

HX

中国化学纤维工业协会标准

HX/T 50011-2016

循环再利用聚酯（PET）纤维鉴别方法

Test method for the identification of recycled polyester

2016-01-05 发布

2016-03-01 实施

中国化学纤维工业协会 发布

前 言

本标准由中国化学纤维工业协会提出。

本标准由中国化纤协会标准化技术委员会负责归口。

本标准起草单位：上海纺织集团检测标准有限公司、上海市纺织工业技术监督所、上海市合成纤维研究所、中国化学纤维工业协会

本标准主要起草人：陆秀琴、付昌飞、李红杰、周祯德、端小平、申世红、徐逸群、刘慧杰

循环再利用聚酯（PET）纤维鉴别方法

1 范围

本标准规定了循环再利用聚酯（PET）纤维的鉴别方法。

本标准适用于本色、有色循环再利用聚酯（PET）（以下简称循环再利用涤纶）纤维，其他循环再利用聚酯（PET）切片、纱线、纺织品等可参照使用。

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 4146.1 纺织品 化学纤维 第1部分：属名

GB/T 4146.3 纺织品 化学纤维 第3部分：检验术语

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

GB/T 4146.1和GB/T 4146.3界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

循环再利用聚酯（PET） Regenerated Polyester Fibers Made from Recycled Polyester

废弃聚合物和废旧纺织材料经回收后加工制成的聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维。按加工工艺分为物理法和化学法。

3.2

主成分分析 Principal Component Analysis

将多个变量化为少数相互无关的综合变量的数学降维方法之一，在数学变换中保持变量的总方差不变，通过线性变换转成另一组不相关的变量，按照方差依次递减的顺序排列。

3.3

反向传播人工神经网络 Back Propagation Artificial Neural Network

应用类似于大脑神经突触联接的结构进行信息处理的数学模型，采用输入层、隐含层和输出层三层网络拓扑结构。

4 原理

循环再利用涤纶与原生涤纶加工流程的本质区别，造成某些特征不同为依据，把试样经高温醇解后，在高效液相色谱仪上检测醇解液，用反向传播神经网络法比对试样与基准样色谱的异同，从而定性鉴别纤维的属性。

5 仪器、设备、试剂、材料

5.1 仪器和设备

5.1.1 高效液相色谱仪，配有二极管阵列检测器（DAD）。

HX/T 50011-2016

- 5.1.2 分析天平：精度0.1mg。
- 5.1.3 加热装置：温度控制(220 ±5) °C。
- 5.1.4 反应管：50 mL，用不锈钢制成，带盖能密封。
- 5.1.5 自动移液装置或移液管：30 mL。
- 5.1.6 具塞三角瓶：100 mL。
- 5.1.7 0.45 μ m滤膜。

5.2 试剂和材料

- 5.2.1 甲醇，分析纯。
- 5.2.2 催化剂：醋酸锌，色谱纯。
- 5.2.3 酯交换液：称取60 mg醋酸锌，用甲醇溶解并稀释至2 L。
- 5.2.4 符合GB/T 6682的三级水。

6 数据库的建立

收集已知属性的涤纶样品，按照本标准第7章测试步骤得到高效液相色谱检测数据，建立数据库。样品数量至少100个，要求涵盖各类原生、物理法循环再利用、化学法循环再利用涤纶纤维。随着样品增加，可以更新数据库。

7 试验步骤

7.1 甲醇醇解

- 7.1.1 称取待检样品试样1g，精确至0.1 mg。
- 7.1.2 将试样放入反应管中，精确加入30 mL 酯交换溶液，将反应管盖拧紧，放入加热装置中，在220°C ±5°C下反应3 h 后取出，用自来水冷却至室温，打开反应管将上层清液倒入具塞三角瓶中，经0.45 μ m滤膜过滤后用于高效液相色谱检测。

7.2 高效液相色谱检测

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出色谱分析的普通参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱：XDB C₁₈ (5μm)，250mm×4.6mm，或相当者。
- b) 流量：1.0mL/min。
- c) 柱温：30°C。
- d) 进样量：10.0μL。
- e) 检测器：二极管阵列检测器（DAD）。
- f) 检测波长：254nm。
- g) 流动相1：甲醇。
- h) 流动相2：10%甲醇/90%水。
- i) 梯度如表1所示。

表1 梯度表

时间 (min)	流动相 1 (%)	流动相 2 (%)
0.00	20.0	80.0

15.00	80.0	20.0
20.00	100.0	0
35.00	100.0	0

7.3 原始变量预处理

7.3.1 在高效液相色谱图中识别溶剂、乙二醇和对苯二甲酸二甲酯的特征峰，标记停留时间段 1、停留时间段 2 和停留时间段 3（见图 1）。

7.3.2 选取停留时间段 1、停留时间段 2 和停留时间段 3 内的检测信号。将数据库和检测信号值依次进行基线校正、信号对齐的预处理。

7.4 数据计算

7.4.1 对经 7.3.2 预处理后的数据进行主成分分析，提取方差总和 $\geq 85\%$ 的前 k 个主成分变量作为特征变量。

7.4.2 建立一个三层反向传播神经网络，以 7.4.1 特征变量作为输入变量，经神经网络计算得到输出变量。

网络结构因原始数据而异，如下参数设置被证明是有效的。

- a) 隐含层激活函数：双曲正切 S 形函数。
- b) 输出层激活函数：对数 S 形转移函数。
- c) 训练函数：梯度下降自适应学习率训练函数。

7.4.3 计算输出变量与循环再利用属性之间的相关系数。

7.5 鉴别结论

若与物理法循环再利用涤纶数据库相关系数 ≥ 0.95 ，则鉴别为物理法循环再利用涤纶；

若与化学法循环再利用涤纶数据库相关系数 ≥ 0.95 ，则鉴别为化学法循环再利用涤纶。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 样品描述；
- c) 相关系数；
- d) 鉴别结论；
- e) 任何偏离本标准的说明。

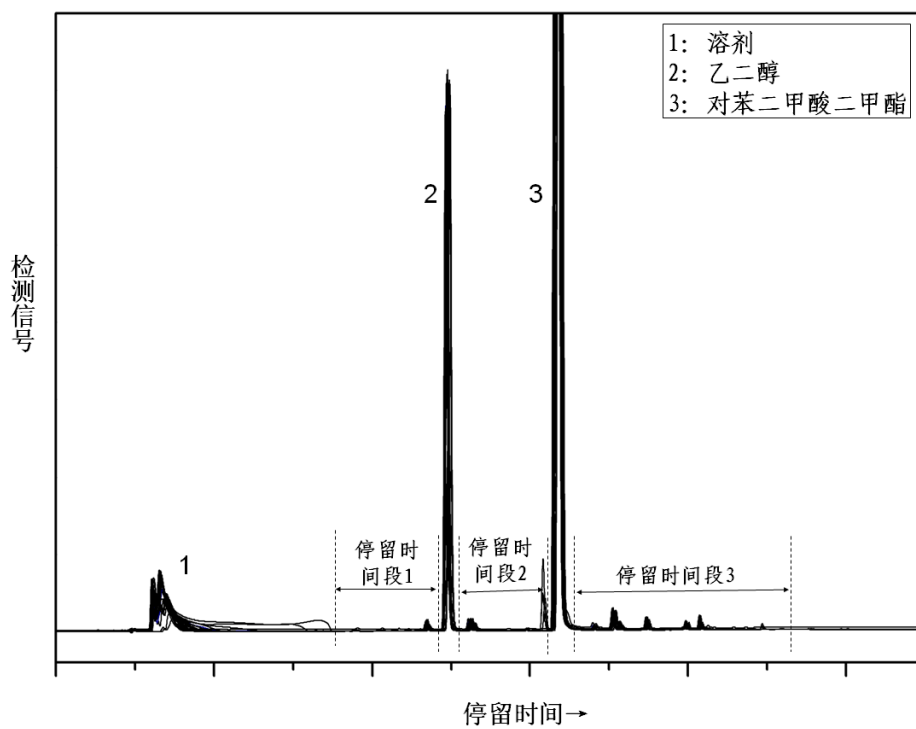


图 1 原生涤纶纤维和循环再利用涤纶纤维甲醇醇解-高效液相色谱图