

团 体 标 准

T/ FSI 057-2020

可交联型粉末氟碳涂料树脂

Crosslinkable powder fluorocarbon coating resin

2020-4-30 发布

2020-5-30 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发 布

前 言

本标准依据 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准起草单位： 济南华临化工有限公司、山东华夏神舟新材料有限公司、艾杰旭化工科技（上海）有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、山东华安新材料有限公司。

本标准主要起草人：石养渡、赵继华、王汉利、王舒钟、陈敏剑、张彦君、李丕永、马慧荣、罗雷、张春风。

本标准版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本标准为首次制定。

可交联型粉末氟碳涂料树脂

1 范围

本标准规定了可交联型粉末氟碳涂料树脂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于由含氟烯烃、含羟基单体、含羧基单体以及脂类或醚类单体为主要原料合成的可交联型粉末氟碳涂料树脂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191 包装储运图示标志
- GB/T 1725 色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定
- GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样
- GB/T 6743 塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基 部分酸值和总酸值的测定
- GB/T 7193 不饱和聚酯树脂试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12007.6 环氧树脂软化点测定方法 环球法
- GB/T 19466.2 塑料 差示扫描量热法（DSC） 第2部分：玻璃化转变温度的测定

3 要求

3.1 外观

外观为白色或浅黄色固体。

3.2 性能

可交联型粉末氟碳涂料树脂应符合下表1的要求：

表1 可交联型粉末氟碳涂料树脂性能要求

项目	技术指标
挥发份，质量分数，%	≤ 2.0
羟值，mgKOH/g	≥ 30
酸值，mgKOH/g	0~10.0

表1 可交联型粉末氟碳涂料树脂性能要求（续）

项目	技术指标
氟含量, %	≥ 20.0
玻璃化温度 T _g , °C	≥ 30
软化点, °C	≥ 50

4 试验方法

4.1 取样

样品的采取按照 GB/T 3186 中规定取样。

4.2 外观

在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 酸值

按 GB/T 6743 中规定“部分酸值 A 法”要求测定产品的酸值。

4.3.1 试验步骤

将试样放入甲苯和乙醇的混合溶剂中，使其完全溶解，以溴百里香酚蓝为指示剂，用氢氧化钾溶液滴定至出现蓝色，并维持 15 s 不变色为终点。

根据滴定空白和试液所耗用的氢氧化钾溶液体积之差，计算酸值。

4.3.2 结果表示

样品的酸值 A（以干基计），按式（1）计算：

$$A = 56.10 \times \frac{(V_1 - V_0) \times C}{m_3 \times NV} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- A——酸值，单位为毫克氢氧化钾每克（mgKOH/g）；
- V₀——空白试验耗用氢氧化钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V₁——试样耗用氢氧化钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- c ——氢氧化钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- m₃——试样的质量，单位为克（g）；
- NV——测定的试样不挥发物的含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

4.4 羟值

按 GB/T 7193 规定的方法测定产品的羟值。

4.4.1 试验步骤

以对甲苯磺酸作催化剂，在乙酸乙酯中，利用乙酸酐与羟基乙酰化反应进行的。过量的乙酸酐用吡啶水混合液水解，产生的乙酸用氢氧化钾—甲醇标准溶液滴定。

4.4.2 结果表示

样品的羟值 $I_{(OH)}$ (以干基计) 按式 (2) 及 (3) 计算:

$$I_{(OH)} = \frac{56.10 \times (V_0 - V_1) \times C}{m_4} + X \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$m_4 = \frac{m \times NV}{100} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$I_{(OH)}$ ——样品的羟值 (以干基计), 单位为毫克氢氧化钾每克 (mgKOH/g);

V_0 ——空白试验耗用氢氧化钾标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——试样耗用氢氧化钾标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

c ——氢氧化钾标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——液体树脂质量, 单位为克 (g);

m_4 ——试样树脂折干后的质量, 单位为克 (g);

X ——试样的正酸值或负碱值, 若此值等于或小于 0.3, 应予忽略。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 结果保留到小数点后两位。

4.5 氟含量

具体试验方法见附录 A。

4.6 玻璃化温度

按 GB/T 19466.2 规定的方法测定产品的玻璃化温度。

4.7 软化点

按 GB/T 12007.6 规定的方法测定产品的软化点。

4.8 挥发份

按 GB/T 1725 规定的方法测定。

将玻璃、马口铁或铝盘、玻璃棒在试验温度下, 放入烘箱中干燥, 然后放入干燥器中在室温下冷却。称量带有玻璃棒的盘, 精确到 0.001 g, 然后把 (2±0.2) g 的待测样品放入盘中称量, 精确到 0.001 g, 样品要均匀的布满盘子的底部。然后把带有玻璃棒的盘子及试样放入温度为 140 °C 的鼓风干燥烘箱中部, 1 小时后取出试样及带有玻璃棒的盘子放入干燥器内, 冷却至室温, 然后称重, 精确到 0.001 g。

挥发份含量 V 按式 (4) 计算:

$$V = \left(1 - \frac{m_2}{m_1}\right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——挥发份, 以百分数表示 (%);

m_2 ——加热后试样重量, 单位为毫克 (mg);

m_1 ——加热前试样重量, 单位为毫克 (mg)。

结果数值取小数点后两位。

5 检验规则

5.1 检验分类

可交联型粉末氟碳涂料树脂检验分为出厂检验和型式检验。

5.2 出厂检验

可交联型粉末氟碳涂料树脂需经生产厂的质量检验部门按本标准检验合格并出具合格证后方可出厂。

出厂检验项目为：

- a) 外观；
- b) 羟值；
- c) 酸值；
- d) 氟含量。

5.3 型式检验

5.3.1 可交联型粉末氟碳涂料树脂型式检验为本标准第4章要求的所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品试制或老产品转厂生产的试制定型检定；
- b) 产品正式生产后，其结构设计、材料、工艺以及关键的配套元器件有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产，定期或积累一定产量后，应周期性进行一次检验；
- d) 产品长期停产后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.4 组批和抽样规则

5.5.1 以同一原料、同一配方、同一工艺聚合的多釜树脂经后处理、造粒后为一检验组批其最大批次量应不超过3t。

5.5.2 按GB/T 3186规定的方法采集样品。

5.5 判定规则

5.5.1 检验结果的判定按GB/T 8170中规定的修约值比较法进行。

5.5.2 型式检验项目所有检验项目合格，则判该批产品合格。

5.5.3 若检验结果有任何一项不符合本标准规定的要求，应重新从该产品中取双倍采样单元数的样品，对于不合格项目进行复检，复检结果符合要求，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。

5.5.4 当供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商解决或请法定质量检验部门进行仲裁。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

每批产品应有牢固清晰的标志，应注明厂名、厂址、产品名称、净含量、批号、生产日期、产品标准号的标志。

6.2 包装

本产品除客户特殊要求外，应包装在聚乙烯塑料袋内，然后再封于外包装袋内或纸桶内，每袋净含量为 25 kg 或商定。

6.3 运输

本产品为非易燃易爆品，可按一般非危险品运输。运输、装卸应轻装轻卸，防止撞击，避免包装破损，防止日晒雨淋，防止撞击、挤压产品包装，应按照货物运输规定进行。

6.4 贮存

本产品应贮放在通风干燥处，并应隔绝火源远离热源。在符合本标准包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，保质期为一年。逾期可重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。



附录 A
(规范性附录)
氟含量测试方法

A.1 方法原理

把含氟有机物装在铂容器中，在密闭的充满氧气的石英瓶中燃烧分解，分解的产物转化为无机氟离子被瓶中吸收液所吸收，然后用硝酸钍滴定法对氟离子进行定量测定。这种分析方法包括分解有机氟化合物以及测定氟含量两部分。

A.2 仪器与材料

A.2.1 石英燃烧瓶，500 mL；

A.2.2 分析天平，0.0001 g；

A.2.3 移液管，25 mL 及 50 mL；

A.2.4 量杯，5 mL 及 50 mL；

A.2.5 三角烧瓶，250 mL；

A.2.6 容量瓶，500 mL 及 1000 mL；

A.2.7 棕色酸式滴定管，50 mL。

A.3 试验试剂

A.3.1 酚酞指示剂，10 g/L；

A.3.2 茜素红指示剂，1g/L；

A.3.3 氯乙酸钠缓冲溶液，pH=3.2~3.5；

A.3.4 稀氢氧化钠溶液，0.1mol/L；

A.3.5 稀盐酸溶液，0.1mol/L；

A.3.6 硝酸钍标准溶液，0.01mol/L。

A.4 试验步骤

A.4.1 待测样品溶液的制备

取 250 mL 石英燃烧瓶，可用带有旋塞的石英燃烧瓶（见图 A.2）。瓶上配有一空心磨口塞子，瓶塞下端焊接一根粗铂金丝，铂金丝直径宜 0.5 mm ~ 0.8 mm，铂金丝的长度依据锥形瓶的大小而定，能够伸到瓶的中央部位即可。铂金丝的下端弯成钩形，也可作成铂金片夹子或螺旋形状（见图 A.1）。

称取约 10 mg 干燥的待分析样品，记录其精确质量（精确至 0.0001 g），用无灰滤纸包好，无灰滤纸剪成约 2 cm 见方，尾宽 0.5 cm，长约 2 cm（见图 A.3）。

氟树脂包裹方法（见图 A.4）。包裹妥善后，将其折合部分紧紧夹在燃烧瓶瓶塞焊接的铂金丝上，滤纸尾部朝下斜方向悬在空间。

将 30 mL 蒸馏水加入到燃烧瓶中，将与高纯氧气钢筒（或储氧瓶）连通的橡皮管伸入瓶中，送入高纯氧气。导气管应伸近吸收液的液面。

经过 30 s ~ 60 s 左右，使燃烧瓶中的空气全部为氧气所代替。

在通氧气的最后阶段，用夹在铂金丝上的氟树脂蘸取少量助燃剂，同时取小火点燃滤纸的尾部，拉出通氧气的橡皮管，迅速将瓶塞插入并且盖紧，将燃烧瓶小心倾斜倒置（见图 A.5）。

夹在铂金丝上的氟树脂在少量助燃剂的作用下在燃烧瓶中点燃。使被点燃的滤纸，充分地燃烧（见图 A.5）。温度上升，铂金丝形成白灼状态。

样品随同滤纸在氧气中分解。在燃烧初期，瓶中压力会骤然增加，此时应握紧瓶塞使瓶塞不冲出。分解产物逐渐被吸收液所吸收，瓶中开始形成减压，瓶塞会被自动吸住。

整个燃烧过程需要大约数秒，滤纸和样品应在仪器中被完全分解。使燃烧瓶恢复原来直立位置。

如果吸收液中存在残存滤纸，则表示滤纸未被完全分解，应重做。

分解完全后，吸收液完全转移到滴定用三角烧瓶中，另加 30 mL 蒸馏水冲洗燃烧瓶内壁，同样转移至三角烧瓶中，先加入几滴酚酞指示剂（A.3.1），用稀氢氧化钠溶液（A.3.4）调至微红色，再滴加适量茜素红指示剂（A.3.2），并用稀盐酸溶液（A.3.5）调样品由红色变为淡黄色，加入 4 mL 氯乙酸钠缓冲溶液（A.3.3），摇匀待用。

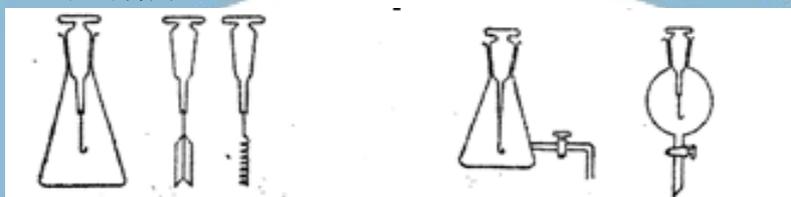


图1：燃烧瓶及铂金丝

图2：带有旋塞的燃烧瓶

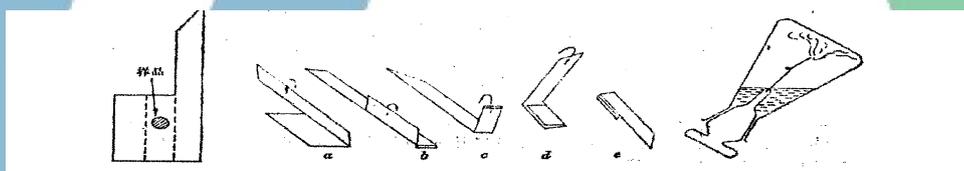


图3：包样品的滤纸

图4：样品包折方式

图5：样品的燃烧

A. 4. 2 试验步骤

A. 4. 2. 1 空白试验

以60 mL蒸馏水代替样品溶液，做与样品溶液同样的处理后，用硝酸钪标准溶液（A.3.6）滴定，当溶液颜色由淡黄色突变为淡红色时，记录耗用的滴定液体积（ V_0 ）。

A. 4. 2. 2 样品测定

取标定好的硝酸钪标准溶液（A.3.6），滴定待测样品溶液，使溶液颜色由淡黄色突变为淡红色，记录耗用的滴定液体积（ V ）。

A. 4. 3 结果计算

氟使用以下公式（5）进行计算，结果数值取小数点后两位：

$$F(\%) = \frac{19 \times C \times (V - V_0)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

C ——硝酸钪标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——空白试验消耗的硝酸钪标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——样品滴定消耗硝酸钪标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——称取样品干树脂的精确质量，单位为克（g）。

19——氟元素的摩尔质量。

中国氟硅有机材料工业协会
团 体 标 准
可交联型粉末氟碳涂料树脂
T/ FSI 057-2020

中国氟硅有机材料工业协会
北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层
(100029)

网址: <http://www.sif.org.cn> 联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本: 880×1230 1/16 印张 0.5 字数: 4.2 千字

2020 年 5 月第一版 2020 年 5 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权所有 侵权必究

举报电话: (010) 6444359