



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102993849 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 22

(21) 申请号 201210505727. 6

(22) 申请日 2012. 12. 03

(73) 专利权人 无锡洪汇新材料科技股份有限公司

地址 214196 江苏省无锡市锡山区东港镇新材料产业园

(72) 发明人 李川 项洪伟 申淑婷 郭运华

(74) 专利代理机构 无锡市大为专利商标事务所
(普通合伙) 32104

代理人 曹祖良

(51) Int. Cl.

C08F 214/06(2006. 01)

C09D 127/06(2006. 01)

C09D 5/08(2006. 01)

C08F 220/18(2006. 01)

C08F 230/08(2006. 01)

C08F 2/26(2006. 01)

C08F 4/30(2006. 01)

(56) 对比文件

US 6897257 B2, 2005. 05. 24, 说明书第 1-2 栏.

CN 1354189 A, 2002. 06. 19, 说明书第 1 页倒数第 1 段 - 第 3 页第 1 段、实施例 1、权利要求 9.

张为民等. 氯乙烯-丙烯酸甲酯共聚乳液的研制. 《中国氯碱》. 1999, (第 1 期), 第 12-14 页.

审查员 赵同音

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液及其制备方法, 主要涉及一种用于水性工业涂料基料的乳液的生产方法, 属于工业涂料技术领域。其以氯乙烯, 丙烯酸异辛酯, 乙烯基三甲氧基硅烷为单体, 烯丙基壬基酚聚乙烯醚硫酸铵, 十二烷基硫酸钠, OP-4 为乳化剂, 水溶性过硫酸铵为引发剂, 通过聚合反应而成。本发明用作水性工业涂料比其它类水性涂料具有更好的耐水性和耐酸碱盐腐蚀性, 漆膜硬度高, 耐磨耐划痕性好, 成本低廉, 性价比高。其机械稳定性, 钙离子稳定性, 热稳定性均合格, 存放一年未有破乳分层出现。

1. 一种 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液的制备方法, 所述 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液按重量份计为: 产品用于水性工业涂料的共聚乳液中的固含量为 45-55%, 其中氯乙烯 60%-70%, 丙烯酸异辛酯 20%-30%, 乙烯基三甲氧基硅烷 5%-15%, 其余为助剂;

其最低成膜温度为 15-50°C, 平均粒径 $\leq 0.2 \mu\text{m}$, pH 为 2-5; 其特征是所述方法的步骤如下:

(1) 单体预乳化: 称取氯乙烯 60-80 份, 丙烯酸异辛酯 20-30 份, 乙烯基三甲氧基硅烷 5-15 份, 乳化剂 OP-4 0.5-3 份, 在预乳化聚合反应釜中搅拌乳化 1-2h, 得到乳化后的单体溶液备用;

(2) 助剂制备和添加: 取去离子水 60-80 份, 反应型乳化剂烯丙基壬基酚聚乙烯醚硫酸铵 2-5 份、十二烷基硫酸钠 0.5-1.5 份, 充分搅拌溶解后加入步骤(1)预乳化聚合反应釜中; 取引发剂过硫酸铵 1-3 份溶于 20-40 份水中备用;

(3) 反应: 按体积计, 先取步骤(1)预乳化好的单体 1/5-1/4 于聚合反应釜中, 然后再加入步骤(2)溶解好的引发剂过硫酸铵 1/4-1/3, 搅拌 30-50 分钟后升温至 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 开始聚合反应, 待聚合反应釜压力由初始压力降 0.2MPa 时开始连续补加剩余的 3/4-4/5 预乳化好的单体和引发剂, 6-8 小时补加完, 补加完后将反应温度升至 75-80°C, 反应至聚合反应釜反应压力低于 0.1MPa; 通冷却水降温至聚合反应釜温度为 40-45°C, 加入有机硅消泡剂 0.2-0.8 份, 抽真空至 0MPa, 通过冷凝回收未反应的氯乙烯至氯乙烯回收槽, 停真空泵, 出料, 过滤, 包装, 即得产品 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液。

VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液及其制备方法,即氯乙烯-丙烯酸异辛酯-乙烯基三甲氧基硅烷共聚乳液及其制备方法。主要涉及一种可用于水性防腐工业涂料的基料,属于工业涂料技术领域。

背景技术

[0002] 成膜物质是指涂料中除了挥发性的溶剂外,剩下的所有成分,这些是构成涂膜的物质。成膜物质又分为主要成膜物质和辅助成膜物质两大类。

[0003] 主要成膜物质是指单独能形成有一定强度、连续的干膜的物质,如各种树脂、干性油等有机高分子物质以及水玻璃等无机物质,是形成涂膜必不可少的成分。颜色填料、某些助剂在涂膜形成时起着辅助作用,它们单独不能成膜,但它们的存在能使涂膜更符合作用的要求,对成膜有辅助作用。

[0004] 目前国内各地厂家生产的涂料和外国进口的涂料大多数为有机涂料,按类别大致分为水性和油性,但无论哪一种涂料均有解决不了的缺点,比如无耐久性、容易脱落、极易与外部环境产生化学反应等问题。

[0005] 传统的建筑涂层材料,包括腻子层和面层涂料,大都依靠有机高分子树脂交联成膜,并通过添加惰性无机粉体材料填充及改性而获得性能可靠的涂层。

[0006] 氯乙烯-丙烯酸异辛酯-乙烯基三甲氧基硅烷共聚乳液是水性工业涂料基料,尤其是用作水性工业涂料比其它类水性涂料具有更好的耐水和耐酸碱盐腐蚀性,低表面张力,漆膜硬度高,成本低廉。

发明内容

[0007] 本发明的目的是克服防腐涂料高成本的不足之处,提供一种 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液及其制备方法,用这种乳液做成的水性涂料比其它同类别同档次水性涂料具有更好的防水和耐酸碱盐腐蚀性,附着力好,漆膜硬度高,成本低廉。

[0008] 按照本发明提供的技术方案,一种 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液,按重量份计为:产品 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液中的固含量为 45-55%,其中氯乙烯 (VCM) 60%-70%,丙烯酸异辛酯 (2-EHA) 20%-30%,乙烯基三甲氧基硅烷 (有机硅) 5%-15%,其余为助剂;

[0009] 其最低成膜温度为 15-50℃,平均粒径 $\leq 0.2 \mu\text{m}$, pH 为 2-5。

[0010] 所述 VCM-2-EHA- 有机硅共聚乳液的制备方法,步骤如下:

[0011] (1) 单体预乳化:称取氯乙烯 60-80 份,丙烯酸异辛酯 20-30 份,乙烯基三甲氧基硅烷 5-15 份,乳化剂 OP-4 0.5-3 份,在预乳化聚合反应釜中搅拌乳化 1-2h,得到乳化后的单体溶液备用;

[0012] (2) 助剂制备和添加:取去离子水 60-80 份,反应型乳化剂烯丙基壬基酚聚乙醚硫酸铵 2-5 份、十二烷基硫酸钠 0.5-1.5 份,充分搅拌溶解后加入步骤(1)预乳化聚合反应釜中;取引发剂过硫酸铵 1-3 份溶于 20-40 份水中备用;

[0013] (3) 反应 :按体积计,先取步骤(1)预乳化好的单体 1/5-1/4 于聚合反应釜中,然后再加入步骤(2)溶解好的引发剂过硫酸铵 1/4-1/3,搅拌 30-50 分钟后升温至 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 开始聚合反应,待聚合反应釜压力由初始压力降 0.2MPa 时开始连续补加剩余的 3/4-4/5 预乳化好的单体和引发剂,6-8 小时补加完,补加完后将反应温度升至 $75-80^\circ\text{C}$,反应至聚合反应釜反应压力低于 0.1MPa ;通冷却水降温至聚合反应釜温度为 $40-45^\circ\text{C}$,加入有机硅消泡剂 0.2~0.8 份,抽真空至 0MPa,通过冷凝回收未反应的氯乙烯至氯乙烯回收槽,停真空泵,出料,过滤,包装,即得产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液。

[0014] 本发明具有如下优点:本发明用作水性工业涂料比其它类水性涂料具有更好的防水和耐酸碱盐腐蚀性,附着力好,漆膜硬度高,耐磨耐划痕性好,成本低廉。其机械稳定性,钙离子稳定性,热稳定性均合格,存放一年未有破乳分层出现。

具体实施方式

[0015] 实施例 1

[0016] 所述 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液的制备方法,步骤如下:

[0017] (1) 单体预乳化:称取氯乙烯 60 份,丙烯酸异辛酯 20 份,乙烯基三甲氧基硅烷 5 份,乳化剂 OP-4 0.5 份,在预乳化聚合反应釜中搅拌乳化 1h,得到乳化后的单体溶液备用;

[0018] (2) 助剂制备和添加:取去离子水 60 份,反应型乳化剂烯丙基壬基酚聚乙醚硫酸铵 2 份、十二烷基硫酸钠 0.5 份,充分搅拌溶解后加入步骤(1)预乳化聚合反应釜中;取引发剂过硫酸铵 1 份溶于 20 份水中备用;

[0019] (3) 反应:按体积计,先取步骤(1)预乳化好的单体 1/5 于聚合釜中,然后再加入步骤(2)溶解好的引发剂过硫酸铵 1/3,搅拌 30 分钟后升温至 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 开始聚合反应,待聚合釜压力由初始压力降 0.2MPa 时开始连续补加剩余的 4/5 预乳化好的单体和 2/3 引发剂,6 小时补加完,补加完后将反应温度升至 75°C ,反应至聚合釜反应压力低于 0.1MPa ;通冷却水降温至聚合釜温度为 40°C ,加入有机硅消泡剂 0.2 份,抽真空至 0MPa,通过冷凝回收未反应的氯乙烯至氯乙烯回收槽,停真空泵,出料,过滤,包装,即得产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液。

[0020] 一种 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液,按重量份计为:产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液中的固含量为 55%,其中氯乙烯 60%,丙烯酸异辛酯 30%,乙烯基三甲氧基硅烷 5%,其余为助剂;

[0021] 其最低成膜温度为 $15-50^\circ\text{C}$,平均粒径 $\leq 0.2 \mu\text{m}$,pH 为 3。

[0022] 实施例 2

[0023] 所述 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液的制备方法,步骤如下:

[0024] (1) 单体预乳化:称取氯乙烯 80 份,丙烯酸异辛酯 30 份,乙烯基三甲氧基硅烷 15 份,乳化剂 OP-4 3 份,在预乳化聚合反应釜中搅拌乳化 2h,得到乳化后的单体溶液备用;

[0025] (2) 助剂制备和添加:取去离子水 80 份,反应型乳化剂烯丙基壬基酚聚乙醚硫酸铵 5 份、十二烷基硫酸钠 1.5 份,充分搅拌溶解后加入步骤(1)预乳化聚合反应釜中;取引发剂过硫酸铵 3 份溶于 40 份水中备用;

[0026] (3) 反应:按体积计,先取步骤(1)预乳化好的单体 1/4 于聚合釜中,然后再加入步骤(2)溶解好的引发剂过硫酸铵 1/4,搅拌 30 分钟后升温至 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 开始聚合反应,待聚合

釜压力由初始压力降 0.2MPa 时开始连续补加剩余的 3/4 预乳化好的单体和引发剂,8 小时补加完,补加完后将反应温度升至 75℃,反应至聚合釜反应压力低于 0.1MPa;通冷却水降温至聚合釜温度为 40℃,加入有机硅消泡剂 0.2 份,抽真空至 0MPa,通过冷凝回收未反应的氯乙烯至氯乙烯回收槽,停真空泵,出料,过滤,包装,即得产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液。

[0027] 一种 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液,按重量份计为:产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液中的固含量为 55%,其中氯乙烯 70%,丙烯酸异辛酯 20%,乙烯基三甲氧基硅烷 5%,其余为助剂;

[0028] 其最低成膜温度为 15-50℃,平均粒径 $\leq 0.2 \mu\text{m}$,pH 为 4。

[0029] 实施例 3

[0030] 所述 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液的制备方法,步骤如下:

[0031] (1) 单体预乳化:称取氯乙烯 70 份,丙烯酸异辛酯 25 份,乙烯基三甲氧基硅烷 10 份,乳化剂 OP-4 2 份,在预乳化聚合反应釜中搅拌乳化 1.5h,得到乳化后的单体溶液备用;

[0032] (2) 助剂制备和添加:取去离子水 70 份,反应型乳化剂烯丙基壬基酚聚乙烯醚硫酸铵 4 份、十二烷基硫酸钠 1 份,充分搅拌溶解后加入步骤(1)预乳化聚合反应釜中;取引发剂过硫酸铵 2 份溶于 30 份水中备用;

[0033] (3) 反应:按体积计,先取步骤(1)预乳化好的单体 1/5 于聚合釜中,然后再加入步骤(2)溶解好的引发剂过硫酸铵 1/3,搅拌 40 分钟后升温至 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 开始聚合反应,待聚合釜压力由初始压力降 0.2MPa 时开始连续补加剩余的 4/5 预乳化好的单体和 2/3 引发剂,7 小时补加完,补加完后将反应温度升至 75-80℃,反应至聚合釜反应压力低于 0.1MPa;通冷却水降温至聚合釜温度为 40℃,加入有机硅消泡剂 0.5 份,抽真空至 0MPa,通过冷凝回收未反应的氯乙烯至氯乙烯回收槽,停真空泵,出料,过滤,包装,即得产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液。

[0034] 一种 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液,按重量份计为:产品 VCM-2-EHA-有机硅共聚乳液中的固含量为 45%,其中氯乙烯 65%,丙烯酸异辛酯 25%,乙烯基三甲氧基硅烷 8%,其余为助剂;

[0035] 其最低成膜温度为 15-50℃,平均粒径 $\leq 0.2 \mu\text{m}$,pH 为 5。