

ОЦЕНКА ПЕРЕТИРА ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ВОДНО-ДИСПЕРСИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Общеизвестно, что качество и технологичность ЛКМ, в том числе водно-дисперсионных (ВДМ), не в последнюю очередь определяется степенью и характером дисперсности твердой фазы – пигментов и наполнителей. От степени диспергирования и формы твердых частиц прямо зависит: укрывистость, защитные свойства и устойчивость краски при хранении (устойчивость к расслаиванию). Если форма частиц в основном определяется природой пигментов и наполнителей, то дисперсный состав определяется выбором оборудования (способ диспергирования) и составом и свойствами среды диспергирования, в частности – присутствием в ней определенных веществ, влияющих на эффективность механического процесса измельчения частиц.

При исследованиях и разработках продукции и технологии их производства, а также в процессе производства для достижения желаемых результатов требуется оперативный и информативный контроль степени диспергирования и вторичного агрегатирования частиц.

Повсеместно в РФ и странах СНГ для этих целей используют прибор «Клин» (Гриндометр) и методы А и Б, стандартизованные в ГОСТ 6589-74. При этом соответствующие характеристики вводят в состав технических требований в нормативной и технической документации на продукцию. В практике производства и разработок ВДМ, в соответствии с п.3.2 ГОСТ 6589-74, степень перетира ВДМ определяют по методу Б – по границе начала штрихов. В производственной практике авторы столкнулись с тем, что указанный метод дает, во-первых малоинформативную характеристику по факту наличия частиц, больших определенной крупности, во вторых достоверность этих результатов оказывается проблематичной. В настоящий момент авторы не берутся объяснить эти факты в определении дисперсности ВДМ, но могут предположить, что это связано с природой исследуемых материалов. Метод с применением прибора «Клин» впервые стандартизован и вошел в практику в 1957 году, когда практически 100% рынка ЛКМ в СССР занимали материалы на органических растворителях. Процессы диспергирования и последующее поведение частиц твердой фазы в растворах пленкообразующих веществ и в водных дисперсиях полимеров – различны, кроме того, нельзя исключить того, что в ВД среде скребок гриндометра разрушает часть крупных агрегатов, воздействуя на объекты в процессе определения. Возможно, не случайно метод определения перетира по штрихам отсутствует в ИСО 1524 [1].

Авторы предлагают обсудить способы оценки дисперсности твердой фазы в ВДМ материалах, исходя из того, что объективная оценка «степени перетира» при диспергировании пигментов и наполнителей в водной среде – сложна. Под диспергированием мы понимаем разрушение крупных агрегатов пигмента и наполнителя, в присутствии диспергирующих и поверхностно-активных веществ, при котором агрегаты достигают размера меньше 40-50 мкм, стремясь к размерам частиц, первоначально полученным при изготовлении пигмента или наполнителя.

ВД краски в которых определяется показатель перетира можно условно разбить на три группы: краски общестроительного назначения, в т.ч. фасадные, в которых перетир по клину может нормироваться в пределах 30-70 мкм; краски (эмали), образующие покрытия высокого класса – не должны содержать видимых глазом включений более 15-25 мкм и специальные материалы – например, пигментные пасты с максимально высоким перетиром – 2-5 мкм.

Важным фактором при оценке дисперсности пигментов и наполнителей является правильный выбор метода определения размера частиц и агрегатов. Соответствие разрешающей способности метода порядку измерения величины частиц и воспроизводимость полученных результатов является критерием его применимости. Как показал десятилетний опыт работы с ВДМ в ООО НПФ «ВАПА» определение степени перетира по ГОСТ 6589-74 (метод Б) в нашем случае не является объективным критерием. Так, при фактическом размере крупных частиц в строительных красках 20-100 мкм (микроскопический метод определения) показание степени перетира по «клину» в отдельных пробах остается в пределах 30-40 мкм, т.е. ошибка достигает 100%, хотя допустимые отклонения при определении дисперсности одинаковых образцов при известном способе оценки не должны превышать 10-20%.

Для отработки методики микроскопического определения перетира бралась простая водно-дисперсионная система: «вода – триполифосфат натрия (вспомогательный диспергатор в количестве 0,7% от массы наполнителя) – исследуемый диспергатор (основной диспергатор брался в концентрации рекомендуемой производителем) – карбонатный наполнитель (560 кг/т композиции). В качестве наполнителя был взят синтетический карбонат кальция с фракционным составом частиц: 50% - меньше 5 мкм, 20% - 5-10 мкм, 20% - 10-20 мкм, 9% - 20-40 мкм, до 1% - больше 40 мкм. В качестве диспергаторов использовали ВАК-С-8, ПВС-А-015 (НПФ «ВАПА»), Tego Dispers 740W (Tego), Orotan 731K (Room&Naas), Hydropalat 3204 (Cognis), Rhodoline DP 1120 (Rhodia) и др. Процесс диспергирования в каждом случае продолжался 40 минут. В качестве стандартного оборудования использовался лабораторный модуль УДИМ-1ПЛ (число оборотов 1340 об/мин) с универсальной насадкой (оригинальным диспергирующим валом), являющийся уменьшенной моделью диспергирующего устройства УДИМ-1П используемого для производства ЛКМ на многих предприятиях в России и странах СНГ.

Изучение проводилось с использованием микроскопа МБС-10 с объективом микрометром при увеличении 16-64х. Контроль за результатом диспергирования проводился следующим образом. Через равные промежутки времени 10, 20, 30 и 40 минут (окончание диспергирования) на стекле и чертежной бумаге делались выкраски размером 2х2 см плоской художественной кистью. После высыхания под микроскопом проводилось сравнительное визуальное определение количества как отдельных частиц (сколько частиц размером больше 25 мкм, 50 мкм; 100 мкм), так и изучалась дисперсность основной массы. Вязкость композиций при нанесении находилась в пределах 15-20 сек по ВЗ-4.

За численное значение перетира по микроскопическому методу принимали размер четвертой наиболее крупной по величине частицы, видимой на выкраске 2х2 см.

Приведем некоторые результаты измерений:

1. Для композиций с диспергатором ПВС-А-015. На выкраске 2х2 см мы видим 4 частицы размером от 35 до 50 мкм. Перетир по «Клину» со шкалой до 50 мкм и до 100 мкм (Г-1 и Г-2) – 10 мкм. Результат перетира определенный микроскопическим способом принимается 35 мкм.
2. Для композиций с диспергатором Tego Dispers 740W. На выкраске 2х2 см видим 4 частицы размером от 40 до 60 мкм. Перетир по «Клину» – 15 мкм. Результат перетира определенный микроскопическим способом принимается 40 мкм.
3. Для композиций с диспергатором Rhodoline DP 1120. На выкраске 2х2 см видим 4 частицы размером от 35 до 60 мкм. Перетир по «Клину» – 10 мкм. Результат перетира определенный микроскопическим способом принимается как 35 мкм.

Применение микроскопической методики для оценки степени перетира более тонкодисперсных ВДМ, образующих покрытие класса не ниже 3 показывает, что при показаниях по «клину» от 0 до 10 мкм в покрытии реально присутствуют агрегаты размером до 25-50 мкм, а численная оценка по принятой нами методике находится в пределах 20-30 мкм. Естественно, что для изучения этих материалов требуется микроскоп с увеличением не ниже 32 х.

Наиболее информативна микроскопическая методика при оценке перетира тонкодисперсных пигментных паст. Уже через 20-30 мин. диспергирования перетир по «клину» показывает 0 мкм, в то время как в поле микроскопа наблюдаются заметные агрегаты размером от 5 до 10 мкм. Соответственно, только с использованием микроскопа, можно проследить динамику диспергирования этих материалов, так как конечный перетир может составить 2-3 мкм.

Несомненно, что результат диспергирования во многом зависит от типа диспергирующего оборудования в соответствии с которым выбирается необходимая технологическая схема, которая позволяет дать наиболее экономичный способ получения качественного ВДМ при минимальных энергозатратах и малом износе оборудования. Поэтому все сделанные выводы и наблюдения основываются на опыте, полученном при работе на оборудовании, разработанном в НПФ «ВАПА» при испытании диспергаторов по схеме максимально приближенной к реальным условиям производства.

Результаты изучения степени дисперсности с использованием микроскопического метода показывают, что данный метод позволяет объективно оценивать не только размер агрегатов пигментов и наполнителей в ВДМ и их количество при диспергировании, но и изучать форму отдельных частиц. Метод прост для использования и может применяться на производствах, работающих с ВДМ и использующих как бисерные мельницы так и перемешивающие и диспергирующие устройства.

Выводы:

1. Метод оценки дисперсности твердой фазы в ВДМ с помощью гриндометра является, по сути, индикаторным и может применяться только при повседневном приемочном контроле ОТК с учетом того обстоятельством, что при этом в краске могут присутствовать и более крупные частицы и их агрегаты первичного и вторичного происхождения.
2. Одним из возможных вариантов для оценки дисперсности можно считать микроскопический метод, применяемый в НТЦ «ВАК» и дающий значительно больше информации для разработок продукции и процессов ее производства. Недостаток метода – несколько большая трудоемкость – компенсируется повышенной информативностью.
3. Отмеченные факты и сделанные предположения требуют обсуждения среди исследователей, разработчиков и производителей ВДМ с целью разработки и применения нового стандартного метода для оценки степени перетира.

Мусатов А.А., Сергуненков Б.Б., Евдокимов А.В., Пыркин Е.В.

Литература:

1. Лакокрасочные материалы, 2002, №10, с. 15-19.