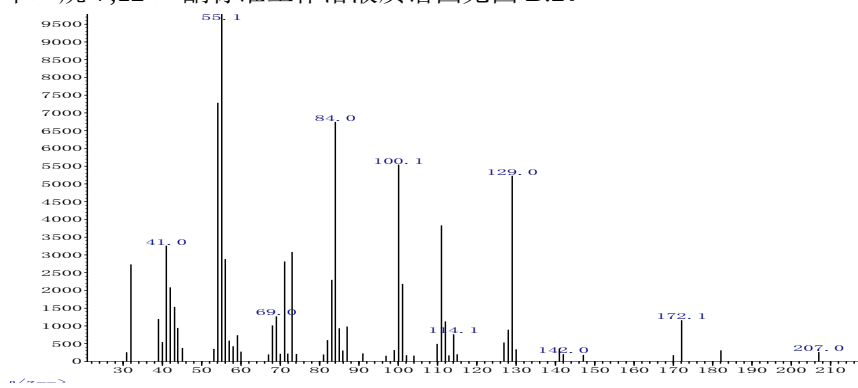


图 B.2 1,6-二氧杂环十二烷-7,12-二酮标准工作溶液质谱图

苯甲酸标准工作溶液质谱图见图 B.3。

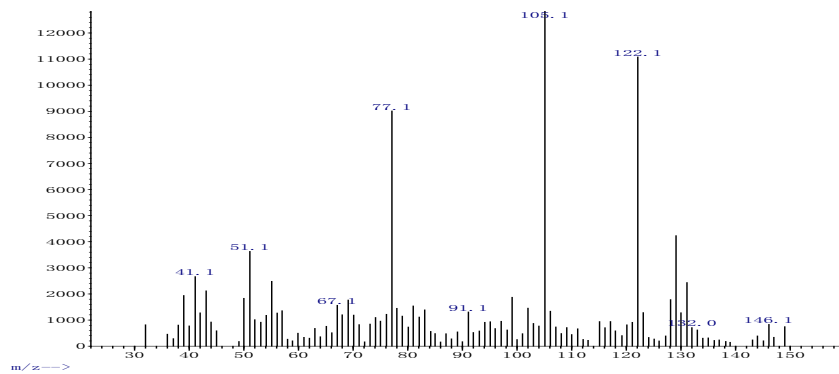


图 B.3 苯甲酸标准工作溶液质谱图