

中国聚氨酯工业协会
《聚氨酯软泡化学回收》团体标准
征求意见稿 编制说明

日期： 2025年03月

目 录

一、工作概况.....	4
(一) 任务来源.....	4
(二) 主要工作过程.....	4
(三) 主要参加单位和工作组成员.....	4
(四) 起草工作组分工.....	5
二、标准编制的主要原则和依据.....	5
(一) 国内依据.....	5
(二) 国外依据.....	6
三、标准的主要内容.....	6
(一) 指标项目.....	6
(二) 指标参数的确定（第 1 部分：粒料技术要求）.....	7
1. 堆密度.....	7
2. 含湿量.....	8
3. 灰分.....	8
4. 泡沫有效含量.....	8
(三) 指标参数的确定（第 2 部分：再生聚醚多元醇）.....	8
1. 再生聚醚多元醇环保要求.....	8
2. 再生聚醚多元醇外观.....	9
3. 色度 L*值.....	9
4. 醇解剂残留.....	9
5. 羟值.....	9
6. 粘度.....	10
7. 钾离子、钠离子.....	10
8. 水分.....	10
9. pH 值.....	10
10. 酸值.....	11
11. 再生 TDA 环保要求.....	11
12. TDA 纯度及 2,4-TDA.....	11
13. 再生 TDA 水分.....	12
(四) 方法研究报告.....	12
1. 醇解剂、二氨基甲苯含量的测定.....	12

2. 二氨基甲苯纯度及 2,4-二氨基甲苯含量的测定	14
(五) 主要试验验证情况	17
1. 回收聚醚中醇解剂、TDA 和 MDA 含量的测试	17
(六) 其他要求	17
A. 第 1 部分：粒料技术要求	17
§8 检验规则	17
§9 包装、运输及贮存	18
B. 第 2 部分：再生聚醚多元醇	18
§7 检验规则	18
§8 包装标识	19
四、标准中涉及的专利	19
五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况	19
六、采用国际标准或国外先进标准的，说明采标程度，以及 国内外同类标准水平的对比情况	
20	
七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性	20
八、重大分歧意见的处理经过和依据	20
九、标准性质的建议说明	20
十、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过度方法、实施日期等）	20
十一、无废止现行相关标准的建议	20
十二、其它应予说明的事项	20

一、工作概况

（一）任务来源

国家“十三五”“十四五”规划明确提出发展绿色环保产业，绿色化处理废旧聚氨酯被提到了战略高度，从事聚氨酯行业的企业逐步进入化学回收聚氨酯的工作中。为了更好的促进该产业的发展，聚氨酯行业协会计划制订聚氨酯软泡化学回收的团体标准，鼓励企业发展循环回收技术。

我国每年废弃的聚氨酯多达500万吨,主要通过填埋或焚烧处理，产生严重的二次污染和碳排放。聚氨酯软泡化学回收采用解聚的工艺，将软泡生产过程中产生的泡沫边角料或消费后的聚氨酯软泡废弃物，转化为再生聚醚多元醇，重新应用于聚氨酯软泡行业。

聚氨酯在降解过程是氨基甲酸酯的酯交换反应，生成再生聚醚多元醇。另外由于泡沫原料的差异，导致回收产物的指标波动较大，难以满足行业的应用要求，所以建立聚氨酯软泡化学回收团体标准势在必行，规范聚氨酯粒料及再生聚醚的指标要求。此次团体标准建立有利于尽快规范市场，提升再生聚醚行业品质水平，满足下游对品质提升的需求，推动聚氨酯循环回收产业升级和行业健康发展。

（二）主要工作过程

1. 2023年8月，中国聚氨酯工业协会下达2023年第一批团体标准立项计划，由万华化学集团股份有限公司牵头《聚氨酯软泡化学回收》团体标准制订工作。

2. 2023年9月-12月，由万华化学集团股份有限公司牵头、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、佛山市宜奥科技实业有限公司组建《聚氨酯软泡化学回收》标准起草小组，并明确职责、制订工作计划、实施方案，形成标准草案。

3. 2024年，起草小组开展了大量的资料、样品收集和实验验证工作，逐步完善《聚氨酯软泡化学回收》团体标准草稿和编制说明，后续持续进行样品数据积累。

4. 2025年3月，标准起草小组召开了《聚氨酯软泡化学回收》团体标准研讨会，邀请了行业专家对标准进行讨论质询，目前根据讨论意见完成标准的修改，形成了标准征求意见稿和编制说明。

（三）主要参加单位和工作组成员

标准负责起草单位：万华化学集团股份有限公司。

参与起草单位：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。

标准主要起草人：郝若愚、迟森森、高振华、徐丹、辛波、王勤隆、姜涛、吴海生。

（四）起草工作组分工

万华化学集团股份有限公司主要负责牵头标准起草、资料查询、编制说明编写、组织和协调等工作。

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参与标准起草、资料查询、异议讨论处理。

二、标准编制的主要原则和依据

（一）国内依据

塑料污染是迄今为止全球面临的重要环保问题之一，塑料循环利用是解决塑料污染的重要途径。聚氨酯软泡广泛应用于床垫、沙发、枕头等家具领域。由于聚氨酯软泡属于热固性塑料，采用机械回收的方式对其塑料废弃物进行回收受到一定制约，化学回收是聚氨酯软泡的重要回收方法。塑料化学回收的主要工艺有解聚、热解、气化等，聚氨酯软泡可采用以上三种工艺进行化学回收，目前行业内研究最多的是醇解工艺。

经过多年的行业发展，聚氨酯软泡化学回收已完成实验室阶段的研发，技术路线可行。通过醇解方式，聚氨酯软泡回收得到再生聚醚多元醇和再生二氨基甲苯（以下简称TDA）等化学物质，可继续应用于聚氨酯软泡及其他产品的生产。聚氨酯软泡化学回收的产业化还处于起步阶段，通过化学回收-醇解工艺产生的聚醚多元醇种类有限。本文件综合了目前聚氨酯软泡化学回收的最新技术发展，结合实际情况编制而成，是首个聚氨酯软泡化学回收的标准，对于引导聚氨酯软泡化学回收的行业发展具有重要意义。

参照我国聚醚多元醇已有的国家标准和企业标准，结合客户对聚醚多元醇的应用要求，制定本团体标准。

本标准规范性引用文件：

聚氨酯软泡化学回收 第1部分：粒料技术要求

GB/T 2547 塑料 取样方法

GB/T 10454 集装袋

GB/T 16913-2008 粉尘物性试验方法

GB/T 30102-2024 塑料废弃物的回收和再利用指南

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

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)

(二) 国外依据

目前聚氨酯软泡化学回收还处在初级发展阶段，所涉及到的聚氨酯粒料、再生聚醚多元醇尚没有相关的国际标准。

三、标准的主要内容

(一) 指标项目

目前聚氨酯软泡废弃物在化学回收方面没有相关的技术指标，为了确保泡沫的化学回收效率，需要对原料泡沫提出技术要求，主要从运输成本、副反应、固废量、反应效率等角度提出了堆密度、含湿量、灰份、粒径分布四个指标，应符合表1的规定。

表1 粒料技术要求

项目	要求
堆密度, g/L	10~50
含湿量, % ≤	2.0
灰分, % ≤	1.0
泡沫有效含量, % ≥	98.5

聚氨酯化学回收过程中会产生二氨基甲苯，属于致癌类物质之一，在欧盟的REACH法规中，要求市场上流通的产品中其含量小于0.1%，所以再生聚醚中，规定二氨基甲苯的含量应小于0.1%。另外采用醇解工艺处理聚氨酯，小分子醇解剂会残留在再生聚醚中，从而影响产品的发泡性能，所以规定醇解剂的含量小于0.1%。

不同的化学回收工艺中，产品再生聚醚中的回收成分含量有较大差别，鼓励行业尽可能提升再生聚醚中的回收泡沫的成份，同时有利于下游选择合适的产品，需要在产品名称中体现回收成份的含量。化学回收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聚醚多元醇的特殊性，做了相应调整。

聚氨酯软泡化学回收聚醚多元醇的命名由固定名称和特殊项目组成，固定名称为化学回收聚醚多元醇，命名系统模式见下表。

表2 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, 取百位数)	字符组3 (回收泡沫含量 ^b , 百分数)	字符组4 (附加信息)
例如: Rpolyol F56-100				
固定名称为: Rpolyol				
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。				

再生聚醚多元醇的技术要求应符合下的规定。

表3 再生聚醚多元醇技术要求

项目	指标
外观	棕色至褐色粘稠液体
色度 L*值	≥ 90
醇解剂, %	≤ 0.1
羟值, mgKOH/g	50~60
粘度 (25°C), mPa s	400~800
钠离子, mg/kg	≤ 50
钾离子, mg/kg	≤ 50
水分, %	≤ 0.05
pH 值	5~8
酸值, mgKOH/g	≤ 0.1

回收TDA的命名: R-mTDA。

再生TDA要求回收含量为100%，其技术要求应符合下表的規定。

表4 再生TDA技术要求

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

(二) 指标参数的确定 (第1部分: 粒料技术要求)

附表1是获取的废弃聚氨酯泡沫, 经过一系列粉碎, 得到的多批次泡沫粒料测试指标, 将其化学回收, 得到了再生聚醚多元醇, 产品满足下游的应用要求, 装置安全稳定运行, 所以制定了泡沫粉料堆密度、含湿量、灰分和泡沫有效含量等指标。

1. 堆密度

粒料的堆密度会影响压缩工艺、运输成本和化学回收效率。堆密度过高对于粒料压缩具有较高要求, 存在压缩过程中高温自燃的风险, 堆密度过低则占用更多空间, 增加运输成本。

另外堆密度影响物料与化学试剂的接触面积，过高可能导致反应不完全，过低则可能降低反应效率。综合现有聚氨酯软泡运行情况和化学回收需求，参考附表1测试结果，规定堆密度要求为50-100 g/L。

2. 含湿量

在聚氨酯泡沫化学回收过程中，含湿量过高会带来诸多不良影响：水分可能导致副反应（如水解反应），生成不需要的副产物，影响产品的纯度和质量；含湿量高会增加反应体系的沸点，需要更多能量来维持反应温度，导致能耗上升；水分可能导致催化剂失活或中毒，降低催化效率。严格控制粒料的含湿量是确保回收反应稳定性和产品质量的关键。

参考附表1测试结果，规定含湿量要求为 $\leq 2\%$ 。检测方法根据GB/T 16913-2008规定的“4.7 含湿量的测定（干燥法）”的规定进行。

3. 灰分

灰分是影响聚氨酯软泡中有效成分的主要因素，灰分过高不仅会引起投料偏离预期值，导致最终的产品不合格，而且灰分中的固体颗粒可能加速反应设备的磨损，堵塞管道和过滤器影响反应体系的正常运行，增加清理频率和维护成本，另外灰分含量高会增加废料处理难度，可能需要额外的分离和处理步骤，增加成本，所以醇解前需严格控制聚氨酯泡沫的灰分含量。参考附表1测试结果，规定灰分要求为 $\leq 3\%$ 。检测方法根据附录A的规定进行。

4. 泡沫有效含量

泡沫有效含量显著影响聚氨酯化学回收原料的质量。高有效含量意味着更少的杂质（如填料、阻燃剂），可提升解聚效率，减少副反应，使再生多元醇的羟值、粘度更稳定，利于后续合成。低有效含量则可能引入杂质，导致再生料色深、酸值升高，影响下游产品性能。此外，泡沫类型（软/硬泡）差异也会导致有效成分比例不同，需针对性调整回收工艺参数以确保质量一致性。参考附表1测试结果，规定泡沫有效含量 $\geq 98.5\%$ 。

（三）指标参数的确定（第2部分：再生聚醚多元醇）

1. 再生聚醚多元醇环保要求

二氨基二苯基甲烷（MDA）是聚氨酯硬泡解聚后的常见副产物，过高的MDA残留（ $>1\%$ ）可能增加再生料的黏度和色度，降低羟值稳定性，并可能引发后续反应中的交联问题，影响发泡性能。此外，MDA具有潜在毒性，需控制含量以满足环保标准。优化的解聚工艺（如催化醇解）可有效降解MDA，提高再生多元醇纯度，确保其适用于高价值应用（如保温材料、涂料等）。参考欧盟REACH法规，规定再生聚醚多元醇MDA含量不超过1000 $\mu\text{g/g}$ 。检测方法根据附录A的规定进行。

在GB/T 35773测试条件下，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%。

2. 再生聚醚多元醇外观

再生聚醚多元醇的外观是棕色并且无机械杂质，机械杂质会影响客户使用，造成发泡机头堵塞引起发泡效率下降，因此外观要求透明均匀，无机械杂质。

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。

3. 色度L*值

聚醚多元醇的色度直接影响产品质量。色度加深通常由氧化、催化剂残留或热降解引起，可能导致羟值、酸值变化，影响与异氰酸酯的反应活性，降低聚氨酯制品的力学性能和外观。色度异常还可能预示分子量分布变宽或交联，导致加工性能下降。严格控制生产工艺和储存条件可有效避免色度异常，确保产品质量稳定。

色度对发泡本身通常影响不大，但会造成泡沫制品外观加深，高端客户对色度要求较高，参考附表2测试结果，设定色度指标（L*色） ≥ 90 。检测方法根据附录B的规定进行。

4. 醇解剂残留

醇解剂残留对再生聚醚多元醇的质量有显著影响。残留的醇解剂（如乙二醇、丙二醇）会改变产品的羟值和分子量分布，影响与异氰酸酯的反应活性，导致聚氨酯制品性能不稳定。此外，醇解剂残留可能引发副反应，生成不溶性物质，影响加工性能和制品外观。残留物还可能降低储存稳定性，促进水解或氧化反应。严格控制醇解剂残留量是确保再生聚醚多元醇反应可控性、加工性能和制品质量的关键。

结合行业应用要求及附表2检测数据，将醇解剂残留含量技术指标设定为小于0.1%。检测方法根据附录A的规定进行。

5. 羟值

聚醚多元醇的羟值直接影响产品质量。羟值过高表明分子量较低，可能导致制品硬度不足、强度下降；羟值过低则表明分子量较高，可能影响反应活性和加工流动性。羟值偏差还会影响与异氰酸酯的配比，导致聚氨酯制品性能不稳定。严格控制羟值范围是确保产品一致性和应用性能的关键。

市场上无相关类似的产品可参考，结合软泡领域聚醚多元醇应用的羟值范围及化学回收过程中原料产物贡献羟值的特性，规定了本标准的技术要求（50-60 mg KOH/g）。羟值按GB/T 12008.3-2009规定的方法测定。

6. 粘度

聚醚多元醇的粘度是其质量的关键指标，直接影响加工性能和最终制品质量。粘度过高会导致流动性差，增加泵送和混合难度，影响发泡或浇注工艺的均匀性，可能导致制品密度不均、空洞或收缩缺陷。粘度过低则可能降低制品强度，导致泡孔结构不均匀或力学性能下降。此外，粘度异常可能反映分子量分布异常、氧化或降解等问题，影响与异氰酸酯的反应活性和交联密度。严格控制粘度范围是确保加工稳定性、制品性能一致性和储存稳定性的关键。按GB/T 12008.7-2010规定的方法测定。市场上无相关类似的产品可参考，参考附表2测试结果，规定粘度（25℃）范围为400-800 mPa s。

7. 钾离子、钠离子

聚醚多元醇中的钾离子和钠离子对其质量有重要影响。含量过高会加速再生聚醚多元醇与异氰酸酯的反应，导致聚氨酯制品泡孔结构不均匀、收缩或开裂。此外，可能引发副反应，生成不溶性物质，堵塞加工设备或影响制品外观。高钾钠离子含量还会降低储存稳定性，促进水解或氧化反应，影响产品性能。严格控制钾钠离子含量是确保反应可控性、加工性能和制品质量的关键。

通常钾钠离子可作为发泡的正催化剂，钾钠离子含量高会影响发泡反应速度，因此需要严格控制，国标GB/T 12008.2-2010 塑料《聚醚多元醇 第2部分：规格》中聚氨酯硬质泡沫原料中六羟基聚醚多元醇的钾钠离子指标要求，能满足市场客户要求，因此本标准技术要求规定保持与国标一致。按GB/T 12008.4-2009规定的方法测定。参考附表2测试结果，规定钾离子 ≤ 100 mg/kg，钠离子 ≤ 100 mg/kg。

8. 水分

聚醚多元醇的水分含量直接影响产品质量。水分过高会与异氰酸酯反应生成CO₂，导致聚氨酯发泡制品孔径不均、收缩或开裂，同时消耗异氰酸酯，影响反应计量比，降低制品力学性能。水分还可能引发储存中的水解反应，导致分子量下降和酸值升高。严格控制水分含量是确保产品质量的关键。

附表2可知，水分均小于0.05%，国标GB/T 16576-2010中规定优等品水分 $\leq 0.05\%$ ，能满足大部分客户尤其高端客户对水分含量的要求，因此本标准技术要求规定保持与国标优等品一致，水含量 $\leq 0.05\%$ 。水分的测定按GB/T 22313规定的方法进行。

9. pH值

聚醚多元醇的pH值对其质量有重要影响。pH值过高（偏碱性）可能由残留催化剂（如KOH）引起，导致与异氰酸酯反应过快，影响聚氨酯制品的泡孔结构和力学性能，同时可能引发副反应，生成不溶性物质。pH值过低（偏酸性）可能预示氧化或降解，导致分子链断裂，

影响产品稳定性和反应活性。此外，pH值异常可能加速储存中的水解反应，降低产品保质期。严格控制pH值（通常接近中性）是确保聚醚多元醇反应稳定性、加工性能和制品质量的关键。

聚醚多元醇的pH会影响组合聚醚的调配和发泡过程，国标GB/T 12008.2-2010 塑料《聚醚多元醇 第2部分：规格》中聚氨酯硬质泡沫原料中六羟基聚醚多元醇的pH指标要求，能满足市场客户要求，因此本标准技术要求规定保持与国标一致。pH值按GB/T 12008.2-2010规定的方法测定。

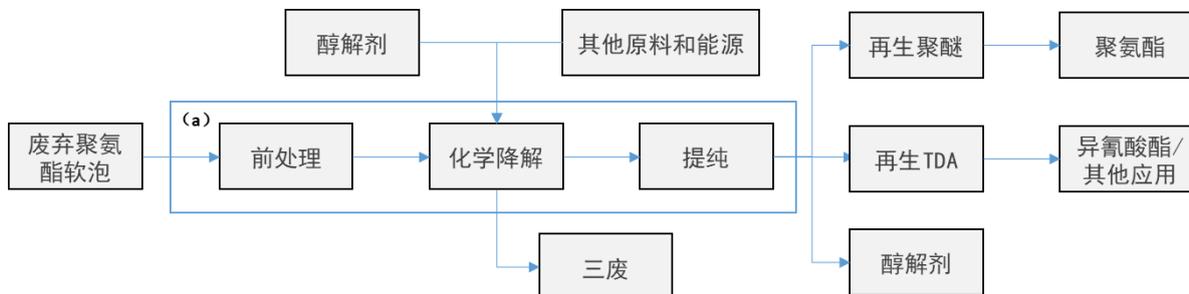
10. 酸值

酸值对再生聚醚多元醇的质量有重要影响。酸值过高表明产品中存在较多酸性物质（如羧酸），可能由氧化或降解引起，导致与异氰酸酯反应活性降低，影响聚氨酯制品的交联密度和力学性能。此外，高酸值会加速储存中的水解反应，降低产品稳定性，并可能引发设备腐蚀。酸值异常还可能影响发泡工艺，导致泡孔结构不均匀或制品收缩。严格控制酸值是确保再生聚醚多元醇反应活性、储存稳定性和制品质量的关键。

附表2可知，酸值介于0.014 mg KOH/g-0.018 mg KOH/g，结合回收产业实际情况，将酸值技术指标设定为 ≤ 0.1 mg KOH/g。检测方法根据GB/T 12008.5的规定进行。

11. 再生TDA环保要求

根据聚氨酯软泡化学回收工艺，再生TDA回收成分含量为100%。



注：（a）为聚氨酯软泡的化学回收过程，也是再生聚醚和再生TDA的生产过程。

图1 聚氨酯软泡化学回收的整体物料流程图

12. TDA纯度及2,4-TDA

再生TDA纯度及2,4-TDA对下游应用影响很大，可能影响生产TDI的收率和应用性能，在缓蚀剂领域干扰成膜，缓蚀效果不佳；在橡胶化学品领域使橡胶交联密度不均，出现性能缺陷；在多元醇领域引发副反应，导致性能不稳定；在染料领域使颜色偏差、色牢度下降、染色不均；在环氧树脂领域导致固化不完全，性能打折；在中西药品领域引入杂质，影响质量和安全性。就再生TDA而言，市场上无相关类似的产品可参考，按附录C规定的方法测定。参考附表2测试结果，规定TDA纯度不低于99.0%，2,4-TDA含量范围为77-83%。

13. 再生TDA水分

再生TDA中水分含量对下游应用影响很大，异氰酸酯生产方面与异氰酸酯基反应，致配比失衡、分子链及分子量受影响，产品力学、耐热、耐水性能下降，还引发气泡、开裂等缺陷。染料合成方面影响重氮化、偶合反应，反应速率低、不完全，收率和纯度受影响，还致中间体水解，染料颜色、色牢度变差。橡胶助剂生产方面，与其他助剂反应，干扰硫化，橡胶交联密度降低，强度、弹性、耐磨性下降，老化加速。环氧树脂固化方面，会与TDA竞争反应，固化不完全，固化物硬度、耐热、耐腐蚀性降低，出现发白、起泡现象。市场上无相关类似的产品可参考，按GB/T 6283规定的方法测定。参考附表2测试结果，规定再生TDA水分含量不高于0.1%。

(四) 方法研究报告

1. 醇解剂、二氨基甲苯含量的测定

1.1 试样信息

表5 试样化学信息

组分	分子式	分子量	CAS号	沸点
2,4-二氨基甲苯	C ₇ H ₁₀ N ₂	122	95-80-7	283-285°C
一缩二丙二醇	C ₆ H ₁₄ O ₃	134	25265-71-8	229-232°C

1.2 汽化室温度考察

以甲醇为溶剂，2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇纯品为溶质，制备质量浓度约 100 mg/kg 的标准试样，按照实验室常用色谱条件设定仪器参数（汽化室温度：（240、260、280、290°C），待仪器稳定后，按照先高温后低温的顺序，进行气相色谱分析，比较不同汽化室温度下两者色谱峰峰面积。汽化室温度 240-280°C下 2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇色谱峰峰面积 RSD 小于 2%，初步确定汽化室温度（240~280°C）的改变不影响 2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇的定量分析。

表6 2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇汽化室温度考察（直接分析）

分析物	汽化室温度/°C	峰面积-1	峰面积-2	RSD
2,4-二氨基甲苯	290	38.7	39.6	-
	280	44.2	43.8	1.44%
	260	44.9	43.4	
	240	44.9	44.8	
一缩二丙二醇	290	27.9	27.6	1.49%
	280	27.3	28.1	
	260	28.1	27.3	
	240	27.2	27.6	

小结：汽化室温度240-280°C下不影响2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇的定量。

1.3 色谱参数设置

经过文献调研和技术人员经验分享，选择以下色谱条件进行 2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇含量的测定。

采用气相色谱法，在选定的色谱操作条件下，使试样汽化后经色谱柱分离，氢火焰离子化检测器检测，外标法计算检测物含量。

试剂和材料：

2,4-二氨基甲苯：纯度不低于 99.9%。

一缩二丙二醇：纯度不低于 99.9%。

载气：氮气，纯度不低于 99.999%。

燃气：氢气，纯度不低于 99.999%。

辅助气（隔壁吹扫及尾吹）：与载气具有相同性质的氮气。

助燃气：空气，经充分干燥和净化。

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。

仪器和设备：

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。

分析天平：精度 0.1 mg。色谱柱及典型操作条件：

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见下表。典型色谱图及各组分保留时间见附录。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件亦可使用。

表7 推荐的色谱柱及典型操作条件

色谱柱	毛细管柱
固定相	5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷
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 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min, 然后以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 150 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min, 再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 300 $^{\circ}\text{C}$, 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

11.1 min 为一缩二丙二醇出峰位置，16.6 min 为二氨基甲苯出峰位置，典型样品色谱图如

下所示。

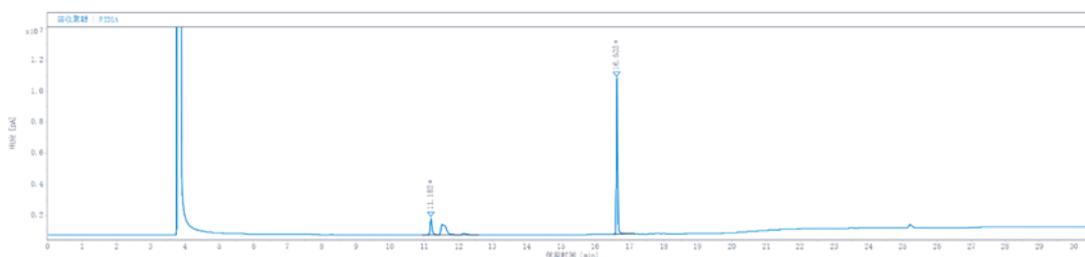


图2 典型试样气相色谱图

1.4 方法学验证

a. 精密度

同一标准品重复测量三次，RSD 小于 2%，同一试样重复测量 3 次，RSD 小于 2%，精密度满足测试要求。

b. 灵敏度

试样稀释约 10 倍，试样中 2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇检出限分别为 5 ug/g 和 10 ug/g，试样中两者含量较高，该方法可以满足测试需求。

c. 试样平行性

平行测量三次，检测结果如下表所示。RSD 小于 3%，在可接受范围内。

表8 平行检测结果

试样名称	2,4-二氨基甲苯ug/g	RSD%	一缩二丙二醇ug/g	RSD%
再生聚醚-1	2553.5	1.4	6452.9	0.6
再生聚醚-2	2588.7		6400.8	
再生聚醚-3	2625.1		6475.0	

对该方法的精密度，灵敏度以及平行性进行了验证，均能满足项目组的测试需求。

1.5 气相色谱分析小结

在标准文本中，基于以上方法考察的结论，采用气相色谱法可进行试样中 2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇含量的分析。

2. 二氨基甲苯纯度及 2,4-二氨基甲苯含量的测定

2.1 试样信息

表9 试样化学信息

组分	分子式	分子量	CAS号	沸点
2,4-二氨基甲苯	C ₇ H ₁₀ N ₂	122	95-80-7	283-285°C

2.2 汽化室温度考察

以甲醇为溶剂，2,4-二氨基甲苯纯品为溶质，制备质量浓度约 3000 mg/kg 的标准试样，按照实验室常用色谱条件设定仪器参数（汽化室温度：（260、280、290℃），待仪器稳定后，按照先高温后低温的顺序，进行气相色谱分析，比较不同汽化室温度下的色谱峰峰面积。汽化室温度 260-290℃下 2,4-二氨基甲苯色谱峰峰面积 RSD 小于 2%，初步确定汽化室温度（260~290℃）的改变不影响 2,4-二氨基甲苯的定量分析。

表10 2,4-二氨基甲苯汽化室温度考察（直接分析）

分析物	汽化室温度/°C	峰面积-1	峰面积-2	RSD
2,4-二氨基甲苯	290	978.1	978.2	0.3%
	280	972.3	978.4	
	260	975.8	982.3	

小结：汽化室温度240-280℃下不影响2,4-二氨基甲苯及一缩二丙二醇的定量。

2.3 色谱参数设置

经过文献调研和技术人员经验分享，选择以下色谱条件进行 2,4-二氨基甲苯含量的测定。采用气相色谱法，在选定的色谱操作条件下，使试样汽化后经色谱柱分离，氢火焰离子化检测器检测，外标法计算检测物含量。

试剂和材料：

2,4-二氨基甲苯：纯度不低于 99.9%。

载气：氮气，纯度不低于 99.999%。

燃气：氢气，纯度不低于 99.999%。

辅助气（隔壁吹扫及尾吹）：与载气具有相同性质的氮气。

助燃气：空气，经充分干燥和净化。

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。

仪器和设备：

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。

分析天平：精度 0.1 mg。色谱柱及典型操作条件：

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见下表。典型色谱图及各组分保留时间见附录。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件亦可使用。

表11 推荐的色谱柱及典型操作条件

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

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。

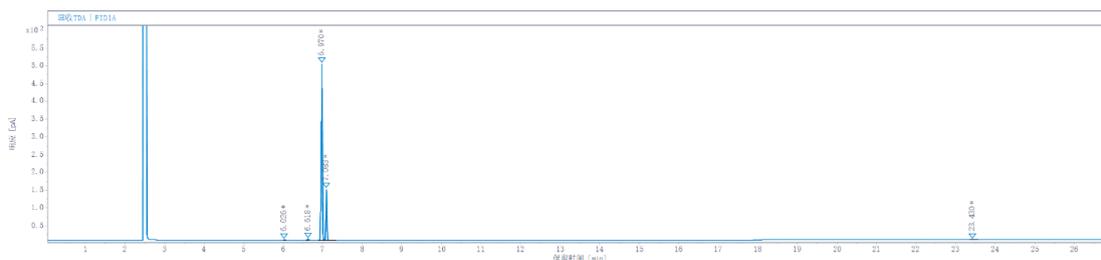


图3 典型试样的气相色谱图

2.4 方法学验证

d. 精密度

同一标准品重复测量三次, RSD 小于 2%, 同一试样重复测量 3 次, RSD 小于 2%, 精密度满足测试要求。

e. 灵敏度

试样稀释约 25 倍, 试样中 2,4-二氨基甲苯含量远高于检出限, 该方法可以满足测试需求。

f. 试样平行性

平行测量三次, 检测结果如下表所示。RSD 小于 3%, 在可接受范围内。

表12 平行检测结果

试样名称	二氨基甲苯纯度%	RSD%	2,4-二氨基甲苯 $\mu\text{g}/\text{g}$	RSD%
再生TDA-1	99.3362	0.0	79.8995	0.9

再生TDA -2	99.3383		78.4711	
再生TDA -3	99.3363		79.4526	

对该方法的精密度，灵敏度以及平行性进行了验证，均能满足项目组的测试需求。

2.5 气相色谱分析小结

在标准文本中，基于以上方法考察的结论，采用气相色谱法可进行试样中二氨基甲苯纯度及 2,4-二氨基甲苯含量的分析。

(五) 主要试验验证情况

1. 回收聚醚中醇解剂、TDA 和 MDA 含量的测试

通过样品重复性实验结果表明，确定重复条件下，对同一试样两次独立测定结果的相对标准偏差为5%以内，重复性较好，方法可行。

表13 醇解剂、TDA和MDA重复性测试结果

试样	重复	醇解剂含量 ug/g	TDA含量 ug/g	MDA含量 ug/g
回收聚醚-1	1	2993.3	13393.1	<1000
	2	2799.2	13142.8	
	3	2877.4	12951.3	
	相对标准偏差%	3.4	1.7	/
回收聚醚-2	1	2553.5	6452.9	<1000
	2	2588.7	6400.8	
	3	2625.1	6475.0	
	相对标准偏差%	1.4	0.6	/

(六) 其他要求

A. 第 1 部分：粒料技术要求

§§ 检验规则

§ 8.1 组批

聚氨酯软泡粒料以每批次到厂原料为一批，以批为单位进行检验和验收。

§ 8.2 采样

采样单元数按GB/T 2547规定的随机取样方法采集。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：原料名称、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。

§ 8.3 判定

聚氨酯软泡粒料应由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原料作出质量判定。产品进厂时，每批产品应附有质量证明书，质量证明书上应注明名称、规格、等级、批号、分析日期、检验人员、检验结果、执行标准等。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。

§9 包装、运输及贮存

§ 9.1 包装

聚氨酯硬质泡沫可采用符合GB/T 10454要求的集装袋包装，或与客户协商其他包装形式。包装材料应保证在运输、存放时防潮、防尘、不污染、不漏料。

§ 9.2 运输及贮存

在运输和贮存中严禁烟火，不应暴晒或雨淋。放在通风、干燥、有良好消防设施的仓库内，贮存时应远离热源，防止阳光直接照射，不应在露天堆放。

B. 第 2 部分：再生聚醚多元醇

§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

回收聚醚多元醇的包装：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。

回收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。

四、标准中涉及的专利

本标准无涉及专利。

五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况

聚氨酯软泡废弃物化学回收还在发展的初级阶段，但随着经济发展水平和科学技术水平的提高，市场追求低碳产品的趋势下，下游客户对回收产品的需求越发强烈，《聚氨酯软泡

化学回收》团体标准有利于引导并规范市场，将废弃的聚氨酯软质泡沫转化为回收聚醚多元醇和回收TDA，满足下游对回收低碳产品的需求，推动聚氨酯产业升级和行业健康发展。

六、采用国际标准或国外先进标准的，说明采标程度，以及国内外同类标准水平的对比情况

目前国内聚氨酯软泡回收产物并未建立明确标准，设定现有的技术指标，主要参考现有聚氨酯软泡原料的技术指标，并满足聚氨酯软泡的使用要求，从而尽快推动聚氨酯软泡化学回收的行业发展。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准未产生重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

建议本标准作为团体标准发布后，进一步申请国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡方法、实施日期等）

在标准通过有关专家审查并发布实施后，建议中国聚氨酯工业协会加强对该标准的宣传力度，强化对相关行业从业人员的培训，使之尽快掌握标准的作用和要点。可采用集中学习、定期培训和派发资料的模式进行标准的宣传和培训。号召和动员企业主动采用本标准，并对外公示按本标准实施管理。

十一、无废止现行相关标准的建议

十二、其它应予说明的事项

暂无。

附表 1 粒料检测数据

用于试验的泡沫粒料指标				
试样	堆密度, g/L	含湿量, %	灰分/%	泡沫有效含量/%
1#	34	1.1	2.3	98.5
2#	39	1.3	0.5	99.0
3#	28	1.3	2	98.6
4#	47	1.7	1	98.8
5#	22	1.0	1.7	98.8
6#	26	1.5	0.8	98.6

附表 2 再生聚醚多元醇、再生 TDA 检测数据

Rpolyol F56-100											
试样	色度L*色值	羟值 mg KOH/g	粘度 (25°C) mPa s	钠离子 mg/Kg	钾离子 mg/Kg	水分 %	PH值	酸值 mgKOH/g	醇解剂 µg/g	TDA µg/g	MDA µg/g
1#	93	56.2	630	3	23	0.02	6.8	0.014	ND	ND	ND
2#	90	56.3	635	3	27	0.02	6.8	0.007	ND	ND	ND
3#	91	56.0	650	4	18	0.02	6.6	0.011	ND	ND	ND
4#	91	56.3	640	7	31	0.05	7.0	0.007	ND	ND	ND
5#	92	56.5	645	2	25	0.01	6.2	0.018	ND	ND	ND
6#	90	56.2	635	5	28	0.04	6.8	0.016	ND	ND	ND
R-mTDA											
试样	TDA纯度, %			2,4-TDA, %			水分, %				
1#	99.33			79.89			0.030				
2#	99.40			78.87			0.035				
3#	99.35			79.45			0.032				
4#	99.45			79.63			0.064				
5#	99.39			80.12			0.029				
6#	99.29			79.88			0.052				