



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102977773 B

(45) 授权公告日 2014. 12. 31

(21) 申请号 201210510375. 3

(22) 申请日 2012. 12. 04

(73) 专利权人 安徽省宿州市龙华机械制造有限公司

地址 234000 安徽省宿州市循环经济示范园
龙华路安徽省宿州市龙华机械制造有限公司

(72) 发明人 张德华 杨家坤 刘贺

(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理有限公司 34112

代理人 陈其霞

(51) Int. Cl.

C23C 22/34 (2006. 01)

审查员 李文倩

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂,由下列重量份的原料组分制成:去离子水 100、改性偶联剂 11-14、甲醇 10-15、硅烷偶联剂 85820-30、硅烷偶联剂 KH-56030-40、过氧化二异丙苯 1-2、全氟辛基磺酸钠 0. 002-0. 003、树木灰烬 0. 3-0. 5、苯丙乳液 4-6、聚乙烯醇 2-3、脂肪醇聚氧乙烯醚 0. 8-1. 2、乙酸镧 0. 05-0. 1、乙酸 0. 1-0. 3。采用偶联剂改性、复配、添加助剂分布混合反应得到最终产品。本发明的改性硅烷化表面前处理剂具有无毒环保、使用方便、硅烷膜致密均匀、附着力强、耐腐蚀性能好的特点。

1. 一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂,其特征在于,由下列重量份的原料组分制成:去离子水 100、改性偶联剂 13、甲醇 14、硅烷偶联剂 858 25、硅烷偶联剂 KH-560 35、过氧化二异丙苯 1.5、全氟辛酸钠 0.0025、树木灰烬 0.4、苯丙乳液 5、聚乙烯醇 2、脂肪醇聚氧乙烯醚 0.9、乙酸镧 0.05、乙酸 0.25;

所述的含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂的制备方法,包括以下步骤:

(1) 改性偶联剂制备

将水溶性纳米级硅溶胶加入 4-5% 纳米锌粉、3-5% 氧化铁、4-6% 2-氨基十七烯基咪唑啉,混合加热至 90-110°C, 20-30 分钟后冷却即可;

(2) 在搅拌釜中按配方比例量先加入硅烷偶联剂 858, 然后加入过氧化二异丙苯, 以 200-300rpm 的速度搅拌 3-4 分钟后, 再加入硅烷偶联剂 KH-560, 以 300-400rpm 的速度搅拌 3-5 分钟后, 将全氟辛酸钠和树木灰烬加入其中, 在室温下和惰性气体保护的条件下, 再以 350-450rpm 的速度搅拌 30-40 分钟, 得到复配硅烷偶联剂 A;

(3) 按配方比例将去离子水注入搅拌釜中, 搅拌状态下将步骤(1) 制得的改性偶联剂加入釜中, 搅拌 1-2 分钟后, 再加入甲醇, 继续搅拌 2-3 分钟后, 再加入苯丙乳液, 搅拌 5-6 分钟, 得到混合溶液 B, 搅拌速度为 2000 ~ 2500rpm;

(4) 将 A 和 B 混合, 再依次加入聚乙烯醇、脂肪醇聚氧乙烯醚、乙酸, 搅拌状态下, 于 50-60°C 条件下恒温反应, 得到混合溶液 C;

(5) 最后加入乙酸镧, 搅拌 10-15 分钟后, 过滤得到最终产品。

一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及金属表面处理剂技术,具体涉及一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 金属材料的腐蚀每时每刻都在我们周围发生。据统计每年约有 10% 的金属材料为腐蚀而无法回收,这不仅造成金属资源的巨大浪费,还对正常生产和人身安全带来严重威胁,对金属材料进行表面处理是一种常用的防腐蚀方法,目前用于金属涂装前处理主要方法是磷化法。但传统的金属表面处理存在着因含有有毒有害物质而对环境有污染等问题,已不适应于人类社会越来越高的环境要求。

[0003] 金属材料经磷化后,可以增强金属基体与涂料之间的附着力,提高耐腐蚀性能。磷化处理固然有诸多优点,但也存在很多其自身无法克服的弊端:磷化处理液中都含有磷酸盐及重金属等有害物质,并且在处理过程中都或多或少会产生沉渣及有害气体,影响生产的正常进行,排放的废水 COD 及重金属如不进环保处理就会危害环境;另外,磷化处理大部分需在加温的条件下进行,能耗较大,工艺复杂,操作也不方便。随着社会的发展与进步,人们对金属涂装预处理产品的要求也愈来愈高,不仅希望它自身性能优良,更希望它能满足日益增长的环保需要、人体健康要求及资源节约要求。传统磷化处理的这些弊端就严重制约着它的进一步发展与应用。所以,人们望能开发出一种全新的处理工艺,它能保持传统磷化处理工艺优点的同时,又能做到工艺简单、绿色环保,综合成本低。

[0004] 硅烷化处理与传统磷化相比具有以下多个优点:无有害重金属离子,不含磷,无需加温。硅烷化处理过程不产生沉渣,处理时间短,控制简便。处理步骤少,可省去表调工序,槽液可重复使用。有效提高油漆对基材的附着力。可共线处理铁板、镀锌板、铝板等多种基材。但就目前的国内技术来说,不是十分成熟,尤其是硅烷和助剂的选型上,还有很多不足处。

[0005] 金属表面硅烷化处理具有广阔的应用前景,但现有技术所成的硅烷膜存在抗腐蚀性不强、成膜不均匀、不具备“自修复”性能或者“自修复”性能差等缺陷,限制了其发展。

发明内容

[0006] 本发明公开了一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂及其制备方法。

[0007] 本发明采用的技术方案如下:

[0008] 一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂,其特征在于,由下列重量份的原料组分制成:去离子水 100、改性偶联剂 11-14、甲醇 10-15、硅烷偶联剂 858 20-30、硅烷偶联剂 KH-560 30-40、过氧化二异丙苯 1-2、全氟辛基磺酸钠 0.002-0.003、树木灰烬 0.3-0.5、苯丙乳液 4-6、聚乙烯醇 2-3、脂肪醇聚氧乙烯醚 0.8-1.2、乙酸镧 0.05-0.1、乙酸 0.1-0.3。

[0009] 所述的一种含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂,其特征在于,由下列重

量份的原料组分制成：去离子水 100、改性偶联剂 13、甲醇 14、硅烷偶联剂 858 25、硅烷偶联剂 KH-560 35、过氧化二异丙苯 1.5、全氟辛酸钠 0.0025、树木灰烬 0.4、苯丙乳液 5、聚乙烯醇 2、脂肪醇聚氧乙烯醚 0.9、乙酸镧 0.05、乙酸 0.25。

[0010] 所述的含聚乙烯醇的改性硅烷化表面处理前处理剂的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

[0011] (1) 改性偶联剂制备

[0012] 将水溶性纳米级硅溶胶加入 4-5% 纳米锌粉、3-5% 氧化铁、4-6% 2-氨基十七烯基咪唑啉，混合加热至 90-110℃，20-30 分钟后冷却即可；

[0013] (2) 在搅拌釜中按配方比例量先加入硅烷偶联剂 858，然后加入过氧化二异丙苯，以 200-300rpm 的速度搅拌 3-4 分钟后，再加入硅烷偶联剂 KH-560，以 300-400rpm 的速度搅拌 3-5 分钟后，将全氟辛酸钠和树木灰烬加入其中，在室温下和惰性气体保护的条件下，再以 350-450rpm 的速度搅拌 30-40 分钟，得到复配硅烷偶联剂 A；

[0014] (3) 按配方比例将去离子水注入搅拌釜中，搅拌状态下将步骤(1)制得的改性偶联剂加入釜中，搅拌 1-2 分钟后，再加入甲醇，继续搅拌 2-3 分钟后，再加入苯丙乳液，搅拌 5-6 分钟，得到混合溶液 B，搅拌速度为 2000 ~ 2500rpm；

[0015] (4) 将 A 和 B 混合，再依次加入聚乙烯醇、脂肪醇聚氧乙烯醚、乙酸，搅拌状态下，于 50-60℃ 条件下恒温反应，过滤得到混合溶液 C；

[0016] (5) 最后加入乙酸镧，搅拌 10-15 分钟后，得到最终产品。

[0017] 使用温度：常温，处理时间：3 ~ 5 分钟(槽浸) 1 ~ 3 分钟(喷淋)

[0018] 工作液 pH 值：4.5-5.5，使用浓度：3-5%

[0019] 本发明的有益效果：

[0020] 本发明通过偶联剂的改性和复配，克服了现有技术中硅烷膜存在抗腐蚀性能不强、成膜不均匀的缺点，本发明通过调节配方材料，改进制备工艺，所得到的改性硅烷化表面前处理剂，具有无毒、环保的特点，在金属表面所形成的硅烷膜抗腐蚀性能强、膜致密均匀，附着力强，无挂灰现象产生，广泛用于各种金属表面的喷粉喷涂漆的前处理。

具体实施方式

[0021] 实施例 1

[0022] 按以下重量称取原料(kg)：去离子水 100、改性偶联剂 13、甲醇 14、硅烷偶联剂 858 25、硅烷偶联剂 KH-560 35、过氧化二异丙苯 1.5、全氟辛酸钠 0.0025、树木灰烬 0.4、苯丙乳液 5、聚乙烯醇 2、脂肪醇聚氧乙烯醚 0.9、乙酸镧 0.05、乙酸 0.25，

[0023] 制备方法：

[0024] (1) 改性偶联剂制备

[0025] 将水溶性纳米级硅溶胶加入 5% 纳米锌粉、4% 氧化铁、5% 2-氨基十七烯基咪唑啉，混合加热至 90-110℃，20-30 分钟后冷却即可；

[0026] (2) 在搅拌釜中按配方比例量先加入硅烷偶联剂 858，然后加入过氧化二异丙苯，以 200-300rpm 的速度搅拌 3-4 分钟后，再加入硅烷偶联剂 KH-560，以 300-400rpm 的速度搅拌 3-5 分钟后，将全氟辛酸钠和树木灰烬加入其中，在室温下和惰性气体保护的条件下，再以 350-450rpm 的速度搅拌 30-40 分钟，得到复配硅烷偶联剂 A；

[0027] (3) 按配方比例将去离子水注入搅拌釜中, 搅拌状态下将步骤(1)制得的改性偶联剂加入釜中, 搅拌 1-2 分钟后, 再加入甲醇, 继续搅拌 2-3 分钟后, 再加入苯丙乳液, 搅拌 5-6 分钟, 得到混合溶液 B, 搅拌速度为 2000 ~ 2500rpm;

[0028] (4) 将 A 和 B 混合, 再依次加入聚乙烯醇、脂肪醇聚氧乙烯醚、乙酸, 搅拌状态下, 于 50-60℃条件下恒温反应, 得到混合溶液 C;

[0029] (5) 最后加入乙酸镧, 搅拌 10-15 分钟后, 过滤得到最终产品。

[0030] 本发明的改性硅烷化表面前处理剂与现有技术生产的硅烷化表面前处理剂的各项性能指标对比如下表:

[0031]

项目	实施 1	现有技术
处理时间 min	4	20
处理温度℃	常温	140
后处理条件	纯水洗	先酸洗, 在用水洗
槽液 pH 值	5.0	9.0
硅烷膜	致密均匀	膜层不均匀

[0032] 从表中可以看出本发明的硅烷化防护处理剂处理金属工件时具有节能、环保, 功效高的特点, 同时硅烷膜致密均匀。