

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2492—XXXX

代替 HG/T 2492-2005

α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂

Ethyl- α -cyanoacrylate instantaneous adhesives

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2017.4)

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替HG/T 2492-2005《 α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂》。与HG/T 2492-2005相比，主要技术变化如下：

- 增加了胶粘剂中残余反应介质含量的限量及检测方法（见表1、附录A）；
- 增加了胶粘剂中挥发性有机物含量的限量及测定方法（见表1、附录B）；
- 增加了胶粘剂的贮存期判断依据（见表2）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会（SAC/TC 185）归口。

本标准起草单位：浙江金鹏化工股份有限公司、北京化工厂、山东禹王和天下新材料有限公司、上海橡胶制品研究所有限公司。

本标准主要起草人：陈吉伟、孙彦龙、李晶、张建庆、泮卫春、徐丹红、叶华丽、杨建玲、贾秋菊、王淑敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2492—1993；
- HG/T 2492—2005。

α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂

1 范围

本标准规定了 α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于以 α -氰基丙烯酸乙酯为主要成分的瞬间固化的无溶剂型胶粘剂。

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，仅所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 2794 胶粘剂粘度的测定 单圆筒旋转粘度计法

GB/T 2943 胶粘剂术语

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 7124 胶粘剂 拉伸剪切强度的测定(刚性材料对刚性材料)

GB/T 16483 化学品安全技术说明书编写规定

GB 18583 室内装饰装修材料胶粘剂中有害物质限量

HG/T 3075 胶粘剂产品包装、标志、运输和贮存的规定

3 术语和定义

GB/T 2943界定的术语和定义适用本标准。

4 分类

α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂根据固化速度分为速固型（代号S）、通用型（代号T）和增稠型；其中增稠型又可根据粘度，细分为低粘度（代号Z1）、中粘度（代号Z2）、高粘度（代号Z3）三小类。

5 要求

5.1 外观

外观为均匀、透明液体或粘稠液体，黑色等特殊色胶可以不透明。

5.2 技术要求

α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂技术要求符合表1的规定。

表1 技术要求

项 目		S	T	Z		
				Z1	Z2	Z3
粘度 (25℃), mPa·s		≤5	≤5	≤70	71~400	≥401
固化时间, s ≤		5	15	20	40	50
拉伸剪切强度, MPa ≥		6	12	12	12	12
残余反应介质 含量	卤代烃 (二氯甲烷、三氯甲烷、1, 2- 二氯乙烷) 总量, (g/kg) ≤	1				
	芳香烃 (苯、甲苯) 总量, (g/kg) ≤	1				
挥发性有机化合物含量, (g/L), ≤		20				

6 试验环境

温度为 (23±2) °C, 相对湿度 (60±10) %。

7 试验材料

7.1 试片

符合GB/T 7124规定的45#碳钢试片用 (200~240) 目的油石, 在待粘接区域进行横向研磨 (油石用水作润滑剂, 不能用油); 也可用配备 (200~240) 目砂带的打磨机进行打磨。打磨面积 (待粘接区域), 约12.5mm×25mm。

打磨后试片先后用洗衣粉 (或其他洗涤剂) 水溶液和水清洗, 最后用丙酮清洗、干燥, 置于硅胶干燥器中备用。试片须在一周内使用。

7.2 点样棒

直径约2mm的玻璃棒, 在砂纸上将一端磨平。

7.3 试样瓶

8g、100g的聚乙烯 (PE) 包装瓶。

8 试验方法

8.1 外观

量取5mL试样于10mL比色管中, 在扩散明光下进行目测。

8.2 粘度

取适量试样于25℃恒温1h, 注入测试槽内, 在温度 (25±1) °C保持1min, 按GB/T 2794的规定测定。

8.3 固化时间

8.3.1 用点样棒在试片的粘接区域点 1 滴试样 (约 0.02mL~0.03mL), 立即进行搭接。同时计时。

8.3.2 搭接后的试件一端通过销孔，固定于一个架子上，另一端的孔挂上 5 千克重的砝码。

8.3.3 从试片搭接开始至试件可以承重 5 千克砝码的时间，即为固化时间。

8.4 拉伸剪切强度

8.4.1 试件制备：用点样棒在试片的粘接区域点 2 滴试样（约 0.5mL），立即进行搭接，并用夹具固定。

8.4.2 试件在试验环境中放置 24h 后，按 GB/T 7124 规定的方法检测。

8.4.3 试件数量至少 5 个。

8.4.4 试验结果取最接近的三个数据的算术平均值。

8.5 残余反应介质含量

残余反应介质含量的测定按照附录A的规定进行。

8.6 挥发性有机化合物含量

挥发性有机化合物含量的测定按照附录B 的规定进行。

8.7 贮存期

100g试样，置于空气循环式恒温箱内，于（70±2）℃保温120h。取出，冷却至室温，再按8.1~8.4条的规定，测试外观、粘度、固化时间、拉伸剪切强度，结果符合表2 要求。

表2 贮存稳定性的判断依据

项 目	S	T	Z		
			Z1	Z2	Z3
固化时间, s \leq	8	20	40	80	100
粘度（25℃），mPa·s \leq	5	5	-		
粘度变化值，（25℃），mPa·s \leq	-		3	3	5
拉伸剪切强度, MPa \geq	6	12	12	12	12

注：外观为透明或粘稠液体，黑色等特殊色胶可以不透明。

9 检验规则

9.1 组批与抽样

在相同原料、相同配比和相同工艺的条件下，生产的同一釜产品为一个组批。抽样按照GB/T 20740 进行。

9.2 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

9.3 出厂检验

产品出厂时应进行出厂检验，检验合格后方可出厂。

出厂检验项目如下：

- a) 外观;
- b) 粘度;
- c) 固化时间;
- d) 拉伸剪切强度;
- e) 残余反应介质含量。

9.4 型式检验

型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求，至少每年检验一次。同时，有下列情况之一时也应进行型式检验：

- 正式生产时，应每一年进行一次型式检验；
- 正式生产后，如原料、工艺、环境有较大改变，可能影响产品性能时；
- 产品停产超过半年后，恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- 国家质量监督机构提出型式检验要求时；
- 仲裁检验或客户有合同要求时。

9.5 判定和复检规则

按9.3规定的出厂检验项目全部检验合格后，则判断产品检验合格。如有一项或多项检验结果未达到本标准的技术要求时，应取双倍样品量进行复验，如复验结果仍未达到本技术规范要求时，该产品为不符合本标准要求。

10 包装、标志、运输、贮存

10.1 包装、标志、运输

按HG/T 3075的规定进行包装、标志、运输。

10.2 贮存

本品应在阴凉、通风、干燥条件下贮存。

贮存期分别为速固型三个月；通用型十二个月；增稠型十个月。

贮存期的判断依据见表2。

附录 A (规范性附录)

α-氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂中残余溶剂含量的测定

A.1 概述

本方法规定了α-氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂中残留溶剂二氯甲烷、三氯甲烷、1, 2-二氯乙烷、苯、甲苯含量的测定方法。

A.2 原理

采用气相色谱法，直接用微量注射器将试样注入进样装置，经载气带入色谱柱内被分离得相应的组分。用氢火焰离子化检测并记录色谱图，用外标法计算试样中待测组分的含量。

A.3 试剂和材料

- A.3.1 丙酮，色谱纯。
- A.3.2 二氯甲烷，色谱纯。
- A.3.3 三氯甲烷，色谱纯。
- A.3.4 1, 2-二氯乙烷，色谱纯。
- A.3.5 苯，色谱纯。
- A.3.6 甲苯，均为色谱纯。
- A.3.7 高纯氮气：纯度大于99.99%，压力0.15MPa。
- A.3.8 高纯氢气：纯度大于99.99%。
- A.3.9 空气：硅胶除水。

A.4 仪器和设备

A.4.1 气相色谱仪，配置如下：

- (1) 色谱仪：带氢火焰离子化检测器的气相色谱仪。
- (2) 色谱柱：大口径毛细管柱，DB-5(30m×0.53mm×1.5μm)。
- (3) 记录装置：积分仪或色谱工作站。

A.4.2 进样器：1μL、10μL。

A.4.3 配样瓶：25mL、100mL的容量瓶。

A.4.4 天平：精度0.1mg。

A.5 测试步骤

A.5.1 色谱分析条件

条件如下：

- a) 汽化室温度：230℃；
- b) 检测室温度：250℃；
- c) 分流：不分流；
- d) 尾吹：0.04 MPa；
- e) 升温程序：初始温度 30℃，保持时间 4.5min；
- f) 升温速率 40 °C/min，终止温度 180℃，保持时间 3min；
- g) 进样量：0.2μL。

A. 5. 2 试验步骤

A. 5. 2. 1 标准溶液配制

分别称取0.4g（精确至0.1mg）的三氯甲烷、二氯甲烷、1, 2-氯乙烷、苯、甲苯，分别置于100mL的容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀。分别移取标准溶液1mL、2mL、3mL、4mL、5mL、6mL、7mL分别置于25mL容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀得不同浓度的标准溶液。分别计算各稀释溶液的浓度（见表A.1）。

表A. 1 不同浓度的标准溶液

移取的体积/mL	三氯甲烷的质量 浓度/ (μ g/mL)	二氯甲烷的质量 浓度/ (μ g/mL)	1, 2-二氯乙烷的 质量浓度/ (μ g/mL)	苯的质量浓度/ (μ g/mL)	甲苯的质量浓度/ (μ g/mL)
1	157.68	156.12	156.6	157.72	157.6
2	315.36	312.24	313.2	315.44	315.2
3	473.04	468.36	468.6	473.16	472.8
4	630.72	624.48	626.4	630.88	630.4
5	788.4	780.60	783.0	788.60	788.0
6	946.08	936.72	939.6	946.32	945.6
7	1103.76	1092.84	1096.2	1104.04	1103.2

A. 5. 2. 2 系列标准溶液峰面积的测定

开启气相色谱仪，对色谱条件进行设定，仪器的灵敏度和稳定性应符合标准要求。，待基线稳定后，用微量注射器取1μ L标准溶液由稀至浓的次序进样测定，测定峰面积，每一标准溶液进样五次，取最接近的三次测试数据作为置信度计算,取其平均值。

A. 5. 2. 3 标准曲线的绘制

以峰面积为纵坐标，相应标准溶液质量浓度 ρ (μ g/mL) 为横坐标，绘制标准曲线。

得出一元线性回归方程，见公式A. 1.

$$y = k_1x + k_2 \dots \dots \dots (A. 1)$$

式中：

y——峰面积；

x——标准溶液质量浓度，单位为(μ g/mL) ；

k_1 ——标准曲线斜率；

k_2 ——标准曲线截距。

A.5.2.4 试样检测

称取1.0g（精确至0.1mg）的试样于25mL容量瓶中，用丙酮溶液溶解并稀释至刻度，摇匀。用微量注射器取 0.2μ L进样，测其峰面积。

A.6 结果表述

试样溶液中待测组分的质量浓度可直接从标准曲线上读取，或根据式A.2 计算。

$$W = \frac{C \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

W——试样中待测组分含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C——试样溶液中待测组分的质量浓度，单位为微克每毫升（μ g/mL）；

V——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

f——试样溶液的稀释倍数；

m——试样的质量，单位为克（g）。

附 录 B (规范性附录)

α-氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂挥发性有机物含量的测定

B.1 概述

本方法适用于α-氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂中挥发性有机物含量的测定。

B.2 原理

在α-氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂中加入一定量的乙醇溶液，将单体转化为聚合物。通过规定的温度和时间其质量的变化，计算瞬间胶中挥发性有机物的含量。

B.3 仪器和材料

- B.3.1 电子天平：精度0.1mg。
- B.3.2 鼓风恒温干燥箱：温差能控制在±2℃。
- B.3.3 一次性吸管：PE 材质。
- B.3.4 称量瓶：50×30
- B.3.5 干燥器
- B.3.6 乙醇：95%、化学纯。

B.4 试验步骤

- B.4.1 称量已在试验温度下恒重的称量瓶。
- B.4.2 称取瞬间胶试样1 g，(精确至0.001g)。
- B.4.3 试样置于称量瓶中,加乙醇(5~6) mL，摇匀、加盖，常温放置24 h。
- B.4.4 开盖，在温度(105±1)℃的鼓风恒温干燥箱内，加热5h。
- B.4.5 取出试样，放入干燥器中冷却至室温，称其质量，精确到0.001g。

B.5 结果表述

低沸点挥发性有机物的含量按式B.1 计算：

$$X = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 1000 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

X——试样中低沸点挥发性有机物的含量，单位为克/千克(g/kg)；

M₁——试样干燥前质量，单位为克(g)；

M₂——试样干燥后质量，单位为克(g)。

测定平行二次，取算术平均值。

