

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3332—2012



科学、公正、高效、快捷

中正检测

浙江中正检测技术服务有限公司

进出口纺织服装中聚氯乙烯的 定性鉴别方法

Test method for qualitative identification of polyvinyl chloride
in textiles and garments for import and export

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国珠海出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴丽娜、丁友超、陈朝方、林志武、冯云、杨力生、曹锡忠。

进出口纺织服装中聚氯乙烯的 定性鉴别方法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了纺织服装中聚氯乙烯(PVC)的火焰呈色和红外光谱定性鉴别方法。
本标准适用于纺织服装中涂层织物、塑料附件等疑似含有 PVC 的样品的定性鉴别。

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 试验方法

3.1 概述

火焰呈色法(3.2)可作为样品中 PVC 定性鉴别的筛选方法,由该方法检测结果为阴性的样品可确定不含 PVC,检测结果为阳性的样品,还需用红外光谱法(3.3)进一步确证。样品也可直接采用红外光谱法(3.3)进行定性分析。

3.2 方法一:火焰呈色法

3.2.1 原理

将样品置于烧红的铜丝上,在火焰的氧化焰中燃烧,根据火焰的颜色判定样品中是否含有 PVC。

3.2.2 试剂和材料

3.2.2.1 酒精喷灯或煤气灯。

3.2.2.2 约 15 cm 长裸露的铜丝,安装在软木塞上。

3.2.2.3 细砂纸:600 目或其他适用型号。

3.2.3 试验步骤

3.2.3.1 涂层织物直接剪成细小条状或块状;塑料附件通过剪、割、锯等适当等方法破碎为细小的块状或片状。

3.2.3.2 用细砂纸(3.2.2.3)将铜丝(3.2.2.2)打磨干净。

- 3.2.3.3 将铜丝(3.2.2.2)一端置于酒精喷灯或煤气灯(3.2.2.1)上加热,并烧至红热。
- 3.2.3.4 将试样迅速置于铜丝红热的一端,然后置于酒精喷灯或煤气灯的氧化焰中燃烧。
- 3.2.3.5 观察火焰的颜色变化。

3.2.4 结果判定

- 3.2.4.1 如果燃烧产生独特的蓝绿色火焰,则说明样品中可能含有 PVC,需用红外光谱法(3.3)进一步确证。
- 3.2.4.2 如果未见蓝绿色火焰,可判定样品中不含 PVC。

3.3 方法二:红外光谱法

3.3.1 原理

样品用四氢呋喃溶解、乙醇析出,析出物分离、烘干后,用红外光谱仪扫描检测。将样品的红外光谱图与 PVC 标准红外光谱图相对照,根据特征峰的位置及强度来判定鉴别。

3.3.2 试剂

- 3.3.2.1 四氢呋喃:分析纯。
- 3.3.2.2 乙醇:分析纯。
- 3.3.2.3 溴化钾:光谱纯。

3.3.3 仪器和设备

- 3.3.3.1 傅里叶变换红外光谱仪,波数范围 $4\ 000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$,可选配单点衰减全反射采样器。
- 3.3.3.2 玛瑙研钵。
- 3.3.3.3 压片机,含配套压片模具。
- 3.3.3.4 远红外干燥箱或红外灯。
- 3.3.3.5 天平:精确到 0.1 g。
- 3.3.3.6 玻璃试管:25 mL,具塞。
- 3.3.3.7 离心机:转速不小于 5 000 r/min。

3.3.4 试样制备和提取

- 3.3.4.1 选取代表性试样,对于涂层织物,剪成 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 以下的碎片,对于塑料附件,通过剪、割、锯等适当方法将其破碎成 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 以下的碎片,混匀。
- 3.3.4.2 称取上述试样 1.0 g,置于玻璃试管(3.3.3.6)中,加入 10 mL 四氢呋喃(3.3.2.1),振摇 2 min~10 min,使试样尽可能溶解。将试样溶液置于离心机(3.3.3.7)中,以 5 000 r/min 的速度离心 5 min。将上层清液转移至另一玻璃试管中,加入 15 mL 乙醇(3.3.2.2),振摇 5 min。如果未出现溶液浑浊或无絮状物析出现象,则可直接判定样品中不含 PVC,无需进一步测试;如果出现溶液浑浊或有絮状物析出现象,则样品中可能含有 PVC,需按以下步骤操作。

3.3.5 分离

3.3.5.1 总则

可根据实验条件选择离心分离(3.3.5.2)或者过滤分离(3.3.5.3)。

3.3.5.2 离心分离

将浑浊或含絮状物的溶液置于离心机(3.3.3.7)中,以 5 000 r/min 的速度离心 5 min。弃去上层清液,沉淀物用 2 mL 乙醇(3.3.2.2)洗涤一次,置于远红外干燥箱或红外灯(3.3.3.4)下烘干。

3.3.5.3 过滤分离

将浑浊或含絮状物的溶液用中速滤纸过滤,将沉淀物用 2 mL 乙醇(3.3.2.2)洗涤一次,置于远红外干燥箱或红外灯(3.3.3.4)下烘干。

注:如果溶液浑浊,较难过滤,可加入少量溴化钾,待其沉降后再过滤。

3.3.6 试样制片

分离(3.3.5)得到的残渣转移至玛瑙研钵(3.3.3.2)中,加入适量溴化钾(3.3.2.3),研磨至混合物无明显颗粒,用压片机(3.3.3.3)压片。

注 1:残渣与溴化钾的比例约为 1:100。

注 2:如样品成膜性较好,可无需压片,直接采用单点衰减全反射红外光谱分析。

3.3.7 红外光谱分析

3.3.7.1 仪器操作

红外光谱仪的分析操作按 GB/T 6040 执行。

3.3.7.2 仪器条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 扫描次数:10 次;
- b) 分辨率: 0.4 cm^{-1} ;
- c) 校正方式:自动大气背景扣除。

3.3.7.3 样品分析

将样品压片置于样品舱中,以空气为背景,采集 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ (波长 $2.5\ \mu\text{m}\sim 25\ \mu\text{m}$) 间的光谱。

注:如采用单点衰减全反射法可将样品直接置于采样器上采集光谱。

3.3.8 结果判定

将样品的红外光谱图与 PVC 标准红外光谱图相比较,根据特征峰的位置和强度进行判定。如果样品特征峰的位置及强度与标准相似,则可判定为样品中含有 PVC,否则可判定样品中不含 PVC。

注 1: PVC 标准红外光谱图、特征吸收峰及相应的振动类型参见附录 A。定性判定也可参照仪器分析软件。

注 2:实验条件及仪器特性等方面的微小差别会在红外光谱上产生细微的差异,按不同放大倍数得到的光谱图在峰高或波长上也可能存在不同,试验者应具备足够的经验加以识别。

4 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 使用的标准；
- b) 样品来源及描述；
- c) 测试结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
PVC 标准红外光谱及特征吸收峰

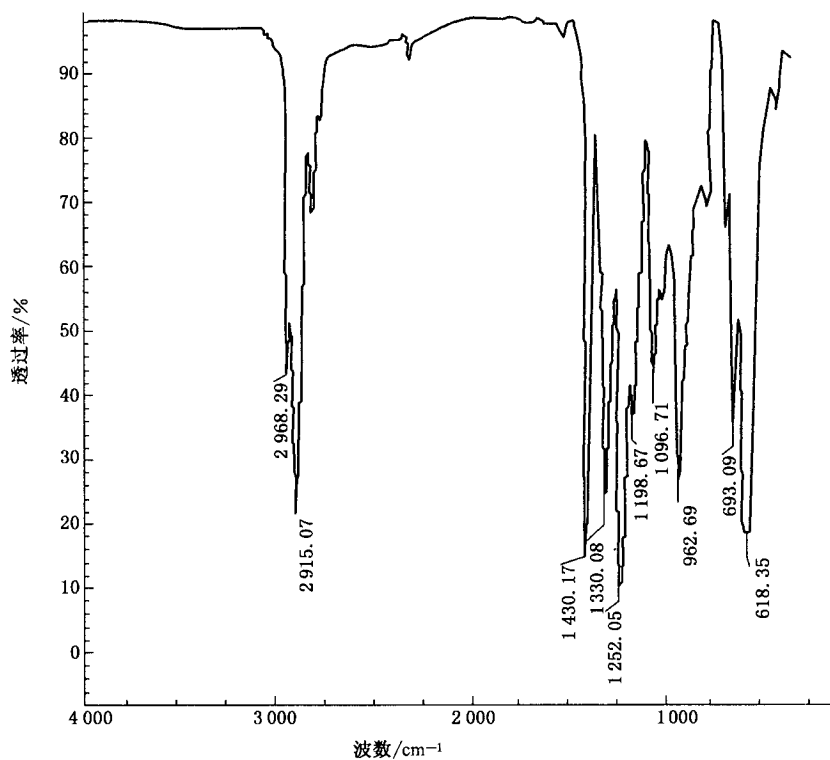


图 A.1 PVC 标准红外光谱图

表 A.1 PVC 的红外光谱特征峰及振动类型

特征峰位置 cm^{-1}	振动类型
2 968、2 915	饱和 C-H 伸缩振动
1 430	CH_2 变形振动
1 252、1 330	CHCl 中 C-H 弯曲振动
963	CH_2 变形振动
693、618	C-Cl 伸缩振动

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纺织服装中聚氯乙烯的
定性鉴别方法

SN/T 3332—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

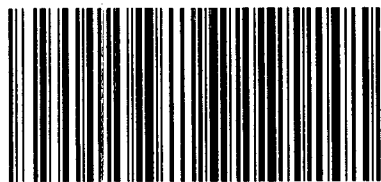
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-25362 定价 16.00 元



SN/T 3332-2012