

团 体 标 准

T/CCFA 00013-2024

循环再利用聚对苯二甲酸乙二醇酯（rPET） 中间苯二甲酸含量的测定 气相色谱法

Determination of isophthalic acid content in recycled polyethylene terephthalate
(rPET) -Gas chromatography

2024-08-08 发布

2024-09-01 实施

中国化学纤维工业协会

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。

本文件由中国化学纤维工业协会提出。

本文件由中国化学纤维工业协会标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司、广州希音国际进出口有限公司、浙江海利环保科技股份有限公司、中石化上海石油化工研究院、上海市纺织工业技术监督所、中国化学纤维工业协会

本文件主要起草人：周强、朱闻宇、方叶青、刘俊彦、许晓敏、李荣丽、付明、李姜黎、李红杰、李德利、汪丽霞、吴文静、袁野

循环再利用聚对苯二甲酸乙二醇酯（rPET）中间苯二甲酸含量的测定 气相色谱法

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

1 范围

本文件描述了采用气相色谱法测定循环再利用聚对苯二甲酸乙二醇酯（以下简称：rPET）中间苯二甲酸(IPA)含量的方法。

本文件适用于rPET产品，包括rPET瓶片、rPET切片、rPET纤维等，其他产品可参照使用。

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 4146（所有部分） 纺织品 化学纤维

GB/T 6504—2017 化学纤维 含油率试验方法

3 术语和定义

GB/T 4146界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

循环再利用聚对苯二甲酸乙二醇酯（rPET） recycled polyethylene terephthalate（rPET）
废旧聚酯（PET）经回收后加工制成的聚对苯二甲酸乙二醇酯产品。

4 原理

将rPET样品通过与甲醇进行酯交换反应，经过滤后，用气相色谱法检测滤液中生成的间苯二甲酸二甲酯的峰面积，用内标法定量，计算得出间苯二甲酸（IPA）的含量。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪，配备氢火焰离子化检测器（FID）。
- 5.2 色谱柱：推荐聚乙二醇毛细管柱，30 m×0.53 mm×1.0μm，或相当者。
- 5.3 加热装置：可以控制温度（210±10）℃。
- 5.4 天平：分度值0.1 mg。
- 5.5 烘箱：能保持（105±3）℃。
- 5.6 超声波清洗仪：功率400 W，频率40 kHz。
- 5.7 容量瓶：2 000 mL、250 mL、25 mL。
- 5.8 单标移液管或移液枪：25 mL。
- 5.9 刻度吸管或移液枪：1 mL。

- 5.10 不锈钢反应管：50 mL，配聚四氟乙烯垫。
- 5.11 针式过滤器，滤膜0.45 μm，尼龙或聚四氟乙烯材质。
- 5.12 具塞三角瓶：50 mL。
- 5.13 进样瓶：2 mL。
- 5.14 其他装置：台虎钳、扳手等

6 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂。

- 6.1 甲醇，分析纯。
- 6.2 间苯二甲酸二甲酯，CAS:1459-93-4，纯度≥99%。
- 6.3 内标物：四甘醇二甲醚（CAS:143-24-8）或1，6己二醇（CAS:629-11-8），纯度≥99%。
- 6.4 醋酸锌，分析纯。

7 试验步骤

7.1 标准溶液的配制

7.1.1 0.2 mg/mL 内标浓度的反应液的制备

精确称取 400 mg 内标物和 60 mg 醋酸锌催化剂，用甲醇溶解后转移至 2 000 mL 容量瓶，用甲醇定容至刻度。定容后转移至干燥洁净的试剂瓶中，在阴凉避光处保存。反应液有效期为 6 个月。配制新的反应液需要重新绘制相应的工作曲线。此反应液中内标物浓度为 0.2 mg/mL，醋酸锌浓度为 0.03 mg/mL。25 mL 该反应液约含 5 mg 内标物。

7.1.2 25 mg/mL 间苯二甲酸标准储备溶液的制备

精确称取2.92 g(精确到0.1 mg)间苯二甲酸二甲酯至100 mL容量瓶中，加入80 mL甲醇超声溶解，冷却至室温后，用甲醇定容至刻度。配制成相当于间苯二甲酸含量为 25 mg/mL的标准储备溶液。充分混匀待用。标准储备溶液在室温条件下保存，有效期为6个月。

注：1g 间苯二甲酸二甲酯相当于 0.856 g 间苯二甲酸（IPA）。

7.1.3 间苯二甲酸工作溶液的制备

用刻度吸管分别吸取间苯二甲酸标准储备溶液（6.3）0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL 于 5 个具塞三角瓶中，移入 25 mL 反应液（6.2），配制成间苯二甲酸标准工作溶液。各工作溶液中所含的相当于间苯二甲酸的质量分别为 2.5 mg、5 mg、10 mg、15 mg、20 mg。配制如表 1 所示。该工作曲线适用于 IPA 含量为 0.2%~2.0%的样品，IPA 含量在该范围以外的样品应根据实际情况选择合适的工作溶液浓度并重新绘制工作曲线。

表 1 间苯二甲酸工作溶液配制

序号	移取间苯二甲酸标准储备溶液的体 积(mL)	相当于间苯二甲酸（IPA） 的质量(mg)	相当于间苯二甲酸含量 (%)
1	0.1	2.5	0.25
2	0.2	5	0.5
3	0.4	10	1.0
4	0.6	15	1.5

5	0.8	20	2
---	-----	----	---

注：间苯二甲酸含量按照理论试样量 1g 计算得到。

7.2 试样处理

瓶片、切片等样品，直接测试。

纤维样品，先按GB/T 6504-2017 附录C快速挤压法去除油剂，然后在 $(105\pm3)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥1 h，作为待测试样。

7.3 待测试样溶液制备

称取去油并干燥后的试样0.9g~1.1g（精确至0.1 g），记录试样质量 m 。将试样放入反应管中，移入25 mL反应液（6.2），用台虎钳将反应管盖拧紧，保证气密性，竖直放入加热装置中，在 $(210\pm10)^{\circ}\text{C}$ 反应2 h后取出，用自来水冷却至室温。打开反应管，将上层清液经针式过滤器过滤至2 mL进样瓶中待检。

7.4 色谱条件

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

- 色谱柱：DB-WAX（0.53 mm*30 m，1.0 μm ）；
- 载气（ N_2 ）流速：20 mL/min；
- 燃气（ H_2 ）流量：35 mL/min；
- 空气流量：350 mL/min；
- 柱温：175 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 进样量：0.8 μL ；
- 分流比：3：1。

7.5 绘制标准工作曲线

按照确定的色谱条件，将间苯二甲酸标准工作溶液（6.4）充分摇匀后用气相色谱进行测试。

根据色谱分析结果，以间苯二甲酸二甲酯的峰面积与内标物峰面积之比为横坐标，对应的IPA质量（mg）为纵坐标，绘制标准工作曲线，过零点进行线性回归，得出斜率 K 。要求标准工作曲线线性相关系数 $R\geq 0.99$ 。

每次新制备反应液后，必须重新绘制标准工作曲线。

典型的间苯二甲酸标准溶液的气相色谱图示例，如图1所示。

7.6 试样溶液测定

按照确定的色谱条件，对制备好的试样溶液平行进样，测定间苯二甲酸二甲酯与内标物的峰面积，根据公式（1）计算IPA含量。典型的纤维试样溶液的气相色谱图示例，如图2所示。

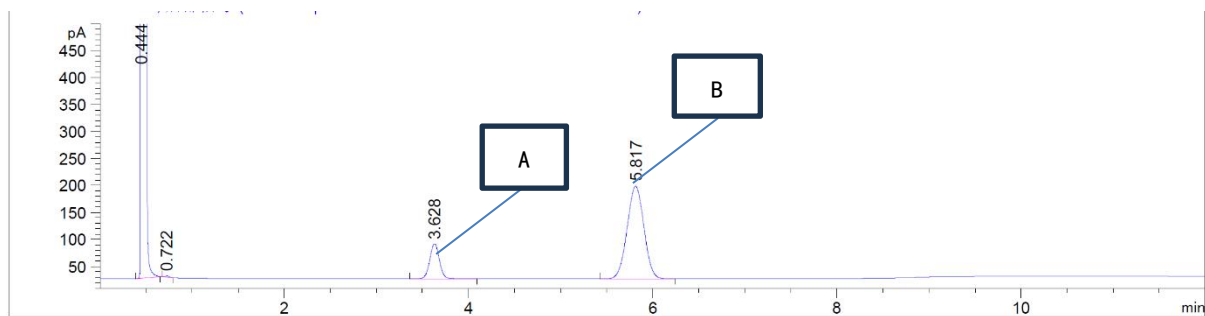
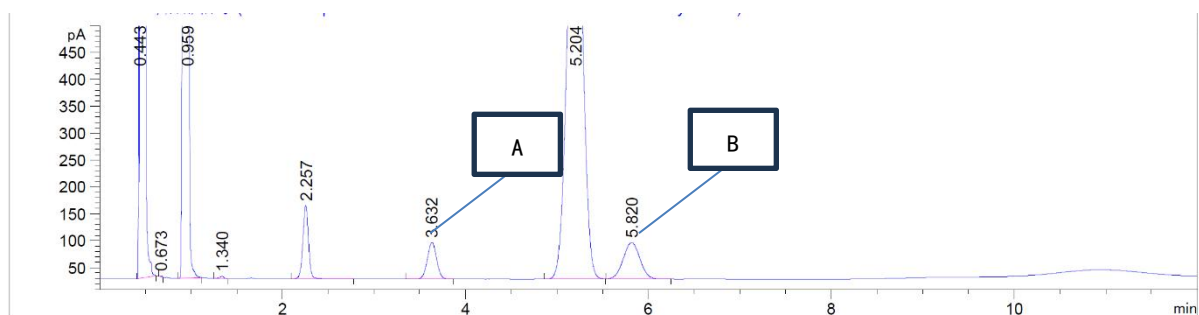


图1 间苯二甲酸标准溶液的气相色谱图



标引序号说明：

A——内标物；

B——间苯二甲酸二甲酯。

图2 纤维试样气相色谱图示例

8 结果计算和表示

试样的间苯二甲酸含量按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{K \times A_1 \times 10^{-3}}{A_{ST} \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω ——间苯二甲酸含量，%；

K ——工作曲线的斜率，单位为毫克（mg）；

A_1 ——间苯二甲酸二甲酯峰面积；

A_{ST} ——内标物峰面积；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果以两次测试值的平均值表示，按照 GB/T 8170 修约到小数点后两位。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 采用的标准（包括年代号）；
- b) 识别测试样品的所有必要信息；

- c) 试验方法;
 - d) 试验结果;
 - e) 经协商或其他方式后, 试验步骤与本文件任何不一致的部分;
 - f) 观察到的异常现象;
 - g) 试验日期;
 - h) 需要说明的信息。
-