

国标标准分类号 ICS
中国标准文献分类号 CCS



中国石油和化工勘察设计协会团体标准

T/HGJ XXXXX—XXXX

冷喷烯锌

Cold Sprayed Graphene Zinc (征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国石油和化工勘察设计协会发布

中国石油和化工勘察设计协会标准

冷喷烯锌

Cold Sprayed Graphene Zinc

T/HGJ XXXXX-XXXX

主编单位：无锡华东锌盾科技有限公司

东华工程科技股份有限公司

批准部门：中国石油和化工勘察设计协会

施行日期：202X年XX月XX日

XX出版社

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 产品分类	2
5 技术要求	3
6 试验方法	4
7 检验规则	7
8 标志、包装和贮存	8
附录 A（规范性）石墨烯材料的判定	9
附录 B（规范性）石墨烯材料中碳元素含量的测定	12

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。

本文件由中国石油和化工勘察设计协会提出并归口。无锡华东锌盾科技有限公司受中国石油和化工勘察设计协会委托，负责具体解释工作。请有关单位将实施中发现的问题与建议，反馈至无锡华东锌盾科技有限公司（地址：无锡市高浪东路999号外创大厦9层，联系电话：0510-85626800，电子邮箱：zhouxianhui@zindn.com），供修订时参考。

本文件主要起草单位：无锡华东锌盾科技有限公司、东华工程科技股份有限公司

本文件参加起草单位：华东理工大学、上海富晨新材料有限公司、中国天辰工程有限公司、华陆工程科技有限责任公司、中国成达工程有限公司、赛鼎工程有限公司、中国五环工程有限公司、山东齐鲁石化工程有限公司、深圳安盾海洋新材料有限公司、江苏省特种设备安全监督检验研究院、山东三维化学集团股份有限公司、中化学东华（安徽）新材料有限公司、中化学（内蒙古）新材料有限责任公司、河南中坤建设工程有限公司、中建材(合肥)钢构科技有限公司、神华工程技术有限公司安徽分公司、合肥上华工程设计有限公司。

本文件主要起草人：杨志华、姚大元、周贤辉、王晓东、陆齐奥、王亚东、孙翔、王益、黄永钢、叶雅琴、王俊峰、张莹、刘攀、张钧钧、杨杰、康灵果、李进良、彭斌、赵刚、李群、廖志绘、马振明、陈庆、区炳显、杨永强、侯波、张庆、钱祥、杜长帅、李蓉、陈继业、王立志、黄飞

本文件审查专家：

冷喷烯锌

1 范围

本文件规定了冷喷烯锌的术语和定义、产品分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装和贮存。

本文件适用于常温喷涂施工,能够在金属表面形成兼具阴极保护和屏蔽保护性能涂层的含锌粉和石墨烯材料组分的长效防腐蚀材料。

本文件不适用于不含有石墨烯或不挥发物中金属锌含量低于30%的产品。

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 1725-2007 色漆、清漆和塑料不挥发物含量的测定

GB/T 1728-2020 漆膜、腻子膜干燥时间测定法

GB/T 1732 漆膜耐冲击测定法

GB/T 1735 色漆和清漆 耐热性的测定

GB/T 1740 漆膜耐湿热测定法

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6742 色漆和清漆 弯曲试验(圆柱轴)

GB/T 7788-2007 船舶及海洋工程阳极屏涂料通用技术条件

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

GB/T 9268-2008 乳胶漆耐冻融性的测定

GB/T 9271 色漆和清漆 标准试板

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 10125 人造气氛腐蚀试验 盐雾试验

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

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 13893 色漆和清漆 耐湿性的测定 连续冷凝法

GB/T 16594 微米级长度的扫描电镜测量方法

GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

GB/T 20307 纳米级长度的扫描电镜测量方法通则

GB/T 23985-2009 色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC)含量的测定 差值法

GB/T 23986.2-2023 色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC)和/或半挥发性有机化合物(SVOC)含量的测定 第2部分：气相色谱法

GB/T 30786-2014 色漆和清漆 腐蚀试验用金属板涂层划痕标记导则

GB/T 30789 色漆和清漆 涂层老化的评价 缺陷的数量和大小以及外观均匀变化程度的标识

GB/T 31416 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

GB/T 34682-2017 含有活性稀释剂的涂料中挥发性有机化合物(VOC)含量的测定

GB/T 37356 色漆和清漆 涂层目视评定的光照条件和方法

HG/T 3668-2020 富锌涂料

JY/T 0584 扫描电子显微镜分析方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨烯材料 graphene materials

采用化学插层剥离或气相合成的方法制备的粉体形式的石墨烯相关二维材料。

注：石墨烯相关二维材料指层数不多于 10 的碳基二维材料。

3.2

冷喷烯锌材料 cold sprayed graphene zinc material

由石墨烯材料、金属锌、有机或无机基料及颜填料和助剂等组成的采用冷喷涂工艺成膜的材料。

4 产品分类

本文件将冷喷烯锌材料分为溶剂型无机冷喷烯锌材料、水性无机冷喷烯锌材料、溶剂型有机冷喷烯锌材料和水性有机冷喷烯锌材料。

5 技术要求

冷喷烯锌材料性能应符合表 1 的规定。

表 1 冷喷烯锌材料性能

序号	项目		溶剂型无机冷喷烯锌材料	水性无机冷喷烯锌材料	溶剂型有机冷喷烯锌材料	水性有机冷喷烯锌材料
1	在容器中状态		粉料：呈均匀粉末状态； 液料：搅拌混合后无硬块，呈均匀状态			
2	不挥发物含量，%		≥60		≥80	
3	不挥发物中金属锌含量，%		≥30			
4	石墨烯材料的判定		含化学插层法或气相合成法制备的石墨烯材料			
5	石墨烯性能	碳元素含量，%	≥95			
	指标	比表面积，m ² /g	≥500			
6	冻融稳定性（3次循环）		/	不变质	/	不变质
7	VOC含量，g/L		≤650	≤50	≤350	≤300
8	闪锈抑制性		/	正常	/	正常
9	施工性能		施工无障碍			
10	漆膜外观		正常			
11	适用期（3h或商定）		通过			
12	干燥时间，h	表干	≤1		≤2	
		实干	≤8		≤24	
13	弯曲性，mm		/		≤2	
14	耐冲击性，mm		/		≥500	
15	早期耐水性		/	无异常	/	无异常
16	耐热性，1h		400℃漆膜完整，允许变色		250℃漆膜完整，允许变色	
17	附着力，MPa		≥5		≥8	
18	连续冷凝试验		1440h不起泡、不生锈、不开裂、不剥落			

序号	项目	溶剂型无机冷喷烯锌材料	水性无机冷喷烯锌材料	溶剂型有机冷喷烯锌材料	水性有机冷喷烯锌材料
19	耐中性盐雾	≥3000 h, 漆膜完整, 无起泡、生锈、剥落、开裂等现象, 划痕处锈蚀宽度≤2 mm			
20	循环交变腐蚀试验	≥3000 h, 漆膜完整, 无起泡、生锈、剥落、开裂等现象			
21	耐电位 (-1.2V, 相对于Ag/AgCl参比电极)	30 d无起泡、无剥落、无生锈			
注: “/”表示不做要求。					

6 试验方法

6.1 取样

取样应按 GB/T 3186 的规定进行, 也可按商定的方法取样。取样量应根据检验项目需要确定。

6.2 试验环境

6.2.1 环境温度和相对湿度

溶剂型无机冷喷烯锌试板应在环境温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $80\%\pm 5\%$ 条件下养护和测试; 水性无机和有机冷喷烯锌试板应在环境温度、相对湿度符合GB/T 9278规定的条件下养护和测试; 溶剂型有机冷喷烯锌的试板应在环境温度、相对湿度符合GB/T 9278规定的条件下养护和测试。

适用期、干燥时间、漆膜外观、耐冲击性和附着力项目的试验环境应符合GB/T 9278的规定。

6.2.2 试板养护时间

溶剂型无机和有机冷喷烯锌试板应养护7 d后进行测试; 水性无机和有机冷喷烯锌试板应养护14 d后进行测试。

6.3 试验样板

6.3.1 底材及底材处理

6.3.1.1 试验用底材可分为马口铁板和喷砂钢板。

6.3.1.2 试验用马口铁板和喷砂钢板的材质和表面处理应符合GB/T 9271的规定。

6.3.1.3 喷砂钢板表面清洁度应符合GB/T 8923.1-2011中规定的Sa2½级, 表面粗糙度应符合GB/T 13288.1-2008中规定的“中(G)”级。底材类型和底材处理方法应在检验报告中注明。

6.3.2 材料配制

应按规定的产品组分配比混合均匀, 并在放置规定的熟化时间后制板。

6.3.3 试验样板的制备

制备试验样板应按表2制板要求的规定进行。采用与本文件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。

表2 制板要求

检验项目	底材类型	底材尺寸 / mm	涂装要求
施工性能、漆膜外观、干燥时间	喷砂钢板	150 × 70 × (3~6)	喷涂1道，干膜厚度45 μm±5 μm。施工性能和漆膜外观按6.2规定的试验环境养护后测试。
弯曲性、耐冲击性	马口铁板	120 × 50 × (0.2~0.3)	喷涂1道，干膜厚度23 μm±3 μm。按6.2规定的试验环境养护后测试。
早期耐水性、闪锈抑制性	喷砂钢板	150×70×(3~6)	喷涂1道，干膜厚度75 μm±10 μm。按6.2规定的试验环境养护，放置24 h后测试
耐热性、附着力、连续冷凝试验、耐中性盐雾、循环交变腐蚀试验、耐电位	喷砂钢板	150×70×(3~6)	喷涂1道~2道，干膜总厚度90 μm±10 μm。按6.2规定的试验环境养护后测试

6.3.4 试验样板干膜厚度的确定

漆膜厚度应按GB/T 13452.2-2008的规定进行测量。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2次读数，读数时距离边缘至少10 mm，去除异常高或低的读数，应取6次读数的平均值。

6.4 测试方法及判定

在试验中应使用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。试验溶液在试验前应预先调整到试验温度。

6.4.1 容器中状态

粉料：以目视观察进行评定，应呈均匀粉末状态，无结团。则评为“呈均匀粉末状态”。

液料：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，则评为“搅拌混合后无硬块，呈均匀状态”。

6.4.2 不挥发物含量

应按GB/T 1725-2007的规定进行。将产品各组分（不包括稀释剂）按产品规定的比例混合均匀后立即称量，称样量为2.5 g±0.2 g，烘烤温度为105 °C±2 °C，烘烤时间为2 h。含有活性稀释剂的产品应按GB/T 34682-2017中7.1的规定进行。

6.4.3 不挥发物中金属锌含量

6.4.3.1 可采用差示扫描量热法和化学分析法。当冷喷烯锌中含有铁、铝等干扰物质时，应按差示扫描量热法的规定进行。仲裁时应选用差示扫描量热法。

6.4.3.2 差示扫描量热法

应按HG/T 3668-2020中附录A的规定进行。

6.4.3.3 化学分析法

应按HG/T 3668-2020中附录B的规定进行。

6.4.4 石墨烯材料的判定

应按附录A的规定进行。

6.4.5 石墨烯性能指标

碳元素含量应按附录B的规定进行；比表面积应按GB/T 19587的规定进行。

6.4.6 冻融稳定性

应按GB/T 9268-2008中A法进行。

6.4.7 VOC含量

溶剂型应按GB/T 23985-2009中8.3的规定进行，水性应按GB/T 23986.2-2023中11.4的规定进行。

6.4.8 闪锈抑制性

按表2规定制得的试板放置24 h后，目视观察漆膜表面应无透锈。并立即将试板浸泡在甲乙酮溶剂中，去除漆膜，目视观察底材上是否有锈点。当漆膜表面无透锈，底材上也无锈点，则评为“正常”。

6.4.9 施工性能

采用喷涂方式涂装试板。当喷涂过程中无阻力、无拉丝、无气泡、无流挂等现象，则评为“施工无障碍”。

6.4.10 漆膜外观

应按GB/T 37356中规定的自然日光或人造日光下目视观察。当漆膜均匀，无流挂、发花、针孔、开裂和剥落等现象时，则评为“正常”。

6.4.11 适用期

应按GB/T 31416的规定进行。试验温度应为 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，按产品规定的比例混合均匀，放置规定或商定的时间后，应按6.4.1、6.4.9和6.4.10的要求考察在容器中状态、施工性能和漆膜外观。当试验结果符合6.4.1、6.4.9和6.4.10的要求，则评为“通过”。

6.4.12 干燥时间

应按GB/T 1728-2020的规定测试，表干按乙法进行，实干按甲法进行。

6.4.13 弯曲性

应按GB/T 6742的规定进行。

6.4.14 耐冲击性

应按GB/T 1732的规定进行。

6.4.15 早期耐水性

应按表2的规定制板。将试板放置24 h后，将试板涂层的一半浸入23 °C±2 °C的水中5 h，然后取出试板，在GB/T 37356中规定的自然日光或人造日光下目视观察。浸泡区域未出现起泡、生锈、开裂和剥落等现象，且试板在标准条件下恢复2 h后，浸泡区域与未浸泡区域相比未观察到明显变色，则评为“无异常”，另有商定除外。

6.4.16 耐热性

应按 GB/T 1735 的规定进行。

6.4.17 附着力

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

6.4.18 连续冷凝试验

应按GB/T 13893 的规定进行。试验结束后，在GB/T 37356中规定的自然日光或人造日光下目视观察是否有起泡、开裂、剥落等情况。

6.4.19 耐中性盐雾

应按GB/T 10125的规定进行。试板投试前应按GB/T 30786-2014的规定在试板上划一条平行于长边的单线，V形切口，并划透至底材，单线长度至少应为75 mm，涂层与底材交界处的划痕宽度（W）应为0.5 mm~1.0 mm。试验结束后，采用合适的方法去除底材自划痕处出现腐蚀蔓延的涂层，在GB/T 37356中规定的自然日光或人造日光下目视观察，检查试板划痕处涂层腐蚀蔓延程度的情况，检查试板未划痕区涂层破坏现象。应按GB/T 30789的规定进行评价。

6.4.20 循环交变腐蚀试验

应按GB/T 10125的规定进行16 h中性盐雾试验、GB/T 1740的规定进行4 h湿热试验、然后在符合GB/T 9278的规定的室温条件下放置4 h为1个循环。试验结束后检查样板漆膜破坏现象，当出现起泡、生锈、剥落、开裂等漆膜病态现象，按GB/T 30789的规定进行评价。

6.4.21 耐电位

应按 GB/T 7788-2007 的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 产品检验应分为出厂检验和型式检验。

7.1.2 出厂检验项目应包括在容器中状态、冻融稳定性、不挥发物含量、施工性能、漆膜外观、干燥时间和耐冲击性。

7.1.3 型式检验项目应包括本文件所列的全部技术要求。

7.1.3.1 生产主要材料或工艺有变化时等非正常生产情况下，应进行型式检验。

7.1.3.2 正常生产情况下，连续冷凝试验、耐中性盐雾、循环交变试验和耐电位每3年进行一次型式检验，其他项目每年进行一次型式检验。

7.2 检验结果的判定

7.2.1 检验结果的判定应按GB/T 8170-2008中修约值比较法的规定进行。

7.2.2 当应检项目的检验结果均达到本文件要求时，该试验样品为符合本文件要求。

7.2.3 当某一检验项目的检验结果未达到本文件要求时，应重新检验该项目；如仍未达到本文件要求，则该试验样品不符合本文件要求。

8 标志、包装和贮存

8.1 标志

应按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。

8.2 包装

溶剂型涂料应按GB/T 13491中一级包装要求的规定进行；水性涂料应按GB/T 13491中二级包装要求的规定进行。

8.3 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。水性冷喷烯锌贮存温度应大于5℃。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)
石墨烯材料的判定

A.1 范围

本方法描述了采用扫描电子显微镜-X射线能谱仪联用法对冷喷烯锌材料中石墨烯材料进行测试与判定。

本方法适用于未固化的冷喷烯锌材料中石墨烯材料的测试和判定,其中石墨烯材料的质量含量不应低于0.03%。

A.2 原理

采用乙酸乙酯溶解冷喷烯锌材料试样中的有机组分后,进行离心分离;经重复多次的溶解、离心分离后,提取所得固相沉淀的表层物质。采用扫描电子显微镜与X射线能谱仪分别对提取物的形貌及其元素含量进行观察和测定。通过确认二维结构形貌物质及其对应点位的碳、氧元素含量及其质量比,判定所测冷喷烯锌材料试样是否含有气相合成法或化学插层法制备的石墨烯材料。

A.3 试剂与材料

A.3.1 试剂

乙酸乙酯($C_4H_8O_2$):分析纯。

无水乙醇(C_2H_5OH):分析纯。

A.3.2 材料

离心管:由试管和盖帽组成。

硅片:单面抛光。

A.4 设备

A.4.1 扫描电子显微镜

应符合 GB/T 16594、GB/T 20307 和 JY/T 0584 的要求。

放大倍率至少覆盖:100~50000倍,加速电压至少覆盖:1~30KV,电子束流:0.8pA~100nA。

A.4.2 X射线能谱仪

应符合 JY/T 0584 的要求。

元素分析范围:Be4~Cf98。

A. 4. 3 干燥箱

最高工作温度不应低于 $110\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A. 4. 4 离心机

相对离心力应大于或等于 $12810\times g$ 。

A. 4. 5 天平

精度 0.01 g 。

A. 5 制样与测试

A. 5. 1 制样

A. 5. 1. 1 将冷喷烯锌材料试样混合均匀后，取 2.0 g 备用。

A. 5. 1. 2 用 50 ml 乙酸乙酯稀释和溶解备用试样后进行离心。

A. 5. 1. 3 离心完成后倒去上层清液，保留离心沉淀物。

A. 5. 1. 4 按照上述制样步骤，用乙酸乙酯再次稀释和溶解沉淀物并进行离心分离；重复操作不少于 3 次。

A. 5. 1. 5 完成离心后，收集离心沉淀物表层物质，并将其分散至至少 10 倍体积的无水乙醇中。

A. 5. 1. 6 将无水乙醇分散液滴至硅片抛光面， $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至少 1 h 后备用待测。

A. 5. 2 测试

A. 5. 2. 1 将载有样品的硅片表面划分为 4 个不同测试区域，用扫描电子显微镜对每个测试区域至少进行一次样品微观形貌的观测。

A. 5. 2. 2 在扫描电子显微镜观测到的样品微观形貌区域选定测试点，用 X 射线能谱仪进行元素含量的测试，记录所得元素中碳和氧元素的含量，并计算碳和氧元素的质量比。

A. 6 判定

A. 6. 1 存在符合如图 1 所示典型的带褶皱状的二维结构形貌特征，且其区域内所测得的碳、氧元素的碳氧质量比均大于等于 $3 : 1$ 时，可认定样品中“含气相合成法制备的石墨烯材料”。

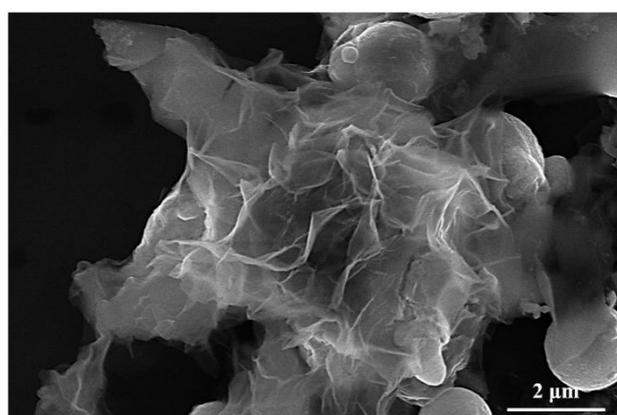


图 1 气相合成法制备粉末形式的石墨烯材料扫描电子显微镜形貌图

A. 6. 1 存在符合如图 2 所示典型的片状二维结构形貌特征，且其区域内所测得的碳、氧元素的碳氧质量比均大于等于 3 : 1，可认定样品中“含化学插层法制备的石墨烯材料”。

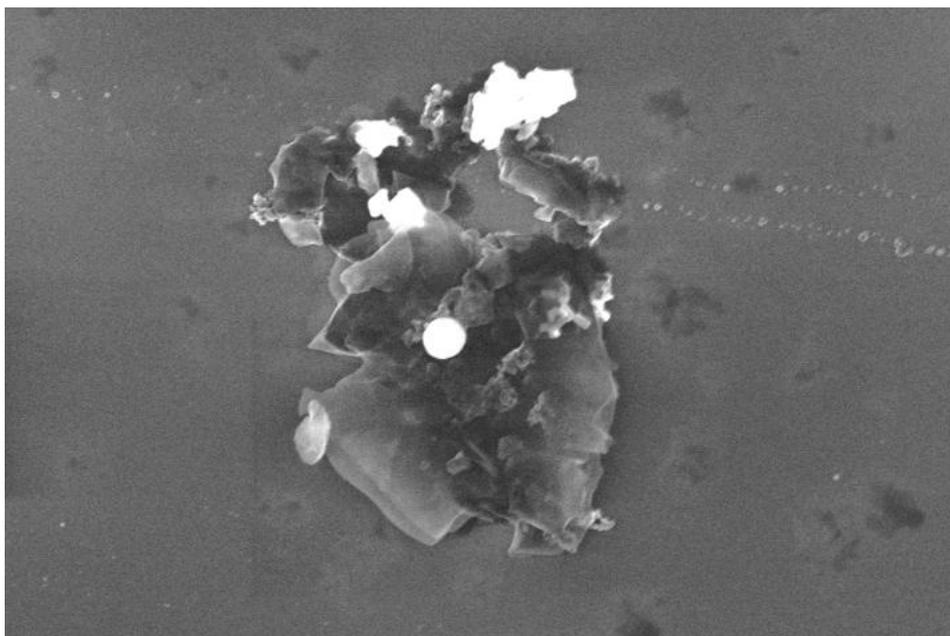


图 2 化学插层法制备的石墨烯材料扫描电子显微镜形貌图

A. 6. 3 其他易造成混淆如石墨薄片等也具有二维微观结构特征且碳氧比大于等于 3 : 1 的碳材料；可认定为“未检出气相合成法制备的石墨烯材料”或“未检出化学插层法制备的石墨烯材料”。

A. 6. 4 其他不满足上述条件的情况，可认定为“未检出气相合成法制备的石墨烯材料”或“未检出化学插层法制备的石墨烯材料”。

附录 B

(规范性)

石墨烯材料中碳元素含量的测定

B.1 范围

本方法规定了元素分析法测定石墨烯材料中碳元素含量的方法。

B.2 测试原理

样品中的碳元素在通入纯氧的高温燃烧管中分别被氧化成二氧化碳等,这些混合气体经还原管还原除去剩余的氧,去除生成气体中的非检测气体,被检测的不同组分气体由吸附解吸柱或通过合适的吸收方法分离出 CO₂,再通过适当的检测器检测并计算得到样品中碳元素的含量。

B.3 试剂材料和仪器设备

B.3.1 本方法所用试剂材料若无特别说明,均使用化学纯及以上纯度的试剂。

B.3.1.1 标准物质:磺胺、苯甲酸、石墨、乙酰苯胺。

B.3.1.2 其他试验材料:三氧化钨、刚玉球、炭粉、带指示剂的五氧化二磷、碱石棉、石英棉、锡制容器、线状铜、银丝、高纯氧(纯度不低于 99.999wt%)、高纯氮(纯度不低于 99.999wt%)。

B.3.2 本方法所用仪器为元素分析仪,一种能分析碳、氢、氮、硫或氧元素的检测仪器,由进样装置、燃烧/还原系统、分离系统、检测器等组成。按 CHNS 模式进行测试。

B.4 石墨烯材料中碳元素含量的测定步骤

B.4.1 按照 GB/T 6678 的有关规定,取得代表性样品。

B.4.2 仪器主要由盛有氧化催化剂的氧化管和盛满还原剂的还原管及加热炉、分离和检测氧化(或裂解)-还原产物 CO₂、H₂O 或 CO 的分离和检测系统、数据处理机或微机工作站、微量自动电子天平和打印机组成。

仪器主要性能指标应符合表 B.4.2 要求。

表 B.4.2 仪器主要性能指标

编号	项目		技术指标
1	热导检测器炉温温度精度		±0.1C
2	整机稳定性和	系统空白值差值	≤40μV
	安全性	空白分析值差值	≤50μV

	灵敏度因子 K 值差值	符合仪器操作规程的规定
3	分析准确度	$\leq 0.3\omega \times 10^3$ (C) ; $\leq 0.5\omega \times 10^2$ (O)

B.4.3 称取样品量 1.500 mg~3.000 mg，精确至 0.001 mg；用锡制容器完全包裹样品，使用的锡制容器规格为 8 mm×8 mm×15 mm。

B.4.4 典型测试条件设置：

B.4.4.1 CHNS 模式：燃烧炉 1000 °C~1150 °C；还原炉 750 °C~850 °C；

B.4.4.1 气体流量：氮气：200 mL/min；氧气：28 mL/min~30 mL/min。

标准物质：用来校准仪器的参考物质，表 B.4.4 列举了大部分石墨烯及其衍生物粉体样品使用的标准物质，使用者也可以用其他合适的标准物质代替。

表 B.4.4 标准物质

名称	分子式	C/%	O/%
磺胺	C ₈ H ₈ N ₂ O ₂ S	41.81	18.59
苯甲酸	C ₇ H ₆ O ₂	68.84	26.21
石墨	C	99.99	-
乙酰苯胺	C ₈ H ₉ NO	71.09	11.84

应先做空白测试，直至碳元素空白值的积分都不超过 100。再称量 3 个约 2 mg 的标准物质以使系统达到平衡，系统平衡后，准确称取标准物质不少于 3 次，计算得到 K（当日校正因子），值范围应为 0.9~1.1。称取样品，做 2 次平行测定。

B.5 计算

样品中碳元素含量以碳的质量分数 W_Y 计，数值以%表示，按公式 (1) 计算：

$$W_Y = (B \times m_E \times W_E) / (C \times m_Y) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

B——除去空白后样品中碳元素的响应值；

m_E ——标准物质质量，单位为毫克（mg）；

W_E ——标准物质中碳元素含量（%）；

C——除去空白后标准物质中碳元素的响应值；

m_Y ——样品质量，单位为毫克（mg）。

计算 3 次平行试验测试结果的平均值，以平均值报出结果，精确至 0.01%。

B.6 精密度

B. 6. 1 标准物质 3 次重复测定结果的绝对误差为 $\pm 0.30\%$ 。

B. 6. 2 样品 2 次平行数据绝对差值：碳含量的绝对差值 $\leq 0.30\%$ 。

B. 7 分析次数

B. 7. 1 每个样品平行测定 2 次，两次数据之差同 B.6.2。当 2 组数据不平行，补做 1 次，取 3 次中平行的 2 次结果；当 3 次结果均不平行，补测标准物质。

B. 7. 2 标准物质数据无疑问，不需重测。如标准物质超过绝对差值，前 3 次数据作废，应重测 2 次标准物质。

B. 7. 3 待标准物质测试正确后，再做 2 次被测样品。



