

На правах рукописи



ИНИН АНДРЕЙ ЕВГЕНЬЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА СОСТАВОВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ
ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ
МИНЕРАЛЬНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ**

Специальность 05.23.05 – Строительные материалы и изделия

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Пенза 2016

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарёва».

Научный руководитель:

доктор технических наук, доцент
Низина Татьяна Анатольевна

Официальные оппоненты:

Акулова Марина Владимировна,
доктор технических наук, профессор,
ФГБОУ ВО «Ивановский
государственный политехнический
университет», заведующий кафедрой
«Строительное материаловедение,
специальные технологии и
технологические комплексы»

Тарасов Роман Викторович,
кандидат технических наук, доцент,
ФГБОУ ВО «Пензенский
государственный университет
архитектуры и строительства», декан
технологического факультета

Ведущая организация:

Федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Томский государственный
архитектурно-строительный
университет»

Защита состоится 16 декабря 2016 года в 13–00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.184.01, созданного на базе Пензенского государственного университета архитектуры и строительства, по адресу: 440028, г. Пенза, ул. Германа Титова, 28, 1 корпус, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Пензенского государственного университета архитектуры и строительства и на сайте <http://dissovet.pguas.ru/index.php/contact-us/d-212-184-01/77-58-inin-andrey-evgenievich>.

Автореферат разослан 14 октября 2016 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Бакушев
Сергей Васильевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность избранной темы. Ограниченность запасов невозобновляемых природных топливно-энергетических ресурсов (нефть, природный газ, торф, уголь) отнесла проблемы их рационального использования к приоритетным направлениям развития науки, техники и технологий во всем мире. Для нашей страны этот вопрос стоит особенно остро, что обусловлено суровыми климатическими условиями, в которых находится большая часть страны. Россия, являясь одной из ведущих стран мира по запасам энергии, значительно уступает экономически развитым странам в вопросах рационального использования топливно-энергетических ресурсов. Так, по данным Министерства регионального развития РФ, средние затраты на отопление жилых зданий на всей территории России в 5-7 раз превышают затраты на отопление Германии и других стран ЕС.

Анализ мирового опыта проблемы рационального использования энергии показал, что сокращение потерь тепла при отоплении зданий достигается за счет повышения термического сопротивления ограждающих конструкций. Одним из путей повышения теплоизоляционных свойств ограждающих конструкций является разработка эффективных составов тонкослойных теплоизоляционных покрытий. К подобным материалам относятся появившиеся в последнее время на отечественном рынке новые теплоизоляционные покрытия (ТП), создаваемые с использованием полых микросфер на основе различных видов полимерных связующих.

Как правило, для повышения теплоизоляционных характеристик покрытий на основе полимерных связующих производители и разработчики составов в качестве наполнителей используют исключительно полые стеклянные или керамические микросферы, содержание которых, согласно литературным источникам, достигает 80% от общего объема. Основным недостатком наиболее хорошо зарекомендовавших себя покрытий (Изоллат, Корунд, RE-THERM, Броня, Теплос-Топ) является высокая цена, существенно зависящая от стоимости используемых микросфер. Стремление снизить цену лишь за счет использования микросфер более низкого качества приводит к существенному снижению эксплуатационных показателей. Решение данной проблемы возможно за счет формирования оптимальной структуры тонкослойных теплоизоляционных покрытий с учетом замены части полых микросфер тонкодисперсными минеральными наполнителями.

Работа выполнялась в рамках фундаментальной НИР №53/10-12 «Исследование процессов формирования наноструктуры теплоизоляционных материалов на основе минеральных частиц».

Степень разработанности темы исследования. При выполнении диссертационной работы был проведен литературный научно-технический обзор по: технологии получения и режимам оптимизации составов энергосберегающих покрытий, лакокрасочных составов на основе акриловых связующих; видам

микросфер и тонкодисперсных минеральных наполнителей, используемых в составах теплоизоляционных покрытий. Теоретическими основами работы стали исследования отечественных и зарубежных ученых: М.В. Акуловой, Е.А. Бирюзовой, В.В. Бухмирова, В.В. Верховланцева, Р. М. Гарипова, Г.Н. Дульнева, В.И. Логаниной, Е.Е. Казаковой, М.Л. Лившица, В.В. Новикова, Д.В. Орешкина, В.А. Рыженкова, В.П. Селяева, С.В. Федосова, Ю.Х. Хабибулина, А.Ф. Чудновского и др.

В работах, выполненных ранее, обоснована возможность использования тонкодисперсных минеральных наполнителей для получения теплоизоляционных материалов (вакуумированных панелей, ячеистых бетонов, теплоизоляционных растворов и т.д.), а также полых стеклянных или керамических микросфер в качестве наполнителя с низким значением коэффициента теплопроводности. Однако вопросы возможности применения в составах теплоизоляционных покрытий на основе полимерных связующих и полых микросфер высокодисперсных минеральных порошков, обладающих низкой плотностью, с целью снижения себестоимости продукции без ухудшения эксплуатационных свойств изучены недостаточно полно. Таким образом, разработка и оптимизация составов теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей, а также технологии их получения является актуальной задачей строительного материаловедения.

Целью диссертационной работы является разработка технологии получения и оптимизации составов теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных наполнителей, обладающих высокими теплоизоляционными характеристиками. Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **задачи**:

1. Обосновать целесообразность использования минеральных наполнителей, позволяющих решать комплекс технологических задач и получать покрытия с необходимыми теплоизоляционными характеристиками.

2. Исследовать и оптимизировать составы полимерных связующих, наполненных белой сажей и диатомитом Атемарского месторождения, для теплоизоляционных покрытий.

3. Исследовать эффективность влияния высокотемпературного обжига диатомита на теплоизоляционные характеристики покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей.

4. Разработать и оптимизировать составы теплоизоляционных покрытий на основе наполненных тонкодисперсными минеральными порошками полимерных связующих с позиции обеспечения комплекса требуемых свойств и технологических особенностей при введении полых микросфер.

5. Провести опытно-промышленное апробирование разработанных составов теплоизоляционных покрытий; разработать нормативную документацию на

производство составов теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей и рекомендации по их использованию.

Научная новизна работы состоит в следующем:

Теоретически обоснована и экспериментально подтверждена возможность использования тонкодисперсных минеральных порошков (диатомита и белой сажи) в качестве наполнителей полимерных связующих при производстве составов теплоизоляционных покрытий. Показано, что роль минеральных наполнителей заключается в формировании более пористой структуры наполненного полимерного связующего, что позволяет снизить теплопотери. Оптимизация структуры материала как на уровне наполненного связующего, так и на уровне покрытия позволяет получить составы с требуемым комплексом теплоизоляционных и адгезионных характеристик.

Выявлены закономерности влияния рецептурных факторов на основные технологические и эксплуатационные характеристики теплоизоляционных покрытий. Методами математического планирования установлены зависимости физико-механических свойств теплоизоляционных покрытий от вида и содержания акриловой дисперсии, тонкодисперсных наполнителей и полых микросфер.

Выявлено, что предварительная высокотемпературная обработка порошка природного диатомита позволяет получать теплоизоляционные покрытия с улучшенными теплоизоляционными характеристиками. За счет использования в составах теплоизоляционных покрытий обожженного диатомита получена возможность применения более устойчивых к раздавливанию микросфер марки K20 (3M Glass Bubbles), что позволило повысить технологичность при изготовлении и нанесении теплоизоляционных покрытий.

Теоретическая и практическая значимость работы.

Разработана технология получения теплоизоляционных покрытий оптимальной структуры на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей и полых стеклянных микросфер, обладающих следующими характеристиками: коэффициент теплопроводности $0,038 \div 0,051 \text{ Вт/(м} \times \text{К)}$, плотность в сухом состоянии $294 \div 388 \text{ кг/м}^3$, адгезионная прочность к бетонным основаниям $1,012 \div 1,215 \text{ МПа}$, к стали – 1 балл, паропроницаемость $0,029 \div 0,039 \text{ мг/(м} \times \text{ч} \times \text{Па)}$, укрывистость (при однослойном нанесении) $350 \div 400 \text{ г/м}^2$.

Новизна разработок подтверждена патентом Российской Федерации на изобретение № 2472835 «Теплоизоляционная краска-покрытие» от 20.01.2014 г.

Методология и методы диссертационного исследования. Теоретической и методологической основой диссертационного исследования послужили результаты фундаментальных и прикладных исследований отечественных и зарубежных ученых в области энергосберегающих покрытий, тонкодисперсных минеральных наполнителей и лакокрасочных составов на основе акриловых дисперсий. Методическую основу диссертационной работы составляют физико-

химические и физико-механические методы испытаний, статистические методы обработки, анализа и оптимизации результатов экспериментальных исследований.

Проведение экспериментальных исследований осуществлялось с применением действующих ГОСТ и современных аналитических способов изучения свойств тонкопленочных теплоизоляционных покрытий. При изучении характеристик теплоизоляционных покрытий применялись методы испытаний, регламентированные нормативными документами, а также приборы и оборудование, прошедшие поверку и удовлетворяющие требованиям действующих стандартов. Оптимизация составов проводилась с помощью многокритериального анализа экспериментально-статистических моделей, полученных по результатам статистической обработки экспериментальных данных.

Положения, выносимые на защиту:

- теоретическое обоснование и экспериментальное подтверждение возможности получения теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей с требуемым комплексом технологических и эксплуатационных характеристик;
- результаты экспериментальных исследований влияния рецептурных факторов на физико-механические показатели тонкопленочных теплоизоляционных покрытий;
- анализ влияния предварительной высокотемпературной обработки природного диатомита на повышение теплоизоляционных характеристик теплоизоляционных покрытий;
- рациональные составы и технология производства тонкопленочных энергосберегающих покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей с высокими теплоизоляционными характеристиками.

Достоверность полученных результатов и выводов по работе обеспечивается сходимостью большого числа экспериментальных данных, полученных с применением сертифицированного и поверенного научно-исследовательского оборудования; проведением экспериментальных исследований с достаточной воспроизводимостью; сходимостью теоретических решений с экспериментальными данными, их непротиворечивостью известным закономерностям. Выводы и рекомендации работы получили положительную апробацию и внедрение в строительной практике.

Апробация результатов исследований.

Апробация полученных результатов в промышленных условиях осуществлялась в ООО «Инжиниринговая конструкторская компания» (г. Саранск).

Теоретические положения диссертационной работы, а также результаты экспериментальных исследований используются в учебном вопросе при подготовке бакалавров и магистров по направлению 270800 «Строительство» по

профилям «Промышленное и гражданское строительство» и «Городское строительство и хозяйство».

Основные результаты, полученные в ходе диссертационного исследования, докладывались и обсуждались на международных и всероссийских научно-технических конференциях: «Актуальные вопросы строительства» (г. Саранск, 2013); «Актуальные проблемы строительства и строительной индустрии» (г. Тула, 2013); «Разработка эффективных авиационных, промышленных, электротехнических и строительных материалов и исследование их долговечности в условиях воздействия различных эксплуатационных факторов» (г. Саранск, 2013); «Теория и практика повышения эффективности строительных материалов» (г. Пенза, 2014); «Ресурсо- и энергоэффективные технологии в строительном комплексе региона» (г. Саратов, 2014); «Актуальные вопросы архитектуры и строительства» (г. Саранск, 2015-2016); «Теория и практика повышения эффективности строительных материалов» (г. Пенза, 2015); «Долговечность строительных материалов, изделий и конструкций» (г. Саранск, 2014); XIV Республиканской научно-практической конференции «Наука и инновации в Республике Мордовия» (г. Саранск, 2015).

Личный вклад автора состоит в разработке составов теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных наполнителей. Автором самостоятельно получены и интерпретированы результаты исследования.

Публикации. Основные результаты диссертационной работы представлены в 15 научных публикациях, в том числе в 4 статьях, опубликованных в российских рецензируемых научных журналах согласно перечню ВАК МОиН РФ. Получен патент на изобретение РФ.

Структура и объем работы. Диссертационная работа изложена на 170 страницах текста, состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы из 171 наименования и 2 приложений, содержит 50 рисунков и 28 таблиц.

Автор выражает глубокую благодарность академику РААСН, доктору технических наук, профессору Владимиру Павловичу Селяеву и кандидату физико-математических наук, доценту Вячеславу Александровичу Неверову за оказанную помощь и научные консультации при выполнении диссертационной работы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Вопросы энергосбережения в строительстве с каждым годом приобретают все большую актуальность в связи постоянным повышением их стоимости. Для нашей страны актуальность этой проблемы так же обусловлена низкой среднегодовой температурой окружающей среды ($-5,5$ °С) и длительным отопительным сезоном (для ряда регионов этот показатель превышает 200 дней, а в некоторых регионах отопление зданий и сооружений осуществляется

постоянно). В связи с все возрастающим темпом современного строительства, требующего новых идей, разработок и технологий, а также увеличением тарифов на энергоресурсы, теплоизоляционные покрытия приобретают все большую актуальность. Нехватка эффективных теплоизоляционных материалов приводит к высоким потерям тепловых ресурсов: на потребление систем теплоснабжения только гражданских зданий приходится 30 % всего добываемого в стране топлива; при этом тепловые потери достигают 60 ÷ 70 %; через стены жилых помещений теряется до 45 %, через чердаки и полы – до 22 %, через оконные и дверные проемы – до 33 % тепловой энергии. Потери тепла при транспортировке через системы теплоснабжения достигают 20 % от общего расхода на теплоснабжение, поэтому сокращение тепловых потерь за счет применения энергоэффективных материалов и технологий является важным направлением развития строительной отрасли.

В ходе выполнения диссертационной работы была подтверждена возможность создания теплоизоляционных покрытий на основе наполненных акриловых связующих, содержащих в своем составе тонкодисперсные наполнители – диатомит и белую сажу. Выбор в пользу данных минеральных наполнителей был обусловлен их высокими теплоизоляционными характеристиками, а также наличием месторождений диатомита во многих регионах России, в частности на территории республики Мордовия. Химический состав используемых минеральных наполнителей приведен в таблице 1. Насыпная плотность порошков диатомита Атемарского месторождения (республика Мордовия) 280 кг/м³, белой сажи БС-100 – 138 кг/м³; размер частиц – 2÷160 и 23÷34 мкм, соответственно.

Таблица 1 – Химический состав минеральных наполнителей

Оксиды, %	Si ₂ O	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	K ₂ O	CaO	MgO	SO ₃	P ₂ O ₅	Na ₂ O	MnO
Диатомит	87,23	3,41	5,15	0,32	1,21	1,75	0,73	0,03	0,06	-	
Белая сажа	96,47	0,19	0,62	-	-	0,54	0,15	0,12	-	0,74	0,18

При производстве теплоизоляционных покрытий многие производители, стремясь достигнуть максимально низких значений теплопроводности, в качестве наполнителей используют исключительно полые стеклянные или керамические микросферы, содержание которых может достигать 80 % от общего объема. При этом роль связующего в целях дополнительного снижения теплопроводности составов практически не учитывается. По нашему мнению, при разработке теплоизоляционных покрытий необходимо уделять особое внимание оптимизации составов наполненных минеральными порошками связующих не только по прочностным и адгезионным характеристикам, но и по их теплопроводности. На основе проведенных исследований и многокритериальной оптимизации доказано, что минеральные наполнители на основе диоксида кремния являются перспективными компонентами составов теплоизоляционных покрытий.

В ходе экспериментальных исследований использовались акриловые дисперсии «Акрэмос-101» и «Эколат-2014», представляющие собой дисперсии сополимера стирола и акриловых мономеров. Данные дисперсии хорошо совмещаются с добавками и наполнителями, обладают высокой светостойкостью, стойкостью к старению и действию щелочной среды, являются экологически чистыми, быстро сохнут, не имеют неприятного запаха, имеют длительный срок службы, пожаро- и взрывобезопасны.

В качестве целевых добавок в работе использовались: акриловый загуститель «Акрмос-401», полифосфат натрия, диоксид титана, диэтиленгликоль, уайт-спирит, биоцид «Гидол».

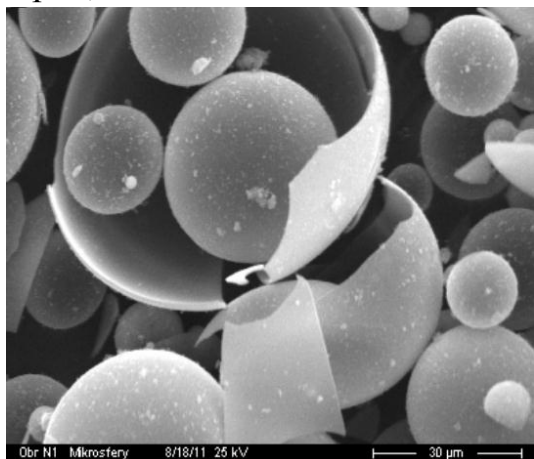


Рисунок 1 – Полые стеклянные микросферы марки K203M™

В работе для изготовления составов теплоизоляционных покрытий использовались микросферы марок K15 и K20 производства компании 3M Glass Bubbles (рисунок 1, таблица 2). Выбор данных микросфер обусловлен сочетанием низкой теплопроводности и плотности. Сферическая форма позволяет частицам легко перемещаться друг относительно друга и, как следствие, увеличивать текучесть смеси.

Таблица 2 – Основные характеристики полых стеклянных микросфер 3M™ Glass Bubbles

Марка	Устойчивость к раздавливанию 90% неповрежденных, МПа (бар)	Плотность, г/см ³	Средний диаметр, мкм	Толщина стенки, мкм	Отношение V _{внутр.} / V _{общ.}	Теплопроводность, Вт/(м×К)
K15	2,1 (21)	0,15	65	0,6	0,95	0,051
K20	3,4 (34)	0,2	60	0,88	0,92	0,065

Перед началом экспериментальных исследований был проведен анализ существующих методов оценки теплопроводности тонкослойных покрытий на основе полимерных связующих, а также определено влияние числа слоев и толщины покрытий на значения коэффициента теплопроводности и теплового сопротивления промышленно-выпускаемых покрытий. На основе проведенных исследований было принято решение об использовании прибора «ИТС-1», позволяющего оценивать теплоизоляционные показатели с помощью метода стационарного теплового потока в соответствии с ГОСТ 7076-99. Установлено, что для получения наиболее стабильных показателей теплопроводности целесообразно проведение исследований покрытий толщиной 3÷6 мм.

Для разработки составов наполненных акриловых связующих и теплоизоляционных покрытий на их основе использовался ортогональный план второго порядка. Варьируемыми факторами служили: акриловая дисперсия (X_1); диатомит (X_2) и белая сажа (X_3). Содержание специализированных видов добавок и загустителя принималось постоянным по отношению к связующему для всех составов. Уровни варьирования переменных приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Уровни варьирования переменных факторов

Исследуемые факторы			Уровни варьирования		
Обозначение	Наименование	единицы измерения	-1	0	+1
x_1	акриловая дисперсия	% от массы связующего	16	20	24
x_2	диатомит	% от массы связующего	5	10	15
x_3	белая сажа	% от массы связующего	2	5	8

После обработки экспериментальных данных с помощью метода наименьших квадратов получены коэффициенты полиномиального уравнения

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{112}x_1^2x_2 + b_{122}x_1x_2^2 + b_{113}x_1^2x_3 \quad (1)$$

для теплопроводности, плотности наполненных связующих в жидком и сухом состоянии и проведен их анализ.

Установлено, что наилучшими теплоизоляционными характеристиками при 24 %-м содержании в составе наполненных связующих акриловой дисперсии обладают композиты с максимальным содержанием минеральных наполнителей, составляющем, соответственно, 8 % белой сажи и 15 % диатомита. При снижении доли акриловой дисперсии до 20 % наблюдается смещение зоны оптимума в область, содержащую от 9 до 13 % диатомита; доля белой сажи в составе наполненных связующих при этом не меняется и составляет 8 %. Количество вводимых микросфер в составы теплоизоляционных покрытий варьировалось с учетом достижения требуемой вязкости смеси для получения составов с одинаковой подвижностью. Количество вводимых микросфер марки K15 3M™ Glass Bubbles в зависимости от состава наполненного связующего варьировалось от 5 до 12 % от массы.

При обработке результатов экспериментальных исследований были отброшены 3 состава (№ 6, 8 и 9) из 15 исследованных, так как полученные покрытия на их основе обладали повышенной усадкой с тенденцией к формированию мелких трещин. С учетом уменьшения числа экспериментальных значений для получения математической модели была произведена корректировка стандартного полинома, принявшего следующий вид:

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{122}x_1x_2^2 + b_{133}x_1x_3^2 \quad (2)$$

где x_1, x_2, x_3 – содержание, соответственно, акриловой дисперсии «Акрэмос-101», диатомита и белой сажи в составе ТП.

Анализ графических зависимостей плотности и теплопроводности (рисунок 2) показал, что получены составы, покрытия на основе которых обладают коэффициентом теплопроводности $0,05 \div 0,06$ Вт/(м×К) и плотностью в сухом состоянии – $0,2 \div 0,4$ г/см³, что не уступает промышленно-выпускаемому аналогу «Изоллат-02». Наилучшими теплоизоляционными характеристиками при 16 %-м содержании в составе покрытий акриловой дисперсии обладают композиты с содержанием диатомита от 12 до 15 % и белой сажи от 5,6 до 8 % от массы связующего (рисунок 3). При увеличении доли акриловой дисперсии до 20 % наблюдается смещение зоны оптимума в область, содержащую от 2,6 до 8 % белой сажи, оптимальная доля диатомита в составе наполненных связующих при этом не меняется и составляет 11÷15 %.

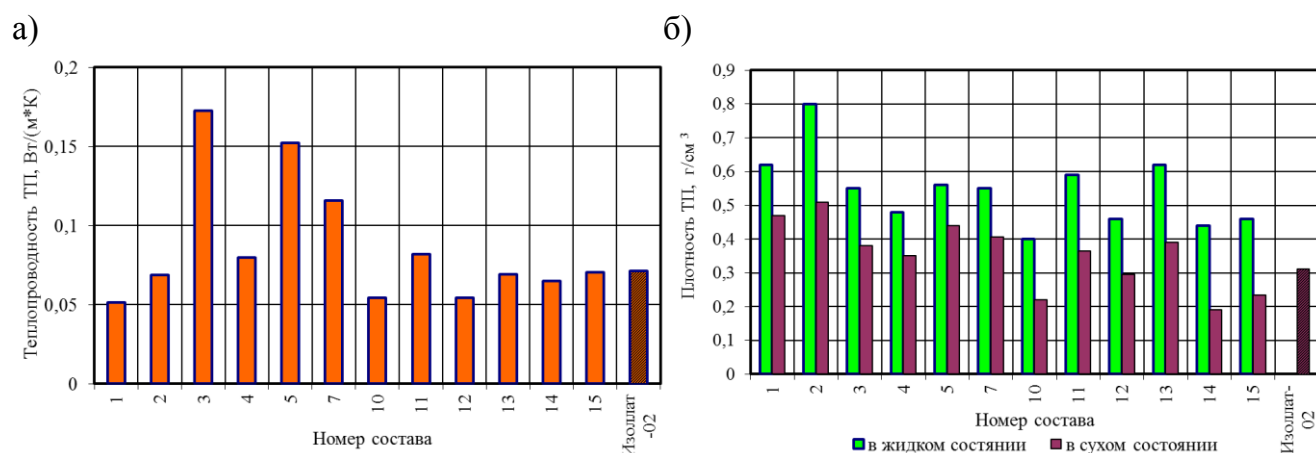


Рисунок 2 – Теплопроводность (а) и плотность (б) теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей

Для определения оптимальных составов теплоизоляционных покрытий с наилучшими характеристиками применялся метод экспериментально-статистического моделирования, представляющий собой совокупность алгоритмов, связывающих математическое планирование эксперимента, регрессионный анализ и другие средства прикладной статистики с подробным анализом полученных моделей. Расчет объема допустимой области производился в среде Microsoft Excel. Для этого генерировалось более 17000 равномерно-распределенных точек (составов) в варьируемых диапазонах, проводился расчет предсказанных значений критериев оптимизации, сортировка и подсчет количества величин, удовлетворяющих заданным условиям. В качестве критериев оптимизации приняты: $\lambda \leq 0,07$ Вт/(м×К); $\rho_{\text{сух.}} \leq 0,4$ г/см³; $\sigma_{\text{адг.}} \geq 1$ МПа.

а)



б)

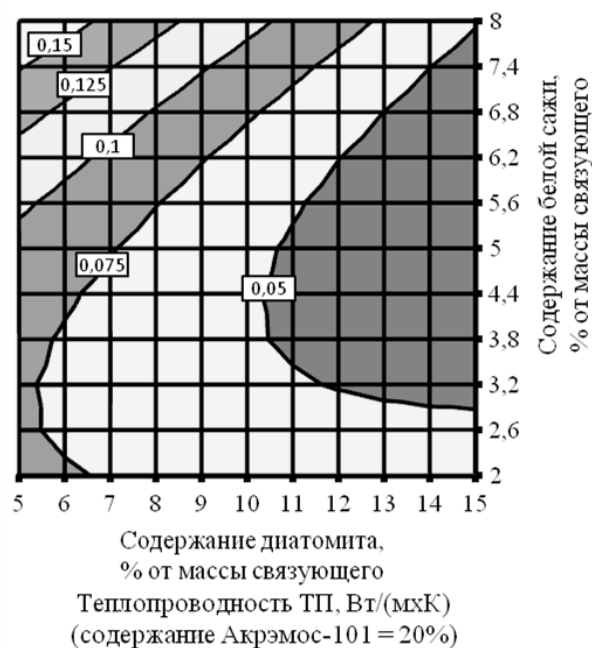


Рисунок 3 – Изолинии изменения теплопроводности ТП в зависимости от содержания диатомита, белой сажи и акриловой дисперсии: а – 16 %; б – 20 %

Учитывая, что введение микросфер в состав наполненных связующих осуществлялось до достижения требуемой подвижности смеси, то для получения математической модели, учитывающей также расход микросфер, в нее был введен 4 варьируемый фактор. Корректировка матрицы планирования осуществлялась с учетом суммарного содержания компонентов смеси (наполненное связующее + микросферы) 100 %. С учетом введения нового варьируемого фактора полиномиальное уравнение приняло следующий вид:

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{14}x_1x_4 + b_{23}x_2x_3 + b_{24}x_2x_4 + b_{34}x_3x_4, \quad (3)$$

где x_1, x_2, x_3, x_4 – содержание, соответственно, акриловой дисперсии «Акрэмос-101», диатомита, белой сажи и микросфер марки К15 3М™.

Анализ изменения кривой распределения и объема допустимых решений, определяемого как отношение числа модельных составов, отвечающих предъявляемым требованиям, к общему числу составов, показал, что 35,6% модельных составов соответствуют предъявляемым требованиям по теплопроводности ($\leq 0,07$ Вт/(м×К)), 62 % – по плотности в сухом состоянии ($\leq 0,4$ г/см³) и 36,2 % – по адгезионной прочности к бетонному основанию (≥ 1 МПа). Для определения оптимальных значений составов теплоизоляционных покрытий был проведен анализ области компромиссных решений по каждому фактору в отдельности, а также многокритериальная оптимизация на основе метода скаляризации, результаты которой представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Характеристики компромиссных составов теплоизоляционных покрытий

Уровни частных критериев качества	Критерии качества			Варьируемые факторы, % от массы ТП			
	λ , Вт/(м×К)	ρ , г/см ³	$\sigma_{адг.}$ МПа	Акриловая дисперсия (x_1)	Диатомит (x_2)	Белая сажа (x_3)	Микросферы K15(x_4)
λ_{min} , Вт/(м×К)	0,045	0,385	1,007	16	4,8	5,0	11,5
ρ_{min} , г/см ³	0,067	0,364	1,024	18	4,0	2,6	10,5
$\sigma_{адг. max}$, МПа	0,069	0,383	1,153	17	4,8	5,8	11
<u>Требуемые показатели</u>	0,07	0,4	1,0				

Оптимизация составов теплоизоляционных покрытий позволила снизить их теплопроводность до 0,045 Вт/(м×К), что на 37 % ниже, чем для покрытий на основе теплоизоляции «Изоллат-02», а также улучшить требуемые показатели по плотности и адгезионной прочности, соответственно, на 9 и 15 %. Из анализа кривых распределения компромиссных составов в зависимости от содержания варьируемых факторов выявлено (рисунок 4), что наиболее оптимальное содержание акриловой дисперсии «Акрэмос-101» составляет от 16 до 18 %, диатомита – 4÷5 % от массы ТП. Наиболее высокая частота получения компромиссных составов в зависимости от концентрации белой сажи зафиксирована в интервале от 4,5 до 5,8 %; полых микросфер марки K15 – 10÷11,5 % от массы ТП. В результате сокращения объема факторной области в 640 раз удалось найти ряд составов теплоизоляционных покрытий на основе наполненных тонкодисперсными минеральными наполнителями (диатомит и белая сажа) связующих, не уступающих по своим характеристикам промышленно-выпускаемым композитам.

Известно, что природная влажность диатомитов может достигать 60 %, а его водопоглощение доходит до 140 %. Влажные материалы проводят тепло лучше, чем сухие, так как теплопроводность воды примерно в 25 раз выше теплопроводности воздуха. Поэтому, с целью снижения коэффициента теплопроводности покрытий было предложено использовать при его производстве диатомит, обожженный в печи при температуре 550 °С в течение 5 часов. Предварительная термообработка диатомита освобождает адсорбционное пространство от воды, а воздействие высоких температур (500–700 °С) позволяет удалить структурную воду. При этом снижаются адсорбционные свойства диатомита в связи со снижением степени гидратации его поверхности.

Для выявления эффективности предварительного обжига диатомита был разработан план экспериментального исследования, варьируемыми параметрами в котором являлись: диатомиты необожженный (X_1) и обожженный (X_2); белая сажа (X_3), вид («Акрэмос-101» или «Эколат-2014») акриловой дисперсии (X_4) и доля микросфер (X_5). Уровни варьирования факторов представлены в таблице 5.

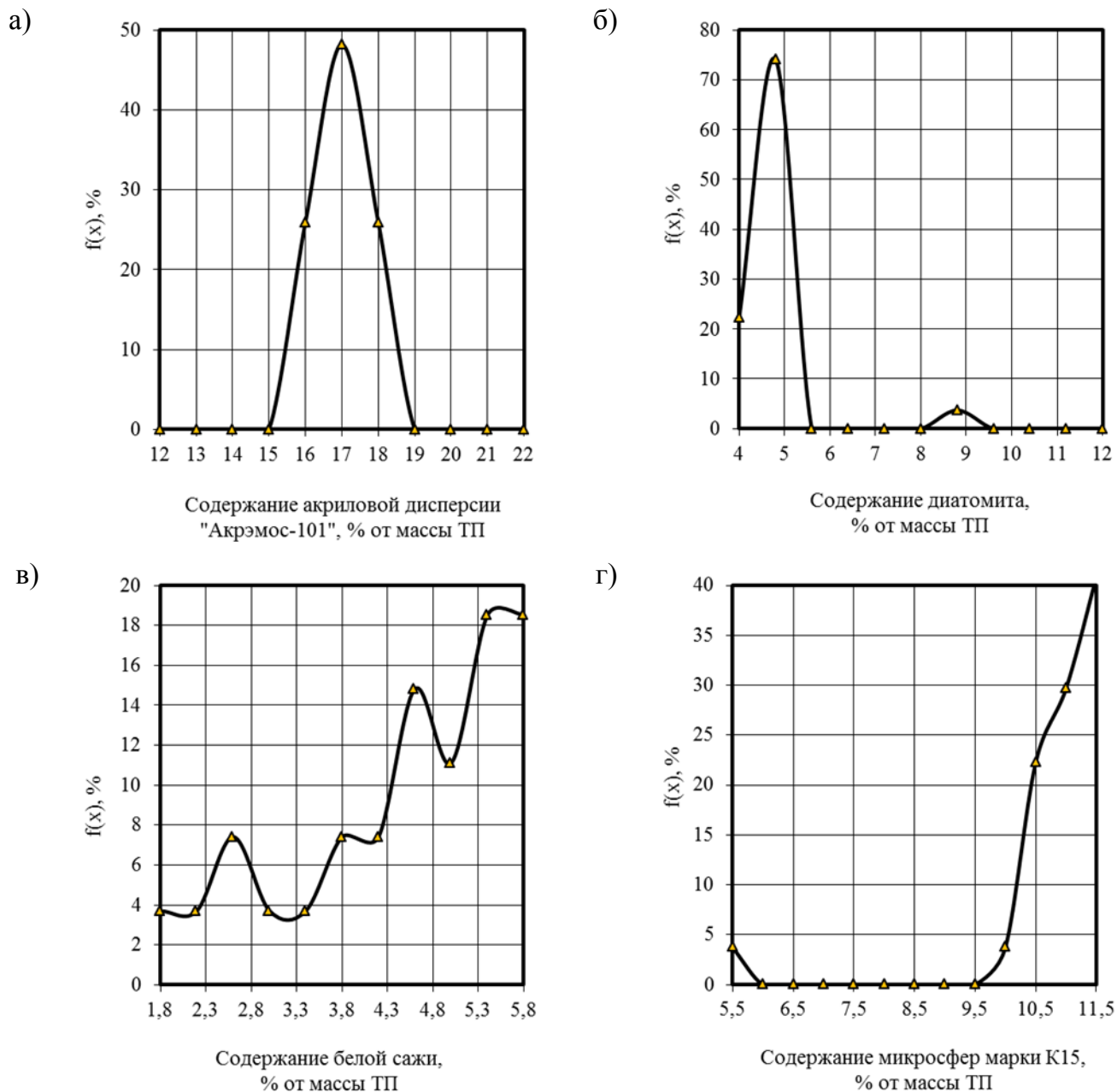


Рисунок 4 – Кривые распределения компромиссных составов теплоизоляционных покрытий в зависимости от содержания варьируемых факторов

Таблица 5 – Уровни варьирования переменных факторов

Исследуемые факторы			Уровни варьирования		
Обозначение	Наименование	Ед. измерения	-1	0	+1
x_1	Диатомит необожженный	% от массы ТП	0	5	10
x_2	Диатомит обожженный	% от массы ТП	0	5	10
x_3	Белая сажа	% от массы ТП	0	2,5	5
x_4	Вид акриловой дисперсии	-	Акрэмос-101	-	Эколат-2014
x_5	Стеклоферы К20	% от массы ТП	12,5	15	17,5

Для повышения технологичности при изготовлении и нанесении покрытий было принято решение заменить микросферы K15 на более прочные микросферы марки K20 той же компании с устойчивостью к раздавливанию 34 бар (3,4 МПа). Расход стеклянных микросфер в зависимости от состава варьировался в достаточно широком интервале – от 2,5 до 20 % по массе. Дальнейшее повышение доли микросфер приводило к существенному загущению систем, что не позволило получить составы требуемой вязкости. Влияние варьируемых параметров на теплопроводность ТП аппроксимируется следующим уравнением:

$$\lambda = 0.06583 - 0.01297x_1 - 0.00684x_2 - 0.00813x_3 + 0.00197x_4 - 0.01033x_5 + 0,00198x_1^2 + 0.0336x_2^2 - 0.03601x_5^2 . \quad (4)$$

Установлено (рисунок 5), что при использовании в составах теплоизоляционных покрытий обожженного диатомита наилучшими теплоизоляционными характеристиками обладают композиты с содержанием: 5 % белой сажи и 4,5÷6,5 % диатомита. В случае использования необожженного диатомита наиболее оптимальные значения по теплопроводности (ниже 0,07 Вт/(м×К)) зафиксированы для составов, содержащих 7÷10 % диатомита и 3÷5 % белой сажи. Со снижением в составе теплоизоляционных покрытий минеральных добавок наблюдается существенное повышение коэффициента теплопроводности. Для составов теплоизоляционных покрытий на основе акриловой дисперсии «Эколат-2014» были получены значения теплопроводности, близкие к значениям для составов с «Акрэмос-101» как для необожженного, так и для обожженного диатомита, что свидетельствует о незначительном влиянии вида акриловой дисперсии на теплоизоляционные свойства покрытий при прочих равных составляющих смесей.

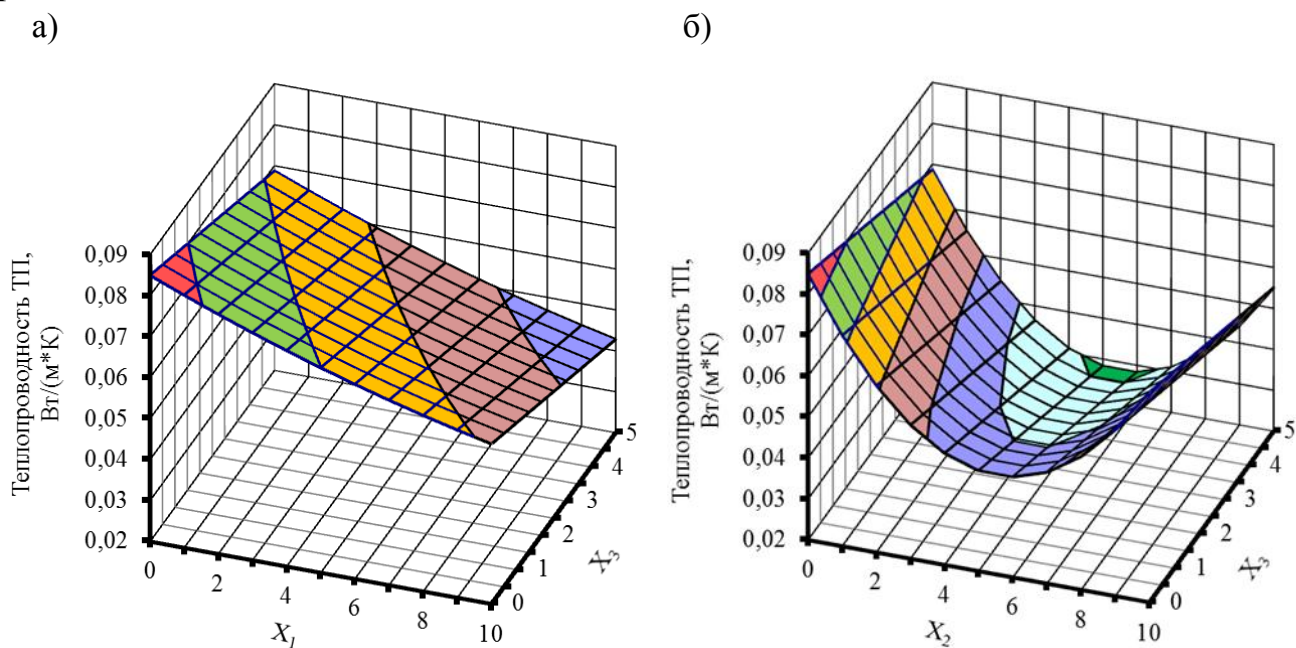


Рисунок 5 – Изменение коэффициента теплопроводности ТП в зависимости от вида (а – необожженный (x_1); б – обожженный (x_2)) и содержания диатомита и белой сажи (x_3) (акриловое связующее «Акрэмос-101»; содержание микросфер марки K20 3М™ 17,5% от массы ТП)

Для изучения эффективности применения в составах теплоизоляционных покрытий обожженного диатомита был проведен анализ графических зависимостей (рисунок 6), показавший, что покрытия с обожженным диатомитом на основе акриловой дисперсии «Акрэмос-101» при прочих равных условиях обладают в 1,9 раз меньшей теплопроводностью, чем составы с обычным диатомитом; составы на основе «Эколат-2014» – в 2 раза (для наиболее оптимальных составов). Количество диатомита и белой сажи при этом составляет, соответственно, 4÷6 % и 4÷5 % для составов с «Акрэмос-101», и 3,5÷6,5 % диатомита и 2,8÷5 % белой сажи для составов с «Эколат-2014».

Из анализа полученных результатов следует, что предварительная высокотемпературная обработка порошка природного диатомита позволяет улучшить теплофизические характеристики теплоизоляционных покрытий. Замена обычного диатомита обожженным позволяет получать покрытия с более низким коэффициентом теплопроводности, что является одним из основных показателей. За счет использования в составах теплоизоляционных покрытий обожженного диатомита появляется возможность применения более устойчивых к раздавливанию микросфер марки K20 (3M GlassBubbles), повысив тем самым технологичность при изготовлении составов и нанесении теплоизоляционных покрытий.

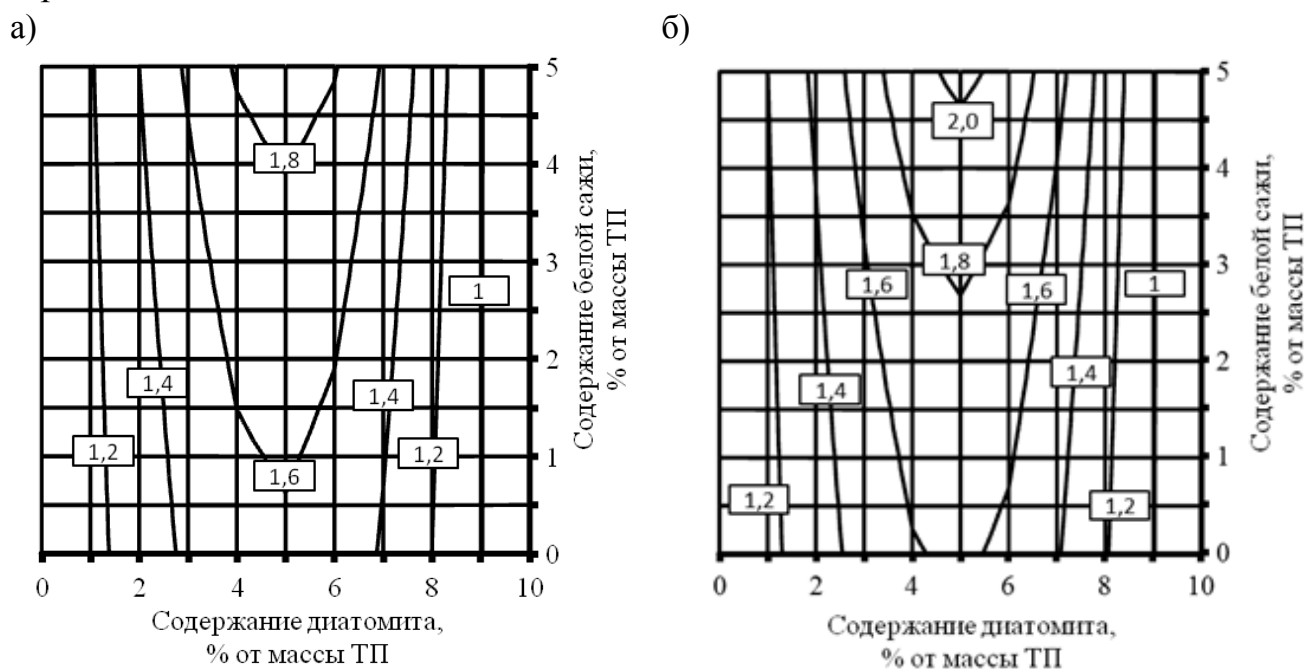


Рисунок 6 – Изменение относительной теплопроводности (необожженный диатомит к обожженному) ТП в зависимости от соотношения минеральных добавок и вида акрилового связующего (а – «Акрэмос-101»; б – «Эколат-2014») при содержании микросфер марки K20 3M™ 17,5 % от массы ТП

Учитывая, что связующее вещество не оказывает значительного влияния на коэффициент теплопроводности разрабатываемых покрытий, а также отсутствие существенных различий в эластичности покрытий на основе «Акрэмос-101» и

«Эколат-2014», что в первую очередь связано с высокой степенью наполнения композитов минеральными порошками и микросферами, в дальнейшей работе использовалась более дешевая акриловая дисперсия «Акрэмос-101».

На основании результатов исследований была разработана технологическая схема изготовления составов теплоизоляционных покрытий (рисунок 7), включающая четыре основные операции: приготовление полуфабриката (водного раствора вспомогательных добавок и пигментов); диспергирование в полуфабрикate минеральных наполнителей; смешение пигментной пасты с пленкообразующей дисперсией и ввод микросфер.

В диспергирующий реактор (1) загружают рецептурное количество воды и при нагревании до 40–60 °С добавляют полифосфат натрия и перемешивают мешалкой до полного его растворения. Затем при малых оборотах (60–120 об/мин) вводят последовательно коалесцирующую, биоцидную добавки, пигмент и другие виды целевых добавок (при необходимости) и производят гомогенизацию смеси. Далее с помощью вакуумного насоса (4) полуфабрикат подается в диссольвер (7), в который из бункера (6), снабженного весовыми дозаторами, загружают минеральные наполнители. Диатомит, поступающий с карьера, перед введением в полуфабрикат предварительно дробят и удаляют каменистые включения; затем высушивают до влажности 5–10 % (карьерная влажность диатомита может достигать 60 % и более), измельчают и, при необходимости, обжигают при температуре 550 °С в течение 5 часов. Перемешивание минеральных наполнителей в полуфабрикate производят до получения однородной массы.

Далее полученная водная пигментная паста подается в диссольвер (9) для смешивания с акриловой дисперсией и загустителем (при необходимости), которые подаются из эмульсионных баков (2) насосом через сетчатый фильтр (5). Затем в низкоскоростной диссольвер вводят микросферы из бункера (8) и перемешивают до получения однородной массы. Готовое покрытие, соответствующее требованиям стандарта, из смесительного модуля, направляют в модуль упаковки и выдачи, где предусматривается его дозирование и разлив в тару.

Разработанные составы теплоизоляционных покрытий и их основные физико-механические характеристики приведены в таблицах 6, 7. Из результатов проведенных исследований следует, что разработанные составы на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей и обладают высокими эксплуатационными характеристиками, не уступающими характеристикам теплоизоляции «Изоллат-02», принятому при проведении сравнительных испытаний за эталон.

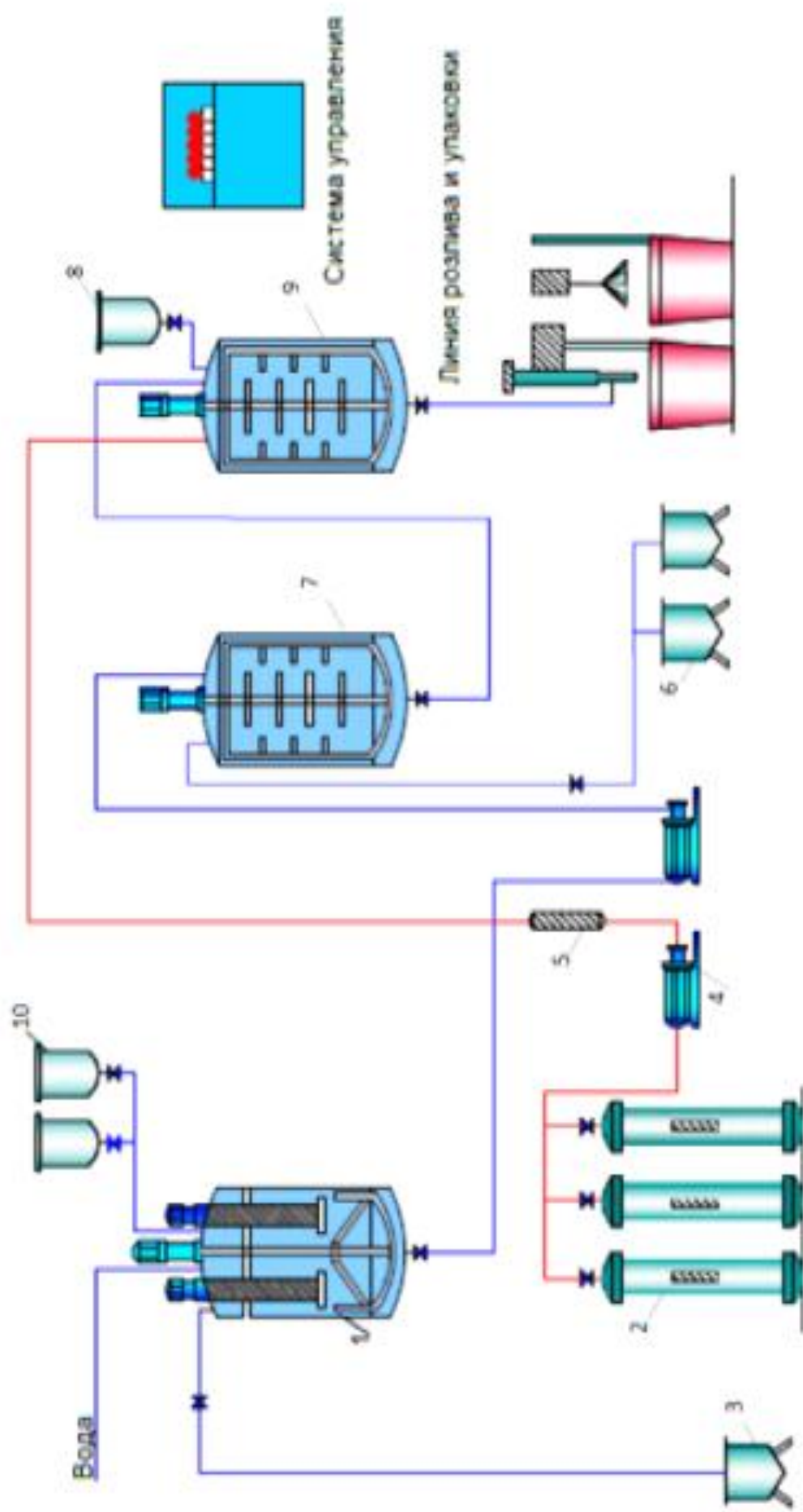


Рисунок 7 – Технологическая схема производства составов теплоизоляционных покрытий: 1 – диспергирующий реактор; 2 – эмульсионные баки; 3 – бункер для пигментов; 4 – вакуумный насос; 5 – сетчатый фильтр; 6 – бункер для минеральных наполнителей; 7 – диссоolver; 8 – бункер для микросфер; 9 – низкоскоростной диссоolver; 10 – бункеры для целевых добавок

Таблица 6 – Составы и основные показатели разработанных теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей

№ п/п	Наименование компонента смеси	Ед. изм.	Составы на основе			
			необожженного диатомита		обоженного диатомита	
			1н	2н	3о	4о
1	Акрэмос-101	т	0,170	0,160	0,219	0,203
2	Акрэмос-401	т	0,063	0,057	0,055	0,051
3	Полифосфат натрия	т	0,057	0,051	0,049	0,046
4	Диэтиленгликоль	т	0,152	0,137	0,131	0,123
5	Уайт-спирит	т	0,038	0,034	0,033	0,031
6	Диатомит	т	0,088	0,048	–	–
7	Диатомит обожженный	т	–	–	0,055	0,101
8	Белая сажа	т	0,018	0,054	0,022	0,051
9	Микросферы К15	т	0,055	0,115	–	–
10	Микросферы К20	т	–	–	0,175	0,175
11	Вода	т	0,358	0,344	0,262	0,220
Заводская себестоимость		1 т	83509,37	126229,22	172886,01	173090,33
		1 кг	83,51	126,23	172,89	173,09
		1 л	32,40	47,84	50,83	51,41

Таблица 7 – Основные показатели разработанных теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей

Параметр	№ состава				Прототип (Изоллат-02)
	1н	2н	3о	4о	
Способ нанесения	Краскопульт, кистью				
Время высыхания 1 слоя, час, не более	24				
Внешний вид	Покрытие белого цвета				
Вязкость, сек. (шариковый вискозиметр)	31 – 33				-
Нижний температурный порог при нанесении, °С	5				
Коэффициент теплопроводности, Вт/(м×К)	0,049	0,048	0,038	0,051	0,0713
Плотность в сухом состоянии, кг/м ³	388	379	294	297	311
Адгезия к бетонным поверхностям, МПа	1,012	1,036	1,215	1,108	0,702
Укрывистость, г/м ² (однослойное нанесение)	~370	~380	~350	~400	-
Паропроницаемость, мг/(м×ч×Па)	0,031	0,032	0,039	0,029	0,023
Адгезия к стали (метод решетчатых надразов), балл	1	1	1	1	1

На основе расчета установлено, что заводская себестоимость изготовления разработанных составов составляет от 83,51 до 173,09 рублей за 1 кг (от 32,4 до 51,41 рублей за литр). Даже при появлении необходимости дополнительного введения в состав теплоизоляционных покрытий целевых добавок, а также с

учетом дополнительных торговых наценок, стоимость теплоизоляционных составов на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей будет значительно ниже стоимости промышленно-выпускаемых ТП (Изоллат, Корунд, RE-THERM и т.д.), варьирующейся на 1 июня 2016 года в зависимости от производителя и объема упаковки от 350 до 600 рублей за литр.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Итоги выполненного исследования

1. Научно обоснована и экспериментально подтверждена возможность использования тонкодисперсных минеральных наполнителей (диатомита и белой сажи) в составах наполненных связующих теплоизоляционных покрытий и получения на их основе покрытий с комплексом требуемых характеристик (коэффициент теплопроводности не более 0,07 Вт/(м×К); плотность в сухом состоянии не более 0,4 г/см³; адгезионная прочность к бетонным основаниям не менее 1 МПа, к стали – 1-2 балла).

2. Разработаны составы теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей, содержащие, в мас. ч.: 0,16÷0,219 акриловой дисперсии «Акрэмос-101»; 0,051÷0,063 загустителя «Акрэмос-401»; 0,048÷0,088 необожженного или 0,055÷0,101 обожженного диатомита; 0,018÷0,054 белой сажи; 0,055÷0,115 микросфер марки K15 3M™ или 0,175 марки K20 3M™ Glass Bubbles; 0,046÷0,057 полифосфата натрия; 0,123÷0,152 диэтиленгликоля; 0,031÷0,038 уайт-спирита; 0,22÷0,358 воды. Покрытия на основе предлагаемых составов характеризуются следующими показателями: коэффициент теплопроводности 0,038÷0,051 Вт/(м×К), плотность в сухом состоянии 294÷388 кг/м³, адгезионная прочность к бетонным основаниям 1,012÷1,215 МПа, к стали – 1 балл, паропроницаемость 0,029÷0,039 мг/(м×ч×Па), укрывистость (при однослойном нанесении) 350÷400 г/м².

3. Разработаны экспериментально-статистические модели эксплуатационных характеристик теплоизоляционных покрытий и проведен их анализ, позволивший установить характер изменения кривых распределения и объемов допустимых решений исследуемой области в зависимости от содержания варьируемых факторов (акриловой дисперсии «Акрэмос-101», диатомита, белой сажи и микросфер марки K15 3M™). Выявлены оптимальные значения варьируемых факторов для достижения требуемых значений по трем показателям – теплопроводности, плотности в сухом состоянии и адгезионной прочности покрытий.

4. Разработана экспериментально-статистическая модель, описывающая изменение теплоизоляционных характеристик ТП в зависимости от содержания диатомита (обожженного и необожженного), белой сажи, микросфер марки K20 3M™ и вида акриловой дисперсии. Выявлена возможность получения

теплоизоляционных покрытий с коэффициентом теплопроводности менее 0,05 Вт/(м×К).

5. Установлено влияние предварительной высокотемпературной обработки порошка диатомита на коэффициент теплопроводности разрабатываемых составов ТП. Выявлено, что за счет замены необожженного диатомита на обожженный возможно существенное повышение теплозащитных характеристик, составляющее для оптимальных областей 90 и 104 % при использовании, соответственно, акриловых дисперсий «Акрэмос-101» и «Эколат-2014».

6. Экспериментально доказано, что использование в составах теплоизоляционных покрытий обожженного диатомита позволяет применять более устойчивые к раздавливанию микросферы марки K20 (3M Glass Bubbles), что повышает технологичность при изготовлении составов и нанесении теплоизоляционных покрытий.

7. Разработаны технологическая схема производства составов теплоизоляционных покрытий на основе тонкодисперсных минеральных наполнителей и определены их технико-экономические показатели. Разработан проект стандарта организации «Теплоизоляционные покрытия. Технические условия» и проведено опытно-промышленное внедрение разработанных составов теплоизоляционных покрытий.

Рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы

Разработанные рецептуры составов теплоизоляционных покрытий, технологию их производства, а также проект стандарта организации СТО «Теплоизоляционные покрытия. Технические условия» рекомендуется внедрить на существующих и вновь создаваемых предприятиях по производству лакокрасочных и шпаклевочных составов. Теоретические положения диссертационной работы и результаты экспериментальных исследований могут быть использованы в учебном процессе.

Разработанные составы теплоизоляционных покрытий рекомендуется использовать для сокращения потерь тепла на поверхностях ограждающих конструкций зданий и сооружений различной конфигурации, а также трубопроводов тепловых сетей и запорной арматуры.

Экспериментально-статистические модели и алгоритмы оптимизации составов теплоизоляционных покрытий рекомендуется использовать при проведении дальнейших исследований по определению их характеристик и разработке номенклатуры добавок в базовые составы для повышения адгезионной прочности, коррозионной стойкости и стойкости к действию повышенных температур.

Основные научные результаты диссертации опубликованы в следующих изданиях:

в рецензируемых научных изданиях, рекомендуемых ВАК МОиН РФ:

1. Низина, Т.А. Энергоэффективные жидкие теплоизоляционные покрытия на основе полых микросфер и тонкодисперсных минеральных наполнителей [Текст] / Т.А. Низина, А.Е. Инин // Региональная архитектура и строительство. – 2015. – №4. – С. 33–42.

2. Низина, Т.А. Влияние обжига диатомита на теплофизические характеристики жидких теплоизоляционных покрытий [Текст] / Т.А. Низина, А.Е. Инин, В.А. Неверов // Известия высших учебных заведений. Строительство. – 2016. – №1. – С. 24–30.

3. Низина, Т.А. Анализ влияния обжига диатомита на теплопроводность жидких теплоизоляционных покрытий [Текст] / Т.А. Низина, А.Е. Инин, О.А. Синюков, В.А. Неверов // Академический вестник УралНИИпроект РААСН. – 2016. – №2. – С. 86–89.

4. Низина, Т.А. Экспериментальное определение коэффициента теплопроводности жидкой теплоизоляции с учетом количества слоев и толщины покрытий [Текст] / Т.А. Низина, В. П. Селяев, А.Е. Инин // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. –2016.– №7. – С. 6–11.

патент:

5. Пат. 2544854 Российская Федерация, С09D133/00С09D135/06 С09D5/02С09D5/08. Теплоизоляционная краска-покрытие / В. П. Селяев, Т. А. Низина, В. А. Неверов, А.Е. Инин // заявка № 2014101402 от 20.01.2014 г.

в других изданиях:

6. Инин, А.Е. Энергосберегающие защитные покрытия на основе полых микросфер [Текст] / А.Е. Инин, Т.А. Низина // Актуальные вопросы строительства: материалы Междунар. науч.-техн. конф. – Саранск: Изд-во Мордов. ун-та, 2013. – С. 170–173.

7. Инин, А.Е. Разработка жидких теплоизоляционных покрытий с использованием местного минерального сырья [Текст] / А.Е. Инин, Т.А. Низина, В.А. Неверов // Сборник материалов XIV Международной научно-технической конференции «Актуальные проблемы строительства и строительной индустрии». Тула, 2013. – С. 40–41.

8. Инин, А.Е. Разработка составов наполненных полимерных связующих для жидких теплоизоляционных покрытий [Текст] / А.Е. Инин, Т.А. Низина, В.А. Неверов // Разработка эффективных авиационных, промышленных, электротехнических и строительных материалов и исследование их долговечности в условиях воздействия различных эксплуатационных факторов : материалы Междунар. науч.-техн. конф. – Саранск : Изд-во Мордов. ун-та, 2013. – С. 158–162.

9. Селяев, В.П. Жидкие теплоизоляционные покрытия с применением ультрадисперсных минеральных наполнителей [Текст] / В.П. Селяев, Т.А. Низина, А.Е. Инин, В.А. Неверов // Материалы IX Международной конференции молодых ученых «Теория и практика повышения эффективности строительных материалов». – Пенза: Пенз. гос. ун-т архит. и строит., 2014. – С. 93–97.

10. Низина, Т.А. Разработка жидких энергосберегающих покрытий на основе местных минеральных наполнителей [Текст] / Т.А. Низина, А.Е. Инин // Долговечность строительных материалов, изделий и конструкций: материалы Всеросс. науч.-техн. конф. – Саранск : Изд-во Мордов. ун-та, 2014. – С. 89–94.

11. Низина, Т.А. Разработка жидких теплоизоляционных покрытий на основе местных минеральных наполнителей [Текст] / Т.А. Низина, А.Е. Инин, В.М. Михайлова // Сборник научных трудов по материалам Международной научно-практической конференции «Ресурсо- и энергоэффективные технологии в строительном комплексе региона». Саратов, 2014. – С.67–71.

12. Инин, А.Е. Жидкие теплоизоляционные покрытия на основе полых микросфер и местных минеральных наполнителей [Текст] / А.Е. Инин, Т.А. Низина, В.М. Михайлова // Актуальные вопросы архитектуры и строительства: материалы тринадцатой междунар. науч.-техн. конф. в 2 част. Часть 1. – Саранск: Изд-во Мордов. ун-та, 2015. – С. 19–21.

13. Инин, А.Е. Разработка жидких энергосберегающих покрытий на основе местных минеральных наполнителей / А.Е. Инин, Т.А. Низина, В.М. Михайлова / Огарёв-online. Раздел «Технические науки». 2015. – Выпуск 13. – режим доступа: <http://journal.mrsu.ru/arts/razrabotka-zhidkix-energoberegayushhix-pokrytij-na-osnove-mestnyx-mineralnyx-napolnitelej>.

14. Селяев, В.П. Жидкие теплоизоляционные покрытия на основе полых микросфер и ультрадисперсных минеральных наполнителей [Текст] / В.П. Селяев, Т.А. Низина, А.Е. Инин // Материалы XIV Республиканской научно-практической конференции «Наука и инновации в Республике Мордовия». – Саранск : Изд-во Мордов. ун-та, 2015. – С. 17–22.

15. Инин, А.Е. Разработка составов полимерных связующих для жидких теплоизоляционных покрытий на основе диатомита и белой сажи [Текст] / А.Е. Инин, Т.А. Низина, В.М. Михайлова // Материалы X Международной конференции молодых ученых «Теория и практика повышения эффективности строительных материалов». – Пенза: Пенз. гос. ун-т архит. и строит., 2015. – С. 59–62.

16. Инин, А.Е. Жидкие энергосберегающие покрытия на основе местных минеральных наполнителей [Текст] / А.Е. Инин, Т.А. Низина, В.М. Михайлова // Актуальные вопросы архитектуры и строительства : материалы Четырнадцатой Междунар. науч.-техн. конф. : в 2 ч. –Саранск : Изд-во Мордов. ун-та, 2015. – Ч. 2. – С. 42–47.

ИНИН АНДРЕЙ ЕВГЕНЬЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА СОСТАВОВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ
ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ
МИНЕРАЛЬНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ**

Специальность 05.23.05 – Строительные материалы и изделия

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Подписано в печать 07.10.2016. Объем 1,5 п. л.

Тираж 100 экз. Заказ № 1345.

Типография Издательства Мордовского университета

430005, г. Саранск, ул. Советская, 24