

# 《生物基降解塑料聚乳酸（PLA）的快速评价技术规范》

## 山东质量检验协会团体标准编制说明

（征求意见稿）

### 一、工作简况

#### （一）任务来源

按照《山东质量检验协会关于下达 2021 年第三批团体标准制修订计划的通知》安排，制定团体标准《生物基降解塑料聚乳酸（PLA）的快速评价技术规范法》（立项编号：SDAQI2021006），该标准由山东质量检验协会归口管理，山东省产品质量检验研究院负责牵头制订。

#### （二）起草单位、起草人

标准起草单位：山东省产品质量检验研究院等

标准起草人：齐永润等。

#### （三）起草过程

##### 1. 成立标准起草工作组（2020 年 12 月）

为了推动标准制定，山东省产品质量检验研究院作为牵头单位成立了《生物基降解塑料聚乳酸（PLA）的快速评价技术规范法》标准起草工作组，筹备标准研究工作。工作组在查阅国内外相关政策法规、检测方法和标准以及安全风险评估情况，并收集了相关标准信息后，确定了整体工作方案。

##### 2. 标准预研（2021 年 1 月-2021 年 6 月）

标准起草工作组开展了标准调研和草案编制工作,通过查阅文献资料、企业调研、专家咨询等方式,开展标准需求调研,形成标准起草工作组讨论稿和团体标准项目建议书。

### **3. 标准立项 (2021 年 7 月)**

2021 年 7 月 1 日,山东质量检验协会组织专家对该团体标准进行了立项论证,专家听取了项目汇报,审阅了申报材料,一致同意该标准作为山东质量检验协会团体标准予以立项。

2021 年 7 月 30 日,山东质量检验协会印发了《关于下达 2021 年第三批团体标准制修订计划的通知》,标准正式获得立项。

### **4. 形成标准草案 (2021 年 8 月-2022 年 12 月)**

2021 年 8 月至 12 月,标准起草工作组进行了大量的方法研究试验,根据聚乳酸的单体特点和聚合方式,在不同裂解温度下的产物进行分析研究,确定了标准的关键技术参数;

2022 年 1 月至 5 月,对所建立的检测方法参数进行了确认,确认内容包括:检出限、定量限、线性范围、准确度、精密度等;

2022 年 6 月至 9 月,形成汇总研究结果,撰写了标准文本草案、编制说明草案;

2022 年 10 月至 12 月,组织外部实验室间验证工作,外部实验室包括:上海市质量监督检验技术研究院、江西省产

品质量监督检测院，并对验证数据进行了全面的总结，及时解决方法中存在的问题。并采用本方法进行了生物基降解塑料聚乳酸(PLA)的快速评价技术规范法的检测分析研究。

#### **5. 形成征求意见稿（2023年1月-2024年8月）**

多次召开工作组讨论会，对标准文本草案和编制说明进行修改完善，形成了征求意见稿。

#### **6. 开展标准征求意见工作（20XX年X月-X月）**

为了确保标准征求意见的广泛性，一方面由山东质量检验协会在全国团体标准信息平台和协会公众号面向社会公众公开征求意见，另一方面由标准起草工作组向生产者、经营者、使用者、消费者、教育科研机构、检测及认证机构、政府部门等相关方发送征求意见函，定向邀请相关方代表针对标准内容提出宝贵意见，以期标准能充分反映各方的共同需求。

#### **7. 形成标准送审稿（20XX年X月-X月）**

#### **8. 形成标准报批稿（20XX年X月-X月）**

## **二、标准制定背景、目的和意义**

2020年底，我国将禁止生产和销售一次性发泡塑料餐具、一次性塑料棉签。针对当前塑料制品带来的“白色污染”，今年以来，国家和地方层面均出台了一揽子新政，生态环境部发布了《关于进一步加强塑料污染治理的意见》（以下简称《意见》），《意见》明确指出，推广使用可降解购物袋、

可降解包装膜（袋），在餐饮外卖领域推广使用可降解塑料袋等替代产品；加强可降解替代材料和产品研发；加大可循环、可降解材料关键核心技术攻关和成果转化，可降解塑料已经被世界各国视为实现环境可持续发展的重要途径之一。

为了规范可降解塑料制品中可降解成分的含量，吉林省制定了地方标准 DB22/T 2105-2014《聚乳酸制品中聚乳酸含量测定 离子色谱法》，对可降解塑料制品中聚乳酸含量的测定方法进行了统一规定。根据这个检测标准，需要对可降解塑料制品进行前处理，在高温、强碱的条件下水解 4 个小时。这种方法处理繁琐，耗时较长，不易于操作。海南省发布了采用核磁和红外手段对 PLA、PBAT、PBS、淀粉等生物基降解塑料的快速检测方法标准，但标准仅开发了核磁法 PLA、PBAT、PBS、淀粉四类降解材料的定性定量方法，红外只能定性，依靠官能团筛查判定成分，而市场化的生物可降解材料近 20 余种，很难区分。

该标准针对目前可降解塑料制品降解周期长、难以开展政府监管的问题，首次提出用热裂解气质联用方法对全生物降解塑料进行定性定量检测，形成以 PBAT 材质为基础的快速定量检测方法。将裂解技术与气质联用技术相结合，实现联机分析，具有设备简单，分析操作方便，灵敏度和分离效率高，分析速度快、信息量大的特点。在设定的裂解条件下，

可降解塑料制品迅速裂解成为可挥发的小分子，在载气作用下进入色谱柱进行分离分析，经检测器检测，再通过与质谱仪联机的在线工作站得到物质的裂解色谱图，可以研究2211高分子物质的组成、结构。柘植新在《聚合物的裂解气相色谱-质谱图集》中，汇总了163种具有代表性的合成及天然高分子的标准裂解色谱图和热分析图，并针对每种物质的特征裂解产物给出相应的质谱图，可通过与这些质谱图的直接对照，确认特征裂解产物的结构，由此推断复杂聚合物体系的组成和结构。该标准用于检测全生物降解塑料及制品的可降解材料成分及含量，主要研究内容包括2类典型全生物降解材料的热裂解温度，气质试验参数，标准物质筛选，特征碎片的确定及多组分检测干扰因素排查，方法具有快速高效，准确的特点。该团体标准的制定可以填补国内检测的空白，为企业提供检测服务，为政府监管部门提供技术支持具有重要的现实意义和导向功能。

### 三、标准编制原则、主要技术内容和确定依据

#### （一）标准编制原则

**1. 合规性：**严格遵循国家相关法律法规、行业规范、以及强制性标准要求，确保标准内容合法合规，保证标准的实施不会引发法律风险。

**2. 科学性：**以科学理论和实践经验为基础，通过广泛的调研和深入的分析，确保标准中的技术指标、方法和流程具

有科学依据。采用先进的科学技术和测试手段，对标准中的关键参数进行验证和优化，确保标准的科学性和可靠性。本标准通过独立实验室间的方法验证，证明了生物基降解塑料聚乳酸（PLA）的快速评价技术规范法的可行性和准确性。线性相关系数  $r^2 > 0.995$ ，方法的检出限和定量限、回收率、精密度均满足 GB/T 32465-2015、GB/T 27417-2017 要求。

**3. 先进性：**积极借鉴国内外先进的标准和技术成果，结合行业发展趋势和市场需求，使标准具有一定的前瞻性和先进性。鼓励采用新技术、新工艺、新材料，推动行业技术进步和创新发展。目前对于生物基降解塑料聚乳酸（PLA）还没有快速检测方法标准，各检测机构所使用的方法均为堆肥可降解方式，试验周期较长。本标准的建立有效地解决了行业内标准缺失问题。

**4. 实用性：**充分考虑标准的可操作性和实用性，使标准内容易于理解和执行。标准中的条款和要求应具体明确，避免模糊不清和歧义。同时，结合实际应用场景，提供详细的操作指南和示例，方便用户使用。

**5. 协调性：**标准起草过程中注重与相关标准的协调统一，避免标准之间的冲突和矛盾。在编制过程中，充分参考已有的国家标准、行业标准和地方标准，确保本标准与其他标准相互衔接、相互补充，形成一个完整的标准体系。

**6. 规范性：**根据山东质量检验协会团体标准管理办法规

定的程序制定，按照 GB/T 1 “标准化工作导则”系列标准、GB/T 20001 “标准编写规则”系列标准、GB/T 20002 “标准中特定内容的起草”系列标准、GB/T 20003.1 《标准制定的特殊程序 第1部分：涉及专利的标准》、GB/T 20004.1 《团体标准化 第1部分：良好行为指南》相关规定规范起草。

**7. 开放性：**标准的编制过程应保持开放透明，广泛征求各方面的意见和建议。鼓励行业内的企业、科研机构、专家学者等积极参与标准的制修订工作，充分发挥各方的智慧和力量，提高标准的质量和水平。

## （二）主要技术内容

本标准主要内容包括：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂与材料、仪器和设备、分析步骤、分析结果表示、精密度、检出限和定量限等内容。标准结构完整、内容全面，层次分明、合理。

## （三）确定依据

### 1. 气相色谱、质谱条件和热裂解的优化

#### （1）气相参考条件

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 30.0 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ；

b) 进样口温度：280  $^{\circ}\text{C}$ ；

c) 升温程序: 初始柱温40 °C, 保持2 min, 以20 °C/min 升温至280 °C, 保持5 min; 载气: 高纯氦气, 流速: 1 mL/min;

d) 进样模式: 分流进样, 分流比: 10:1; 进样量: 5 μL/min。

## (2) 质谱参考条件

a) 离子源温度: 230 °C, 传输线: 300 °C, 辅助加热区温度: 300 °C;

b) 电离方式: 电子轰击电离源(EI), 电子能量: 70 eV;

c) 监测方式: 选择离子扫描模式(SIM), 监测离子见附录 A;

## (3) 热裂解条件:

a) 初始温度50 °C, 以20 °C/ms升至500 °C, 保持6 s, 传输线温度300 °C、阀箱温度300 °C。2.2线性范围

b) 按标准文本要求, 验证的线性范围及情况, 要求至少5个浓度点, 线性相关系数 $r^2 > 0.995$ 。线性范围与标准曲线见表1。

表1 线性范围与标准曲线

化合物名称	目标物浓度 mg/L					线性范围(mg/L)	标准曲线	相关系数
聚乳酸 (以丙交酯计)	1	5	10	20	50	1~50	$Y=1124.3X+22317$	$R^2=0.9988$

## 2. 检出限和定量限

按标准规定的方法进行测定聚乳酸(以丙交酯计)的检出限、定量限满足相应的检测要求。用信噪比法评定检出限, 结果表明: 聚乳酸(以丙交酯计)的检出限和定量限能分别满

足 3 倍信噪比和 10 倍信噪比的检测要求，验证结果见表 2。

表 2 检出限、定量限的验证

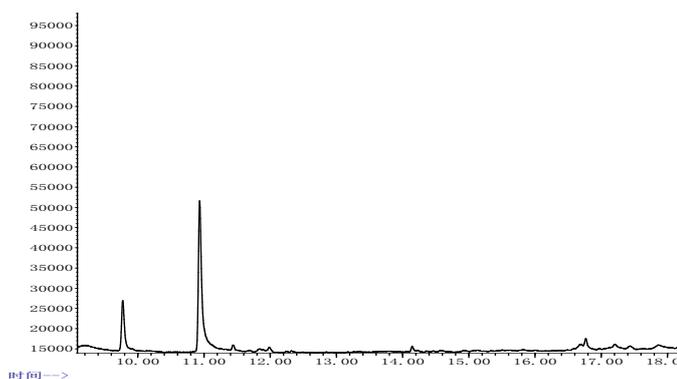
化合物名称	气相色谱质谱联用法			
	检出限 (mg/kg)	检出限信噪比	定量限 (mg/kg)	定量限信噪比
聚乳酸(以丙交酯计)	1	55	3	167

### 3. 准确度和精密度

表3 方法准确度和精密度 (n=7) 实验结果

化合物名称	添加值 (mg/L)	目标物 (mg/L)	测定值(mg/L)							平均值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
			1	2	3	4	5	6	7			
PLA	100	1.0000	1.2041	0.9822	0.9748	1.2044	1.0057	0.9289	1.1033	1.0576	105.8	10.7
	100	5.0000	5.1124	5.3067	4.8211	5.1135	5.3044	4.7944	4.6956	5.0212	100.4	4.99
	1000	20.0000	18.8845	19.7873	21.7086	21.4318	19.8443	20.0547	20.0125	20.2462	101.2	4.88

### 4. 典型色谱图



#### (四) 标准验证

##### 1. 江西省产品质量监督检测院验证结果

表4 加标回收率和相对标准偏差

化合物名称	添加值 (mg/L)	目标物 (mg/L)	测定值(mg/L)							平均值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
			1	2	3	4	5	6	7			
PLA	100	1.0000	1.1044	0.9866	0.9848	1.2012	1.0033	0.8989	1.1041	1.0405	104.1	9.72
	100	5.0000	5.2231	5.3047	4.7044	5.2135	5.0013	4.8044	4.7956	5.0067	100.1	4.86

	1000	20.0000	18.8845	19.7769	21.7708	21.4452	19.854	20.0633	20.0085	20.2576	101.3	4.97
--	------	---------	---------	---------	---------	---------	--------	---------	---------	---------	-------	------

表5 样品测试结果

项目	样品测试结果			
PLA	含量 g/kg	平均值 g/kg	RSD,%	备注
	4.9	5.0	4.44	/
	5.2			
	4.9			

## 2. 上海市质量监督检验技术研究院验证结果

表6 加标回收率和相对标准偏差

化合物名称	添加值 (mg/L)	目标物 (mg/L)	测定值(mg/L)							平均值 (mg/L)	回收率(%)	RSD (%)
			1	2	3	4	5	6	7			
PLA	100	1.0000	0.9802	0.8711	0.8994	0.9551	0.9055	0.9082	1.2033	0.9604	96	11.8
	100	5.0000	5.5402	5.4017	4.8334	5.0446	5.3033	4.7519	4.7895	5.0949	101.9	6.3
	1000	20.0000	19.6845	19.5877	20.2044	21.0318	19.6689	22.0547	22.0055	20.6054	103	5.3

表7 样品测试结果

项目	样品测试结果			
PLA	含量 g/kg	平均值 g/kg	RSD,%	备注
	4.9	4.9	3.09	/
	4.7			
	5.1			

## 3. 山东省产品质量检验研究院验证结果

表8 加标回收率和相对标准偏差

化合物名称	添加值 (mg/L)	目标物 (mg/L)	测定值(mg/L)							平均值 (mg/L)	回收率(%)	RSD (%)
			1	2	3	4	5	6	7			
PLA	100	1.0000	1.2041	0.9822	0.9748	1.2044	1.0057	0.9289	1.1033	1.0576	105.8	10.7
	100	5.0000	5.1124	5.3067	4.8211	5.1135	5.3044	4.7944	4.6956	5.0212	100.4	4.99
	1000	20.0000	18.8845	19.7873	21.7086	21.4318	19.8443	20.0547	20.0125	20.2462	101.2	4.88

表9 样品测试结果

项目	样品测试结果			
	含量 g/kg	平均值 g/kg	RSD,%	备注
PLA	5.2	5.03	4.14	/
	4.8			
	5.1			

#### 四、预期达到的经济社会效益、对产业发展情况的作用

随着限塑令实施，可降解塑料产品检验市场需求增大，预期的经济效益会很好，同时国家对食品相关产品质量安全的重视力度加大，所以在新的监管形势下，需要对可降解塑料制品的合规性进行监测，并对风险进行评价。成果将应用于监管部门、质检机构及生产企业。

#### 五、以国际标准为基础的起草情况，以及引用或采用国际国外标准情况

本标准未采用国际国外标准。

#### 六、与有关法律、法规及相关标准的关系

本标准与我国有关法律、法规、规章及相关标准无冲突。是对国家相关标准的有效补充。

#### 七、重大分歧意见的处理经过和依据

方法验证过程中，主要对以下问题进行验证讨论：

(1) 标准题目：《生物基降解塑料聚乳酸（PLA）的快速评价技术规范法》，是否需要修改为《生物基降解塑料中聚乳酸（PLA）的快速评价技术规范法》，本标准是针对聚乳酸（PLA）的快速评价技术，并不是针对某种物质里所含成分。

(2) 对于特征产物进行讨论，验证过程中了多种裂解产物，其中以丙交酯为主，丙交酯因物质特性，共有两个流出峰，经讨论验证，以两个流出峰面积和进行定量分析。

#### **八、涉及专利的有关说明**

本标准不涉及专利。

#### **九、实施团体标准的要求和措施建议**

建议面向用户及潜在用户进行团体标准宣贯。

#### **十、其它应予说明的事项**

无。