



МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ (МИНПРОМТОРГ)

Испытательный лабораторный центр

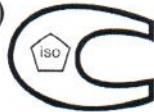
ФГУП НИИ химии и технологии полимеров им. акад. В.А. Каргина

(Сертификат соответствия № РОСС RU.ИФ05.К00007 от 06.07.2015)

Юридический адрес: 606000 г. Дзержинск Нижегородской обл., ФГУП «НИИ полимеров»

(8313) 24-25-30, 24-25-67

balsv@mts-nn.ru



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ № 1284

### По экспертизе состава цианакриловых kleev

01 августа 2016 г.

Испытательным лабораторным центром проведена экспертиза 5 образцов цианакриловых kleев, предоставленных ООО "МАФИКС" Москва в июне 2016 г.

Заказчик предоставил 5 образцов в упаковке производителя (флакончики по 20 г) следующих марок:

1. EP-S.RU секундный клей (без указания производителя).
2. RT.LINE (без указания производителя).
3. Cosmofen CA 12 (CA-500.200) (Weiss Chemie+Technik & Co.KG).
4. Grandflash GF 15 (GrandFlash GmbH).
5. Kleber CA (G-FIX industrial adhesives & aerosols Ltd.).

Представлена документация производителя (паспорт безопасности и технический паспорт) на образец № 3.

Заказчик предлагает провести экспертизу представленных материалов по следующим показателям:

- тип химической основы (состав);
- время схватывания;
- прочность на сдвиг;
- прочность на отрыв.

На основании письма заказчика от 17.05.2016 № 1 (вх. эл. почтой № 474 от 17.05.16) и договора услуги № 90620 проведена экспертиза представленных образцов.

Поскольку заказчик не указал методики испытаний, использовали по согласованию с ним следующие методики:

**1. Метод количественного хроматографического анализа** на газовом хроматографе "Хромос ГХ-1000" ф. «Химаналитсервис» (капиллярная колонка VertiBond-1 60 м×0,32 мм×0,5 мкм с диметилполисилоксановой фазой; программное обеспечение Chromos v. 2.16.2 rev.963, капиллярная колонка 60 м × 0,32 мм × 0,5 мкм VertiBond<sup>TM</sup>, детектор ПИД).

Пробу kleя вводили в хроматограф в виде 2-5%-го раствора в ацетоне. Основное вещество – этилцианакрилат идентифицировали по времени удерживания в сравнении с контрольным образцом.

Установлено, что основным компонентом всех kleев является этилцианакрилат. Кроме него, присутствуют неидентифицировавшиеся по согласованию с заказчиком компоненты, суммарное количество которых не превышало 4-7% (таблица 1).

Таблица 1. Состав kleев

Номер образца	Марка клея	Время удерживания, мин	Компонент	Конц-ия, %
1	EP-S.RU	11,89	не идентиф.	3,2
		50,25	ЭЦА	92,7
		68,1	не идентиф.	4,1
2	RT.LINE	11,41	не идентиф.	3,2
		49,9	ЭЦА	95,4
		68,0	не идентиф.	1,4
3	Cosmofen CA 12 (CA-500.200)	11,48	не идентиф.	1,6
		15,59	не идентиф.	1,2
		49,13	ЭЦА	94,6
		68,01	не идентиф.	2,6
4	Grandflash GF 15	11,92	не идентиф.	2,2
		49,75	ЭЦА	96,2
		68,0	не идентиф.	1,6
5	Kleber CA	11,82	не идентиф.	3,2
		49,13	ЭЦА	93,8
		68,0	не идентиф.	3,0

Таким образом, все исследованные клеи представляют собой этилцианакрилат, содержащий небольшое количество примесей.

Для определения времени схватывания и прочностных характеристик kleев использовали предоставленные заказчиком жесткий листовой материал на основе поливинилхлорида, имеющий с одной стороны защитную пленку.

Склейивание образцов проводили по указаниям, приведенным в техническом паспорте на клей Cosmofen CA 12: клей наносили на одну из склеиваемых поверхностей непосредственно из тары, сразу же соединяли детали и держали их прижатыми до достижения клеем необходимой функциональной прочности (до схватывания). Обезжикирование ацетоном или спиртом не проводили из-за нестойкости ПВХ к этим растворителям; полагали защиту пленкой, снимаемой непосредственно перед склейиванием, достаточной.

Клеевые соединения испытывали через сутки после склейивания (по методике, указанной в технических условиях нашей организации на аналогичный клей [1].

2. Для оценки времени схватывания применяли следующую методику.

Время «схватывания» определялось на предоставленных заказчиком образцах ПВХ в условиях, имитирующих испытания на адгезионный отрыв по методике [1]. Относительная влажность при испытаниях находилась в пределах 55-75% (по [1]).

Для крепления образцов ПВХ был изготовлен специальный зажим из 10-мм фанерных деталей, (рисунок 1), состоящий из двух одинаковых частей, в каждой из которых винтами с гайками зажималась пластина ПВХ размером 35 × 20 мм (1). К нижней части приспособления прикреплялся груз (5), масса которого вместе с массой приспособления составляла 130 г (по аналогии с методикой определения «схватывания» на отечественных цианакрилатных kleях, например, TK-200, TK-201 по ТУ 2257-313-00208947-99). На ПВХ-пластины, зажатую в верхней части приспособления (без груза), наносился испытуемый клей, после чего эта пластина сразу же крестообразно накладывалась на ПВХ-пластину (1),

зажатую в нижнюю часть приспособления, таким образом, чтобы деревянные части не соприкасались. За время «схватывания» принималось минимальное время, в течение которого нижняя часть образца не отделялась от верхней под действием собственной массы (130 г) при поднимании верхней части приспособления.. Определение повторялось не менее 3 раз.

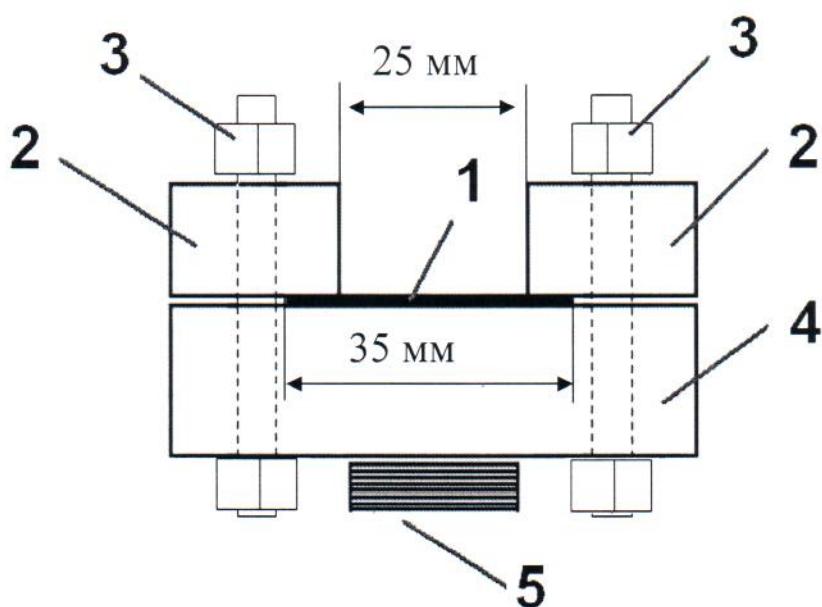


Рисунок 1. Нижняя часть приспособления для определения времени схватывания:

- 1 – ПВХ - пластина (образец);
- 2 – прижимающий столбик;
- 3 – винт с гайкой;
- 4 – основание;
- 5 – груз.

Прочность при сдвиге определяли по [2] при скорости сдвига 20 мм/мин на приборе Testometric M350-10AT.

Для определения склеивали внахлестку полоски ПВХ размером 20 × 70 мм на ширину 15 мм.

Прочность при отрыве определяли по [3] при скорости сдвига 20 мм/мин на приборе ZDM-25/91.

Для определения изготовили оснастку, представляющую собой цилиндры из ударопрочного винипласта марки УПВ по ТУ 6-01-1207-79 диаметром 25 мм, к торцам каждого нерабочей стороны приклеивался образец ПВХ тетрагидрофураном. После высушивания в течение суток подготовленные образцы склеивались kleem и испытывались на отрыв. После испытаний визуально оценивался характер разрушения.

Винипластовые подложки на токарном станке очищались от следов склеивания и использовались повторно.

Результаты испытаний приведены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты испытания склеивающей способности kleев

Показатель	Марка клея									
	EP-S.RU	RT.LINE	Cosmofen CA 12 (CA-500.200)	Grandflash GF 15	Kleber CA					
Время схватывания, с	5	10	5	3	3					
Прочность при сдвиге, МПа.*)	2,1 1,4 1,7 1,5 1,7	2,0 2,0 1,8 2,0 1,8	1,8 1,9 1,8 2,0 1,6	1,6 1,9 2,2 1,9 2,0	1,9 1,8 2,2 1,6 1,8					
Среднее	<b><math>1,7 \pm 0,3</math></b>	<b><math>1,9 \pm 0,1</math></b>	<b><math>1,8 \pm 0,2</math></b>	<b><math>1,9 \pm 0,3</math></b>	<b><math>1,9 \pm 0,3</math></b>					
Прочность при отрыве, МПа и Характер разрушения **)	4,0 5,6 5,4 4,8 5,6	пл/об кг/об кг/об пл/об пл/об	7,5 6,9 7,2 7,0 7,2 6,3	кг/об пл/об пл/об об/об кг/об	3,3 1,8 4,2 2,4 0,5	об/об об/об об/об об/об	2,4 2,3 7,4 0,5	об/об об/об кг/об об/об	6,6 2,1 3,7 0,9	кг/об об/об об/об об/об
Среднее	<b><math>5,1 \pm 0,9</math></b>		<b><math>7,0 \pm 0,4</math></b>		<b><math>2,9 \pm 1,6</math></b>		<b><math>3,0 \pm 4,9</math></b>		<b><math>3,1 \pm 4,0</math></b>	

\* Характер разрушения везде – когезионный (разрушается склеиваемый материал)

\*\*) Характер разрушения:

**пл/об** – по склейке оснастки с образцом ПВХ

**кг/об** – когезионный: по склейке образцов, преимущественно по образцу ПВХ

**об/об** – по склейке образцов kleem, преимущественно по kleевому слою

Анализ таблицы 2 показывает:

Все образцы kleev имеют разное время схватывания.

Все образцы kleev имеют прочность выше, чем адгезионная прочность склеиваемого материала (усредненная величина  $2,4 \pm 0,1$  МПа). Эта величина примерно соответствует прочности непластифицированного ПВХ при растяжении (после соответствующего пересчета) [4]. Таким образом, для сопоставления данных марок kleev по прочности склеивания требуется другой склеиваемый материал.

Два образца kleev имеют прочность при отрыве выше склеиваемого материала – около 5-7 мПа. Эта величина также примерно соответствует прочности непластифицированного ПВХ при растяжении (после соответствующего пересчета) [4]. Для трех образцов наблюдаемая величина прочности при отрыве вдвое меньше (около 3 МПа). Наблюдается зависимость характера разрушения kleевого соединения от времени жизни kleя: при наименьшем времени жизни (3 с) разброс показателей очень большой (0,5-7,5 МПа). Возможно, малое время схватывания на склеиваемых поверхностях приводит к частичному отверждению нанесенного на образец kleя до его совмещения со вторым образцом ПВХ. Известно, что такое явление ухудшает прочность склеивания [1].

**Литература.**

1. ТУ 2257-313-00208947-99. Клеи цианакрилатные марок ТК-200 и ТК-201. Технические условия.
2. ГОСТ 14759-69 Клеи. Метод определения прочности при сдвиге.
3. ГОСТ 14760-69 Клеи. Метод определения прочности при отрыве.
4. ГОСТ 9639-71 Листы из непластифицированного поливинилхлорида (винипласт листовой). Технические условия.

Начальник ИЛЦ

С.В.Балашов

