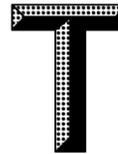


ICS 71.100.40
CCS G 73



团 体 标 准

T/FSI 158—2024

全氟聚醚羧酸铵表面活性剂

Perfluorinated polyether ammonium surfactant

2024-12-30 发布

2025-01-31 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分类	1
5 技术要求	2
6 试验方法	2
7 检验规则	4
8 标志、包装、运输和贮存	5

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。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本文件起草单位：成都晨光博达新材料股份有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：张秀兰、刘皓、刘芳铭、陈敏剑、邓清田。

全氟聚醚羧酸铵表面活性剂

警告——使用本文件的人员应熟悉实验室的常规操作。本文件未涉及与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。

1 范围

本文件规定了 Y 型、K 型全氟聚醚羧酸铵表面活性剂的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于含氟聚合物乳液、分散聚合及其他需要降低表面张力配制成乳液的环境中。

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 5750.4—2023 生活饮用水标准检验方法 第 4 部分:感官性状和物理指标

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12005.2 聚丙烯酰胺固含量测定方法

GB/T 34500.1 稀土废渣、废水化学分析方法 第 1 部分:氟离子量的测定 离子选择电极法

ASTM D1331-11 表面活性剂溶液的表面和界面张力的标准试验方法(Standard test methods for surface and interfacial tension of solutions of surface-active agents)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

色度 American public health association ; APHA

用氯铂酸钾和氯化钴配制颜色标准溶液,与被测样品进行目视比较,以测定样品的颜色强度。

3.2

表面张力 surface tension

液体表面及两种不能混合的液体之间的界面处,由于分子之间的吸引力,产生了极其微小的拉力,假想在表面处存在一个薄膜层承受着此表面的拉伸力。

4 分类

产品分类包括 Y 型全氟聚醚羧酸铵表面活性剂和 K 型全氟聚醚羧酸铵表面活性剂。

Y 型全氟聚醚羧酸铵表面活性剂是以全氟丙烯和氧气为原料,经紫外光氧化后水解,与氨水反应形成的铵盐水溶液。

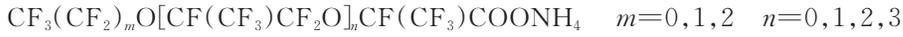
K 型全氟聚醚羧酸铵表面活性剂是以六氟环氧丙烷为原料,在催化剂作用下开环聚合经水解后,与氨水反应形成的铵盐水溶液。

结构通式:

Y 型:



K 型:



5 技术要求

产品要求应符合表 1 的规定。

表 1 全氟聚醚羧酸铵表面活性剂技术要求

序号	特性	单位	质量指标	
			Y 型	K 型
1	外观	—	无色透明液体, 无可见杂质	无色透明液体, 无可见杂质
2	铵盐质量分数/%	—	10.00~50.00	10.00~50.00
3	氟离子(F ⁻)	mg/kg	—	≤50
4	铁离子(Fe ³⁺)	mg/kg	≤5.0	≤5.0
5	色度(APHA)	Hazen	—	<30
6	pH 值	—	9~10	6~8
7	表面张力(1%水溶液)	mN/m	≤18.0	≤25
8	临界胶束浓度(cmc)/%	—	0.05~1.00	0.05~15.00

6 试验方法

6.1 外观

在日光灯或日光下目测。

6.2 铵盐质量分数

按照 GB/T 12005.2 聚丙烯酰胺固含量测定方法测定,测试结果保留四位有效数字。

6.3 氟离子(F⁻)

按照 GB/T 34500.1 中的方法进行试验。

6.4 铁离子浓度的测定(ICP-OES 法)

6.4.1 概述

根据仪器配置的差异,分为 6.4.2 和 6.4.3 两种测试程序。

6.4.2 配置有机进样系统和有机加氧系统的 ICP-OES 法测试程序

6.4.2.1 样品制备

标准加入法样品制备：用移液器准确移取 2.5 mL 样品至 25 mL 容量瓶，使用超纯水（18.2 MΩ）定容。

6.4.2.2 标准曲线建立

标准工作溶液配制：将元素标准溶液（1 000 mg/mL）使用超纯水（18.2 MΩ）稀释分别配制 1 000 μg/kg、500 μg/kg、200 μg/kg 浓度溶液。用移液器准确分别移取 2.5 mL 样品至 4 个 25 mL 容量瓶，然后再分别移取 2.5 mL 不同浓度（1 000 μg/kg、500 μg/kg、200 μg/kg）元素标准溶液至 3 个已装 2.5 mL 样品的 25 mL 容量瓶中，使用超纯水（18.2 MΩ）定容至 25 mL，制成不同标准点溶液（0 μg/kg、20 μg/kg、50 μg/kg、100 μg/kg）。

绘制校准曲线：在 ICP-OES 仪器设置中勾选 MSA 方法，依次从低浓度到高浓度将标准工作溶液泵入 ICP-OES，以元素质量浓度为横坐标，发射强度值为纵坐标，绘制目标元素的校准曲线。

6.4.2.3 样品测试

待测样品测定：泵入 ICP-OES，测得样品的发射强度，根据待测溶液中所测元素浓度、样品质量与定容体积计算所测金属元素的最终含量，试样测定过程中，若待测元素浓度超出校准曲线范围，应稀释后重新测定。

6.4.2.4 结果表示

按 GB/T 8170 修约数值，结果修约至小数点后第三位，平行测定结果相对差值不超过 0.1 mg/kg。

6.4.3 未配置有机进样系统和有机加氧系统的 ICP-OES 法测试程序

6.4.3.1 样品制备

用移液器移取 5 mL 样品于聚四氟乙烯杯中，在通风橱中操作，加入 10 mL 的优级纯硝酸，置于 100℃~120℃加热板上加热，观察硝解情况，可适当摇匀。消解至近干时取下，冷却至室温，用 0.2% 的硝酸溶液定容到 25 mL，同时做空白样。

6.4.3.2 标准曲线建立

标准工作溶液配制：用元素标准溶液（1 000 mg/mL）和 0.2% 硝酸溶液配制 5 个不同浓度的溶液（范围根据样品金属元素含量确定）。

绘制校准曲线：依次从低浓度到高浓度将标准工作溶液泵入 ICP-OES，以元素质量浓度为横坐标，发射强度值为纵坐标，绘制目标元素的校准曲线。

6.4.3.3 样品测试

空白样与待测样品测定：泵入 ICP-OES，测得样品的发射强度，根据待测溶液中所测元素浓度、样品质量与定容体积计算所测金属元素的最终含量，试样测定过程中，若待测元素浓度超出校准曲线范围，应稀释后重新测定。

6.4.3.4 结果表示

按 GB/T 8170 修约数值，结果修约至小数点后第三位，平行测定结果相对差值不超过 0.1 mg/kg。

6.5 色度(APHA)

按 GB/T 5750.4—2023 中 4.1 铂-钴标准比色法的规定测定色度。

6.6 pH 值

按照 GB/T 6368 表面活性剂水溶液 pH 值得测定电位法的测试方法,测试结果保留两位小数。

6.7 表面张力(1% 水溶液)

按照 ASTM D1331-11 中平板法的要求进行。

6.8 临界胶束浓度的测定

6.8.1 仪器和设备

Sigma700 全自动表界面张力仪;电子天平(精度 0.000 1 g);恒温装置。

6.8.2 测试步骤

测试步骤如下所示:

- 采用 Sigma700 全自动表界面张力仪,设置“初始浓度”1%，“终止浓度”0.02%，“点数/10:5 个”;
- 产品加热处理至均一状态,用 100 mL 容量瓶配制 1% 固含量水溶液;
- 静置 3 h 以后,取 70 mL 无气泡溶液于样品杯中,采用铂金板法进行测试;
- 测试完成后,(选择不分析“基线倾斜”,在图中前后各 4 个点分别计算基线与斜率)通过软件计算得出 cmc 浓度值。

7 检验规则

7.1 出厂检验

需经生产厂的质量检验部门按本文件检验合格并出具合格证后方可出厂,检验项目见表 2。

表 2 全氟聚醚羧酸铵表面活性剂出厂检验项目

序号	项目	Y 型	K 型
1	外观	√	√
2	铵盐质量分数	√	√
3	氟离子(F ⁻)	—	√
4	铁离子(Fe ³⁺)	√	√
5	色度(APHA)	—	√
6	pH 值	√	√
7	表面张力(1% 水溶液)	√	√
8	临界胶束浓度	√	√
注:“—”不检验;“√”检验。			

7.2 型式检验

全氟聚醚羧酸铵表面活性剂型式检验为第4章要求的所有项目。有下列情况之一,应进行型式检验:

- a) 首次生产时;
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时;
- c) 正常生产满1年时;
- d) 停产后又恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- f) 质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

7.3 组批和抽样规则

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批,其最大组批量不超过1000 kg,每批随机抽产品200 g,作为出厂检验样品。随机抽取产品200 g,作为型式检验样品。

7.4 判定规则

所有检验项目合格,则产品合格;若出现不合格项,可加倍抽样对不合格项进行复检。若复检合格,则判该批产品合格;若复检仍不合格,则判该批产品为不合格。

7.5 使用单位检验

使用单位如对收到的产品进行检验,应按本文件的规定执行。验收检验应在收到产品一个月内进行。若某项检验结果不符合本文件的规定,应在同批产品中以双倍采样单元数采样进行复检,以复检结果判定产品是否符合要求。

7.6 仲裁检验

当供需双方对产品质量发生争议时,由双方协商解决由法定质量检测部门进行仲裁。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

本产品包装箱上应有清晰、牢固的标志,标明产品名称、公司名称、生产地址、产品型号、生产批号、数量、生产日期及本文件编号。

8.2 包装

本产品包装在清洁、干燥、密闭的聚丙烯塑料瓶/聚乙烯塑料桶中,包装所使用的聚丙烯/聚乙烯不含溶出物。

8.3 运输

运输、装卸工作过程,应轻装轻卸,防止撞击,避免包装破损,应保持产品温度在5℃~40℃范围内,避免低温、高温条件对产品质量造成影响。

8.4 贮存

本产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内,并保持 5℃~40℃。本产品自生产之日起,贮存期为 12 个月,超过贮存期可按本文件进行复检,复检结果符合本文件要求,仍可继续使用。
