

Оптимизация количества дисперсантов в пигментных концентратах

При диспергировании органических и неорганических пигментов в производстве пигментных паст необходимо использовать диспергирующие агенты (ДА). Поставщики этих добавок, как правило, рекомендуют применять их в широком интервале концентраций. Производителям ЛКМ необходимо оптимизировать количество ДА для получения стабильных пигментных паст с минимальной вязкостью, обеспечивающих получение покрытий (Пк) требуемых цветов. Важно также оптимизировать количество жидкой фазы, необходимой для равномерного заполнения объема между частицами пигмента.

Для определения оптимального количества ДА по отношению к пигменту, а также жидкой фазы предложен метод определения «точки текучести» жидкого дисперсанта. Для характеристики степени диспергирования использовали показатели вязкости и цвета. Цель представленного исследования – получение цветных эмалей и пигментных паст с максимальной концентрацией пигмента. Для получения графической зависимости, с помощью которой определяют максимальную концентрацию пигмента, используют две переменных: количество ДА и концентрацию пигмента.

В данной статье под пигментной пастой (колорантом, колеровочной пастой) подразумевают композицию, состоящую из пигмента, ДА и жидкой фазы. Под разбеливающей базой понимают промышленно выпускаемый материал, содержащий диоксид титана и смешиваемый с базовой цветной эмалью (колорантом). Пк различных цветов, от пастельных до глубоких тонов, часто получают добавлением базовой цветной эмали к разбеливающей базе.

Для колориметрических измерений и теста на стираемость 0,75 г базовой цветной эмали добавляли к 18 г разбеливающей базы и встряхивали 3 мин в высокоскоростном шейкере (Harbil № 3300000). Колориметрические измерения проводили с помощью прибора Microflash® 200d [1].

Тест на стираемость пленки, состоящий из 50 циклов по 15 с, проводили на неразграфленной части диаграммной ленты Leneta™ Ренорас приблизительно через 30 с после нанесения 3 мл краски аппликатором. Под количеством ДА далее подразумевается его массовая доля по отношению к пигменту (например, для эмали, содержащей 10 г пигмента, 20% ДА означает 0,2 г ДА). Концентрация пигмента указана в % от общей массы состава.

Объектами исследования служили газовая сажа Raven 1200 (Columbian Chemicals), красный железоксидный пигмент R04097 Kroma

Red (Harcros Pigments), продукт Troysperse 90W и экспериментальный дисперсант – низкомолекулярные дисперсанты для водно-дисперсионных ЛКМ.

Использование ДА в оптимальных количествах, предотвращая оседание частиц пигмента, обеспечивает максимальное проявление цвета, а также минимизирует вязкость цветной эмали, что позволяет вводить в ЛКМ большее количество пигмента.

В предыдущих работах [1] для оптимизации количества ДА в пигментных концентратах рассматривалось использование шейкера, при этом вопрос оптимизации концентрации пигмента не был затронут.

Количество ДА и жидкой фазы в пигментных концентратах и базовых цветных эмалях оптимизировали путем определения «точки текучести» по Дэниелу (ДТТ) [2]. Для этого готовили несколько стандартных дисперсий (стандартов), содержащих различное количество ДА и жидкой фазы. Определение проводят, измельчая постоянное количество пигмента шпателем и добавляя один из стандартов до тех пор, пока вязкость смеси не изменится от пастообразной до жидкой. Точка, в которой происходит изменение вязкости, называется «точкой текучести» и определяется по графической зависимости объема стандартной дисперсии от ее концентрации.

Графическая кривая для определения ДТТ проходит через минимум (рис. 1), означающий оптимальные концентрацию и объем стандартной пигментной дисперсии. Метод ДТТ позволяет определить массу пигмента, концентрацию и объем стандартной дисперсии. Эти данные могут быть использованы для оптимизации массовых соотношений пигмента, ДА и жидкой фазы в пигментных концентратах.

Точка текучести определяется по графической зависимости количества ДА от концентрации пигмента. Все пигментные концентраты содержат одинаковое количество пигмента (например, 7,5 г). При обсуждении данного метода под термином «жидкая фаза» понимают любой растворитель, так как колоранты могут содержать вместо растворителя воду или низкомолекулярный полимер. При определении «точки текучести» используется качественное определение вязкости. Если пигментная паста имеет низкую вязкость (легко вытекает из пластиковой пипетки и капает с конца шпателя), пигмент хорошо диспергирован. В ином случае пигмент диспергирован плохо. Колориметрические измерения и тест на стираемость используют для подтверждения хорошего диспергирования пигмента.

**R.T. Miller,
W.L. Dechent,
P. Patel,
M. Akim**
Компания Troy

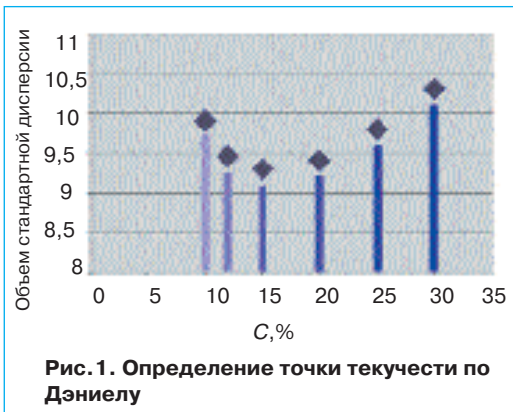


Рис. 1. Определение точки текучести по Дэниелу

Из предыдущих работ с использованием шейкера [1] следует, что в нем можно получать образцы, цвет которых не отличается от полученных в лабораторной бисерной мельнице; эти результаты воспроизводимы, а процесс получения образцов протекает существенно быстрее, чем при использовании бисерной мельницы.

В первой части эксперимента по определению «точки текучести» дисперсанта при постоянной концентрации пигмента повышают количество ДА до получения пигментных паст низкой вязкости. Колориметрическими измерениями подтверждают, что количество ДА оптимально. Все пигментные пасты низкой вязкости добавляют к белым базовым эмалям и определяют координаты цветности (L^* , a^* , b^*) полученных Пк. Наилучшими характеристиками цвета обладают Пк, полученные с использованием пигментных концентратов, содержащих оптимально продиспергированные пигменты [1].

Во второй части эксперимента при постоянном количестве ДА повышают концентрацию пигмента до получения пигментных паст высокой вязкости.

При постоянном количестве ДА повышение концентрации пигмента приводит к снижению количества жидкой фазы. Таким образом, вторая часть эксперимента оптимизирует (минимизирует) содержание жидкой фазы. В этом случае вследствие изменения концентрации пигмента колориметрические измерения не применяют. Тест на определение стираемости подтверждает хорошую степень диспергирования пигмента.

Оптимизация количества дисперсанта Troysperse 90W для пигментной пасты, содержащей газовую сажу

Для получения каждой пигментной пасты использовали водоразбавляемый ДА Troysperse 90W и постоянное количество пигмента – 7,5 г. В первой части эксперимента концентрацию пигмента сохраняли постоянной – 20%, количество ДА меняли от 10 до 50% с интервалом 5%. Применение ДА в количестве 10, 15 и 20% приводит к получению паст высокой вязкости, а концентрации ДА 25 – 50% позволяют получить пасты низкой вязкости.

Установлено, что оптимальное количество ДА составляет от 20 – 25%. Во второй серии измерений (21, 22, 23, 24% ДА)

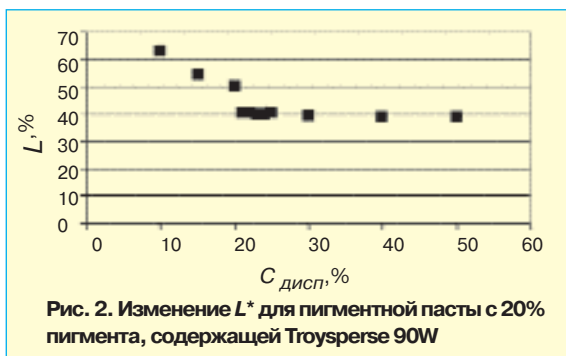


Рис. 2. Изменение L^* для пигментной пасты с 20% пигмента, содержащей Troysperse 90W

Пигментные пасты получают в лабораторном шейкере, в который загружают пигмент, ДА, жидкую фазу, стеклянный бисер и встряхивают в течение 12 мин с интервалами в 3 мин.

Координата цветности L^* может быть использована для сравнения

эффективности ДА для паст на основе газовой сажи с идентичными пигментными концентратами. Более низкие значения L^* свидетельствуют о лучшей степени диспергирования пигмента.

На рис. 2 видно значительное отличие L^* для Пк, содержащих 20 и 21% ДА. По результатам колориметрических измерений, вязкости и стираемости пленки установлено оптимальное количество ДА, равное 21% для паст с концентрацией пигмента 20%.

Оптимизация количества жидкой фазы для смеси дисперсанта Troysperse 90W с газовой сажей

Вторая часть эксперимента была проведена при постоянном количестве ДА, равном 21%, и уменьшении массы жидкой фазы, которую рассчитывали таким образом, чтобы концентрация пигмента оставалась целым числом.

Концентрацию пигмента повышали с 20 до 50% с интервалом 5%. «Точки течения» определяли для концентраций 25, 30, 35, 40%. Полученные материалы образовывали Пк с хорошим цветом и высокой стойкостью к стираемости. Высокая вязкость паст наблюдалась при концентрации пигмента 45 и 50%; кроме того, Пк на основе этих композиций имели менее интенсивную окраску и низкую стойкость к стираемости.

Колориметрические и вискозиметрические измерения показали, что для данной смеси максимальными являются концентрация пигмента 40% и количество дисперсанта 21%.

Оптимизация количества экспериментального дисперсанта для пигментной пасты, содержащей газовую сажу

Для получения пигментных паст использовали водоразбавляемый экспериментальный дисперсant (ЭД) и постоянное количество пигмента, равное 7,5 г. В первой части эксперимента концентрацию пигмента поддерживали равной 20%, а количество ЭД повышали с 10 до 35% с интервалом 5%. «Точку текучести» наблюдали для двух паст с количеством ЭД 30 и 35%. Изучая свойства паст более подробно в интервале концентраций ЭД 26–29%, установили, что все колоранты имели низкую вязкость при оптимальном количестве ЭД, равном 26%.

Колориметрические измерения Пк, содержащих ЭД и 20% пигмента, показали, что наилучший цвет достигается при концентрации ЭД 26–28%. Все образцы, содержащие более 27% ЭД, имеют высокую стойкость к стираемости.

Оптимизация количества жидкой фазы для смеси ЭД с газовой сажей

Колориметрическими измерениями установлено оптимальное содержание ЭД, равное 28%. Эту концентрацию ЭД поддерживали постоянной во второй части эксперимента, а концентрацию пигмента изменяли с 25 до 40% с интервалом 5%. Низкую вязкость и высокую стойкость к стираемости наблюдали для пигментных паст, содержащих 25, 30 и 35% пигмента. Высокой вязкостью и отсутствием стойкости к стираемости характеризовались пасты, содержащие 40% пигмента.

Измерение координат цветности и вязкости паст показало, что для этой композиции максимальными являются концентрации пигмента – 35%, ЭД – 28%.

Определение «точки текучести» по Дэниелу

ДТТ для газовой сажи определяли с помощью шпателя и стеклянного диска или ступки и пестика. В обоих случаях метод позволяет определить содержание жидкой фазы и ДА ниже минимального значения, полученного при помощи шейкера. При добавлении пигментной пасты к белой эмали

наблюдают слабую интенсивность цвета и низкую стойкость к стираемости.

Оптимизация количества дисперсанта Troysperse 90W для пигментной пасты, содержащей красный железоксидный пигмент

Для получения пасты использовали постоянное количество пигмента — 7,5 г. Вначале концентрацию пигмента поддерживали равной 40%, а количество ДА повышали от 0 до 10% с интервалом 1%. При указанных количествах ДА наблюдали низкую вязкость.

Для определения оптимального уровня ДА проводили колориметрические измерения (рис. 3). Координаты цветности a^* и b^* могут быть использованы для сравнения эффективности действия ДА в пастах с одинаковой концентрацией красного железоксидного пигмента. Повышение показателей a^* и b^* означает улучшение степени дисперсности пигмента: a^* соответствует увеличению насыщенности красного цвета, b^* — углублению желтого оттенка. Существенное повышение значений a^* и b^* наблюдается при содержании ДА 2%. Высокую прочность к стираемости наблюдают при содержании ДА 0 — 1%, от средней до слабой — при концентрации ДА 3 — 10%. Наилучшие результаты по этому показателю получены также при содержании ДА 2%.

Оптимизация количества жидкой фазы для смеси Troysperse 90W с красным железоксидным пигментом

На этом этапе исследования содержание ДА поддерживали равным 2%, концентрацию пигмента изменяли в пределах 45—60% с интервалом 5%. Пасты, содержащие 45% пигмента, имеют низкую вязкость и высокую стойкость к стираемости, а 50, 55 и 60% — высокую вязкость и низкую стойкость к стираемости.

Колориметрическими и вискозиметрическими измерениями установлена максимальная концентрация пигмента 45% при содержании ДА 2%.

Метод определения ДТТ позволяет установить для пигментных паст оптимальное содержание ДА и максимальное содержание пигмента. Однако некоторые области применения требуют испытаний на стабильность материала при долгосрочном хранении. Для этого проводят тестирование при 50°C в течение 1 мес. Дополнительные испытания показали, что при увеличении количества ДА и снижении концентрации пигмента можно достичь стабильности вязкости паст при долгосрочном хранении.

Метод определения «точки текучести» дисперсанта можно использовать для оценки максимального содержания пигмента, оптимальной концентрации ДА и минимального количества жидкой фазы в пигментных пастах. Пигментные концентраты используют для выбора одного из двух экспериментальных ДА, так как оба ДА обеспечивают оптимальный цвет и стираемость Пк при низких вязко-

стях пигментных паст, а также показывают высокую стабильность при выдержке при 50°C в течение 1 мес.

Оптимальная концентрация пигмента может быть определена при испытании 20 образцов. Меньшее количество образцов может быть испытано в том случае, если точность определения может составлять около 5%. Если требуется точность определения около 1%, необходимо испытать большее количество образцов. Применение лабораторного шейкера дает возможность сократить время испытаний по сравнению с бисерной мельницей почти в 5 раз.

Колориметрические измерения необходимо проводить для определения оптимального количества ДА перед установлением максимального содержания пигмента, а также для определения оптимальной концентрации пигмента в том случае, если паста, не содержащая ДА, имеет низкую вязкость.

Таким образом, в результате проведенного эксперимента показано, что традиционный дисперсант Troysperse 90W обеспечивает отличную диспергируемость газовой сажи и органических пигментов при низком расходе. Продукт Troysperse 90W может быть использован для различных труднодиспергируемых пигментов, таких, как газовая сажа и другие органические пигменты.

Печатается с сокращениями. Полный текст статьи на английском языке с подробным описанием применявшихся методов вы можете прочитать на интернет-сайте компании «Трой»: www.troycorp.com или получить по электронной почте, связавшись с компанией «Трой»: contact@troycorp.com.

ЛИТЕРАТУРА

1. Miller R. e.a ЛКМ. 2004. № 1—2. С. 82—86.
2. Patton T.C. Paint Flow and Pigment Dispersion, 2nd Ed. Wiley: New York, 1979.

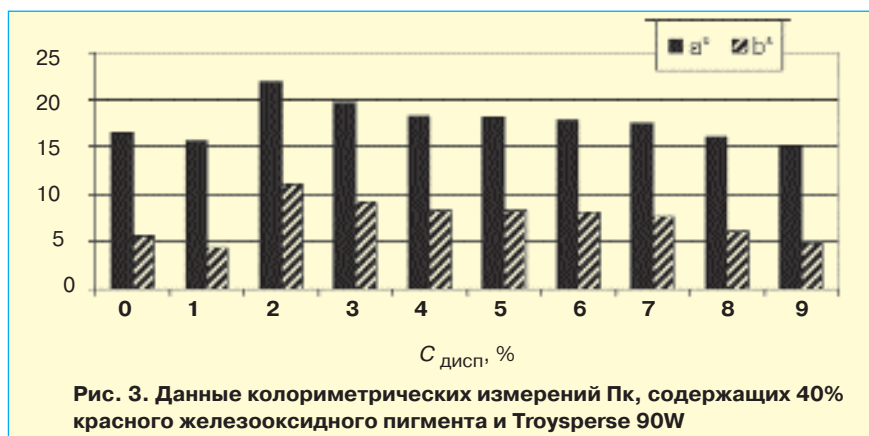


Рис. 3. Данные колориметрических измерений Пк, содержащих 40% красного железоксидного пигмента и Troysperse 90W