

ICS 59.100
Q 50



中华人民共和国国家标准

GB/T 35922—2018

不透性石墨浸渍耐蚀作业技术规范

Technical specifications of impervious graphite to impermeable and corrosion

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	2
4.1 一般要求	2
4.2 材料及设备	2
4.3 浸渍、热处理作业	2
5 检验和验收	3
6 标记、贮存和管理	3
附录 A (规范性附录) 石墨元件浸渍规程	4
附录 B (规范性附录) 浸渍工艺评定报告	6
附录 C (规范性附录) 浸渍工艺指导书	14
附录 D (规范性附录) 浸渍工艺评定	15
附录 E (规范性附录) 浸渍剂的性能及配制	16
附录 F (资料性附录) 浸渍过程记录表	18
附录 G (资料性附录) 热处理过程记录表	19

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国防腐蚀标准化技术委员会(SAC/TC 381)归口。

本标准起草单位：江苏久信环保节能有限公司、南通星球石墨设备有限公司、中蚀国际防腐技术研究院(北京)有限公司、南通山剑石墨设备有限公司(南通市石墨设备设计研究所)、南通京通石墨设备有限公司、贵州兰鑫石墨机电设备制造有限公司、南通久信石墨科技开发有限公司、南通鑫宝石墨设备有限公司、南通三鑫碳素石墨设备有限公司、中国工业防腐蚀技术协会、大同宇林德石墨设备股份有限公司、吉林市四通防腐设备有限责任公司。

本标准主要起草人：仇晓丰、夏斌、姚建、陈汉明、刘福云、王贵明、杨颖、张艺、刘仍礼、张玉霞、吴春森、钱尉兵、张惠兵、陈士林、宁永林。

不透性石墨浸渍耐蚀作业技术规范

1 范围

本标准规定了石墨元件浸渍耐蚀作业的技术要求、检验和验收、标记、贮存和管理等。

本标准适用于以下石墨设备的不透性石墨元件的浸渍作业：

- a) 最大工作压力 ≤ 2.4 MPa；
- b) 石墨壁温度在 -70 °C ~ 400 °C之间。

本标准不适用于下列石墨容器：

- a) 核能装置中的石墨容器；
- b) 浇铸类石墨设备。

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 13465.1 不透性石墨材料试验方法 第1部分：力学性能试验方法总则
- GB/T 13465.2 不透性石墨材料试验方法 第2部分：抗弯强度
- GB/T 13465.3 不透性石墨材料试验方法 第3部分：抗压强度
- GB/T 13465.7 不透性石墨增重率和填充率试验方法
- GB/T 21921 不透性石墨材料抗拉强度试验方法
- HG/T 2060 浸渍石墨增重率和填孔率试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

不透性石墨 **impervious graphite**

现行工业层面上(最大工作压力 ≤ 2.4 MPa, -70 °C ~ 400 °C条件下)不渗透气、液相的石墨材料。

注：浸渍石墨、压型(包括挤压和模压)石墨、浇注石墨和复合石墨。

3.2

浸渍石墨 **impregnated graphite**

将有机或无机液体材料(浸渍剂)压入石墨材料的空隙中,使其固化而形成。

注：常见的有酚醛浸渍石墨、呋喃浸渍石墨、聚四氟乙烯浸渍石墨、水玻璃浸渍石墨等。

3.3

浸渍剂 **impregnation agent**

用于浸渍碳或石墨材料孔隙中,并通过固化工艺使碳或石墨材料不渗透的材料。

4 技术要求

4.1 一般要求

4.1.1 石墨件的浸渍工艺,包括浸渍与热固化(或塑化):

- a) 浸渍:将石墨件烘干并把表面清除干净后,放入浸渍釜内,抽成真空,并停留一段时间。再将石墨件的空气抽出,利用浸渍釜内真空把浸渍树脂吸入,使树脂液面高于石墨件 15 cm 以上后,停止抽吸。然后加压,压力与保压时间应符合浸渍工艺文件要求。保压时间到后泄压,取出石墨件。
- b) 热固化:将取出的石墨件表面多余的树脂清除后,放入热固化釜内,加压、加热升温,压力与升温曲线应符合浸渍工艺文件要求。浸渍工艺技术文件见附录 A、附录 B 及附录 C。

4.1.2 浸渍工艺的评定,见附录 D。

4.1.3 操作人员应是经过单位培训、考核合格的持证人员。

4.2 材料及设备

4.2.1 浸渍剂

4.2.1.1 采购浸渍剂材料时,供方应提供相关的质量证明文件。进厂后,经检验合格的材料应做出标识,并贮存在规定的场所。

4.2.1.2 浸渍剂的性能及配制,见附录 E。

4.2.1.3 浸渍剂的选取一定要和浸渍工艺评定所用的浸渍剂相同,如果发生重要因素改变,如牌号、生产厂商等,都需要重新做浸渍工艺评定。

4.2.2 石墨元件

4.2.2.1 浸渍前应清除元件的表面油污、杂质。

4.2.2.2 元件在烘房 130 °C 下作干燥处理,时间 ≥ 24 h。

4.2.3 浸渍、热处理设备

4.2.3.1 浸渍釜、热处理釜应具有相应资质的钢制压力容器设计及制造单位进行设计制造。

4.2.3.2 热处理用的压力表、测温计、自动温度记录仪应经鉴定合格,在有效期内使用,每次使用前都要进行检查。

4.2.3.3 浸渍过程中所使用的阀门(安全阀、手动阀)等附件要定期检查,安全可靠。

4.2.3.4 真空泵、压缩机按工艺要求选取。其中真空泵的真空度 > 0.094 MPa,压缩机的工作压力 ≥ 0.6 MPa。

4.2.3.5 支撑和起吊石墨元件的吊篮要以方便起吊、安全为条件。

4.3 浸渍、热处理作业

4.3.1 浸渍工艺操作人员应熟悉浸渍工艺技术文件,认真填写操作记录表,参见附录 F、附录 G。

4.3.2 与树脂接触的石墨件、吊篮等应清洗干净、不含油,以免损坏树脂。

4.3.3 浸渍时,操作人员要配备防树脂伤害的工作服、手套、眼镜等。

4.3.4 根据浸渍工艺,选择所需树脂,同时考虑浸渍使用的环境条件。

4.3.5 浸渍过程中,不应改变浸渍工艺及热处理过程中的升温曲线。

4.3.6 浸渍完成后,清除元件表面上多余的树脂,放入固化釜进行加压升温热处理。

4.3.7 变更浸渍前石墨烘干过程及浸渍、固化过程中的任一重要因素,都需重新评定浸渍工艺。

5 检验和验收

5.1 浸渍剂,应符合 4.2.1.1 及附录 E 的要求,方可使用。

5.2 石墨元件,表面应没有树脂瘤,光滑平整,无裂痕;密封面不能有影响密封性能的缺陷。

5.3 压力试验,应按下列要求进行:

- a) 浸渍石墨管、石墨圆筒元件,按设计压力的 2 倍进行水压试验,保持 10 min,不泄漏为合格;
- b) 块孔式石墨换热器的石墨元件按设计压力的 1.5 倍进行水压试验,保持 10 min,不泄漏为合格。

6 标记、贮存和管理

6.1 未浸渍与已浸渍、检验合格的与不合格的元件应分别存放;浸渍合格的元件要分开存放且避免污染;并设专人负责。

6.2 待组装的元件要做出标记,并标记出其所在设备的位号。

6.3 石墨元件浸渍的技术文件及作业记录应专人保管,保管期 3 年。



附 录 A
(规范性附录)
石墨元件浸渍规程

A.1 在质保工程师领导下,由浸渍工程师编制浸渍规程,再以此拟定“工艺指导书”,进行工艺评定。

A.2 石墨元件浸渍规程(浸渍工序)内容见表 A.1,浸渍过程记录表参见附录 F。石墨元件浸渍规程(热处理工序)内容见表 A.2,热处理过程记录表参见附录 G。

表 A.1 石墨元件浸渍规程(浸渍工序)

1. 目的	
2. 引用标准	
3. 浸渍剂	
4. 浸渍前的准备	
5. 浸渍人员资质	
6. 设备	
7. 浸渍操作规程及注意事项	
8. 安全规程	
9. 浸渍记录文件存档	
编制部门:	(签字、盖公章) 年 月 日

表 A.2 石墨元件浸渍规程(热处理工序)

1. 目的	
2. 引用标准	
3. 热处理人员资质 	
4. 设备	
5. 热处理操作规程及注意事项	
6. 安全规程	
7. 热处理记录文件存档	
编制部门：	(签字、盖公章) 年 月 日

附 录 B
(规范性附录)
浸渍工艺评定报告

新的工艺在拟定的浸渍工艺指导书实施前应进行验证性评审,其中变更的任何一个重要参数,都需重新对工艺进行评定(重要参数是指影响浸渍产品的抗拉强度、抗弯强度和增重率的浸渍工艺因素)。浸渍工艺评定报告书格式见表 B.1、表 B.2、表 B.3、表 B.4。



表 B.1 浸渍工艺评定报告(抗拉强度试验)

编号:

日期:

1. 试件			
厂商	材料批号	体积密度/(kg/m ³)	
2. 浸渍剂			
厂商	牌号	粘度	
3. 浸渍工艺参数			
最高真空度/MPa	最高压力/MPa	保压时间/h	浸渍次数
4. 热处理参数			
最高温度/℃	保温时间/h	次数	
5. 试样			
外形尺寸		数量	
6. 仪器设备名称、型号			
7. 试验执行标准			
GB/T 21921;HG/T 2060;GB/T 13465.1;GB/T 13465.7			

表 B.1 (续)

编号：

日期：

8. 试验数据					
序号	试样编号	浸渍增重率			力学性能
		浸渍前重量/g	浸渍后重量/g	增重率/%	抗拉强度/MPa
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					

责任工程师：

(签名)

年 月 日

试验人员：

(签名)

年 月 日

表 B.2 浸渍工艺评定报告(抗压强度试验)

编号：

日期：

1. 试件			
厂商	材料批号	体积密度/(kg/m ³)	
2. 浸渍剂			
厂商	牌号	粘度	
3. 浸渍工艺参数			
最高真空度/MPa	最高压力/MPa	保压时间/h	浸渍次数
4. 热处理参数			
最高温度/℃	保温时间/h	次数	
5. 试样			
外形尺寸		数量	
6. 仪器设备名称、型号			
7. 试验执行标准			
GB/T 13465.3;HG/T 2060;GB/T 13465.7			

表 B.2 (续)

编号：

日期：

8. 试验数据					
序号	试样编号	浸渍增重率			力学性能
		浸渍前重量/g	浸渍后重量/g	增重率/%	抗拉强度/MPa
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					

责任工程师：

(签名)

年 月 日

试验人员：

(签名)

年 月 日

表 B.3 浸渍工艺评定报告(抗弯强度试验)

编号:

日期:

1. 试件			
厂商	材料批号	体积密度/(kg/m ³)	
2. 浸渍剂			
厂商	牌号	粘度	
3. 浸渍工艺参数			
最高真空度/MPa	最高压力/MPa	保压时间/h	浸渍次数
4. 热处理参数			
最高温度/℃	保温时间/h	次数	
5. 试样			
外形尺寸		数量	
6. 仪器设备名称、型号			
7. 试验执行标准			
GB/T 13465.2;HG/T 2060;GB/T 13465.7			

表 B.3 (续)

编号：

日期：

8. 试验数据					
序号	试样编号	浸渍增重率			力学性能
		浸渍前重量/g	浸渍后重量/g	增重率/%	抗拉强度/MPa
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					

责任工程师：

(签名)

年 月 日

试验人员：

(签名)

年 月 日



表 B.4 浸渍工艺评定报告

编号：		日期：			
工艺名称		确认日期			
试验报告编号：					
过程确认方案：					
设备名称		设备编号			
设备型号及主要技术参数：					
操作人员及资格情况：			记录要求：		
确认过程记录及确认结论：					
技术员(签名) 日期		设备员(签名) 日期		批准人(签名) 日期	

附 录 C
(规范性附录)
浸渍工艺指导书

经工艺评定合格后,下达指导书,实施浸渍作业。浸渍工艺指导书见表 C.1。

表 C.1 浸渍工艺指导书

浸渍工艺指导书编号		日期	
浸渍工艺评定报告编号			
浸渍工艺最高真空度/MPa	最高压力/MPa	浸渍后热处理最高温度/℃	
高温保持时间/h	浸渍次数	被浸渍石墨的表面状态	
浸渍剂材料			
浸渍剂质量指标			
粘度	游离酚	游离醛	水分
技术员(签名): 年 月 日 设备员(签名): 年 月 日 批准人(签名): 年 月 日			

附 录 D
(规范性附录)
浸渍工艺评定

D.1 评定条件

浸渍工艺评定应在试件浸渍前完成。

D.2 评定过程

浸渍工艺评定一般过程为：拟定浸渍工艺指导书，浸渍试件和制取试样，检验试件和试样，测定浸渍深度是否满足了使用的要求，提出浸渍工艺评定报告，对浸渍工艺指导书进行评定。

浸渍工艺评定验证浸渍单位拟定的浸渍工艺的正确性，并评定浸渍单位的能力。

D.3 评定规则**D.3.1 试件的准备**

试件按 GB/T 13465.1 准备，应满足制取标准抗拉强度、抗弯强度、抗压强度试样 10 件的要求。

D.3.2 浸渍工艺

D.3.2.1 变更任何一个重要因素都需重新评定浸渍工艺。

D.3.2.2 重要因素包含以下各项：

- a) 浸渍件表面杂物的改变；
- b) 浸渍剂牌号的改变；
- c) 浸渍剂生产厂商的改变；
- d) 烘房干燥的温度和时间的改变；
- e) 真空和压力的改变；
- f) 任何聚合温度或时间的改变；
- g) 石墨件拼接间隙和密度的改变。

D.4 性能试验**D.4.1 性能要求**

浸渍石墨件应符合抗拉、抗压、抗弯强度试压的总要求。

D.4.2 试验方法

D.4.2.1 抗拉强度符合 GB/T 21921 的规定。

D.4.2.2 抗压强度符合 GB/T 13465.3 的规定。

D.4.2.3 抗弯强度符合 GB/T 13465.2 的规定。

D.4.3 判定方法

其中抗拉试样每个试样的强度性能试验数值应不低于被浸渍件材料标准规定的最低值；其余试样按 GB/T 13465.1 评定。

附录 E
(规范性附录)
浸渍剂的性能及配制

E.1 浸渍剂的功能要求

E.1.1 能与石墨材料有一定的亲和力,可以在固化(或塑化)后与石墨材料粘接牢,以利抗渗与提高材料强度,从这点衡量,酚醛优于呋喃树脂,而聚四氟乙烯最差。

E.1.2 可以制成粘度不大的液体,流动性好,以便通过加压能浸润到微细孔隙中。

E.1.3 可以通过不太复杂的工艺就可以使已浸润到微孔内的浸渍剂在孔内固化,对此则酚醛最佳,呋喃、环氧其次,聚四氟乙烯则固化温度较高。

E.1.4 具有一定的耐腐蚀性,耐溶剂性。对比,聚四氟乙烯最优,酚醛、呋喃、环氧、二乙烯苯等各有优点。

E.1.5 具有一定的耐热性,对此,水玻璃较优,聚四氟乙烯其次,呋喃、酚醛亦好。

E.1.6 制造成本较低,保存周期较长,希望可循环使用,对此则酚醛较佳,呋喃、水玻璃其次,PTFE最高。

E.1.7 含挥发份及水份尽量少,对此酚醛与呋喃优于其他。

实践证明热固性酚醛树脂具有最佳的上述综合性能,因而成为至今为止最主要的石墨浸渍剂。而相关标准中浸渍石墨的性能指标,也都针对酚醛浸渍石墨。

E.2 浸渍剂的性能

浸渍剂性能指标及注意事项:

- a) 浸渍树脂的外观、树脂的粘度范围、树脂的化学成分控制值、树脂的聚合时间、相应数值的检验方法;
- b) 粘度指标不宜大,否则会影响树脂对被浸渍工件的浸渍剂渗透深度;
- c) 浸渍剂的含水量指标应控制,否则会增加浸渍工件的浸渍次数;
- d) 以常用的酚醛树脂浸渍剂为例,其技术指标如表 E.1 所示。

表 E.1 酚醛树脂技术指标

项目	浸渍剂
粘度	108 mm ² /s~376 mm ² /s
游离酚/%	≤ 21
游离醛/%	≤ 4
水分/%	≤ 20
聚合时间	4 min~5 min
注:表中的粘度指标不宜大,否则会影响树脂对被浸渍工件的浸渍剂渗透深度,浸渍剂的含水量指标亦应控制,否则会增加浸渍工件的浸渍次数。	

E.3 浸渍树脂的检测

检验以下指标：

- a) 浸渍树脂的外观；树脂的粘度范围；树脂的化学成分控制值；树脂的聚合时间；
- b) 以酚醛树脂为例，其技术指标应符合表 E.1 的规定，应检测酚醛树脂中游离酚含量、酚醛树脂中游离醛含量、酚醛树脂中水分含量、酚醛树脂聚合度测试、酚醛树脂粘度测试。分别按其相应的标准执行。

E.4 浸渍树脂的存放

浸渍树脂应存放于避火、避日光照射，通风良好的仓库。树脂储存有温度要求的应建立专用保温仓库。对已添加固化剂的呋喃树脂以及酚醛树脂，应定期抽查树脂粘度，避免爆聚事故。PTFE 树脂分散液应定期摇匀，并应记录在案。



附 录 F
(资料性附录)
浸渍过程记录表

浸渍操作人员应做详细记录,并将记录表交浸渍责任工程师存档,石墨浸渍过程记录见表 F.1。

表 F.1 浸渍过程记录表

工件名称				工件型号			
工件号				工件尺寸			
数量				浸渍次数			
工件重量				增重率			
班次	时间	真空/MPa	压力/MPa	时间	真空/MPa	压力/MPa	
交班留言：							
交班人(签名)：				接班人(签名)：			
备注：							
操 作(签名)：				年 月 日			
审 核(签名)：				年 月 日			

附 录 G
(资料性附录)
热处理过程记录表

浸渍操作人员应做详细记录,并将记录表交浸渍责任工程师存档,石墨热处理过程记录见表 G.1。

表 G.1 热处理过程记录表

工件名称				工件型号			
工件号				工件尺寸			
数量		521C		浸渍次数			
工件重量				增重率			
班次	时间	温度/℃	压力/MPa	时间	温度/℃	压力/MPa	
交班留言:							
交班人(签名):				接班人(签名):			
备注:							
操 作(签名):				年 月 日			
审 核(签名):				年 月 日			