



中 国 材 料 与 试 验 团 体 标 准

T/CSTM XXXX—XXXX

石墨烯改性无溶剂导静电涂料

Graphene-modified solvent-free antistatic coatings

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2018-09-15）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中 关 村 材 料 试 验 技 术 联 盟
中国材料与试验团体标准委员会 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国材料与试验团体标准委员会化工材料领域委员会涂料和颜料技术委员会提出。

本标准由中国材料与试验团体标准委员会化工材料领域委员会涂料和颜料技术委员会归口。

本标准负责起草单位：江苏金陵特种涂料有限公司。

本标准参加起草单位：。

本标准主要起草人：。

石墨烯改性无溶剂导静电涂料

1 范围

本标准规定了石墨烯改性无溶剂导静电涂料的术语与定义、要求、试验方法、检验规则及标志、包装和贮存等内容。

本标准适用于以合成树脂为主要成膜物质，并添加石墨烯材料、颜填料、助剂等制成的无溶剂导静电涂料。产品主要用于石油、化工、电力、冶金等行业需要导静电的钢结构表面涂层防腐工程。

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，仅所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 252—2015 普通柴油

GB/T 1725—2007 色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定

GB/T 1728—1979 漆膜、腻子膜干燥时间测定法

GB/T 1740—2007 漆膜耐湿热测定法

GB/T 1766—2008 色漆和清漆 涂层老化的评级方法

GB/T 1768—2006 色漆和清漆 耐磨性的测定 旋转橡胶砂轮法

GB/T 1771—2007 色漆和清漆 耐中性盐雾性能的测定

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料取样

GB/T 5210—2006 色漆和清漆 拉开法附着力试验

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6750—2007 色漆和清漆 密度的测定 比重瓶法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8923.1—2011 涂覆涂料前钢材表面处理 表面清洁度的目视评定 第1部分：未涂覆过的钢材表面和全面清除原有涂层后的钢材表面的锈蚀等级和处理等级

GB/T 9264—2012 色漆和清漆 抗流挂性评定

GB/T 9271 色漆和清漆 标准试板

GB/T 9274—1988 色漆和清漆 耐液体介质的测定

GB/T 9278 涂料试样状态调节和试验的温湿度

GB/T 9750 涂料产品包装标志

GB/T 13288.1—2008 涂覆涂料前钢材表面处理 喷射清理后的钢材表面粗糙度特性 第1部分：用于评定喷射清理后钢材表面粗糙度的 ISO 表面粗糙度比较样块的技术要求和定义

GB/T 13452.2—2008 色漆和清漆 漆膜厚度的测定

GB/T 13491 涂料产品包装通则

GB/T 31416—2015 色漆和清漆 多组分涂料体系适用期的测定 样品制备和状态调节及试验指南

HG/T 4337—2012 钢质输水管道无溶剂液体环氧涂料

HG/T 4569—2013 石油及石油产品储运设备用导静电涂料

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨烯 graphene

每一个碳原子以sp²杂化与三个相邻碳原子键合形成的蜂窝状结构的碳原子单层。

3.2

石墨烯材料 graphene materials, GM

由石墨烯单独或堆垛而成、层数不超过 10 层的碳纳米材料。

注1：包括对石墨烯材料通过修饰、改性或功能化等方式以实现某些特定功能。

注2：层数超过 10 层的为石墨。

3.3

表面电阻率 Surface resistivity

单位面积内的表电阻，用欧姆(Ω)表示。

4 要求

产品性能应符合表1的要求。

表1 要求

项 目		指 标
在容器中的状态		搅拌混合后无硬块，呈均匀状态。
不挥发物含量/%	≥	98
密度/（g/ml）		商定值±0.05
流挂性/μm	≥	350 或商定
适用期 ^a （时间商定）		通过
干燥时间/h	≤ 表干	8
	实干	24
石墨烯材料的定性		含有石墨烯材料
涂膜外观		正常
耐弯曲性		1.5° 涂层无裂纹
耐冲击性（5J）		不开裂、不剥落
附着力（拉开法）/MPa	≥	8
耐磨性（1 000g/1 000r）/g	≤	0.10
表面电阻率，Ω		10 ⁵ ~10 ¹¹

表 1 要求（续）

项 目	指 标
耐盐水性 ^b （5%氯化钠溶液，30d）	不起泡、不生锈、不开裂、不剥落
耐酸性 ^b （10%硫酸溶液，30d）	不起泡、不生锈、不开裂、不剥落
耐碱性 ^b （10%氢氧化钠溶液，30d）	不起泡、不生锈、不开裂、不剥落
耐油性 ^b （0 号柴油，30d）	不起泡、不起皱、不开裂、不剥落
耐盐雾性（2 400h）	不起泡、不生锈、不开裂、不剥落
耐湿热性（720h）	不起泡、不生锈、不开裂、不剥落
^a 适用于双组分涂料体系。 ^b 试验温度由双方商定。	

5 试验方法

5.1 取样

产品按GB/T 3186的规定取样，也可按商定方法取样。取样量根据检验需要确定。

5.2 试验环境

除非另有规定，试板的状态调节应符合GB/T 9278的规定。

除非另有规定，流挂性、适用期、干燥时间、涂膜外观、耐弯曲性、耐冲击性、附着力（拉开法）、耐磨性和表面电阻率项目的试验环境应符合GB/T 9278的规定，其余项目的试验环境按相关检验方法标准的规定进行。

5.3 试验样板的制备

5.3.1 底材及底材处理

除非另有商定，按表2的规定选用底材。除非另有商定，试验用钢板、铝板和玻璃板的材质和处理应符合GB/T 9271的规定。钢板经喷砂清理后，表面清洁度应达到GB/T 8923. 1—2011中规定的Sa2¹/₂级，表面粗糙度应达到GB/T 13288. 1—2008中规定的“中（G）”级。商定的底材材质类型和底材处理方法应在检验报告中注明。

5.3.2 试样准备

按产品规定的组分配比混合均匀并放置规定的熟化时间后制板。

5.3.3 试验样板的制备

除非另有商定，按表2的规定制备试验样板。采用与本标准规定不同的样板制备方法和干膜厚度应在检验报告中注明。

涂膜厚度的测量按GB/T 13452. 2—2008的规定进行。测量喷砂钢板上的干膜厚度时，从试板的上部、中部和底部各取不少于两次读数，读数时距离边缘至少10mm，去掉任何异常高或低的读数，取六次读数的平均值。

表2 试验样板的制备

检验项目	底材类型	底材尺寸/mm	涂装要求
干燥时间、涂膜外观	喷砂钢板	150×70×(3~6)	刷涂或无气喷涂一道，干膜厚度(150±20) μm，涂膜外观项目放置48h后测试。
耐弯曲性		200×25×6	
耐冲击性		100×100×6	
耐磨性	铝板或玻璃板	直径100	刷涂或无气喷涂二道，间隔24h，每道干膜厚度(150±20) μm，放置7d后测试。
附着力(拉开法)、表面电阻率、耐盐水性、耐酸性、耐碱性、耐油性、耐盐雾性、耐湿热性	喷砂钢板	150×70×(3~6)	

5.4 测试方法

5.4.1 一般规定

除非另有规定，在试验中仅使用确认为化学纯及以上纯度的试剂和符合GB/T 6682—2008中三级水要求的蒸馏水或去离子水。试验溶液在试验前预先调整到试验温度。

5.4.2 在容器中状态

打开容器，用调刀或搅拌棒搅拌，允许容器底部有沉淀，若经搅拌易于混合均匀，可评定为“搅拌均匀后无硬块，呈均匀状态”。应分别检验各组分。

5.4.3 不挥发物含量

将产品按生产商规定的比例混合均匀后立即称量，称样量为(2±0.2)g。称量好的试样在(23±2)℃条件下放置24h后，按GB/T 1725—2007的规定进行测试，烘烤温度为(105±2)℃，烘烤时间为1h。

5.4.4 密度

按GB/T 6750—2007的规定进行。将产品按生产商规定的比例混合均匀后进行测试。

5.4.5 流挂性

按GB/T 9264—2012中7.2的规定进行。将产品按生产商规定的比例混合均匀后进行测试。

5.4.6 适用期

按GB/T 31416—2015的规定进行。试验温度为(23±2)℃，放置商定的时间后，按5.4.2和5.4.9条的要求考察在容器中状态和涂膜外观。如果试验结果符合5.4.2和5.4.9条的要求，同时在制板过程中施涂无障碍，则认为能使用，评为“通过”。

5.4.7 干燥时间

按GB/T 1728—1979的规定，表干按乙法进行，实干按丙法进行。

5.4.8 石墨烯材料的定性

按附录A的规定进行。

5.4.9 涂膜外观

样板在散射日光下目视观察，如果涂膜均匀，无流挂、发花、针孔、开裂和剥落等涂膜病态，则评为“正常”。

5.4.10 耐弯曲性

按HG/T 4337—2012中附录A的规定进行。采用能使试板产生1.5°弯曲度的凹凸弯曲模进行测试。

5.4.11 耐冲击性

按HG/T 4337—2012中附录B的规定进行，冲击试验后用4倍放大镜对冲击点进行目视检查，不进行漏点检测。

5.4.12 附着力（拉开法）

按GB/T 5210—2006的规定，采用直径为20mm的试柱，上下两个试柱与试板同轴心对接进行试验。

5.4.13 耐磨性

按GB/T 1768—2006的规定进行，砂轮型号为CS-10。

5.4.14 表面电阻率

按HG/T 4569—2013中附录A的规定进行。

5.4.15 耐盐水性

按GB/T 9274—1988中甲法的规定进行。浸入5%（质量分数）氯化钠溶液中，试验结束后取出样板观察，如出现起泡、生锈、开裂和剥落等涂膜病态现象，按GB/T 1766—2008进行描述。

5.4.16 耐酸性

按GB/T 9274—1988中甲法的规定进行。浸入10%（质量分数）硫酸溶液中，试验结束后取出样板观察，如出现起泡、生锈、开裂和剥落等涂膜病态现象，按GB/T 1766—2008进行描述。

5.4.17 耐碱性

按GB/T 9274—1988中甲法的规定进行。浸入10%（质量分数）氢氧化钠溶液中，试验结束后取出样板观察，如出现起泡、生锈、开裂和剥落等涂膜病态现象，按GB/T 1766—2008进行描述。

5.4.18 耐油性

按GB/T 9274—1988中甲法的规定进行。浸入符合GB 252—2015要求的0号柴油中，试验结束后取出样板观察，如出现起泡、起皱、开裂和剥落等涂膜病态现象，按GB/T 1766—2008进行描述。

5.4.19 耐盐雾性

按GB/T 1771—2007的规定进行。试验结束后取出样板观察，如出现起泡、生锈、开裂和剥落等涂膜病态现象，按GB/T 1766—2008进行描述，试板四周边缘、板孔周围5mm以内及外来因素引起的破坏现象不作考查。

5.4.20 耐湿热性

按GB/T 1740—2007的规定进行。试验结束后取出样板观察，如出现起泡、生锈、开裂和剥落等涂膜病态现象，按GB/T 1766—2008进行描述。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.2 出厂检验项目包括在容器中状态、不挥发物含量、密度、流挂性、干燥时间和涂膜外观。

6.1.3 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。在正常生产情况下，耐盐水性、耐酸性、耐碱性、耐油性每二年至少检验一次；石墨烯材料的定性、耐盐雾性、耐湿热性每三年至少检验一次；其余项目每年至少检验一次。

6.2 检验结果的判定

6.2.1 检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中修约值比较法的规定进行。

6.2.2 应检项目的检验结果均达到本标准要求时，该试验样品为符合本标准要求。

7 标志、包装和贮存

7.1 标志

按GB/T 9750的规定进行。在包装标志或说明书上注明产品类别。包装标志上应明确组分配比。

7.2 包装

按GB/T 13491中一级包装要求的规定进行。

7.3 贮存

产品贮存时应保证通风、干燥，防止日光直接照射，并应隔绝火源、远离热源。产品应根据类型定出贮存期，并在包装标志上明示。

附 录 A
(规范性附录)
石墨烯材料的定性（扫描电镜能谱法）

A.1 范围

本方法适用于石墨烯材料含量不低于1%的涂料中石墨烯材料的定性测定。

A.2 原理

选用合适的溶剂稀释试样，经高速离心分离，去除清液，提取离心剩余物的上层物质。在扫描电镜下观察该提取物中是否含有具备石墨烯材料典型二维形貌特征的物质，并用能谱仪对该二维材料进行元素分析。经扫描电镜能谱仪分析，具备石墨烯材料典型形貌特征的二维碳材料即认为是石墨烯材料。

注：建议对操作人员进行形貌特征识别的专业培训，以得到可靠的结果。

A.3 试剂和材料

A.3.1 除非另有规定，在试验中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

A.3.2 离心分离用混合溶剂：按二甲苯：丙酮=1：1的体积比混合，或其他合适的溶剂。

A.3.3 离心管：容量7mL，或根据实际离心效果确定的容量。

A.4 仪器设备

A.4.1 离心机：转速2 000r/min~15 000 r/min。

A.4.2 扫描电镜能谱仪：扫描电镜分辨率 $\leq 1\mu\text{m}$ ，能谱仪至少能准确分辨碳元素。

A.5 实验步骤

A.5.1 平行试验

平行进行两次试验。

A.5.2 离心

A.5.2.1 取待测涂料产品的液态基料组分，搅拌均匀后，取适量样品放入离心管（见A.3.3）至离心管容量的1/4处，然后加入混合溶剂（见A.3.2）至离心管容量的2/3处，搅拌混合均匀。

A.5.2.2 将离心管放入离心机（见A.4.1）中，以11 000r/min的转速高速离心20min，离心完成后倒去上层清液，保留离心剩余物。

A.5.2.3 在离心剩余物中再次加入混合溶剂（见A.3.2），按A.5.2.1、A.5.2.2条的规定再次进行离心分离，共离心3次。

注：离心转速、离心时间及离心次数可根据实际离心分离效果进行调整。

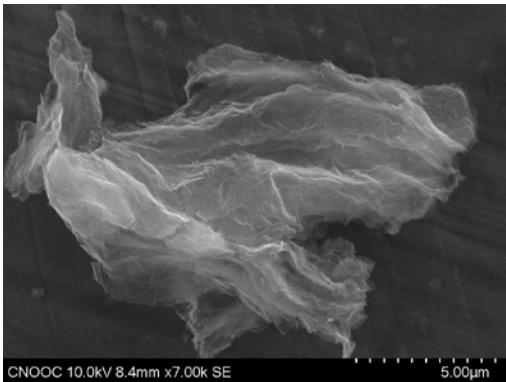
A.5.3 样品制备

取3次离心之后的离心剩余物，将其上层物质均匀分散在铜胶带上，放入扫描电镜能谱仪（见A.4.2）中观察该提取物中各类材料的形貌，并用能谱仪对观察到的片状二维材料进行元素分析。

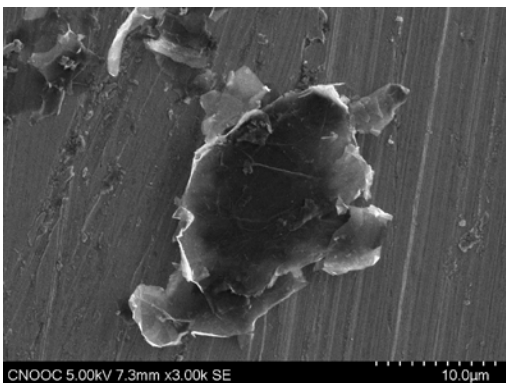
A.6 结果判定

两次平行试验中，有一次试验发现电镜视野中存在同时满足下列两个条件的物质，即认为“含有石墨烯材料”，否则认为“不含有石墨烯材料”：

- 存在片径不低于 $2\mu\text{m}$ 且符合图A.1或图A.2典型石墨烯材料二维形貌特征的物质；
- 该物质仅含有碳元素。



图A.1 氧化还原法制备的石墨烯材料扫描电镜形貌图



图A.2 物理法制备的石墨烯材料扫描电镜形貌图