

CCFA

中国化学纤维工业协会标准

T/CCFA 01030-2017

纤维级化学法循环再利用 聚酯切片 (PET)

Fiber grade chemical recycled polyester chip (PET)

2017-08-30 发布

2017-10-01 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。

本标准由中国化学纤维工业协会标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：浙江佳人新材料有限公司、浙江佳宝新纤维集团有限公司、安徽东锦资源再生有限公司、纺织化纤产品开发中心。

本标准主要起草人：楼宝良、余新健、符学州、李琴、邢朝东、张子昕。

纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET）

1 范围

本标准规定了纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET）的术语和定义、产品分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于以回收的聚酯（PET）（废丝、浆块、瓶片、废旧纺织品等）为材料，经过解聚、聚合、造粒等过程制备的有光、半消光、全消光聚酯切片。

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，仅所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（所有部分） 纺织品 化学纤维
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14190 纤维级聚酯切片（PET）试验方法

3 术语和定义

GB/T 4146.3和GB/T 14190中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET） fiber grade chemical recycled polyester chip（PET）

以回收的聚酯（PET）（废丝、浆块、瓶片、废旧纺织品等）为材料，经过解聚、聚合、造粒等过程制备的聚酯切片。

4 产品分类

纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET）根据是否进行消光处理，可分为有光、半消光、全消光。

5 技术要求

5.1 产品分等

纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET）产品分为优等品、一等品、合格品三个等级。

5.2 性能项目指标

产品指标见表 1。

表 1 纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET）性能项目和指标

序号	项目	优等品	一等品	合格品
1	特性粘度/ (dL/g)	$M_1^a \pm 0.012$	$M_1 \pm 0.015$	$M_1 \pm 0.020$
2	熔点/℃	$M_2 \pm 3$		
3	异状切片/ (质量分数) % \leq	0.4	0.5	0.6
4	灰分含量/ (质量分数) % \leq	0.06	0.08	0.1
5	端羧基含量/ (mol/t)	$M_3^c \pm 4$	$M_3^c \pm 4$	$M_3^c \pm 6$
6	色度	L 值	报告值	报告值
		b 值	$M_4^d \pm 2$	$M_4^d \pm 3$
7	水分/ (质量分数) % \leq	0.4	0.4	0.5
8	凝集粒子/ (个/mg) \leq	3	3	6
9	二甘醇含量/ (质量分数) %	$M_5^e \pm 0.15$	$M_5^e \pm 0.20$	$M_5^e \pm 0.30$
10	铁分/ (mg/kg) \leq	2	4	6
11	粉末/ (mg/kg) \leq	100	100	100
12	二氧化钛含量 (质量分数) %	报告值		
注:				
a M_1 为特性粘度中心值, 由供需双方在 0.500~0.800 dL/g 范围内确定, 确定后不得任意更改。				
b M_2 为熔点中心值, 由供需双方在 255~262℃ 范围内确定, 确定后不得任意更改。				
c M_3 为端羧基含量中心值, 由供需双方在 15~45 mol/t 范围内确定, 确定后不得任意更改。				
d M_4 为色度 b 值中心值, 由供需双方确定, 确定后不得任意更改。				
e M_5 为切片二氧化钛含量, 此项指标由供需双方确定, 确定后不得任意更改。				
f M_6 为二甘醇含量中心值, 由供需双方在 0.50~1.80% 范围内确定, 确定后不得任意更改。				

5.3 端甲基含量

当采用以对苯二甲酸酯（DMT）作为中间产物，制备纤维级化学法循环再利用聚酯切片的工艺路线时，使用端甲基含量作为产品特征值进行限定，具体指标值由供需双方确定，确定后不得任意更改。其他技术路线制备的切片是否需要检测该指标，由供需双方协商确定。

6 试验方法

6.1 检测项目中 1-12 项按照 GB/T 14190 规定的检测方法测试，原则上按照方法 A 规定执行。所有性能指标的表示结果均按表 1 规定的有效位数，依照 GB/T 8170 进行修约。

6.2 端甲基含量按照附录 A 规定执行。

7 检验规则

7.1 检验类型

检验类型分为型式检验和出厂检验。

下列情况下须进行型式检验：

- 规定的周期性检验时；
- 当生产设计、工艺、材料有变化，可能影响产品品质时；
- 出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异时；
- 国家检验机构要求进行型式检验时。

7.2 检验项目

7.2.1 表 1 中的各项性能项目均为型式检验项目。

7.2.2 表 1 中的特性粘度、色度、异状切片、灰分含量 4 项性能项目，为出厂检验项目。

7.3 组批规则

在一定范围内采用周期性取样组成检验批号。一个生产批可由一个检验批组成，也可由若干检验批组成。

7.4 取样规定

7.4.1 出厂检验时，样品由在线取样器自动抽取，或按一定的时间间隔在生产线上手工抽取。

7.4.2 包装后产品的取样按 GB/T 6679 规定执行，取样包数按 GB/T 6678 规定执行。

7.4.3 试验用样品量不低于 500 g，仲裁时样品量不低于 1000 g。

7.5 等级评定

各性能项目的测定值或计算值按 GB/T 8170 中修约值比较法与表 1 的极限数值比较，按最低一项的等级定为该批等级。

7.6 复验规则

7.6.1 产品到收货方时，应及时检查包装件的外包装、件数、质量与货单是否一致。如因运输或贮存等原因影响品质时，需查明责任，由责任方负责。

7.6.2 一批产品到收货方 30 日内，如发现产品质量不符合质量报告单可提交复验。若该批产品的数量使用三分之一以上时，不应申请复验。复验仅对除水分以外的其他产品指标进行测试。

7.6.3 如果是由于该批产品质量影响了后加工产品质量，并造成损失时，供需双方应分析原因，明确责任、协商处理。必要时可申请仲裁。

7.6.4 检验项目：同 7.2。仲裁时，如有项目涉及到两种以上试验方法时，原则上按 GB/T 14190 中相关试验方法的 A 法进行试验；如利益双方协商一致，可采用 B 法。

7.6.5 组批规定：按原生产批号组批。

7.6.6 取样规则：同 7.4。

7.6.7 复验评审：按 7.5 评定，高于或等于原等级则判为符合，低于原等级则判为不符合。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

包装件上应明确标明“循环再利用”、产品名称、规格、等级、批号、净质量、生产日期、产品标准编号、商标、生产企业名称、地址等相关信息以及产品防护、搬运等警示标志。

8.2 包装

8.2.1 产品以包装袋包装或槽车装运的形式出厂。包装袋应为带有内衬的编织袋。可根据用户需求外罩聚乙烯防尘薄膜。装运产品的槽车应清洁、干燥。

8.2.2 每批产品应附产品合格证（检验报告）。

8.3 运输

产品为非危险品。在运输和装卸过程中应按产品警示标志规定执行，应采取防范措施防止产品受潮、暴晒、受污染和包装受损，不得抛卸。

8.4 贮存

T/CCFA 01030-2017

产品按批堆放，应置于阴凉、干燥、通风并配有消防设施的仓库内，应远离热源，避免阳光直接照射。

附 录 A
(规范性附录)
端甲基含量的测试方法

A.1 范围

本方法规定了纤维级化学法循环再利用聚酯切片（PET）端甲基含量的测试方法。

A.2 原理

经化学法处理的样品，若经历制备、提纯中间体 DMT 的过程，其会导致在聚酯切片中存在端甲基结构。因此，通过将聚酯切片溶解在特定溶剂后，可利用气相色谱仪定量计算其端甲基峰面积，之后与标准液峰面积对比后可计算端甲基含量。端甲基含量的测定可以表征聚酯切片是由化学法 DMT 路线制备而成。其含量又是反应化学法循环再利用切片品质的重要指标。

A.3 仪器设备及试剂

A.3.1 仪器设备

- 1) 气相色谱仪
- 2) 容量瓶:100ml 250ml 500ml
- 3) 三角烧瓶 50ml
- 4) 移液管 50ml
- 5) 分析天平：精度 0.001g
- 6) 计时器：精度 0.01s
- 7) 精密恒温水浴：温度控制在 $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$
- 8) 溶解试管：底内径 21mm，外径 24mm；高 15cm；口内径 24cm，外径 30mm.
- 9) 加热溶解炉

A.3.2 试剂

- 1) 水合肼：分析纯
- 2) 无水甲醇：色谱纯
- 3) 正丙醇：分析纯
- 4) 1,4-丁二醇：优级纯

A.4 测试步骤

A.4.1 混合液的制备

- 1) 用电子天平称量 50ml 的三角烧瓶；
- 2) 根据表 1 要求，称取各种调制试剂（特级）置于三角烧瓶中；
- 3) 使用表 1 规定溶剂，少量注入到三角烧瓶中溶解试剂；
- 4) 将溶液转移至容量瓶中，并用规定溶剂定容至标线。

表 A.1 各混合液溶剂、溶液用量

混合液	试剂	称取量 (g)	全体量 (ml)
F 液	1, 4 丁二醇	5.000g	用水合肼定容到 500ml
B 液	甲醇	3.20g	用纯水定容到 100ml
D 液	正丙醇	20.100g	用水合肼定容到 250ml
D/10 液	D 液	50ml	用水合肼定容到 500ml

A.4.1.1 D 液的制备

称取正丙醇 20.100g 于 250ml 容量瓶中，用水合肼定容至刻度。将样品恒温在 25℃ 恒温水槽中 15 分钟（如恒温后未到刻度，再加水合肼到刻度）。

A.4.1.2 B 液的制备

称取甲醇（HPLC）3.20g 于 100ml 容量瓶中，用纯水定容至刻度。将样品恒温在 25℃ 恒温水槽中 15 分钟（如恒温后未到刻度，再加纯水到刻度）。

注：称取甲醇前在容量瓶中加入少量的纯水，防止甲醇挥发。

A.4.1.3 D/10 液的制备

用 50ml 胖肚移液管移取恒温在 25℃ 恒温水槽中的 D 液 50ml 于 500ml 容量瓶中，用水合肼定容至刻度。将样品恒温在 25℃ 恒温水槽中 15 分钟。（如恒温后未到刻度，再加水合肼到刻度。）

A.4.2 标准液的调制

- 1) 将恒温槽设定到 25℃ 加入各种调和液进行恒温；
- 2) 迅速用胖肚移液管移取表 1 中各混合液放入容量瓶；
- 3) 用水合肼定容到标准附近；
- 4) 将容量瓶浸到恒温槽恒温到 25℃；
- 5) 加入水合肼定容到标线。

表 A.2 标准液各成分比例

M _{CH3}	B 液	D/10 液	定容至
5#	0.1ml	10ml	100ml
10#	0.2ml	10ml	100ml
25#	0.5ml	10ml	100ml
50#	1ml	10ml	100ml

A.4.3 分解液的调制

- 1) 将恒温槽设定到 25℃ 加入各种调和液进行恒温。
- 2) 迅速用各个胖肚移液管取各个调和剂放入容量瓶。
- 3) 用水合肼定容到刻度。
- 4) 将容量瓶浸到恒温槽恒温到 25℃。
- 5) 加入水合肼定容到标线。

表 A.3 分解液各成分比例

分解液	F 液	D/10 液	总体积
CH ₃ 分解液	100ml	100ml	1000ml

A.4.4 样品分析步骤

- 1) 称取样品 1g, 加入 5ml 分解液于溶解试管中 (放入一颗搅拌子) 并开始搅拌, 将加热溶解炉设置为 130℃, 加热 1 小时;
- 2) 待样品完全溶解后冷却至室温;
- 3) 取清液向气相色谱仪中进样, 进样量为 1ul;
- 4) 由仪器绘制分析图谱;
- 5) 用气相色谱仪制取各标准液 (5#、10#、25#、50#) 图谱。
- 6) 对比样品图谱与标准液图谱, 选取与样品图谱最接近的标准液图谱作为对比图。

A.5 结果计算

化学法循环再利用聚酯切片 (PET) 端甲基含量用公式 (A.1) 计算, 按 GB/T 8170 修约至整数位。

$$\text{端甲基含量} = M_{CH_3} \times \frac{A}{B} \div \frac{C}{D} \dots\dots\dots A.1$$

式中:

M_{CH_3} : 标准液端甲基含量值, 数值与编号值相同, mol/t;

A: 样品端甲基特征峰面积;

B: 样品中水合肼的特征峰面积;

C: 标准液端甲基特征峰面积;

D: 标准液中水合肼的特征峰面积。