

ICS 87.040
G 51
备案号:21393—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3952—2007

阴极电泳涂料

Cathodic electrodeposition coatings

2007-07-20 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国化工建设总公司常州涂料化工研究院、中国第一汽车集团公司技术中心、PPG 涂料(天津)有限公司、湖南关西汽车涂料有限公司、江苏鸿业涂料科技产业有限公司、立邦涂料(中国)有限公司、武汉双虎汽车涂料有限公司、昌河铃木公司九江工厂、杭州优立化工有限公司、昆山市世名科技开发有限公司。

本标准主要起草人：唐瑛、宋华、王华、李健、方基祥、梁亚斌、方黎明、刘静、彭松鹤、王松现、石一磊、于滨。

本标准为首次发布。

本标准委托全国涂料和颜料标准化技术委员会负责解释。

阴极电泳涂料

1 范围

本标准规定了阴极电泳涂料产品的分类要求、试验方法、检验规则、标志、包装和贮存等内容。
本标准适用于以环氧树脂为主要成膜物的阴极电泳涂料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 1724 涂料细度测定法
- GB/T 1731—1993 漆膜柔韧性测定法
- GB/T 1732—1993 漆膜耐冲击测定法
- GB/T 1740 漆膜耐湿热测定法
- GB/T 1766 色漆和清漆 涂层老化的评级方法
- GB/T 1771 色漆和清漆 耐中性盐雾性能的测定(GB/T 1771—1991,eqv ISO 7253 : 1984)
- GB/T 6751 色漆和清漆 挥发物和不挥发物的测定(GB/T 6751—1986,eqv ISO 1515 : 1973)
- GB/T 9271 色漆和清漆 标准试板(GB/T 9271—1988,eqv ISO 1514 : 1984)
- GB/T 9274—1988 色漆和清漆 耐液体介质的测定(eqv ISO 2812 : 1974)
- GB 9278 涂料试样状态调节和试验的温湿度(GB 9278—1988,eqv ISO 3270 : 1984,Paints and varnishes and their raw materials—Temperatures and humidities for conditioning and testing)
- GB/T 9286—1998 色漆和清漆 漆膜的划格试验(eqv ISO 2409 : 1992)
- GB/T 9750 涂料产品包装标志
- GB/T 9753 色漆和清漆 杯突试验(GB/T 9753—1988,eqv ISO 1520 : 1973)
- GB/T 13452.1—1992 色漆和清漆 总铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法(eqv ISO 6503 : 1984)
- GB/T 13491 涂料产品包装通则
- GB 17930 车用无铅汽油
- HG/T 3792—2005 交联型氟树脂涂料
- ISO 15184 : 1998 色漆和清漆——铅笔法测定漆膜硬度
- ISO 15528 : 2000 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料——取样
- ISO 15580 : 2000 色漆、清漆和漆基——水性涂料和漆基 MEQ(毫克当量)值的测定
- ASTM D1654—2005 试验方法标准 经受了腐蚀环境后的涂漆试样的评价

3 产品分类

本标准根据阴极电泳涂料主要应用领域,分为4类:A类为商用汽车(客车、货车)用阴极电泳涂料;B类为乘用车(9座以下小型汽车)用阴极电泳涂料;C类为汽车零部件用阴极电泳涂料;D类为摩托车、家电五金轻工产品等用阴极电泳涂料。农用车、工程机械等车辆阴极电泳涂料可参照A类。

4 要求

产品性能应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标			
		A 类	B 类	C 类	D 类
原 漆	在容器中状态	单组分:搅拌后均匀无硬块,双组分:乳液无沉淀、分层和絮凝现象,色浆允许轻微沉淀,易搅起			
	细度/ μm (双组分乳液除外)	≤ 15			
	贮存稳定性	无异常			
	固体含量/ $\%$ (105 ± 2) $^{\circ}\text{C}$	由生产企业提供			
工 作 液	pH 值(25°C)	由生产企业提供			
	电导率/ $(\mu\text{S}/\text{cm})$ (25°C)	由生产企业提供			
	固体含量/ $\%$ (105 ± 2) $^{\circ}\text{C}$	由生产企业提供			
	灰分/ $\%$	由生产企业提供			
	沉淀性/mm	≤ 3			
	筛余分/ (mg/L)	≤ 10			
	泳透力/ cm (福特盒法)	≥ 18		≥ 14	
	L-效果	水平面与垂直面无明显差异			
	再溶性	浸泡部分的涂膜应能均匀平整,无针孔、缩孔、凹坑等漆膜弊病,与液面接触部分允许轻微界痕			
	库仑效率/ (mg/C)	≥ 25			
	击穿电压 ^a / V	≥ 300		≥ 250	
	MEQ 值	商定		—	
	乙二醇醚类溶剂含量/ $\%$	乙二醇甲醚、乙二醇乙醚总和 ≤ 0.001 ,其余乙二醇醚类总和 ≤ 1.5			
	总 Pb 含量/ (mg/kg)	≤ 90			
	工作液敞口搅拌稳定性	敞口搅拌稳定性良好			
涂 膜 性 能	涂膜外观	正常			
	干燥性能	涂膜表面应无明显失光、明显变色、明显擦痕等现象			
	加热减量/ $\%$	≤ 15			
	柔韧性/mm	1			
	铅笔硬度(擦伤)	$\geq \text{H}$			
	附着力/级(划格间距 1 mm)	≤ 1			
	耐冲击性/ cm	50			
	杯突/mm	≥ 5			
	耐酸性(50 g/L H_2SO_4 溶液)	24 h 无异常			
	耐碱性(50 g/L NaOH 溶液)	24 h 无异常			
	耐汽油性(93 号汽油)	24 h 无异常			
	Gel 分率/ $\%$	≥ 90 ,涂膜无起泡、剥落、发黏、明显变色、明显失光等现象			
	耐盐雾性	800 h,划线处起泡、底材单向锈蚀蔓延和附着力损失的涂膜不超过 2 mm,未划线处无起泡、底材生锈等破坏现象	1 000 h,划线处起泡、底材单向锈蚀蔓延和附着力损失的涂膜不超过 2 mm,未划线处无起泡、底材生锈等破坏现象	时间商定,划线处起泡、底材单向锈蚀蔓延和附着力损失的涂膜不超过 2 mm,未划线处无起泡、底材生锈等破坏现象	
	循环腐蚀交变试验 ^b	—	循环次数商定,划线处起泡、底材单向锈蚀蔓延和附着力损失的涂膜不超过 2 mm,未划线处无起泡、底材生锈等破坏现象	—	
	^a 如需测试镀锌底材上的击穿电压,指标、底材和方法等可商定。				
^b 是否需进行循环腐蚀交变试验、试验的循环次数由双方商定。					

^a 如需测试镀锌底材上的击穿电压,指标、底材和方法等可商定。

^b 是否需进行循环腐蚀交变试验、试验的循环次数由双方商定。

5 试验方法

5.1 取样

产品按 ISO 15528 : 2000 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

试板的状态调节和试验的温湿度应符合 GB 9278 的规定。

5.3 试验样板的制备

5.3.1 底材及底材处理

柔韧性和耐冲击性项目用马口铁板,其余项目均用钢板。马口铁板和钢板的要求应符合 GB/T 9271 的规定,底材处理:马口铁板用 200# 水砂纸沾水打磨,除去镀锡层;泳透力、击穿电压、库仑效率、耐盐雾性和循环腐蚀交变试验所用钢板必须进行磷化处理,磷化液等前处理试剂可双方商定;杯突项目不进行磷化处理;其余项目所用钢板没有特殊规定不进行磷化处理,用 200# 水砂纸沾水打磨,除去氧化层。马口铁板打磨后、钢板磷化处理后应尽快进行电泳制板,防止样板生锈和磷化膜破坏。

注:底材材质及处理方式也可进行商定。仲裁检验磷化板建议采用牌号为 RB₀26S/NL60/0 的 BONDER 板(冷轧钢板)或双方商定的标准磷化板(试验时应注意标准磷化板一般都有正反面之分)。

5.3.2 试样准备

按照产品规定进行配制熟化后制板。

5.3.3 制板要求

5.3.3.1 仪器设备和材料要求

- a) 直流电源:0 V~350 V,电压脉动率小于 5 %,能显示电流读数。
- b) 不锈钢极板:长条形,每块面积(单面)约为被涂样板(单面)的 1/5~1/3,推荐使用牌号为 316 的不锈钢板。
- c) 电泳槽:容积 10 L 左右,材质为塑料。
- d) 可调速电动搅拌机:搅拌头为不锈钢或玻璃材质。

5.3.3.2 样板厚度要求

涂膜厚度建议为 $(20 \pm 2) \mu\text{m}$,有特殊要求双方进行商定。

5.3.3.3 电泳操作

将按 5.3.2 准备好的工作液,调整到产品规定的温度范围,如需加热必须用 60 °C 以下热水,加热时必须进行搅拌;按 5.3.1 处理后的样板用去离子水(符合 GB/T 6682—1992 规定的三级水,以下同)冲洗后挂置在电泳槽中间位置,样板上下两端距离液面和槽底至少 5 cm;样板两边各挂置一块极板,极板距离样板 10 cm~15 cm;将电源正极接电极,负极接待涂样板;开动搅拌,注意调节转速避免样板飘动。

启动直流电源,10s~30s 内逐步升到规定的施涂电压,保持规定时间后,断开电源,取出样板,用自来水冲洗后,再用去离子水冲洗。冲洗过的样板晾干或在 60 °C 以下低温吹干后(样板湿膜表面无明显积水即可),然后在规定的固化条件下烘干。制备好的样板在进行性能检测前在 5.2 规定的条件下至少应放置 16 h。

注:通过调整电压或时间,可调整样板涂膜厚度,但电压和时间应在产品规定的范围内。电泳过程中要经常检查工作液温度,应保持在产品规定的范围内。

5.4 操作方法

所用试剂均为化学纯以上,所用水均为符合 GB/T 6682—1992 规定的三级水,试验用溶液在试验前预先调整到试验温度。

5.4.1 原漆性能操作方法

5.4.1.1 在容器中状态

打开容器,用调刀或搅棒搅拌,双组分涂料的各组分应分别进行检验。单组分涂料和双组分涂料的

色浆组分:允许容器底部有轻微沉淀,搅拌后应易于混合均匀;双组分涂料的乳液组分:应无沉淀、分层和絮凝现象。

5.4.1.2 细度

按 GB/T 1724 规定进行。双组分涂料只检验色浆,单组分涂料如黏度太大,测试有困难可按产品规定加入稀释剂进行调整。

5.4.1.3 贮存稳定性

将约 1 L 的样品(双组分涂料应分别检验各组分)装入合适的塑料或玻璃容器中,瓶内留有约 10 % 的空间,密封后放入 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱中,10 天后取出在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下放置 3 h,按照 5.4.1.1 方法考查“在容器中状态”,若经搅拌易于混合均匀;按 5.3 制板,检查漆膜外观(5.4.3.1),如外观正常,则认为“无异常”。

5.4.1.4 固体含量

按 GB/T 6751 规定进行。双组分涂料乳液和色浆应分别测试。

5.4.2 工作液性能操作方法

5.4.2.1 pH 值

测定 pH 值所用酸度计,精度至少为 ± 0.01 。测试溶液总量约为 100 mL,温度调整到 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 范围内,再按仪器要求进行测试。重复 2 次,取平均值。平行测定之差不得大于 0.3,否则应重新测定。

5.4.2.2 电导率

测定电导率所用电导率仪,精度至少为 $\pm 1\%$ 。测试溶液总量约为 100 mL,温度调整到 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 范围内,再按仪器要求进行测试。重复 2 次,取平均值。每次测定值与平均值之差不得大于 3 %,否则应重新测定。

5.4.2.3 固体含量

按 GB/T 6751 规定进行。

5.4.2.4 灰分

5.4.2.4.1 仪器及材料

- 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 马弗炉:量程室温约 $1\,000^\circ\text{C}$,精度 $\pm 20^\circ\text{C}$ 。
- 瓷坩埚:容积 50 mL。

5.4.2.4.2 操作步骤

称取约 10 g 工作液(m_1)于 50 mL 瓷坩埚(经 $800^\circ\text{C}/0.5\text{ h}$ 焙烧)中,放入电热鼓风干燥箱中在 105°C 左右烘 3 h,再升高到 180°C 左右烘 1 h,将其转移到马弗炉中,用约 30 min 升温至 $(800 \pm 20)^\circ\text{C}$ 煅烧 0.5 h 后,冷却后称出灰分质量(m_2)。注意马弗炉升温时应控制速度,升温过快时灰化产生的气体有可能将灰分带出坩埚,如果出现以上情况应调整升温速度。

5.4.2.4.3 计算

灰分%(H)按式(1)计算:

$$H = \frac{m_2}{m_1 \times V\%} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——样品中颜填料(除炭黑等 800°C 气化的颜料)的质量,单位为克(g);

m_1 ——样品的质量,单位为克(g);

V ——样品的固体含量(按 5.4.2.3 进行),单位为百分数(%)。

结果取两次平行测定的算术平均值,平行测定的相对偏差应不大于 3 %。

5.4.2.5 沉淀性

在 250 mL 具塞量筒(底部应为平面,其他合适的容器也可使用)中加入高度为 22 cm 的工作液,盖上盖子,在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下,放置 24 h 后,测量底部沉淀物的高度,以 mm 表示。

5.4.2.6 筛余分

5.4.2.6.1 仪器和材料

- a) 铜网:孔径 $48\ \mu\text{m}$ (由于铜网无法计量,试验前由双方认可)。
- b) 分析天平:感量 $0.0001\ \text{g}$ 。
- c) 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.2.6.2 操作步骤

将铜网($10\ \text{mm}\times 10\ \text{mm}$)在 $(120\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 1 h,冷却后称重(m_1);用量筒量取 1 L 工作液,用铜网过滤后用水冲洗到无工作液残留,将铜网在 $(120\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 1 h,冷却后称重(m_2)。两次冷却时间应大致相等。

5.4.2.6.3 计算

筛余分按式(2)计算:

$$S = (m_2 - m_1) / V \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- S ——工作液的筛余分,单位为毫克每升(mg/L);
- m_2 ——过滤后铜网烘干后的质量,单位为毫克(mg);
- m_1 ——过滤前铜网的质量,单位为毫克(mg);
- V ——工作液体积(1 L),单位为升(L)。

5.4.2.7 泳透力

按附录 A 进行,除另有规定外采用外板(正对极板的一面)膜厚为 $(20\pm 2)\ \mu\text{m}$ 的泳涂条件进行试验。对于调整泳涂条件无法达到规定外板膜厚的样品,双方可商定泳涂条件,并在报告中注明实际外板膜厚。

5.4.2.8 L-效果

将样板按平面部分长度为总长度的 $1/3$ 要求折成 90° ,按 5.3.3 的要求进行制板(确保垂直面 and 水平面),烘干后进行检查涂膜外观(样板两面均需检查),如水平面和垂直面没有明显差别,则认为 L-效果通过。进行 3 次试验,以 2 次相同结果报出。

5.4.2.9 再溶性

按 5.3.3 的要求进行泳板,用水冲洗后,立即将样板的 $1/2$ 部分浸入到工作液中,搅拌速度、工作液温度保持和制板时一致,10 min 后取出样板,按 5.3.3 的要求烘干。浸泡部分的涂膜应能均匀平整,无针孔、缩孔、凹坑等漆膜弊病,与液面接触部分允许有轻微界痕。

5.4.2.10 击穿电压

5.4.2.10.1 材料

- a) 磷化钢板。
- b) 2 000 mL 烧杯。

5.4.2.10.2 操作步骤

本项目应在其他性能完成后进行(做完本项目后,工作液有可能受到破坏)。按 5.3.2 准备好样板、工作液和装置等,根据产品规定的电压增加 50 V 进行电泳(不需缓慢升压过程);如随电泳时间增加电流值下降则提高 30 V,如此重复操作;当达到这样电压,随时间增加,电流值不下降而出现上升预兆时,立即关闭电源;将上述电压下降 20 V,根据电流随时间下降或上升迹象,再增减 10 V,直至达到电流不上升的最高电压,即为击穿电压。

注:每次电泳在 30 s 内完成,如果在试验过程中发现涂膜击穿(涂膜上部开始 5 cm 以内不作评定),立即关闭电源,必要时,工作液应搅拌 20 min 并进行过滤。

5.4.2.11 库仑效率

5.4.2.11.1 仪器及材料

- a) 库仑计。
- b) 分析天平:感量 0.000 1 g。
- c) 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。
- d) 磷化钢板。

5.4.2.11.2 操作步骤

将磷化钢板在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下烘 15 min, 冷却后称重 (m_1), 按 5.3.3 制板并按产品固化条件烘干, 样板冷却后称重 (m_2), 制板过程中用库仑计测量消耗的库仑量 (Q)。

5.4.2.11.3 计算

库仑效率按式(3)计算:

$$C = \frac{m_2 - m_1}{Q} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C ——电泳涂料的库仑效率, 单位为毫克每库仑 (mg/C);

m_2 ——涂漆后样板的质量, 单位为毫克 (mg);

m_1 ——涂漆前样板的质量, 单位为毫克 (mg);

Q ——制板过程中消耗的库仑量, 单位为库仑 (C)。

5.4.2.12 MEQ 值

按 ISO 15880 : 2000 规定进行, 滴定液为 0.1 mol/L KOH 溶液。

5.4.2.13 乙二醇醚类溶剂含量

按附录 B 进行, 如工作液为新配需在产品规定条件下熟化 48 h 测试。

5.4.2.14 总 Pb 含量

按 GB/T 13452.1—1992 规定进行, 样品处理采用干灰化法, 测定工作液中总 Pb 含量, 以 mg/kg 表示。

5.4.2.15 工作液敞口搅拌稳定性

按产品的规定配制约 10 L 工作液, 熟化后, 按产品规定的条件制板, 测定涂膜外观 (5.4.3.1)、柔韧性 (5.4.3.4)、附着力 (5.4.3.6)、耐冲击性 (5.4.3.7)、杯突 (5.4.3.8), 试验结果应符合表 1 中相应项目的要求。

将工作液以合适的速度 (正好能搅起容器中所有部分的工作液) 连续搅拌 1 个月 ($20^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 环境中), 期间每天应补加蒸发的水量。连续搅拌 1 个月后, 测定工作液的 pH 值、电导率、溶剂含量, 如果不在产品规定的范围内, 可按产品的要求进行调整 (可以添加助剂等, 但不能补加原漆)。然后再次制板测定连续搅拌前测定的项目, 如两次试验结果均符合表 1 中相应项目的要求, 则评为“通过”。

5.4.3 涂膜性能操作方法

5.4.3.1 涂膜外观

样板在散射日光下目视观察, 如果涂膜均匀, 无缩孔、针孔、凹坑等涂膜病态, 则评为“正常”。

5.4.3.2 干燥性能

按 5.3.3 的要求泳好的样板, 在产品规定的固化温度和时间条件下烘干, 按 HG/T 3792—2005 中附录 C 规定进行耐溶剂擦拭试验, 溶剂为丁酮, 试验次数为 10 次。涂膜应无脱落、明显失光、明显变色、明显擦痕等破坏现象, 报告中应注明固化温度和时间。

5.4.3.3 加热减量

5.4.3.3.1 仪器和材料

- a) 分析天平:感量 0.000 1 g。

b) 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.3.3.2 操作步骤

将磷化钢板在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 15min 冷却后称重(m_1);按 5.3.3 中要求进行泳板,将湿膜样板在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 3 h,冷却后称重(m_2);再将样板在产品规定的固化条件下烘干,冷却后称重(m_3)。

5.4.3.3.3 计算

加热减量按式(4)计算:

$$Z = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

Z ——涂膜的加热减量,单位为百分数(%);

m_2 ——样板在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 3 h 后的质量,单位为克(g);

m_3 ——样板正常固化后的质量,单位为克(g);

m_1 ——样板的质量,单位为克(g)。

结果取两次平行测定的算术平均值,平行测定的相对偏差应不大于 3%。

5.4.3.4 柔韧性

按 GB/T 1731—1993 规定进行。

5.4.3.5 铅笔硬度

按 ISO 15184 : 1998 规定进行。铅笔为中华牌 101 绘图铅笔。

5.4.3.6 附着力

按 GB/T 9286—1998 规定进行,划格间距为 1 mm。

5.4.3.7 耐冲击性

按 GB/T 1732—1993 规定进行。

5.4.3.8 杯突

按 GB/T 9753 规定进行。

5.4.3.9 耐酸性

按 GB/T 9274—1988 中浸泡法进行,试液为 50 g/L H_2SO_4 溶液。在规定的试验时间后取出用水冲洗并擦干,放置 1 h 后在散射日光下目视观察,如三块试板中有二块未出现起泡、开裂、剥落、掉粉、明显变色、明显失光等涂膜病态现象,则评为“无异常”。如出现以上涂膜病态现象按 GB/T 1766 进行描述。

5.4.3.10 耐碱性

按 GB/T 9274—1988 中浸泡法进行,试液为 50 g/L NaOH 溶液。在规定的试验时间后取出用水冲洗并擦干,放置 1 h 后在散射日光下目视观察,如三块试板中有二块未出现起泡、开裂、剥落、掉粉、明显变色、明显失光等涂膜病态现象,则评为“无异常”。如出现以上涂膜病态现象按 GB/T 1766 进行描述。

5.4.3.11 耐汽油性

按 GB/T 9274—1988 中浸泡法进行,试液为 93 号汽油(符合 GB 17930 要求)。在规定的试验时间后取出擦干,放置 1 h 后在散射日光下目视观察,如三块试板中有二块未出现起泡、开裂、剥落、掉粉、明显变色、明显失光等涂膜病态现象,则评为“无异常”。如出现以上涂膜病态现象按 GB/T 1766 进行描述。

5.4.3.12 Gel 分率

5.4.3.12.1 定义

Gel 分率——指经过固化后的电泳涂膜,浸入规定的混合溶剂中一定时间后,电泳涂膜的质量与浸

入溶剂前的电泳涂膜的质量比。

Gel 分率是表示电泳涂膜交联固化程度的一种方法。

5.4.3.12.2 仪器及材料

- a) 分析天平:感量 0.000 1 g。
- b) 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 磷化钢板。
- d) 甲醇:丙酮=1:1(体积比)(化学纯)。

5.4.3.12.3 操作步骤

将磷化钢板在 $(105 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 15 min 冷却后称重(m_1),按 5.3.3 中要求进行泳板;将样板在产品规定的固化条件下烘干,冷却后称重(m_2);然后将样板完全浸入甲醇和丙酮混合溶液中 24 h,取出样板用滤纸擦干,漆膜应无起泡、剥落、发黏、明显变色、明显失光等现象;将样板在 $(120 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 1 h 冷却后称重(m_3)。

5.4.3.12.4 计算

Gel 分率%按式(5)计算:

$$\text{Gel 分率} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_3 ——样板浸泡溶剂后,在 $(120 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 1 h 后的质量,单位为克(g);

m_1 ——样板的质量,单位为克(g);

m_2 ——样板在固化条件下烘干后的质量,单位为克(g)。

结果取两次平行测定的算术平均值,平行测定的相对偏差应不大于 3%。

5.4.3.13 耐盐雾性

按 GB/T 1771 规定进行(除另有商定外,样板投试前应划两道交叉线,并划透至底材,划线刀具使用 GB/T 9286—1998 推荐的单刃刀具)。未划线区指样板划线处 2 mm 外至样板周边 5 mm 以内的区域。试验结束后检查样板划线处起泡、底材锈蚀蔓延程度和未划线区涂膜破坏现象,如出现起泡、生锈、脱落等涂膜病态现象,按 GB/T 1766 进行描述。

注:考察底材锈蚀蔓延情况,可采用 ASTM D1654—2005 中适用的方法或双方商定的方法对划线处漆膜进行处理,除去底材已腐蚀和已失去附着力的涂层,评价底材自划线处蔓延的腐蚀或涂层的损失。

5.4.3.14 循环腐蚀交变试验

按 GB/T 1771 规定进行(除另有商定外,样板投试前应划两道交叉线,并划透至底材,划线刀具使用 GB/T 9286—1998 推荐的单刃刀具)16 h 盐雾试验、GB/T 1740 规定进行 4 h 湿热试验、然后在 5.2 条件下放置 4 h 为 1 个循环(也可商定其他循环条件)。未划线区指样板划线处 2 mm 外至样板周边 5 mm 以内的区域。试验结束后检查样板划线处起泡、底材锈蚀蔓延程度和未划线区涂膜破坏现象,如出现起泡、生锈、脱落等涂膜病态现象,按 GB/T 1766 进行描述。

注:考察底材锈蚀蔓延情况,可采用 ASTM D1654—2005 中适用的方法或双方商定的方法对划线处漆膜进行处理,除去底材已腐蚀和已失去附着力的涂层,评价底材自划线处蔓延的腐蚀或涂层的损失。

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(原漆)、细度(原漆)、固体含量(原漆)、pH 值(工作液)、电导率(工作液)、涂膜外观、耐弯曲性、铅笔硬度、附着力、耐冲击性。

6.1.3 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。在正常生产情况下工作液敞口搅拌稳定性、腐蚀交变试验可根据需要进行检验,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 1250 中修约值比较法进行。

6.2.2 所有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。对于由双组分配套组成的涂料,包装标志上应明确各组分分配比。

7.2 包装

按 GB/T 13491 中二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)
泳透力测定法(福特盒法)

A.1 范围

本标准适用于电泳涂料工作液泳透力的测定。

A.2 定义

泳透力——在电泳涂装过程中,电场被屏蔽的部位能泳上漆的能力称为泳透力。

A.3 材料

A.3.1 测试板:磷化钢板,尺寸:(300 mm~350 mm)×105 mm×0.75 mm。

A.3.2 隔条:材质为PVC塑料,尺寸:(300 mm~350 mm)×4 mm×10 mm。

A.3.3 防水胶带:宽度为20 mm和38 mm两种。

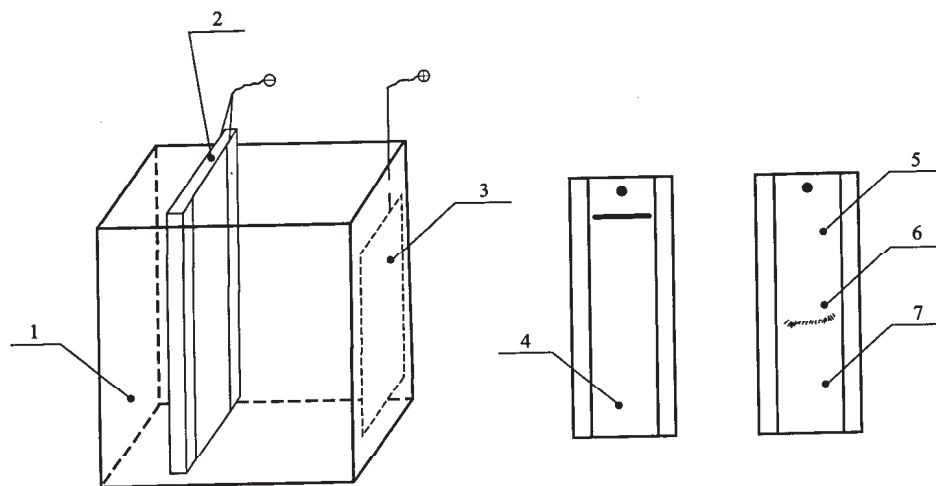
A.3.4 电泳槽:材质为PVC塑料,内壁尺寸为120 mm×200 mm×350 mm。

A.3.5 极板:材质为不锈钢板(推荐使用牌号为316的不锈钢板),尺寸为被覆的阴极面积的1/4~1/2。

A.3.6 可调速电动搅拌机 搅拌头为不锈钢或玻璃材质(也可采用合适的磁力搅拌)。

A.4 操作过程

A.4.1 泳透力盒(福特盒)的制作(试验装置见图A.1)



- 1——电泳槽;
- 2——泳透力盒(福特盒);
- 3——极板;
- 4——测试板外表面;
- 5——测试板内表面;
- 6——虚膜;
- 7——实膜。

图 A.1 试验装置

用宽 20 mm 胶带将测试板的两条长边粘好;然后在两块测试板间放两根隔条,隔条沿测试板的长边缘放置,使两块测试板间距为 4 mm;用宽 38 mm 胶带将测试板两长边及其隔条分别固定,形成上下空,两边用胶带封闭的泳透力盒。

A.4.2 将泳透力盒放入已熟化好的工作液(温度调整到产品规定的范围,放入后工作液高度为 300 mm)中,使其底端离槽底(60 ± 5) mm;与极板距离为(155 ± 2) mm。可以在测试板 24 cm 高度处做好记号,浸入工作液后使液面正好在记号处。

A.4.3 极板接电源正极,福特盒接电源负极,将搅拌头放置在极板和福特盒中间,开动搅拌(注意调节转速,工作液不能波动过大影响到外板漆膜高度)。将电压在 15s 内升至规定电压,电泳 3min 后,断开电源。

A.4.4 取出泳透力盒,撕去固定测试板两边的胶带,取出隔条。

A.4.5 将测试板用去离子水冲洗,然后按该电泳漆规定的干燥条件烘干测试板。

A.5 结果表示

从上向下测量每一块测试板内表面涂膜厚度,找出 $5\mu\text{m}$ 涂膜厚度位置,测量其至底边的高度(mm),其数值即是电泳涂料的直观泳透力值。测试结果取两块板的平均值,同时注明相应的电压、电泳时间和工作液温度。

附 录 B
(规范性附录)
溶剂含量测试方法

B.1 范围

本方法适用于电泳涂料原漆及其工作液中乙二醇醚类溶剂含量测试。

B.2 原理

利用气相色谱仪在 6 % 腈丙苯基/94 % 二甲基聚硅氧烷涂层的毛细管柱使阴极电泳涂料中常用的有机溶剂得到了较为理想的分离。以内标法定量。

B.3 试剂

B.3.1 校准化合物

- B.3.1.1 乙二醇甲醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.2 乙二醇乙醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.3 乙二醇丁醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.4 丙二醇甲醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.5 异丙醇,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.6 正丁醇,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.7 异辛醇,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.8 丙二醇苯醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.9 二乙二醇乙醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。
- B.3.1.10 二乙二醇丁醚,其纯度应至少为 99.5 % 以上(质量百分数),或含有已知纯度。

以上为电泳漆中可能使用到的溶剂,其他可能使用到的溶剂种类必要时由生产企业提供相关资料。

B.3.2 稀释溶剂

由于此类样品是以水为介质因此本方法采用水稀释,(符合 GB/T 6682—1992 中三级水的要求)。

B.3.3 内标物

内标物应是一种化合物,试样中不含有这种化合物,且该化合物能够与色谱图上的其他成分完全分离,并含有已知纯度,如乙二醇乙醚醋酸酯等。

B.4 仪器设备

B.4.1 气相色谱仪,配有氢火焰检测器、可进行恒温 and 程序升温控制操作。

B.4.2 色谱柱:6 % 腈丙苯基/94 % 二甲基聚硅氧烷涂层的毛细管柱(60 m×0.32 mm×1.0 μm)。也可选择能将溶剂较好分离的其他类型的色谱柱。

B.4.3 积分仪或色谱工作站来测量峰面积。

B.4.4 气体。

B.4.4.1 载气:氮气或氢气,纯度至少为 99.995 %。

B.4.4.2 燃气:氢气,纯度至少为 99.995 %。

B.4.4.3 助燃气:空气,纯度至少为 99.995 %。

B.4.5 微量注射器:10 μL。

B.4.6 具塞玻璃瓶:10 mL。

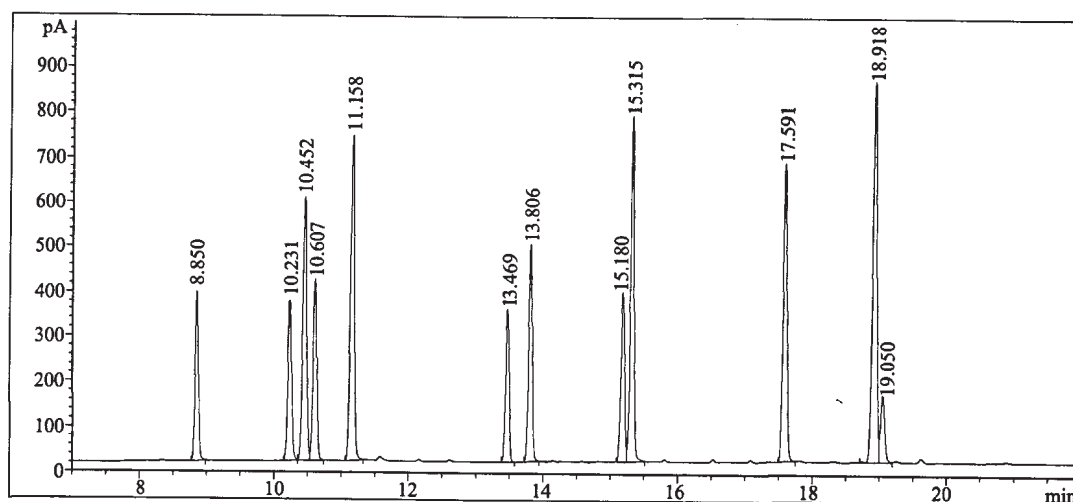
B.5 试验步骤

B.5.1 气相色谱分析条件

- 柱温度程序:初始温度 110 °C 保持 14min,以 25 °C/min 升至 170 °C 保持 5min。
- 进样口温度:210 °C。
- 进样体积:1.0 μL 。
- 载气:氮气,流速 10 mL/min。
- 检测器温度:250 °C。

B.5.2 产品的定性分析

称取 1 g 左右的样品用水稀释,取 1 μL 注入色谱仪中,并从图 B.1 中确定是否存在被测物。



- | | |
|-----------------|-------------|
| 1——异丙醇; | 7——乙二醇丁醚; |
| 2——乙二醇甲醚; | 8——二乙二醇乙醚; |
| 3——正丁醇; | 9——异辛醇; |
| 4——丙二醇甲醚; | 10——二乙二醇丁醚; |
| 5——乙二醇乙醚; | 11——丙二醇苯醚。 |
| 6——内标物乙二醇乙醚醋酸酯; | |

图 B.1 校准化合物在 6 % 腈丙苯基/94 % 二甲基聚硅氧烷毛细管柱上的出峰顺序

B.5.3 相对质量校正因子 f_w

称取一定量(精确至 0.1 mg)的校准化合物和内标物于同一样品瓶中,称取的量与待测试样中各自的含量应在同一数量级。加入适量的蒸馏水轻轻摇匀密封,静止片刻待其处于稳定状态后取 1 μL 按照上面给出的实验条件进行测定。使用式(B.1)计算每种化合物的相对响应因子:

$$f_i = \frac{A_s W_i}{W_s A_i} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- f_i ——化合物 i 的响应因子;
 A_s ——内标物的峰面积;
 W_i ——标准混合物中化合物 i 的质量,单位为克(g);
 W_s ——标准混合物中内标物的质量,单位为克(g);
 A_i ——化合物 i 的峰面积。

B.5.4 试样配制

称取 1 g 的试样(精确至 0.1 mg)以及与被测物质量近似相同的内标物于样品瓶中。加入适量的蒸馏水轻轻摇匀密封,取 1 μ L 的试样注入气相色谱柱中,记录色谱图。测定各被测物的峰面积(除稀释溶剂外),然后用式(B.2)计算电泳涂料中所含各化合物的质量:

$$W = \frac{f_i A_i m_i}{m_s A_s} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

W ——样品中化合物 i 的量,单位为百分数(%);

f_i ——化合物 i 的响应因子;

A_i ——化合物 i 的峰面积;

m_i ——测试试样的质量,单位为克(g);

m_s ——测试试样中内标物的质量,单位为克(g);

A_s ——内标物的峰面积。

参 考 文 献

GB/T 6682—1992 分析试验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)
