

T/SDAS

团 体 标 准

T/SDAS XXXX—XXXX

高纯全氟丁基磺酸钾

High-purity potassium nonafluoro-1-butanesulfonate

(征求意见稿)

(本草案完成时间:)

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

山东标准化协会 发布

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 技术要求.....	1
5 试验方法.....	1
5.1 外观.....	2
5.2 含量.....	2
5.3 热分解温度.....	3
5.4 pH 值.....	错误!未定义书签。
5.5 水分.....	错误!未定义书签。
6 检验规则.....	3
6.1 出厂检验.....	3
6.2 组批.....	3
6.3 取样.....	3
6.4 判定.....	3
7 标志和随行文件、包装、运输、贮存.....	3
7.1 标志和随行文件.....	3
7.2 包装.....	3
7.3 运输.....	3
7.4 贮存.....	3
附录 A (资料性) 参考离子色谱条件.....	4
附录 B (资料性) 参考离子色谱图.....	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。

本文件由山东东岳研究院有限公司提出。

本文件由山东标准化协会归口。

本文件起草单位：山东东岳研究院有限公司、山东华夏神舟新材料有限公司、万华化学集团股份有限公司、瑞士万通中国有限公司、杭州聚丰新材料有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、淄博市产品质量检验研究院

本文件主要起草人：韩理理、成琳、王雪、李玲、王汉利、潘勇军、刘斌华、王笛、王永文、史新宇、魏健、赵艳新、冯威。

山东标准化协会

山东标准化协会

山东标准化协会

标准化协会

多

二

高纯全氟丁基磺酸钾

1 范围

本文件规定了高纯全氟丁基磺酸钾的技术要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于以全氟丁基磺酰氟、氢氧化钾等为原料，经成盐、提纯、干燥、粉碎、包装等工序加工而成的高纯全氟丁基磺酸钾。主要用于合成材料的阻燃，特别是聚碳酸酯材料的阻燃剂，也用作中间体合成全氟丁基磺酸、光致产酸剂、表面活性剂等。

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
- 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
- GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法
- ASTM E2550 用热重分析法测定热稳定性的标准实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观：白色粉末。

4.2 高纯全氟丁基磺酸钾的技术要求应符合表 1 规定。

表1 技术要求

项目	指标	
	优级品	合格品
含量, $w/\%$	≥ 99.5	99.0
热分解温度/ $^{\circ}\text{C}$	> 400	400
pH 值 (5%水溶液)	5.0~7.0	
水分, $w/\%$	≤ 0.05	0.1

5 试验方法

5.1 外观

取适量试样，置于清洁干燥的器皿中，在日光或日光灯投射下，直接目测。

5.2 含量

5.2.1 方法提要

用离子色谱法，在选定的色谱工作条件下，试样经离子色谱柱，使其中的各组分分离，通过电导检测器检测，得到各阴离子的峰面积，采用面积归一化法得到全氟丁基磺酸根（PFBS⁻）的含量。

5.2.2 仪器设备

5.2.2.1 离子色谱仪：配有电导检测器。

5.2.2.2 电子天平：精度 0.0001g。

5.2.3 试剂和材料

5.2.3.1 纯水：符合 GB/T 33087 规定。

5.2.3.2 碳酸钠：色谱纯。

5.2.3.3 碳酸氢钠：色谱纯。

5.2.3.4 乙腈：色谱纯。

5.2.3.5 98%硫酸。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 淋洗液配置

准确称量0.3392 g碳酸钠，0.0840 g碳酸氢钠，置于1 L容量瓶中，加入少量水使其溶解，加水定容至刻度，超声振动去除气泡，过滤后制得淋洗液A。

准确称量1.0599 g碳酸钠，置于1 L容量瓶中，加入少量水使其溶解，加入300 mL乙腈，加水定容至刻度，超声振动去除气泡，过滤后制得淋洗液B。

5.2.4.2 再生液配置

在500 mL烧杯中加入少量水，边搅拌边加入7 mL硫酸，转移到1 L容量瓶中，用水洗涤烧杯3次，并将洗涤液全部转移到容量瓶中，加水定容至刻度，超声振动去除气泡，过滤后制得再生液。

5.2.4.3 试样测定

5.2.4.3.1 称量 0.1 g 试样（精确至 0.0001 g），置于 100 mL 容量瓶中，加入少量水使其溶解，加水定容至刻度，超声振动去除气泡，过滤后备用。

5.2.4.3.2 参照附录 A 的表 A 设置离子色谱仪参数，测定试样。

5.2.5 结果计算

试样中全氟丁基磺酸根（PFBS⁻）的含量 w (%) 按式 (1) 计算：

$$w\% = \frac{A \times f}{\sum(A_i \times f_i)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w ——试样中全氟丁基磺酸根（PFBS⁻）的含量，单位%；
- A ——全氟丁基磺酸根（PFBS⁻）的峰面积；
- f ——全氟丁基磺酸根（PFBS⁻）的相对质量校正因子，设为 1.000；
- A_i ——各组分阴离子的峰面积；
- f_i ——各组分阴离子的相对质量校正因子，设为1.000。

5.2.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于20%。

5.3 热分解温度

按照ASTM E2550规定的方法进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验，检验合格后方可出厂。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产或同一班组生产的均匀产品为一批，每批不超过0.5t。

6.3 取样

产品按GB/T 6678的规定确定采样单元数，按GB/T 6679的规定进行采样。采样时，扒开表面厚5cm产品，用取样器自中心垂直插入料层深度3/4处采样，采样总量不少于1000g，分装于两个清洁、干燥取样袋内，并贴上取样标签，注明：产品名称、批号或生产日期、批量、采样日期、采样者姓名。一袋用于质量检验，一袋留存备查。

6.4 判定

检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求时，应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品应做不合格处理。

7 标志和随行文件、包装、运输、贮存

7.1 标志和随行文件

7.1.1 产品外包装上应有清晰牢固的标志，其内容至少包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、产品等级、净含量、批号或生产日期、贮存期、本文件编号和GB/T 191中规定的“怕雨”、“防晒”标志；

7.1.2 每批出厂的产品应附有产品质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、产品等级、净含量、批号或生产日期、贮存期和产品质量符合本文件的证明和标准编号。

7.2 包装

产品采取双层包装，内包装采用铝箔袋或两层聚乙烯塑料薄膜袋，铝箔袋热熔封口，两层内袋用一次性塑料卡或其它质量相当的绳扎口。外包装采用螺旋塑料桶或纸板桶，纸板桶采用一次性铅封或其他质量相当的线封口。

7.3 运输

产品在运输过程中，应注意防止日晒、雨淋，保持包装完好。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在阴凉、干燥、通风良好处，防止日晒、雨淋，远离火源及其他危险物品。

7.4.2 在符合规定储运条件，包装完整，未经启封的情况下，保存期为三年。

附录 A
(资料性)
参考离子色谱条件

表A.1 含量的测定 参考离子色谱条件

项目	要求
色谱柱	Metrosep A Supp 5-150、Metrosep A Supp 4/5 保护柱
检测器	电导检测器
进样体积	20 μ L
检测器温度	40 $^{\circ}$ C
流动相	3.2 mM 碳酸钠+1.0 mM 碳酸氢钠 (淋洗液 A) 10 mM 碳酸钠+30%乙腈 (淋洗液 B)
再生液	0.7%硫酸溶液
时间	60 min

表A.2 梯度淋洗操作条件

时间/min	淋洗液	流速/(mL/min)
0.0	淋洗液 A	0.70
20.1	淋洗液 B	0.65
50.1	淋洗液 A	0.70

附录 B
(资料性)
参考离子色谱图

图 B.1 含量参考离子色谱图

