
聚合级 L-丙交酯编制说明

日期： 2023 年 2 月

目 录

一、 工作概况.....	1
(一) 任务来源.....	1
(二) 主要工作过程.....	1
(三) 主要参加单位和工作组成员.....	2
(四) 起草工作组分工.....	2
二、 标准编制的主要原则和依据.....	2
(一) 国内依据.....	2
(二) 国外依据.....	3
三、 标准的主要内容.....	3
(一) 指标项目.....	3
(二) 指标参数的确定.....	3
1. 外观.....	4
2. 游离酸含量.....	4
3. 水分含量.....	4
4. 光学纯度.....	4
5. 化学纯度.....	4
6. meso-丙交酯含量.....	4
7. 熔点.....	5
8. 锡含量.....	5
9. 灰分.....	5
10. 重金属.....	5
(三) 标准的主要内容.....	5
光学纯度的测定 气相色谱法.....	5
(1) 实验室对比.....	5
(2) 重复性实验.....	6
(四) 其他要求.....	6
§5 检验规则.....	6
§6 标志、标签、使用说明书.....	错误!未定义书签。
§7 包装、运输、贮存.....	错误!未定义书签。
§8 安全.....	错误!未定义书签。
四、 标准中涉及的专利.....	7
五、 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况.....	7

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.....	8
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 ..	8
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。	9
九、 标准性质的建议说明	9
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）	9
十一、 无废止现行相关标准的建议.....	9
十二、 其它应予说明的事项.....	9

一、工作概况

(一) 任务来源

根据中国石油和化学工业联合会下发的《关于召开石化联合会 2021 年第 2 批团体标准立项审查会的通知》，《L-丙交酯》团体标准被列入 2021 年中国石油和化学工业联合会团体标准制定计划项目。

在国家“限塑令”政策的背景下，具有良好生物相容性和生物可降解性的新型绿色聚合物聚乳酸被广泛应用，聚乳酸可从根本上解决石油资源枯竭造成的化工原料成本上升问题。聚乳酸产品通过改性被广泛应用于生物医药、包装材料、汽车行业、电子行业等日常生活的各个方面。聚乳酸全球产能由 2012 年的 20 万吨快速攀升至 2021 年的近百万吨。中国新增产能涉及企业近 20 家，集中在 2024~2025 年投产，绝大多数为全产业链配套。目前国内外 90% 以上的企业均采用“两步法”工艺进行聚乳酸的生产和研发，可得到高分子量、高品质聚乳酸，而“两步法”工艺的制约因素是丙交酯的合成，丙交酯作为聚乳酸产业链的重要中间体，分子内含有两个手性碳原子，存在 3 种光学异构体，L-丙交酯是聚乳酸合成的关键单体。近年来国内 L-丙交酯中间体技术持续突破，目前工业化聚乳酸装置均采用 L-丙交酯开环聚合法制备聚乳酸。L-丙交酯合成和纯化是聚乳酸工艺流程中的核心技术和难点，其反应条件苛刻、工艺复杂、技术要求高。

L-丙交酯的质量指标由制备聚乳酸的聚合工艺决定，酸类、水分、光学纯度和其他杂质对下游聚乳酸的合成有较大影响，但尚无国际标准、国家标准、行业标准对 L-丙交酯中间品进行质量控制。长期以来 L-丙交酯制造技术主要由外资公司所掌握，成为国内聚乳酸生产的“卡脖子”原料，且国内不同聚乳酸企业发布的企业标准中对 L-丙交酯的产品指标规定参差不齐，检测方法不统一，因此 L-丙交酯团体标准的建立势在必行，既可填补聚乳酸产业链“两步法”中间品标准空白，又有助于规范 L-丙交酯产品质量，推动聚乳酸产业升级和行业健康发展。

(二) 主要工作过程

1. 2022 年 1 月 4 日，中国石油和化学工业联合会下达 2021 年第二批团体标准立项审查计划，通过立项答辩后，由万华化学集团股份有限公司牵头《聚合级 L-丙交酯》团体标准制订工作。

2. 2022 年 6 月，由万华化学集团股份有限公司牵头，联合浙江大学等 4 家单位组建《聚合级 L-丙交酯》标准起草小组，并明确职责、制订工作计划、实

施方案。

3. 起草小组开展了大量的资料、样品收集和实验验证工作，并于 2022 年 10 月完成了《聚合级 L-丙交酯》团体标准草稿。

4. 2022 年 11 月，标准起草小组召开了《聚合级 L-丙交酯》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：万华化学集团股份有限公司、浙江大学、浙江大学衢州研究院、珠海金发生物材料有限公司。

标准主要起草人：迟森森、王勤隆、黄长荣、周芸、李晶、欧阳春平、潘鹏举、余承涛、辛波、田博、何岩、胡江林。

(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。浙江大学、浙江大学衢州学院、珠海金发生物材料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

根据国家《中国制造 2025》行动纲领提出的“创新驱动、质量为先、绿色发展、结构优化”基本方针，通过企业自主研发，制定符合市场需求的团体标准，提升我国可降解产品的质量水平，满足消费者对高层产品要求的目标。标准制定的格式按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则》，其技术内容力求体现科学性、先进性、实用性和绿色环保。

本文件规范性引用文件：

GB/T 4456 包装用聚乙烯吹塑薄膜

GB 5009.74 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求

GB/T 9345.1 塑料 灰分的测定 第一部分：通用方法

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 19466.3 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第3部分：熔融和结晶温度及热焓的测定。

(二) 国外依据

查阅参考文献、相关标准，发现 L-丙交酯产品目前没有国际标准（ISO 标准）。收集国外典型 L-丙交酯生产企业样品进行监测分析，见表 1。

表 1 国外 L-丙交酯产品分析结果

试样	游离酸含量 mmol/kg	以乳酸计 %	水分含量 %	光学纯度 %	化学纯度 %	meso-丙交酯 含量%	熔点 ℃	锡 (Sn) 含量%	灰分 %	重金属 (以铅计) mg/kg
某国外 公司	1.200	0.011	0.015	99.468	99.442	0.267	99.56	<0.0001	<0.01	<5
	1.500	0.014	0.007	99.468	99.448	0.268	99.40	<0.0001	<0.01	<5
	2.200	0.020	0.011	99.465	99.434	0.269	99.61	<0.0001	<0.01	<5

三、标准的主要内容

(一) 指标项目

本文件为保证聚合级 L-丙交酯下游合成高质量聚乳酸，在聚乳酸产业链企业自主研发的基础上，根据丙交酯的生产工艺特点，设定了外观、游离酸含量、水分含量、光学纯度、化学纯度、meso-丙交酯含量、熔点、锡含量、灰分、重金属共 10 个技术指标项目。

表 2 聚合级 L-丙交酯的要求

序号	项 目	单 位	要 求
1	游离酸含量	mmol/kg	≤7
2	水分含量	%	≤0.03
3	光学纯度	%	≥99.0
4	化学纯度	%	≥99.0
5	meso-丙交酯含量	%	≤0.5
6	熔点	℃	98~100
7	锡 (Sn) 含量	%	≤0.0002
8	灰分	%	≤0.01

9	重金属（以铅计）	%	≤0.001
---	----------	---	--------

（二）指标参数的确定

1. 外观

收集样品的外观均呈白色晶体。

2. 游离酸含量

游离酸的含量增加，对下游聚乳酸的产品的聚合度有较大影响，收集样品的游离酸含量检测结果见附表 1，由表可见，游离酸的含量均低于 5 mmol/kg，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际生产情况，确定游离酸指标要求为 ≤7 mmol/kg。

检测方法采用电位滴定仪测定。

3. 水分含量

聚合级 L-丙交酯进行下游聚合反应，需先脱水，若 L-丙交酯原料本身水分的含量较高，会降低下游聚乳酸产品聚合度，收集样品的水分含量检测结果见附表 1，由表可见，水分的含量均低于 0.02%，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际生产情况，确定水分指标要求为 0.03%。

检测方法采用卡尔·费休水分库仑法测定。

4. 光学纯度

光学纯度是指 L-丙交酯在三种非对映异构体中所占质量百分比，收集样品的光学纯度检测结果见附表 1，由表可见，聚合级 L-丙交酯产品的光学纯度均大于 99.3%，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际生产情况，确定光学纯度指标要求为 ≥99.0%。

检测方法采用气相色谱法测定。

5. 化学纯度

化学纯度是指 L-丙交酯的质量占该样品总质量的百分比，收集样品的光学纯度检测结果见附表 1，由表可见，聚合级 L-丙交酯产品的化学纯度均大于 99.3%，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际生产情况，根据游离酸和水分杂质限值的要求，确定化学纯度指标要求为 ≥99.0%。

检测方法采用扣减法计算，准确测定试样中水分含量和游离酸含量，扣减水分和游离酸含量，经光学纯度校正，计算得试样的化学纯度。

6. meso-丙交酯含量

meso-丙交酯的含量增加，聚合级 L-丙交酯产品光学纯度降低，对下游聚乳酸的性能有较大影响，收集样品的 meso-丙交酯含量检测结果见附表 1，由表可见，meso-丙交酯的含量均低于 0.4%，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际

生产情况，确定meso-丙交酯指标要求为 $\leq 0.5\%$ 。

检测方法采用气相色谱外标法测定。

7. 熔点

收集样品的熔点检测结果见附表 1，由表可见，聚合级 L-丙交酯产品的熔点在 99°C 到 100°C 之间，结合市场需求及实际生产情况，确定熔点指标要求为 $98^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 。

检测方法以 GB/T 19466.3 为仲裁法，在仲裁法的基础上调整检测参数，该方法具有简洁、快速、准确、环保、检测成本低等优点。

8. 锡含量

收集样品的锡含量检测结果见附表 1，由表可见，聚合级 L-丙交酯产品的锡含量小于 0.0001% ，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际生产情况，参考道达尔企业标准的要求，确定锡含量指标要求为 $\leq 0.0002\%$ 。

检测方法采用 ICP-OES 外标法测定。

9. 灰分

收集样品的灰分检测结果见附表 1，由表可见，聚合级 L-丙交酯产品的灰分小于 0.01% ，结合市场需求及实际生产情况，确定灰分指标要求为 $\leq 0.01\%$ 。

检测方法采用 GB/T 9345.1 中规定测定。

10. 重金属

收集样品的重金属检测结果见附表 1，由表可见，聚合级 L-丙交酯产品的重金属含量小于 0.0005% ，考虑存在分析误差，结合市场需求及实际生产情况，参考“GB/T 37643-2019 熔融沉积成型用聚乳酸（PLA）线材、GB/T 35795-2017 全生物降解农用地面覆盖薄膜”等可降解产品标准，确定重金属指标要求为 $\leq 0.001\%$ 。

检测方法采用 GB 5009.74 中规定测定。

(三) 标准的主要内容

光学纯度的测定 气相色谱法

目前无相关标准来检测聚合级 L-丙交酯的光学纯度，本文件建立了聚合级 L-丙交酯光学纯度的气相色谱方法。方法原理：样品经良溶剂稀释，采用气相色谱进行分析，以氢火焰离子化检测器进行检测，采用面积归一化法进行定量分析。

(1) 实验室对比

经三个实验室对 3 个聚合级 L-丙交酯样品分析结果比对，绝对差值为 $-0.03\% \sim -0.02\%$ ，相对标准偏差为 $-0.03\% \sim -0.02\%$ ，结论为此方法可以使用。详见表 3。

表 3 实验室对比分析结果

样品名称	实验室 A	实验室 B	实验室 C	平均值-%	绝对偏差-%	相对偏差-%
1#	99.69	99.60	99.69	99.66	-0.03	-0.03
2#	99.67	99.58	99.69	99.64	-0.02	-0.02
3#	99.69	99.60	99.68	99.66	-0.03	-0.03

(2) 重复性实验

实验选取两个聚合级 L-丙交酯样品,由同一操作者,用相同的试验器材对同一试验材料,在恒定的操作条件下,每个样品重复测定 8 次,所得重复试验结果的相对标准偏差,结果见下表 4。

表 4 重复性实验分析结果

样品名称	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值-%	RSD-%
1#	99.67	99.63	99.67	99.59	99.66	99.6	99.68	99.64	99.64	0.03
2#	99.64	99.63	99.55	99.64	99.61	99.52	99.64	99.58	99.60	0.05

(四) 其他要求

§ 6 检验规则

§6.1 型式检验

外观和表 2 中规定的所有项目均为型式检验项目,正常情况下每三个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品的试制定型鉴定或者产品转厂生产时;
- b) 正常生产后,结构、材料、工艺有较大改变时;
- c) 正常生产三个月时;
- d) 停产一个月再生产时;
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

§6.2 出厂检验

外观和表 2 中规定的所有项目均为出厂检验项目,出厂检验项目应逐批进行检验。每批产品必须由生产厂的质量检验部门进行检验,产品检验合格并附合格证方可出厂。

§6.3 组批规则

在原材料、生产工艺不变的条件下,产品连续生产的实际批次为一批,但若干个生产批次构成一个检验批次的时间通常不超过 24 h。

§6.4 采样规则

本品采样单元数按 GB/T 6678 的规定确定。采样方法按 GB/T 6679 的规定确定。

§6.5 判定规则与复验

检验结果的判定采用 GB/T 8170 中规定的修约值比较法。检验结果中如有一项不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品应做不合格处理。

§7 标志、包装、运输、贮存

§7.1 标志

本品的外包装上应有明显的标志，内容包括：商标、生产厂名、厂址、产品名称、牌号、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号等。

§7.2 包装

本品应充干燥氮气密封包装,包装用符合 GB/T 8946 的塑料编织袋或牛皮纸袋，内衬符合 GB/T 4456 的聚乙烯塑料袋，塑料袋口热合或用绳扎紧。根据客户需求进行适当定制包装。

§7.3 运输

本品在运输过程中应遵守运输部门各项有关规定，应装在清洁、干燥的运输工具中，勿与酸、碱混放或与氧化腐蚀性物质接触，避免产品变质。运输时注意小心轻放，防止包装袋破损。

§7.4 贮存

本品应贮存于干燥、清洁、通风的库房内，防火、防潮、防雨淋、防日晒，勿与酸、碱混放或与氧化腐蚀性物质接触，避免产品变质。

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

近年来，中国可降解产业持续高速发展，可降解材料及其制品在人类生活中扮演着不可或缺的角色，成为对国计民生有重要影响的产业，然而随着人类对世界环境破坏程度的日益加剧，可持续发展和产品的降解性能必然会成为未来纺织工业的终极追求。将来对可抛弃式产品如纸尿裤、一次性卫生用品；医用手术服、医疗床单手术盖布、绷带、纱布、医用敷料、消毒包装材料等一次性医用耗材；农膜、种子培植、育秧、防霜及除草用布等农用材料；工业及日常生活用湿巾和擦布等；室内装饰材料、床上用品和服用材料等的需求将不断增长，而上述应用领域正好符合聚乳酸纤维的良好生物相容性、低毒性、天然抑菌性和生物降解性，

不易燃、抗紫外线性能强和导湿性优良等综合特性，也是大部分天然纤维和合成纤维所不具备的特质，因而大力研发聚乳酸纤维制品，推进聚乳酸产业链的形成及延伸，推动聚乳酸产业化的快速发展，迅速在国际市场上抢占先机、实现价值，是社会可持续发展及建设生态友好型社会的必由之路。PLA 从可再生资源中生产，有利于减少人类对石油资源的依赖性，随着人类对环保的日益重视，PLA 改性技术的发展以及应用领域的不断开发，PLA 材料有望大规模工业化生产并成为未来重要的生物基材料之一。

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

（一）国内同类标准水平对比

目前国内尚无国家标准、行业标准和团体标准对丙交酯产品进行质量控制。《聚合级 L-丙交酯》团体标准为国内首发。

（二）国外同类标准水平对比

目前该产品没有国际标准（ISO），据资料查询，某国外公司 L-丙交酯产品生产标准见表 5，由下表可以看出本标准基本与国际先进水平一致。

表 5 技术指标对比表

主要技术指标	单位	道达尔企业标准要求	团体标准指标要求
游离酸含量	mmol/kg	≤7	≤7
水分含量	%	≤0.03	≤0.03
光学纯度	%	≥99.5	≥99.0
化学纯度	%	≥99.0	≥99.0
meso-丙交酯含量	%	≤0.5	≤0.5
熔点	℃	90~100	98~100
锡（Sn）含量	%	≤0.0002	≤0.0002
灰分	%	≤0.01	≤0.01
重金属（以铅计）	%	≤0.001	≤0.001

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，合并至国家标准中。

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）

在标准通过有关专家审查并发布实施后，建议中国石油和化学工业联合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 聚合级 L-丙交酯不同指标检测结果

试样	游离酸含量 mmol/kg	以乳酸计 %	水分含量 %	光学纯度 %	化学纯度 %	meso-丙交酯 含量%	熔点 ℃	锡 (Sn) 含量%	灰分 %	重金属 (以铅计) mg/kg
1#	2.300	0.021	0.018	99.383	99.345	0.356	99.22	<0.0001	<0.01	<5
2#	4.900	0.044	0.015	99.387	99.328	0.354	99.11	<0.0001	<0.01	<5
3#	4.400	0.040	0.018	99.388	99.331	0.353	99.05	<0.0001	<0.01	<5
4#	1.200	0.011	0.015	99.468	99.442	0.267	99.56	<0.0001	<0.01	<5
5#	1.500	0.014	0.007	99.468	99.448	0.268	99.40	<0.0001	<0.01	<5
6#	2.200	0.020	0.011	99.465	99.434	0.269	99.61	<0.0001	<0.01	<5
7#	1.300	0.012	0.012	99.694	99.670	0.141	99.76	<0.0001	<0.01	<5
8#	2.600	0.023	0.016	99.668	99.629	0.164	99.75	<0.0001	<0.01	<5
9#	1.800	0.016	0.009	99.690	99.665	0.143	99.89	<0.0001	<0.01	<5
10#	1.700	0.015	0.010	99.575	99.550	0.238	99.78	<0.0001	<0.01	<5