

四川省地方标准

DB51/T 3237—2024

$Ti_3C_2T_x$ MXene 防腐耐磨涂料生产技术通则

2024-12-18 发布

2025-01-18 实施

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 分类.....	1
5 一般要求.....	1
6 生产工艺.....	2
附录 A（规范性） $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的定性判定方法（X 射线衍射法及 X 射线光电子能谱法）.....	4
附录 B（资料性） 典型水性 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 防腐耐磨涂料生产工艺.....	6

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。

本文件由四川省经济和信息化厅提出、归口、解释并组织实施。

本文件起草单位：西南交通大学、中国科学院宁波材料技术与工程研究所、中航工业成都飞机工业（集团）有限公司、成都理工大学。

本文件主要起草人：樊小强、任思明、孙奇、杜娟、李文、蔡猛、严涵、熊亮亮、李艳茹、赵文杰、刘悦、朱旻昊。

Ti₃C₂T_x MXene 防腐耐磨涂料生产技术通则

1 范围

本文件规定了Ti₃C₂T_x MXene防腐耐磨涂料的术语和定义、分类、环境、材料、设备、生产工艺规范。
本文件适用于添加Ti₃C₂T_x MXene具有防腐耐磨功能的涂料生产。

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；未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8264-2008 涂装技术术语

GB/T 50034-2024 建筑照明设计标准

3 术语和定义

GB/T 8264-2008中界定的及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

涂料 coating

涂于工件表面能形成具有腐蚀保护、装饰或特殊性能（如标识、绝缘、耐磨等）的连续固态涂膜的一类液态或固态材料的总称。

[来源：GB/T 8264—2008, 2.3]

3.2

防腐耐磨涂料 anti-corrosion/wear coating

能够覆盖在需要被保护或被装饰的材料表面并具备优异的防腐蚀和耐磨损性能的涂料。

3.3

Ti₃C₂T_x MXene

一种二维层状材料，主要由钛元素、碳元素及表面基团组成，以Ti₃C₂T_x MXene表示。

4 分类

按照Ti₃C₂T_x MXene防腐耐磨涂料所使用树脂的特性，分为以下两类。

——S类：溶剂型 Ti₃C₂T_x MXene 防腐耐磨涂料；

——W类：水性 Ti₃C₂T_x MXene 防腐耐磨涂料。

5 一般要求

5.1 环境

涂料制备间适宜温度为 12℃～38℃，空气相对湿度不应超过 75%。

涂料制备间应具有良好的自然采光或照明，照明应按照GB/T 50034-2024中的规定进行。

5.2 材料

生产 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料所需材料主要包括树脂（工业级）、固化剂（工业级）、 Ti_3AlC_2 （200目~400目）、氢氟酸溶液（分析纯）、颜填料（工业级）及助剂（分析纯）。

5.3 设备

生产 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料所需设备主要包括称量设备及分散设备。

6 生产工艺

6.1 工艺流程

溶剂型 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料及水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料具有一致的生产工艺，其生产工艺流程见图1。

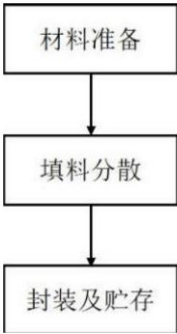


图1 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料生产工艺流程

6.2 材料准备

6.2.1 主要材料

$Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料由组分一和组分二两组分构成，所需主要材料包括树脂、固化剂、 Ti_3AlC_2 、氢氟酸溶液、颜填料及助剂。

6.2.2 $Ti_3C_2T_x$ MXene 制备

将 Ti_3AlC_2 粉末与氢氟酸溶液以一定比例均匀混合，于室温下连续搅拌适宜时间，所得产物使用去离子水多次离心洗涤，直到上清液pH为中性，将得到的产物超声剥离，最后使用冷冻干燥技术得到 $Ti_3C_2T_x$ MXene。允许使用其它方法得到 $Ti_3C_2T_x$ MXene。 $Ti_3C_2T_x$ MXene的定性判定按附录A的规定进行。

6.2.3 树脂及固化剂等准备

盛装树脂及固化剂等材料的容器应盖紧封严，应无溶剂挥发或外部污染。在打开容器盖之前，应将容器外的灰尘及污物除净，以免灰尘和污物落入污染原料。固化剂作为 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料组分二。

6.3 填料分散

将 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene、颜填料及助剂按比例加入树脂中，使用分散设备将 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene、颜填料及助剂与树脂充分混合，得到 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene防腐耐磨涂料组分一。组分一中 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene及颜填料应均匀分散无结块，静置24 h后目视无沉淀。

典型水性 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene防腐耐磨涂料生产工艺参见附录B。

6.4 封装及贮存

6.4.1 封装

为防止挥发及外部污染，将上述配置的 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene防腐耐磨涂料组分一及组分二分别封装在洁净、干燥、密封的金属桶或塑料桶中。

6.4.2 贮存

$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene防腐耐磨涂料应贮存在通风、干燥、无日光直接照射的库房内，并应远离热源、隔绝火源， $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene防腐耐磨涂料自封装之日起贮存期为12个月。

附录 A

(规范性)

Ti₃C₂T_x MXene 的定性判定方法 (X 射线衍射法及 X 射线光电子能谱法)

A.1 范围

本方法适用于 Ti₃C₂T_x MXene 防腐耐磨涂料中 Ti₃C₂T_x MXene 的定性测定。

A.2 原理

A.2.1 X射线衍射法

采用 X 射线衍射仪对所用材料进行物相分析, 判断其是否具备 Ti₃C₂T_x MXene 典型的衍射峰。

A.2.2 X射线光电子能谱法

采用 X 射线光电子能谱仪对所用材料进行元素定性及半定量分析, 判断其是否具备 Ti₃C₂T_x MXene 主要组成元素及元素相对含量。

注: 建议对操作人员进行专业培训, 以得到可靠的结果。

A.3 试剂和材料

A.3.1 除另有规定, 在试验中仅使用分析纯及以上纯度的试剂。

A.3.2 清洗用试剂: 无水乙醇或其它合适的试剂。

A.3.3 载玻片: 尺寸 ≥ 10 mm (长) $\times 10$ mm (宽) $\times 1$ mm (厚)。

A.3.4 锡箔纸: 面积 ≥ 5 mm (长) $\times 5$ mm (宽)。

A.3.5 双面导电胶带: 电阻率 $< 5 \Omega/\text{mm}^2$ 。

A.4 仪器设备

A.4.1 X射线衍射仪: 角度精度 $< 0.001^\circ$ 。

A.4.2 X射线光电子能谱仪: 最小能量分辨率 < 0.45 eV。

A.5 试验步骤

A.5.1 样品制备

A.5.1.1 X射线衍射分析样品制备

二维层状材料试样应手触无颗粒感, 总质量宜 > 100 mg。

载玻片使用前应使用无水乙醇清洗并干燥。

将试样均匀压制于载玻片表面, 要求试样表面平整, 面积 ≥ 10 mm (长) $\times 10$ mm (宽)。

A.5.1.2 X射线光电子能谱分析样品制备

二维层状材料试样应手触无颗粒感, 总质量宜 > 20 mg。

锡箔纸使用前应使用无水乙醇清洗并干燥。

首先将适宜大小的双面导电胶带粘贴于锡箔纸表面, 随后将试样均匀压制于双面导电胶带表面, 要求试样表面平整, 推荐制样面积为 5 mm (长) $\times 5$ mm (宽)。

A. 5.2 样品测定

A. 5.2.1 使用 X 射线衍射仪获取所制备试样的 X 射线衍射图谱，并对其衍射图谱进行物相分析。

A. 5.2.2 使用 X 射线光电子能谱仪获取所制备试样的 X 射线光电子能谱全谱，并对其全谱进行元素定性及半定量分析。

A. 6 结果判定

所用二维层状材料同时满足下列两个条件，即可认为所用二维层状材料为 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene。

——试样的 X 射线衍射图谱存在符合图 A. 1 中的 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 特征衍射峰；

——试样的 X 射线光电子能谱全谱中存在符合图 A. 2 中的组成 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的主要元素：钛元素、碳元素。

注1：不同方法得到的 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 或对其进行修饰、改性等处理会使其特征衍射峰角度存在一定偏移。

注2：不同方法得到的 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 或对其进行修饰、改性等处理会使其 X 射线光电子能谱全谱中出现其它元素。

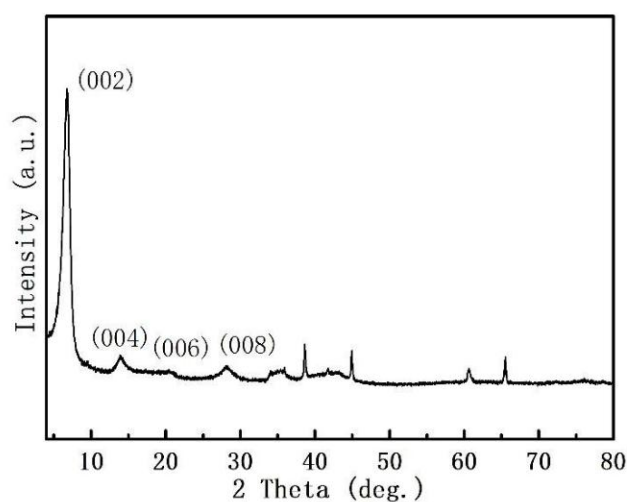


图 A. 1 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的 X 射线衍射图谱

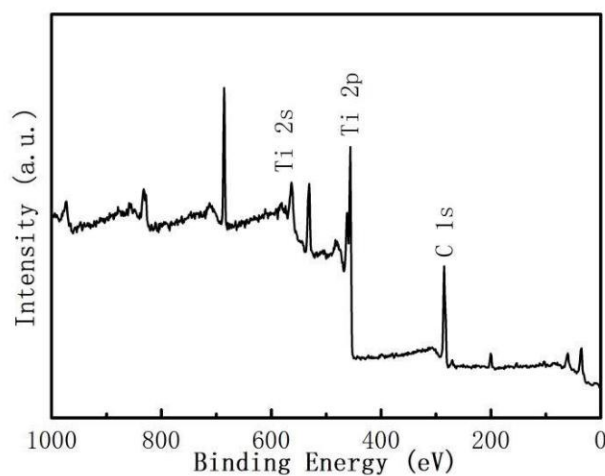


图 A. 2 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene 的 X 射线光电子能谱全谱

附录 B

(资料性)

典型水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene 防腐耐磨涂料生产工艺

B.1 材料准备

B.1.1 主要材料

典型水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料主要由组分一及组分二构成,所需主要材料包括双酚A型水性环氧树脂(工业级)、水性聚氨酯固化剂(工业级)、 Ti_3AlC_2 粉末(400目)、40%氢氟酸溶液(分析纯)。

B.1.2 $Ti_3C_2T_x$ MXene的制备

将 Ti_3AlC_2 粉末与40%氢氟酸溶液以1:20的比例均匀混合,在室温下将上述混合液连续搅拌24 h,所得产物使用去离子水在3500 r/min分钟下多次离心洗涤,直到上清液pH值为6~7,将得到的产物超声剥离,最后将得到的浆料使用冷冻干燥技术获得 $Ti_3C_2T_x$ MXene粉末。

B.1.3 树脂及固化剂准备

双酚A型水性环氧树脂与水性聚氨酯固化剂按质量比1:2的比例计量,将水性聚氨酯固化剂单独作为水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料组分二。

B.2 填料分散

首先称取双酚A型水性环氧树脂及水性聚氨酯固化剂总质量0.5%的 $Ti_3C_2T_x$ MXene,将称取的 $Ti_3C_2T_x$ MXene加入双酚A型水性环氧树脂中,使用高速搅拌器以2000 r/min的速率搅拌10 min~20 min,为保证良好的分散效果,再采用超声波在30 kHz频率下超声分散20 min~30 min,得到水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料组分一。

B.3 封装及贮存

B.3.1 封装

将上述配置的组分一及组分二分别封装在洁净、干燥、密封的塑料桶中,得到水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料。

B.3.2 贮存

水性 $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料应贮存在通风、干燥、无日光直接照射的库房内,并应远离热源、隔绝火源, $Ti_3C_2T_x$ MXene防腐耐磨涂料自封装之日起贮存期为12个月。