

УТВЕРЖДАЮ

Директор НИИ химии
ННГУ им. Н.И. Лобачевского

_____ Е.В. Сулейманов
М.П.

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЙ № ХМ ____/ЛПМ ____ - __ от __. __. ____ г.

Основание для проведения исследований	Договор № ХМ ____/ЛПМ ____ от __. __. ____ г. Заявка № ____ от __. __. ____ г.
Заказчик исследований	
Место проведения исследований	НИИ химии ННГУ им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23, корп. 5
Описание образцов для исследований (внешний вид, маркировка, упаковка, количество, сопроводительный документ,)	Внешний вид: комп. А - густая масса серого цвета (см. приложение 1) Комп. Б - Маркировка: комплект лакокрасочного материала состоящий из комп.А и комп.Б Упаковка: жестяные банки объемом 1 л Количество: ~ 1 кг (комп. А) ; ~ 0,5 кг (комп. Б) Сопроводительный документ: паспорт качества на продукцию
Дата получения образцов	__ . __ . ____ г.
Документ, подтверждающий получение образцов	Акт приема-передачи образцов (см. приложение 2)
Дата проведения исследований	____ . ____ г. - __ . __ . ____ г.
Используемое оборудование	- растровый электронный микроскоп Jeol JSM-IT300LV с энерго- и волнодисперсионными элементными анализаторами; - газовый хромато-масс-спектрометр GCMS-QP2010 с пиролизером и термодесорбером; - аналитические весы неавтоматического действия НТ, модификация НТ 224RCE; - муфельная печь ПМ-14М1П-1250Т.

СОСТАВ ИССЛЕДОВАНИЙ

№ п/п	Наименование работ / измеряемые показатели	Количество, шт.
	Расшифровка состава компонента А	
1	(код 3.7) Определение массовой доли нелетучих веществ	1
2	(код 4.3) Определение остатка после прокаливания (метод прямого прокаливания). Первое измерение	1
3	(код 5.1) JEOL. Растровая электронная микроскопия совместно с полуколичественным элементным анализом	1
4	(код 5.5) ГХМС. Качественный анализ органических летучих (до 300 град.) компонентов методом газовой хромато-масс-спектрометрии	1
5	(код 5.6) ГХ. Количественный анализ органических летучих (до 300 град.) компонентов методом газовой хроматографии	1
6	(код 5.4) пи-ГХМС. Качественный анализ органических нелетучих компонентов методом пиролитической газовой хромато-масс-спектрометрии по продуктам их термического распада (600 °С)	1
	Оценка физико-химических показателей	
7	(код 3.8) Определение плотности пикнометрическим методом при комнатной температуре	1
8	(код 3.11) Определение кажущейся вязкости по Брукфильду при комнатной температуре	1
9	(код 3.13) Определение времени и степени высыхания	1
10	(код 3.21) Определение адгезии методом решетчатого надреза	1

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ**КОМПОНЕНТ А****1. Определение массовой доли нелетучих веществ**

Проба для испытания равномерно распределялась по дну чашки Петри с помощью согнутой скрепки для бумаг. После взвешивания чашка с пробой помещалась в предварительно нагретый до 105 °С сушильный шкаф. Испытание проводилось до прекращения изменения массы образца.

Табл. 1. Результаты определения массовой доли нелетучих веществ компонента А

Показатель	Значение показателя, %	НД на метод измерения / испытания	Условия измерения / испытания
Массовая доля нелетучих веществ	86,4	ГОСТ 31939-2012	- $d_{\text{ч.Петри}}=95$ мм -масса пробы $m_1=1,012$ г, $m_2=0,8546$ г -температура в сушильном шкафу 105 °С

2. Определение остатка после прокаливания

Образец помещен в фарфоровые тигли. Проведено озоление образца на электрической плитке с дальнейшим прокаливанием остатка в муфельной печи до постоянной массы.

Табл. 2. Результаты определения остатка после прокаливания

Показатель	Значение показателя, %	НД на метод измерения / испытания	Условия измерения / испытания
Остаток после прокаливания	82,8	ГОСТ 15973-82	-масса пробы $m_1=4,7414$ г, $m_2=2,7461$ г -температура прокаливания в муфельной печи 600 °С - время прокаливания 7 ч

3. Растровая электронная микроскопия совместно с полуколичественным элементным анализом

Анализ методом электронной микроскопии остатка после прокаливания совместно с полуколичественным элементным анализом выполняли с помощью растрового электронного микроскопа JEOL JSM-IT300LV с энерго- и волнодисперсионным элементным анализаторами. Результаты исследований приведены ниже. Результаты представлены на рис.1-2 и таблице 3.

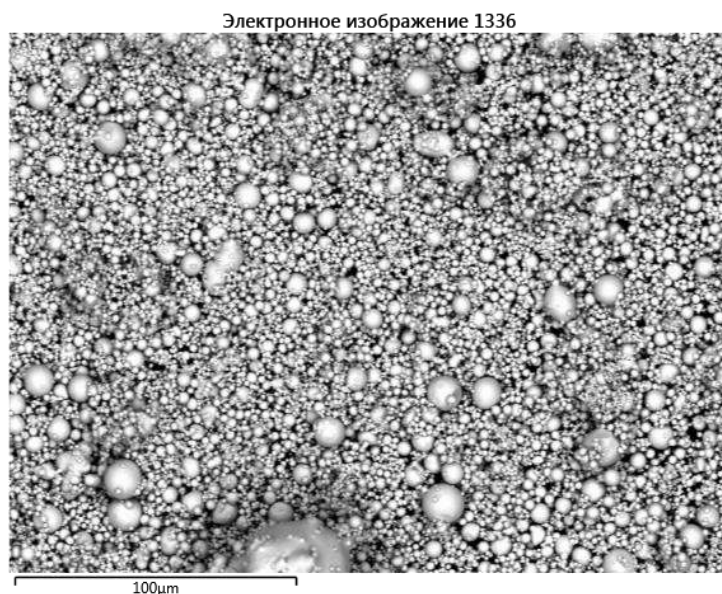


Рис. 1. Микроснимок остатка после прокаливания исследуемого образца

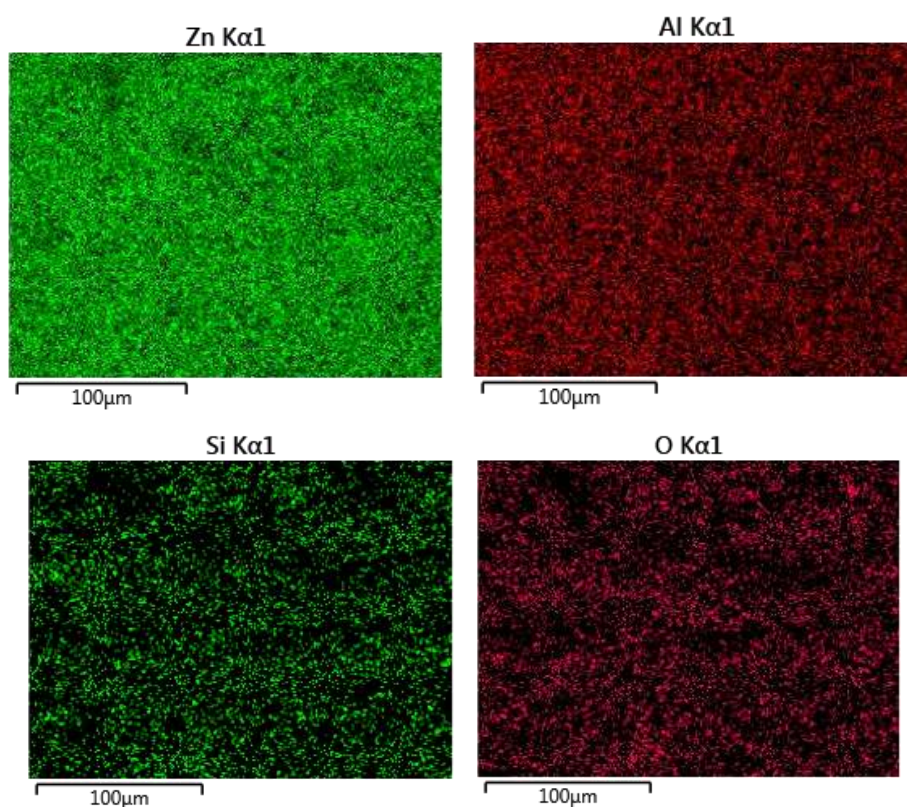


Рис. 2. Распределение отдельных элементов по поверхности остатка после прокаливания

Табл. 3. Полуколичественный элементный состав остатка после прокаливания *

Элемент	O	Al	Si	Zn
Содержание, %	2,58	3,66	0,72	93,03

*Метод не фиксирует элемент H, и как правило N

4. Качественный анализ органических летучих (до 300 град.) компонентов методом газовой хромато-масс-спектрометрии

Качественный анализ органических летучих компонентов образца определяли с использованием газового хромато-масс-спектрометра Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra.

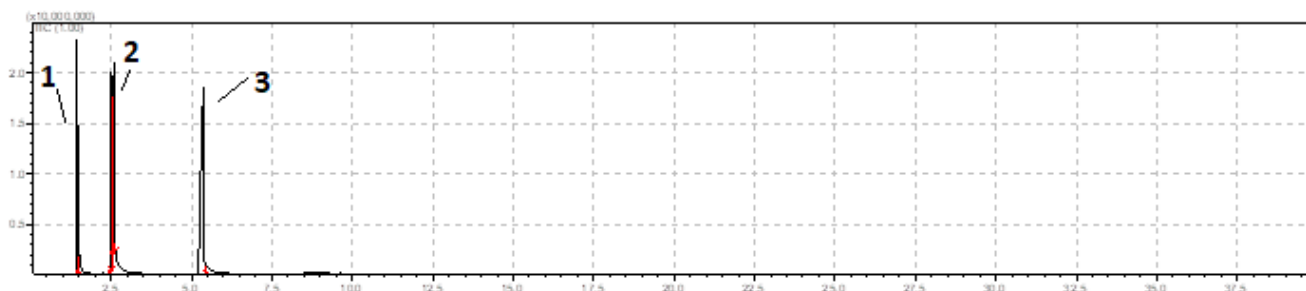


Рис. 3. Масс-хроматограмма продуктов ГХМС компонента А

Табл. 4. Идентификация пиков хроматограммы ГХМС компонента А

№	Время выхода, мин	Продукт	Площадь пика, %
1	5,17	этилцеллозольв	16.66
2	7,55	этилбензорл	46.32
3	8,31	о-ксилол	37.02

5. Качественный анализ органических нелетучих компонентов методом пиролитической газовой хромато-масс-спектрометрии по продуктам их термического распада (500 °С)

Качественный анализ органических нелетучих компонентов образца определяли с использованием газового хромато-масс-спектрометра Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra.

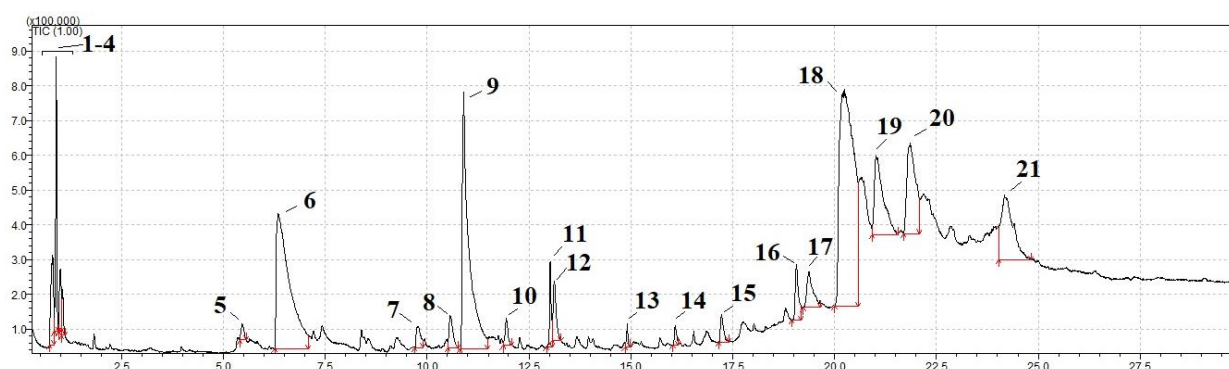


Рис. 4 Масс-хроматограмма продуктов пи-ГХМС компонента А

Табл. 5. Идентификация пиков хроматограммы пиролиза компонента А

№	Время выхода, мин	Продукт	Площадь пика, %
1	0.813	Пропанамин	2.20
2	0.900	Ацетон	3.05
3	0.998	2-пропенол-1	1.06
4	1.059	Гексадиен-1,5	0.57
5	5.460	Октаметилциклотетрасилоксан	0.43
6	6.346	Фенол	16.61
7	9.768	п-изопропилфенол	0.86
8	10.567	п-третбутилфенол	1.15
9-12	10,90- 13,12	Плохо идентифицируемые вещества	18,97
13	14.914	Гексадекаметилциклооктасилоксан	0.30
14	16.092	Нонадецен-1	0.40
15	17.227	N,N-диметил-1-пентадеканамин	0.74
16	19.065	N,N-диметилоктадециламин	1.69
17	19.371	Гексадекановая кислота	2.01
18	20.241	Бисфенол А	29.13
19- 21	21.018 -24.167	Плохо идентифицируемые вещества	10,32

6. Количественный анализ органических летучих (до 300 град.) компонентов методом газовой хроматографии

Табл. 6. Результаты количественного анализа компонента Б методом газовой хроматографии

Вещество	Содержание, масс. %
этилцеллозольв	3,23
этилбензорл	1,41
о-ксилол	9,77

Оценка физико-химических свойств исследуемого образца

7. Определение плотности пикнометрическим методом

Определение плотности проводилось по ГОСТ 18995.1 пикнометрическим методом при температуре (20±2) °С. Результаты представлены в таблице 7.

Табл. 7 Результаты определения плотности

Измеряемый показатель	Полученные значения
Плотность, г/см ³	2,25

8. Определение кажущейся вязкости по Брукфильду

Определение кажущейся вязкости проводилось по ГОСТ 25271-93 при помощи роторного вискозиметра при температуре (20±2) °С с использованием ротора №4 и скорости его вращения 3 об/сек. Результаты представлены в таблице 8.

Табл. 8 Результаты определения кажущейся вязкости

Измеряемый показатель	Условия измерений	Полученные значения
Кажущаяся вязкость, мПа*с	Ротор №4 Скорость вращения – 3об/мин	73 800

9. Определение времени и степени высыхания

Определение времени высыхания проводилось по ГОСТ 19007-73 до степени 3 при температуре (20±2) °С. Результаты представлены в таблице 8.

Табл. 9 Время высыхания образца

Измеряемый показатель	Полученные значения
Время высыхания до степени 3, мин	40

10. Определение адгезии методом решетчатого надреза

Для определения адгезии образуемого покрытия методом решетчатого надреза исследуемый компонент А лакокрасочного материала смешивался с шедшим в комплекте компонентом Б в соотношении 100:5,5 по массе. После чего составом окрашивалась стальная пластинка размером 150*70 мм. По истечению 24 часов проводилась оценка адгезии методом решетчатого надреза. Результаты представлены в таблице 10.

Табл. 10 Результаты определения адгезии

Измеряемый показатель	Полученные значения
Адгезия покрытия к стальной подложке, балл	0

АНАЛИЗ ПОЛУЧЕННЫХ ДАННЫХ

Согласно результатам анализа, компонент А исследуемого лакокрасочного материала содержит 86,4 масс. % нелетучих компонентов и 13,6 масс. % летучих компонентов. Остаток после прокаливании составил 82,8 масс.%. Согласно качественному анализу летучая часть исследуемого образца представляет собой смесь таких компонентов как этилцеллозольв, этилбензол и о-ксилол.

Согласно элементному анализу остаток после прокаливании состоит из кислорода (O), цинка (Zn), алюминия (Al) и кремния (Si).

Результаты пиролизической хромато-масс-спектрометрии говорят о том, что в состав полимерной части исследуемого образца входит эпоксидная смола на основе бисфенола А.

Таким образом, ориентировочный состав компонента А исследуемого лакокрасочного материала по результатам исследований выглядит следующим образом:

Табл. 11. Ориентировочный состав компонента А лакокрасочного материала

Компоненты	Составляющие компонентов	Вещество	Содержание, масс. %
Компонент А	Растворитель	Этилцеллозольв	3,2
		Этилбензол	1,4
		О-ксилол	9,8
	Пленкообразователь	Эпоксидная смола	3,6
	Наполнители	Цинковая пыль	74,5
		Каолин	8,3
	Функциональные добавки	-	≤3

Результаты оценки физико-химических свойств отображены в таблице 12.

Табл. 12 Результаты оценки физико-химических свойств исследуемого образца

Измеряемый показатель	Результаты измерений	НД на метод измерения / испытания
Плотность (20±2) °С, г/см ³	2,25	ГОСТ 18995.1

Кажущаяся вязкость (20 ± 2) °C, мПа*с	73 800	ГОСТ 25271-93
Время высыхания до степени 3 при (20 ± 2) °C, мин	40	ГОСТ 19007-73
Адгезия методом решетчатого надреза, балл	0	ГОСТ 31149-2014

Заведующий научно-исследовательской
лабораторией полимерных материалов, к.х.н.

Е.А. Захарычев

Инженер 1 категории

А.М. Коршунова

Приложение 1

Внешний вид образца в момент поставки

