

ICS 83.100

CCS G 32

T/CPUIA

中国聚氨酯工业协会团体标准

T/CPUIA XXXXX-XXXX

聚氨酯软泡化学回收 第2部分：再生聚醚多元醇/ 再生二氨基甲苯

Chemical recycling of flexible cellular polyurethane foam
Part 2: Recycled polyether and recycled diaminotoluene

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

(文稿完成日期：2025-03-31)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国聚氨酯工业协会 发布

目 次

前 言	III
1 范围	4
2 规范性引用文件	4
3 术语和定义	4
4 命名规则	4
5 要求	5
5.1 再生聚醚多元醇的要求	5
5.2 再生 TDA 的要求	5
6 试验方法	6
6.1 再生聚醚多元醇外观	6
6.2 二氨基二苯基甲烷、醇解剂残留和 TDA	6
6.3 色度 L*值	6
6.4 羟值	6
6.5 粘度 (25℃)	6
6.6 钠离子和钾离子	6
6.7 再生聚醚多元醇水分	6
6.8 pH 值	6
6.9 酸值	6
6.10 再生 TDA 外观	6
6.11 TDA 纯度和 2,4-TDA	7
6.12 再生 TDA 水分	7
7 检验规则	7
7.1 出厂检验	7
7.2 采样	7
7.3 组批	7
7.4 判定	7
8 包装标识	7
8.1 标志	7
8.2 包装	7

8.3 标识.....	8
8.4 运输.....	8
8.5 贮存.....	8
附录 A（规范性）醇解剂、二氨基甲苯含量的测定.....	9
附录 B（规范性）色度 L*值的测定.....	12
附录 C（规范性）二氨基甲苯纯度及 2,4-二氨基甲苯含量的测定.....	13
附录 D（资料性）回收成分含量标识.....	17

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国聚氨酯工业协会提出并归口。

本文件起草单位：万华化学集团股份有限公司、科思创（上海）投资有限公司、巴斯夫聚氨酯特种产品（中国）有限公司、中华全国供销合作总社天津再生资源研究所、佛山市宜奥科技实业有限公司。

本文件主要起草人：郝若愚、迟森森、高振华、徐丹、辛波、王勤隆、姜涛、吴海生。

本文件为首次发布。

聚氨酯软泡化学回收 第 2 部分：再生聚醚多元醇/二氨基甲苯

1 范围

本文件规定了聚氨酯软泡化学回收再生聚醚多元醇及再生二氨基甲苯(以下简称 TDA)的产品特点、要求、试验方法、检验规则和包装标识。

本文件适用于以废旧聚氨酯泡沫经化学回收生产的再生聚醚多元醇和再生 TDA 产品,其中再生聚醚可用于聚氨酯软泡的生产,再生 TDA 可用于合成甲苯二异氰酸酯(TDI)或其他应用领域。

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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔 费休法(通用方法)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 12008.1 塑料 聚醚多元醇 第 1 部分:命名系统

GB/T 12008.2-2010 塑料 聚醚多元醇 第 2 部分:规格

GB/T 12008.3 塑料 聚醚多元醇 第 3 部分:羟值的测定

GB/T 12008.4 塑料 聚醚多元醇 第 4 部分:钠和钾的测定

GB/T 12008.5 塑料 聚醚多元醇 第 5 部分:酸值的测定

GB/T 12008.7 塑料 聚醚多元醇 第 7 部分:粘度的测定

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 22313 塑料 用于聚氨酯生产的多元醇 水含量的测定

GB/T 35773 包装材料及制品气味的评价

GB/T 45090 塑料 再生塑料的标识和标志

ISO 14021 Environmental labels and declarations — Self-declared environmental claims (Type II environmental labelling)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 命名规则

4.1 再生聚醚多元醇的命名

再生聚醚多元醇的命名参考了 GB/T 12008.1《塑料 聚醚多元醇 第 1 部分:命名系统》的规则,但考虑到聚氨酯软泡化学回收再生聚醚多元醇的特殊性,做了相应调整。

聚氨酯软泡化学回收得到的再生聚醚多元醇的命名由固定名称和特殊项目组成，固定名称为再生聚醚多元醇，命名系统模式见表 1。

表 1 再生聚醚多元醇的命名规则

命名				
固定名称 ^a	特殊项目			
	字符组 1 (软泡聚醚, 缩写 F)	字符组 2 (羟值, 以实际值为准)	字符组 3 (回收泡沫含量 ^b , 百分数)	字符组 4 (附加信息)
注: 例如 Rpolyol F56-100, 代表羟值 56, 回收泡沫含量 100% 的再生软泡聚醚多元醇。				
^a 固定名称为: Rpolyol				
^b 再生聚醚多元醇回收成分含量为最终聚醚产品中废弃物来源物质的质量占比。				

4.2 再生 TDA 的命名

R-mTDA-100 (化学回收再生间苯二甲胺, 回收成分含量 100%)。

5 要求

5.1 再生聚醚多元醇的要求

5.1.1 环保要求

再生聚醚多元醇应满足欧盟 REACH 法规, 二氨基二苯基甲烷含量不超过 1000 $\mu\text{g/g}$ 。

在 GB/T 35773 测试条件下, 产品气味等级应小于 2。

再生聚醚多元醇中, 回收成分 (废泡沫贡献) 占比不应低于 20%。

5.1.2 技术要求

不同牌号的再生聚醚多元醇的技术要求应符合表 2 的规定。

表 2 再生聚醚多元醇的技术要求

项目	指标
外观	棕色至褐色粘稠液体
色度 L*值	\geq 90
醇解剂残留, %	\leq 0.1
羟值, mg KOH/g	50~60
粘度 (25 $^{\circ}\text{C}$), mPa s	400~800
钠离子, mg/kg	\leq 100
钾离子, mg/kg	\leq 100
水分, %	\leq 0.05
pH 值	5~8
酸值, mg KOH/g	\leq 0.1

5.2 再生 TDA 的要求

再生 TDA 的技术要求应符合表 3 的规定。

表 3 再生 TDA 的技术要求

项目	指标
外观	白色或灰绿色晶体
TDA 纯度, % \geq	99.0
2,4-TDA, %	77~83
水分, % \leq	0.1

6 试验方法

6.1 再生聚醚多元醇外观

将试样置于 50 mL 的比色管中，在透光条件下从侧面进行目测。

6.2 二氨基二苯基甲烷、醇解剂残留和 TDA

按附录 A 规定的方法测定。

6.3 色度 L*值

按附录 B 规定的方法测定。

6.4 羟值

按 GB/T 12008.3 规定的方法测定。

6.5 粘度 (25°C)

按 GB/T 12008.7 规定的方法测定。

6.6 钠离子和钾离子

按 GB/T 12008.4 规定的方法测定。

6.7 再生聚醚多元醇水分

按 GB/T 22313 规定的方法测定。

6.8 pH 值

按 GB/T 12008.2-2010 “附录 A” 规定的方法测定。

6.9 酸值

按 GB/T 12008.5 规定的方法测定。

6.10 再生 TDA 外观

取适量试样置于烧杯中，自然光线下目视测定。

6.11 TDA 纯度和 2,4-TDA

按附录 C 规定的方法测定。

6.12 再生 TDA 水分

按 GB/T 6283 规定的方法测定。

7 检验规则

7.1 出厂检验

本产品应由质量检验部门逐批检验合格并附检验报告单方可出厂；产品质量证明书内容包括：产品名称、生产单位名称、生产日期或批号、牌号、本文件编号、检验日期、检验人及检验结果等。出厂检验项目为表 2 和表 3 中的所有项目。

7.2 采样

采样单元数按 GB/T 6678 的规定。采样方法按 GB/T 6680 中的规定进行。取样容器必须干燥、清洁，总取样量不得少于 250 mL。将取得的样品分装入干燥、清洁的两个采样瓶中密封，贴上标签，注明：产品名称、规格、批号、生产日期、取样时间，一瓶供检验，另一瓶密封后保存备查。

7.3 组批

本产品以每生产一釜或混合均匀的另一储罐产品为一批。产品以批为单位进行检验和验收。

7.4 判定

本产品应由生产厂的质量检验部门按照本文件规定的试验方法进行检验，依据检验结果和本文件中的要求对产品作出质量判定。产品出厂时，每批产品应附有产品质量证明书，质量证明书上应注明产品名称、规格、等级、批号、分析日期、检验人员、检验结果、执行标准和生产厂名称等，并盖有出厂检验章。检验结果全部符合本文件要求时，判定为合格；若有指标不符合本文件要求时，则重新自该批产品中以两倍量的采样单元数采样复检，复检结果全部符合本文件要求时，判定为合格；否则，判该批产品不合格。

8 包装标识

8.1 标志

每批产品应有质量检验报告单，每一包装件上应有清晰牢固的标志，标明产品名称、回收成分含量、生产厂家、批号、净含量、生产日期、本文件编号及防湿、防晒标志。

8.2 包装

再生聚醚多元醇的包装：本产品包装容器为清洁干燥过的油漆镀内膜铁桶，包装容器盖要严密密封，并由外封盖，也可采用其他型式的清洁包装容器或散装运输，每批产品应附有质量证明书。

再生 TDA 的包装：本产品采用铁桶包装，应符合 GB 12463 的技术要求。

8.3 标识

回收产品外包装应印有清晰的回收成分含量标识，应符合 ISO 14021 和 GB/T 45090 的要求（见附录 D）。

8.4 运输

在运输中应防止雨淋和玷污，小心轻放，防止与坚硬的物体相撞而漏损。

8.5 贮存

密封贮存在通风、干燥、阴凉处，远离火种和热源，保质期为 12 个月。

附录 A

(规范性)

醇解剂、二氨基甲苯含量的测定

A.1 方法提要

样品经甲醇溶解稀释后，采用气相色谱进行分析，以氢火焰离子化检测器（FID）进行检测，外标法测定醇解剂（小分子二元醇）、二氨基甲苯含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 甲醇：色谱纯。

A.2.2 醇解剂：纯度不低于 99.9%。

A.2.3 2,4-二氨基甲苯：纯度不低于 99.9%。

A.2.4 载气：氮气，纯度不低于 99.999%。

A.2.5 燃气：氢气，纯度不低于 99.999%。

A.2.6 辅助气（隔垫吹扫及尾吹）：与载气具有相同性质的氮气。

A.2.7 助燃气：空气，经充分干燥和净化。

A.2.8 玻璃样品瓶：10 mL、50 mL 容量瓶、2 mL 气相色谱进样瓶，具有可密封性的瓶盖。

A.3 仪器和设备

A.3.1 气相色谱仪：配置有分流/不分流进样口、氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪，配备有微量注射器或自动进样器及色谱工作站。

A.3.2 色谱条件：本方法推荐的色谱条件见表 B.1，能达到同等分离效果的其他色谱柱和色谱条件也可使用。

A.3.3 分析天平：精度 0.1 mg。

表 A.1 推荐的色谱柱及典型色谱条件

色谱柱	毛细管柱
固定相	5%苯基-95%聚二甲基硅氧烷
柱长, m	30
柱内径, mm	0.53
液膜厚度, μm	1.5
载气	氮气
载气流速, mL/min	3.0
柱温, $^{\circ}\text{C}$	初始温度 50°C 保持 1 min, 然后以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 150°C , 保持 2 min, 再以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 300°C , 保持 10 min
进样口温度, $^{\circ}\text{C}$	280
检测器温度, $^{\circ}\text{C}$	320
进样量, μL	0.5
分流比	10:1
氢气流速, mL/min	30
空气流速, mL/min	300
尾吹气流速, mL/min	25
隔垫吹扫气流速, mL/min	3

A.4 分析步骤

A.4.1 标准样品制备

1) 标准储备液

分别称取醇解剂、2,4,-二氨基甲苯 0.1 g (准确至 0.1mg) 于预先盛有 25 mL 甲醇的 50 mL 容量瓶中, 摇匀, 以甲醇定容后摇匀, 得到标准储备液, 醇解剂、二氨基甲苯含量为 2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2) 系列标准溶液

分别移取醇解剂标准储备液 0.1 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL 于 10 mL 容量瓶中, 加入甲醇定容, 摇匀, 采用甲醇做溶剂, 配制 6 个醇解剂标准样品, 浓度分别为: 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 待仪器操作条件稳定后, 测量标准品的色谱峰面积。

分别移取二氨基甲苯标准储备液 0.1mL、0.25mL、0.5mL、1.0mL、2.5mL、5.0mL 于 10mL 容量瓶中, 加入甲醇定容, 摇匀, 采用甲醇做溶剂, 配制 6 个二氨基甲苯标准样品, 浓度分别为: 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 待仪器操作条件稳定后, 测量标准品的色谱峰面积。

A.4.2 样品制备

准确称取 0.1 g 再生聚醚 (精确至 0.1 mg) 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 密封摇匀, 0.45 μm 有机滤膜过滤, 待仪器操作条件稳定后, 测量各组分的色谱峰面积。

A.4.3 标准曲线绘制

按表 B.1 色谱条件设定仪器的操作条件，待仪器稳定后，用微量注射器分别抽取 B.4.1 中的标准系列溶液注入气相色谱仪进行分析，得到醇解剂和二氨基甲苯的峰面积，以相应的醇解剂和二氨基甲苯浓度为横坐标，对应峰面积为纵坐标，分别绘制醇解剂和二氨基甲苯的标准工作曲线。

A.4.4 样品分析

按表 B.1 色谱条件设定仪器的操作条件，待仪器稳定后，用微量注射器分别抽取 B.4.2 处理后的样品，进样分析得到醇解剂和二氨基甲苯的峰面积，根据 B.4.3 标准曲线处理后，得到样品中醇解剂和二氨基甲苯的含量。

A.5 结果计算

样品中醇解剂和二氨基甲苯的含量 X_i ，以 $\mu\text{g/g}$ 表示，计算公式如下：

$$X_i = \frac{\rho_i * V}{m} \quad (\text{B.1})$$

式中：

ρ_i —— 经过 B.4.3 标准曲线处理后得到的样品中醇解剂和二氨基甲苯的含量，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V —— 样品经过处理后稀释的总体积（按照 B.4.2 处理后试样体积为 10mL），单位为 mL；

m —— 样品的质量，单位为克 (g)；

A.5.1 允许误差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对偏差不大于 5%。

A.6 典型谱图

11.1 min 为醇解剂出峰位置，16.6 min 为二氨基甲苯出峰位置，典型样品色谱图如下所示：

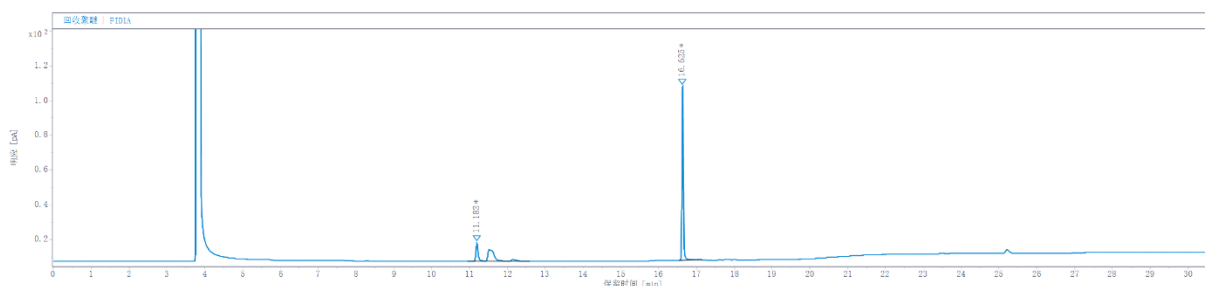


图 A.1 典型试样的气相色谱图

附录 B
(规范性)
色度 L*值的测定

B.1 方法提要

通过测量物体颜色的反射光来评估色差。

B.2 试剂和材料

B.2.1 乙醇：色谱纯。

B.3 仪器和设备

B.3.1 液体色差仪。

B.3.2 11 mm 圆柱形比色皿。

B.4 分析步骤

B.4.1 样品制备

准确称取 0.1 g 再生聚醚（精确至 0.1 mg）于试剂瓶中，加入 10 g（精确至 0.1 mg）乙醇并均匀混合。

B.4.2 空白试验

将仪器调整为色差测试模式，加入 8 mL 乙醇于 11 mm 圆形比色皿中，并将比色皿插入样品口中，仪器对比色皿进行识别，作为空白样测试。

B.4.3 样品试验

取出空白试验样品，加入 8 mL 再生聚醚多元醇溶液于 11 mm 圆形比色皿中，并将比色皿插入样品口中，仪器对比色皿进行识别，记录 L*值。

B.5 结果计算

测量过程结束后显示 L*值测量结果。

次平行测定的结果的绝对差值不应大于 2，取五次平行测定结果的算术平均值为测量结果。

附录 C (规范性)

二氨基甲苯纯度及 2,4-二氨基甲苯含量的测定

C.1 方法提要

样品经甲醇溶解稀释后，采用气相色谱进行分析，以氢火焰离子化检测器（FID）进行检测，面积归一化法测定二氨基甲苯纯度、外标法测定 2,4-二氨基甲苯含量。

C.2 试剂和材料

- C.2.1 甲醇：色谱纯。
- C.2.2 2,4-二氨基甲苯：纯度不低于 99.9%。
- C.2.3 载气：氮气，纯度不低于 99.999%。
- C.2.4 燃气：氢气，纯度不低于 99.999%。
- C.2.5 辅助气（隔垫吹扫及尾吹）：与载气具有相同性质的氮气。
- C.2.6 助燃气：空气，经充分干燥和净化。
- C.2.7 玻璃样品瓶：10 mL、25 mL、50 mL 容量瓶、2 mL 气相色谱进样瓶，具有可密封性的瓶盖。

C.3 仪器和设备

- C.3.1 气相色谱仪：配置有分流/不分流进样口、氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪，配备有微量注射器或自动进样器及色谱工作站。
- C.3.2 色谱条件：本方法推荐的色谱条件见表 D.1，能达到同等分离效果的其他色谱柱和色谱条件也可使用。
- C.3.3 分析天平：精度 0.1 mg。

表 C.1 推荐的色谱柱及典型色谱条件

色谱柱	毛细管柱
固定相	50%苯基-50%聚二甲基硅氧烷
柱长, m	30
柱内径, mm	0.32
液膜厚度, μm	0.25
载气	氮气
载气流速, mL/min	1.0
柱温, $^{\circ}\text{C}$	初始温度 120 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min, 然后以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 200 $^{\circ}\text{C}$, 保持 10 min, 再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$, 保持 8 min
进样口温度, $^{\circ}\text{C}$	290
检测器温度, $^{\circ}\text{C}$	300
进样量, μL	1.0
分流比	50:1
氢气流速, mL/min	30
空气流速, mL/min	400
尾吹气流速, mL/min	25
隔垫吹扫气流速, mL/min	3

C.4 分析步骤

C.4.1 标准样品制备

1) 标准储备液

称取 2,4-二氨基甲苯 0.25 g (准确至 0.1mg) 于预先盛有 25 mL 甲醇的 50 mL 容量瓶中, 摇匀, 以甲醇定容后摇匀, 得到标准储备液, 2,4-二氨基甲苯含量为 5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2) 系列标准溶液

分别移取 2,4-二氨基甲苯标准储备液 1.0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0mL、10.0mL 于 10mL 容量瓶中, 加入甲醇定容, 摇匀, 采用甲醇做溶剂, 配制 6 个 2,4-二氨基甲苯标准样品, 浓度分别为: 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、3000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 待仪器操作条件稳定后, 测量标准品的色谱峰面积。

C.4.2 样品制备

预处理: 试样要在高于 90 $^{\circ}\text{C}$ 的热水浴中完全融化, 摇匀后称量。如果使用玻璃注射器, 必须加热到 70 $^{\circ}\text{C}$ 以上 (必须使用隔热手套)。使用一次性移液枪头或一次性塑料滴管称样时必须注意壁上不能有结晶出现。

准确称取 1.0 g 完全融化的试样 (精确至 0.1 mg) 于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 密封摇匀, 0.45 μm 有机滤膜过滤, 待仪器操作条件稳定后, 测量各组分的色谱峰面积。

C.4.3 标准曲线绘制

按表 D.1 色谱条件设定仪器的操作条件,待仪器稳定后,用微量注射器分别抽取 D.4.1 中的标准系列溶液注入气相色谱仪进行分析,得到 2,4-二氨基甲苯的峰面积,以相应的 2,4-二氨基甲苯浓度为横坐标,对应峰面积为纵坐标,分别绘制 2,4-二氨基甲苯的标准工作曲线。

C.4.4 样品分析

按表 D.1 色谱条件设定仪器的操作条件,待仪器稳定后,用微量注射器分别抽取 D.4.2 处理后的样品,进样分析得到 2,4-二氨基甲苯、2,6-二氨基甲苯及各杂质的峰面积,根据 D.4.3 标准曲线处理后,得到样品中 2,4-二氨基甲苯的含量。

C.5 结果计算

样品中二氨基甲苯的纯度 ω ,以%表示,计算公式如下:

$$\omega = \frac{A_{2,4} + A_{2,6}}{A_{2,4} + A_{2,6} + \sum(A_i)} * 100\% \quad (D.1)$$

式中:

$A_{2,4}$ —— 样品中 2,4-二氨基甲苯的峰面积;

$A_{2,6}$ —— 样品中 2,6-二氨基甲苯的峰面积;

A_i —— 样品中杂质组分 i 的峰面积;

样品中 2,4-二氨基甲苯的含量 X ,以%表示,计算公式如下:

$$X = \frac{\rho_{2,4} * V}{m * 1000} * 100\% \quad (D.2)$$

式中:

$\rho_{2,4}$ —— 经过 D.4.3 标准曲线处理后得到的样品中 2,4-二氨基甲苯的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —— 样品经过处理后稀释的总体积(按照 D.4.2 处理后试样体积为 25mL),单位为 mL;

m —— 样品的质量,单位为克(g);

C.5.1 允许误差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对偏差不大于 5%。

C.6 典型谱图

6.9 min 为 2,4-二氨基甲苯出峰位置,7.0 min 为 2,6-二氨基甲苯出峰位置,典型样品色谱图如下所示。

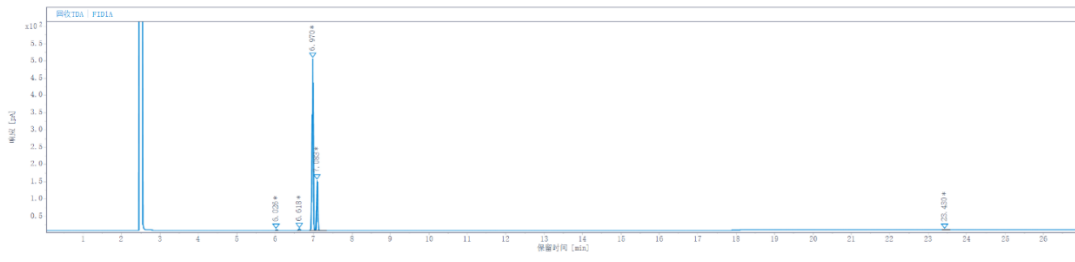


图 C.1 典型试样气相色谱图

附录 D
(资料性)
回收成分含量标识



再生聚醚多元醇 (REC100/A0)

图 D.1 回收成分含量标识

注 1: 再生聚醚多元醇产品, 回收成分含量为 100%, 不含无机物或无机物含量少于 2.5%