ICS 55.040
CCS A 82

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T XXXXX—XXXX

可降解塑料购物袋材质鉴别 红外光谱法和差示扫描量热法

Material identification of biological Shopping bags-Infrared reflection spectroscopy and ecifications of paired tapered roller bearings

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

辽宁省市场监督管理局　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。

本文件由大连产品质量检验检测研究院有限公司提出。

本文件由辽宁省市场监督管理局归口。

本文件起草单位：大连产品质量检验检测研究院有限公司、大连理工大学。

本文件主要起草人：姜浩、王莹、张彦波、孙稚菁、王建丽、魏志勇、王艳色、桑琳、路颖、汪博。

本文件发布实施后，任何单位和个人如有问题和意见建议，均可通过来电、来函等方式进行反馈，有关单位将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理部门通讯地址和联系电话：辽宁省沈阳市皇姑区崇山中路55号，024-96315-1-3801/3803。

标准起草单位通讯地址和联系电话：辽宁省大连市沙河口区万岁街68-2号，0411-84601138。

可降解塑料购物袋材质鉴别　红外光谱法和差示扫描量热法

1　范围

本文件规定了可降解塑料购物袋中聚乳酸（PLA）、聚对苯二甲酸/己二酸/丁二醇酯（PBAT）、聚丁二酸丁二酯（PBS）、聚碳酸丁二醇酯（PBC）、聚己内酯（PCL）、聚碳酸亚丙酯（PPC）、聚乙交酯（PGA）、聚己二酸丁二醇酯（PBA）的快速检测方法原理、试剂与材料、仪器与设备及分析步骤等要求。

本文件适用于以PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA、PBA为主要原料加工的可降解塑料购物袋材质鉴别的快速检测，且塑料制品中所含上述单一组分的质量分数应不低于10%。

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 19466.2-2004　塑料 差示扫描量热法（DSC）第2部分：玻璃化转变温度的测定

GB/T 19466.3-2004　塑料 差示扫描量热法（DSC）第3部分：熔融和结晶温度及热焓的测定

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　方法原理

塑料制品中每种成分的化学组成和结构有着明显的区别，其红外吸收光谱上具有相应的特征峰，且每种成分具有特征的玻璃化转变温度和熔点。利用红外吸收光谱上的特征峰，以及特征的玻璃化转变温度和熔点，能够有效判定未知塑料中是否含有目标成分。

5　试验方法

5.1　红外光谱法测试

5.1.1　仪器

傅里叶变换红外光谱仪，配有衰减全反射附件。

5.1.2　试样准备

选取洁净无褶皱的塑料制品（若不洁净，需用水清洗干净并烘干样品），且无印刷油墨和胶黏剂的部位，当制品为均匀材质时，裁剪获得厚度约为数十微米、面积不小于（4×4） mm的样品，备用；当

制品为非均匀材质，或当制品褶皱较多时，需通过加热台加热后拉伸或者压成约数十微米厚的薄片，备用。当样品厚度小于10 μm时，折叠后将样品置于加热台上，逐渐提高加热台温度（温度参考范围为60℃～260℃），观察样品变化情况，样品软化后，立即压平制成厚度约为10 μm～20 μm的薄片，备用。各塑料成分的参考制样温度范围见表1。

表 1　常见可生物降解塑料的参考制样温度

名称	参考制样温度（℃）
聚乳酸（PLA）	200
聚对苯二甲酸/己二酸/丁二醇酯（PBAT）	180
聚丁二酸丁二酯（PBS）	180
聚碳酸丁二醇酯（PBC）	180
聚己内酯（PCL）	70
聚碳酸亚丙酯（PPC）	180
聚乙交酯（PGA）	230
聚己二酸丁二醇酯（PBA）	180

5.1.3　样品测试

调节傅里叶变换红外光谱仪处于最佳状态（预热 20 min），选择波数范围 4000 cm^{-1}~600 cm^{-1}，分辨率为 4 cm^{-1}。在衰减全反射（ATR）模式下，依次采集红外背景吸收谱图和试样吸收谱图，扫描 8~32 次，谱图不进行平滑处理。

4.1.4 结果分析

依次查找样品的红外吸收谱图中是否含有 PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA、PBA 的特征峰。各塑料成分的主要红外特征峰详见表 2 及附录 A。

表 2　各塑料成分的主要红外特征峰

成分	主要特征峰（cm^{-1}）								
PLA	2995±5	1747±5	1452±5	1382±5	1359±5	1180±5	1127±5	1080±5	1043±5
PBAT	2959±5	1711±5	1457±5	1266±5	1165±5	1102±5	1018±5	874±5	727±5
PBS	2945±5	1713±5	1330±5	1207±5	1151±5	1045±5			
PBC	2962±5	1731±5	1404±5	1232±5	1027±5	925±5	790±5		
PCL	2944±5	1721±5	1471±5	1366±5	1239±5	1161±5	1065±5	961±5	732±5
PPC	2966±5	1728±5	1526±5	1453±5	1220±5	1057±5	787±5		
PGA	2961±5	1738±5	1414±5	1146±5	1082±5				
PBA	2955±5	1725±5	1256±5	1160±5	1064±5				

5.2　差示扫描量热仪（DSC）法

5.2.1　仪器

差示扫描量热仪。

5.2.2　试样准备

粉末、颗粒或从制品上直接切取的试样，除非材料的标准另有规定，试验量采用5 mg～10 mg，精确到0.1mg。

4.2.3 样品测试

将试样放入坩埚内，将坩埚放入差示扫描量热仪中，设定仪器参数为：以 10 ℃/min 的速率从室温升温至 250℃（第一次升温），恒温 2 min，以 10 ℃/min 的速率从 250℃降温至−90℃，恒温 5 min，以 10 ℃/min 的速率从室温升温至 250℃（第二次升温），记录 DSC 曲线。气源：高纯氮气，流量为 50 mL/min。

注 1：玻璃化转变温度的测定按 GB/T 19466.2-2004 执行。

注 2：熔融温度的测定按 GB/T 19466.3-2004 执行。

5.2.3 结果分析

根据PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA、PBA的DSC二次升温曲线，选取相应的玻璃化转变温度（T_g）和熔点（T_m）作为定性特征温度。各塑料成分的玻璃化转变温度和熔融温度见表3及附录B。

表 3 各塑料成分的玻璃化转变温度和熔融温度

成分	T_g/℃	T_m/℃
PLA	50~65	150~180
PBAT	-40~-25	115~145
PBS	-40~-25	110~120
PBC	-40~-25	57~65
PCL	-65~-55	56~65
PPC	23 ~45	无
PGA	35~43	221~230
PBA	-60~-50	51~60

6 成分鉴定

6.1 若样品的红外吸收谱图中出现上述一组或多组全部特征峰，且样品的 DSC 二次升温曲线中出现上述一组或多组全部特征温度，判定结论为样品中含有 PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA 或 PBA。相同成分比例的可生物降解塑料制品的红外光谱特征峰和 DSC 特征温度均应具有一致性。

6.2 对样品红外谱峰和 DSC 特征温度进行一致性分析时，应同时考虑谱峰的位置、谱峰的数目、谱峰的相对强度和形状等。不可避免的是，试验条件和仪器特性的微小变化均可能会引起光谱图的微小差别，不同时间、不同仪器获得的光谱图可能其谱峰的位置和高度也不同。注意，表 2 给出的特征峰需与指纹图谱结合使用。在进行一致性分析时，利用仪器自带的分析软件对样品图谱和指纹图谱进行相关性（匹配度)分析的结果可以作为参考。有经验的分析人员可根据图谱的谱峰信息和相关度（匹配度）分析结果，判断样品图谱和指纹图谱的一致性。

6.3 对于分析结果为不一致的样品，可用其它方法进行成分鉴定。

7 结果报告

若待测样品中未检出PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA或PBA，则报告结论为：该待测样品中不含PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA或PBA；若待测样品中检出PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA、PBA中的一种或几种，则报告结论中需明确报出待测样品中含有的目标物的种类。

8 仲裁试验

如对上述检测方法的判定结果存在异议,可申请第三方检验机构和其它类分析方法进行进一步进行分析检测。

9 废物处理

实验中产生的所有废液和废物应分类收集，置于密闭容器中集中保管，粘贴明显标识，委托具有资质的单位处置。

附　录　A
（资料性）
PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA 和 PBA 的红外光谱图及特征峰示例

A.1　红外光谱图及特征峰

A.1.1　PLA的红外光谱图见图A.1

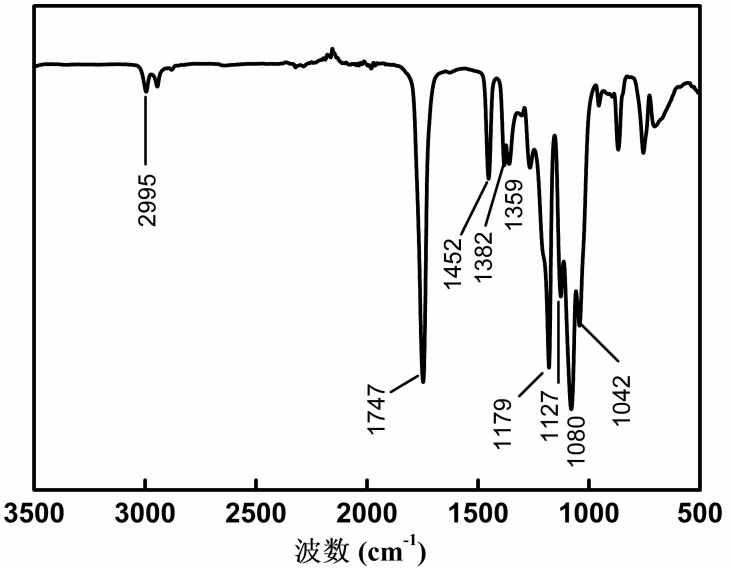

图 A.1　PLA 的红外光谱图

A.1.2　PBAT的红外光谱图见图A.2

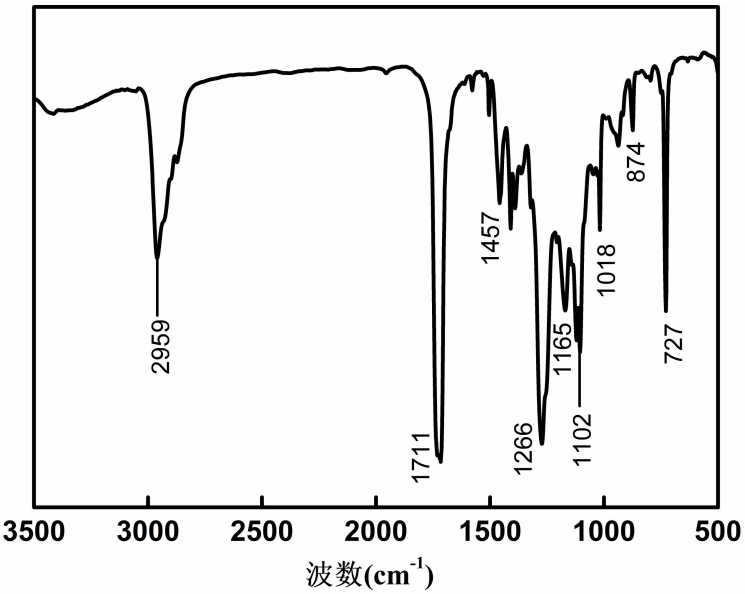

图 A.2　PBAT 的红外光谱图

A.1.3　PBS的红外光谱图见图A.3

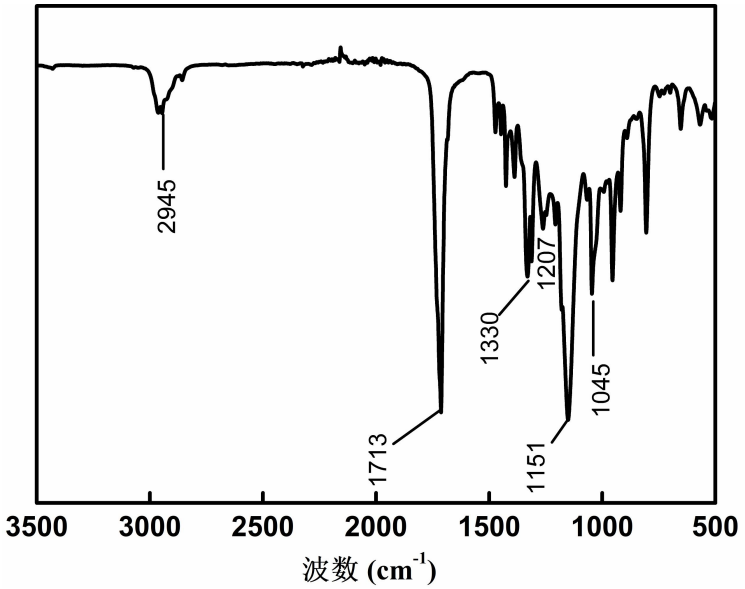

图 A.3　PBS 的红外光谱图

A.1.4　PBC的红外光谱图见图A.4

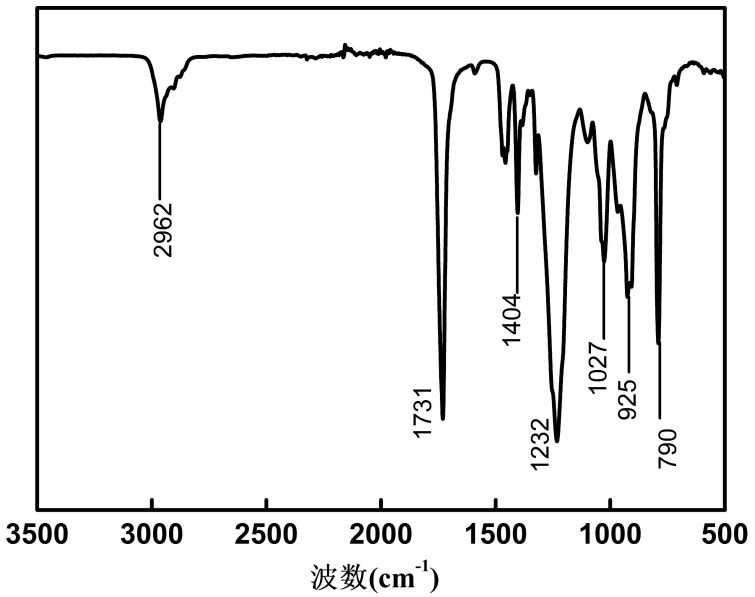

图 A.4　PBC 的红外光谱图

A.1.5　PCL的红外光谱图见图A.5

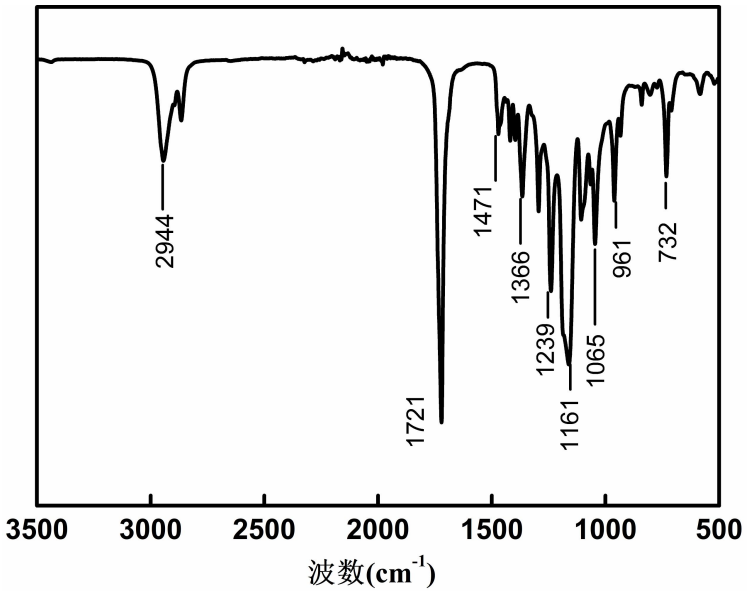

图 A.5　PCL 的红外光谱图

A.1.6　PPC的红外光谱图见图A.6

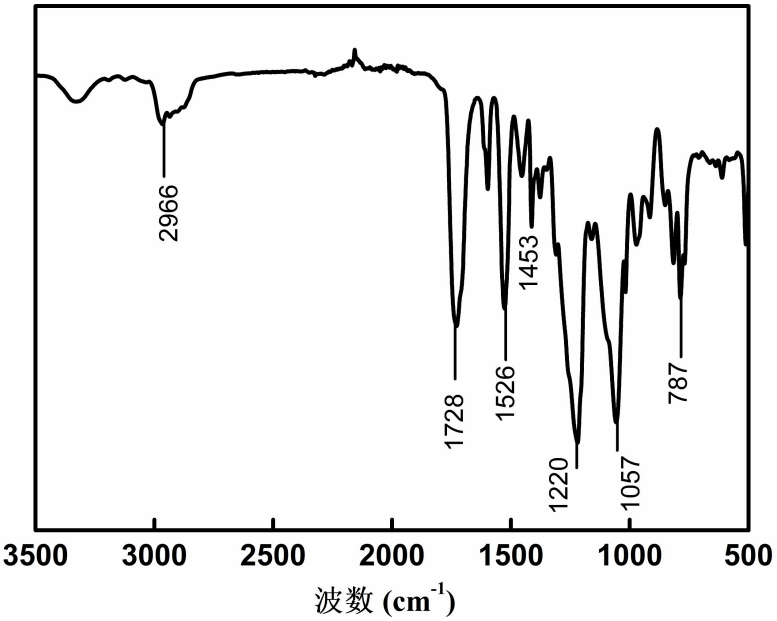

图 A.6　PPC 的红外光谱图

A.1.7　PGA的红外光谱图见图A.7

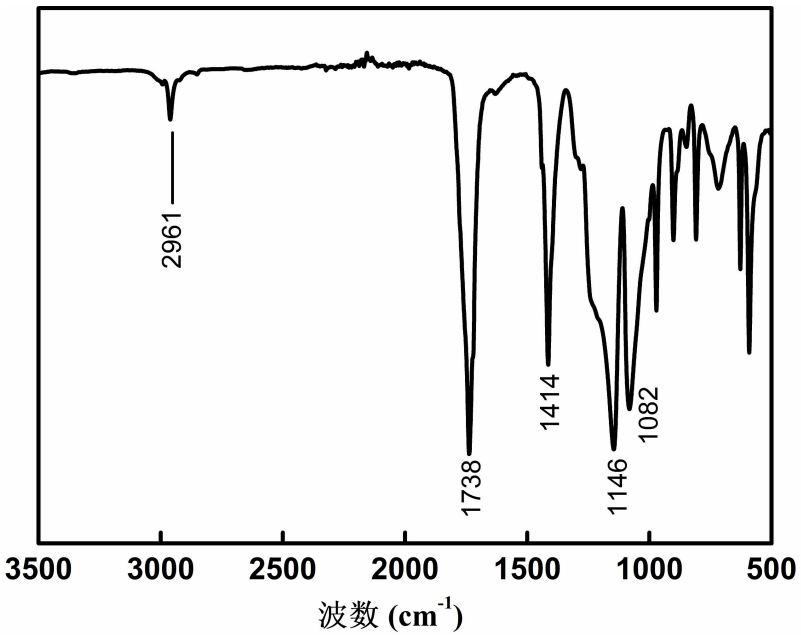

图 A.7　PGA 的红外光谱图

A.1.8　PBA的红外光谱图见图A.8

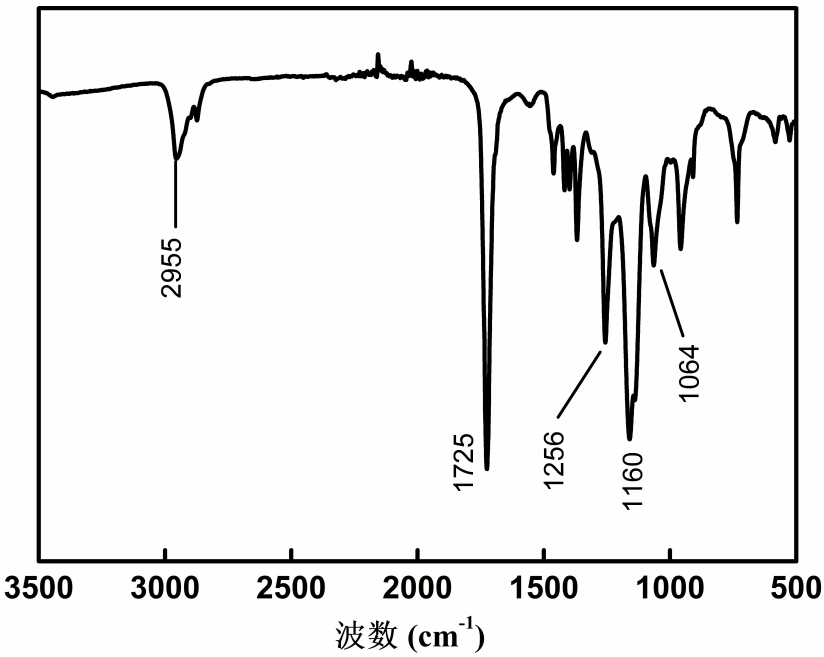

图 A.8　PBA 的红外光谱图

附　录　B
（资料性）
PLA、PBAT、PBS、PBC、PCL、PPC、PGA 和 PBA 的 DSC 曲线及特征温度示例

B.1　曲线及特征温度

B.1.1　PLA的DSC谱图见图B.1

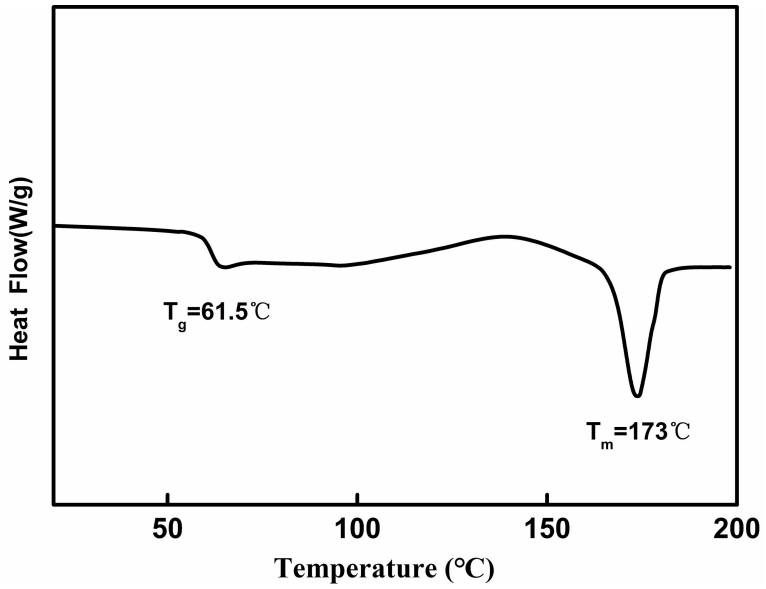

图 B.1　PLA 的 DSC 谱图

B.1.2　PBAT的DSC谱图见图B.2

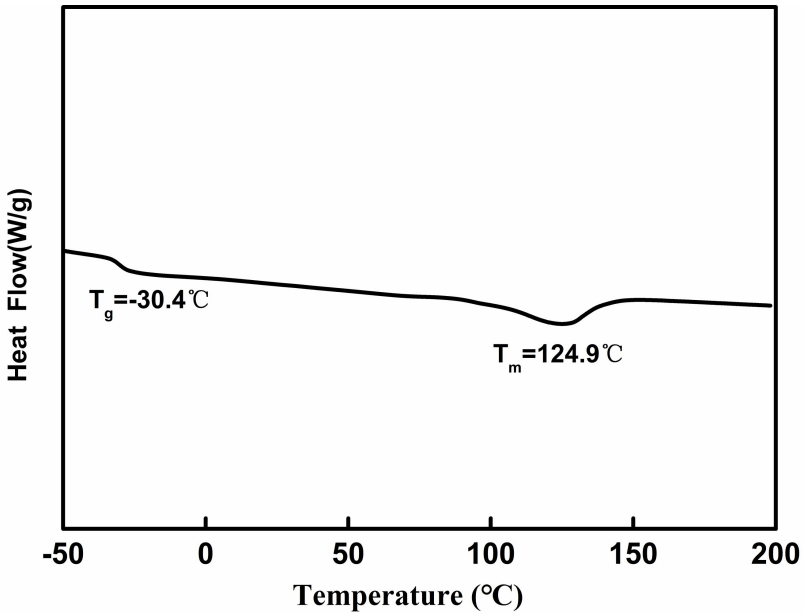

图 B.2　PBAT 的 DSC 谱图

B.1.3　PBS的DSC谱图见图B.3

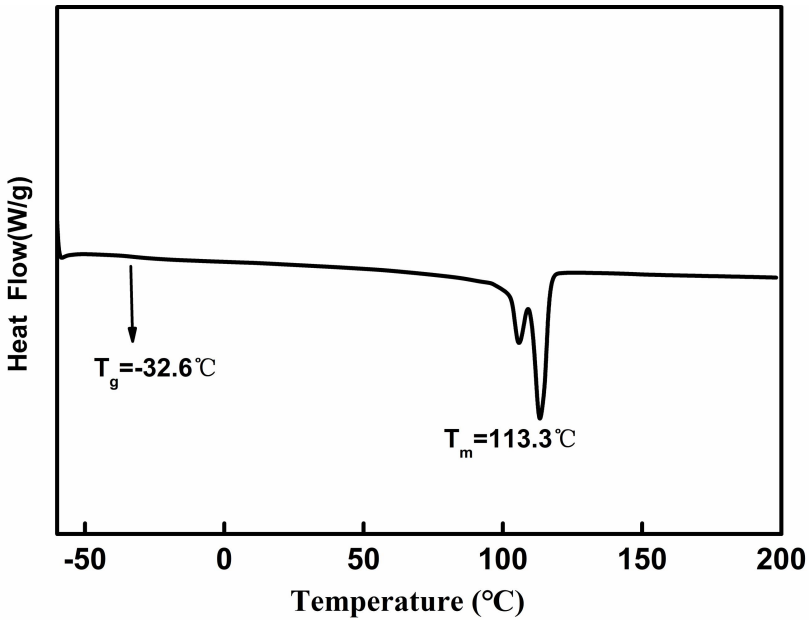

图 B.3　PBS 的 DSC 谱图

B.1.4　PBC的DSC谱图见图B.4

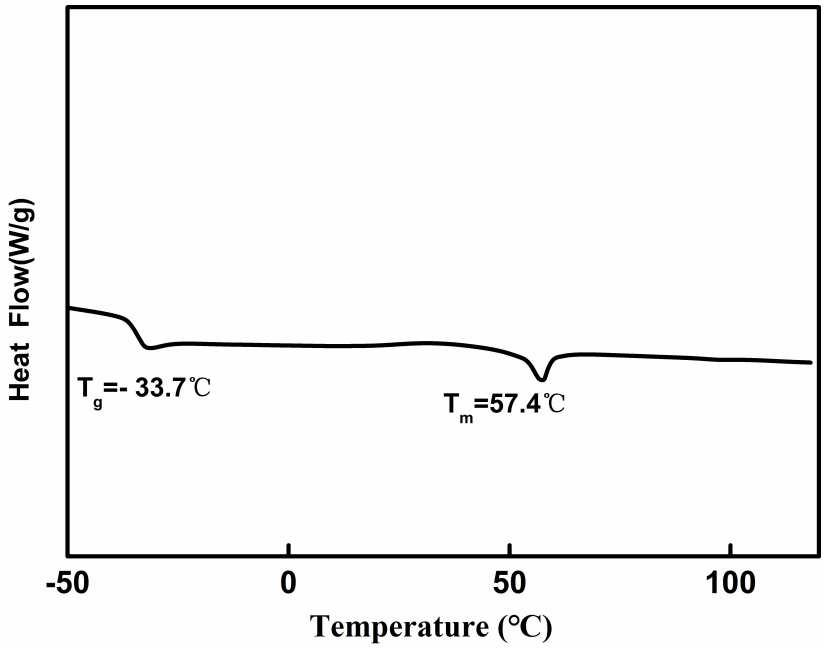

图 B.4　PBC 的 DSC 谱图

B.1.5　PCL的DSC谱图见图B.5

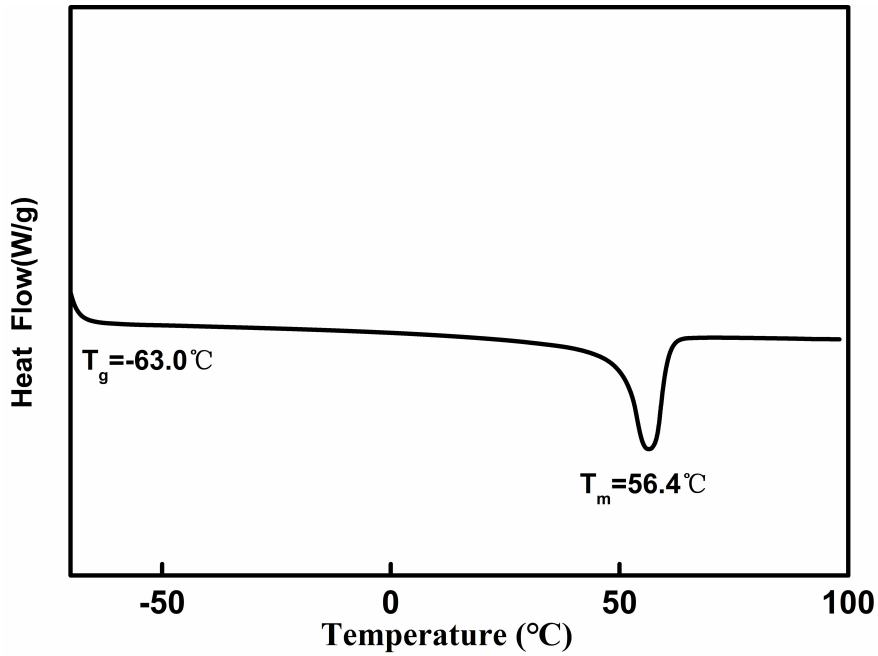

图 B.5　PCL 的 DSC 谱图

B.1.6　PPC的DSC谱图见图B.6

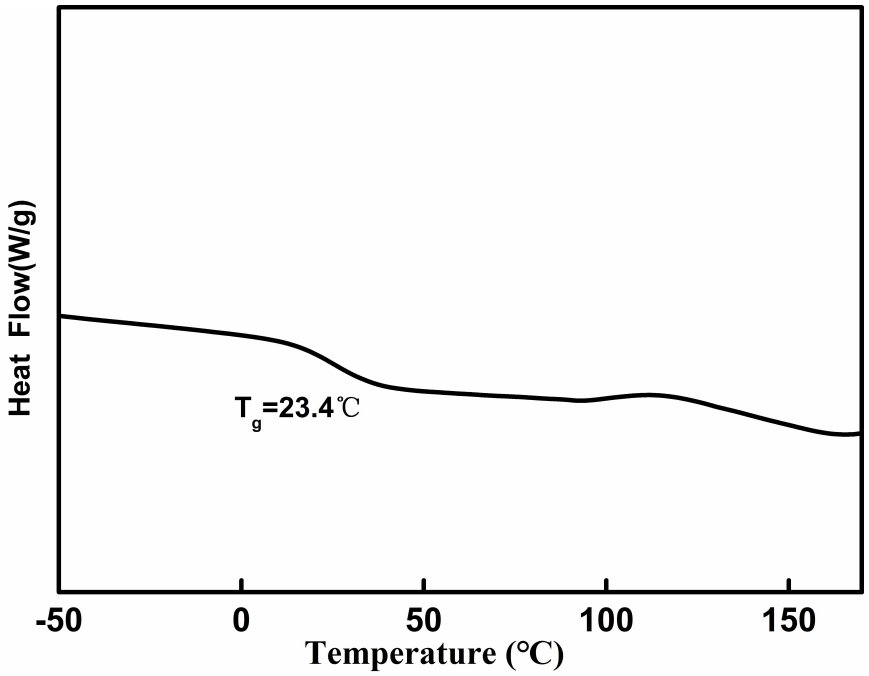

图 B.6　PPC 的 DSC 谱图

B.1.7　PGA的DSC谱图见图B.7

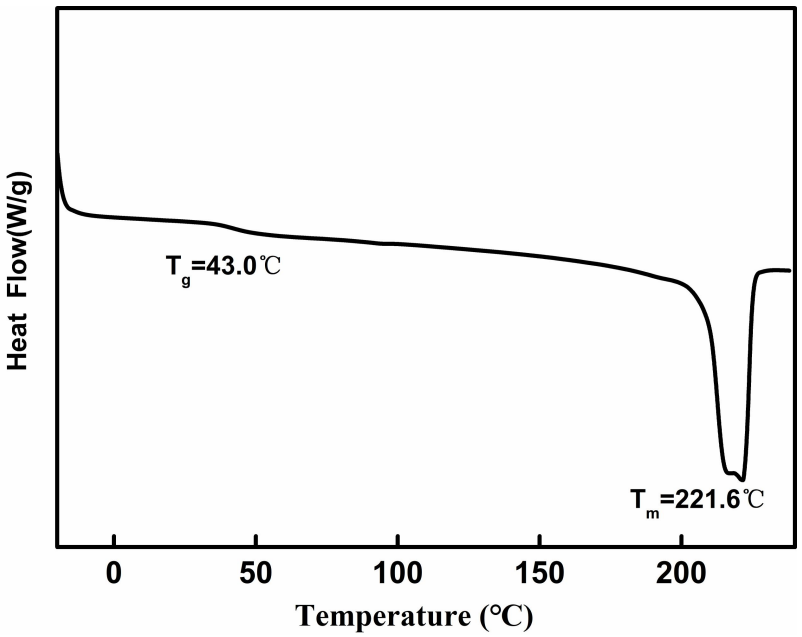

图 B.7　PGA 的 DSC 谱图

B.1.8　PBA的DSC谱图见图B.8

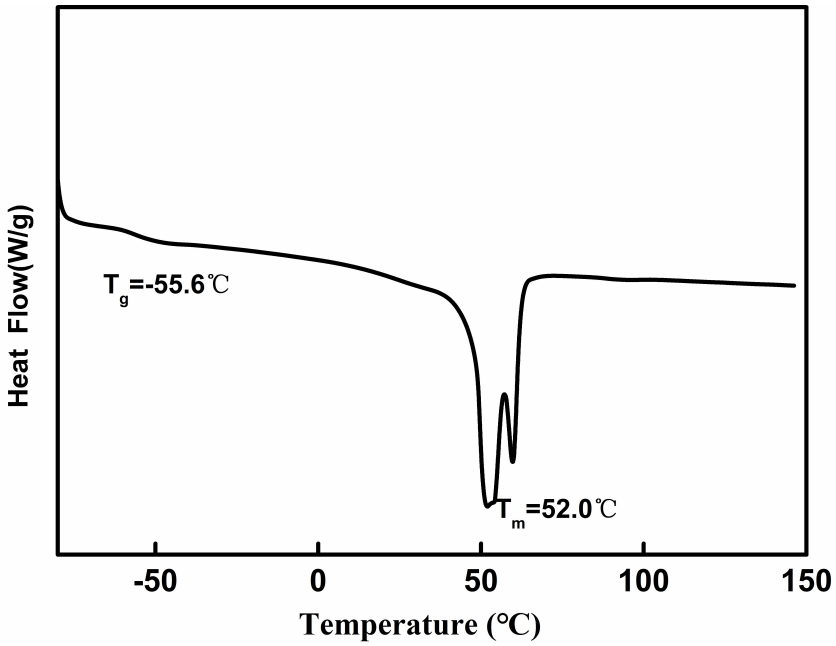

图 B.8　PBA 的 DSC 谱图