



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115138105 B

(45) 授权公告日 2024. 04. 23

(21) 申请号 202210927734.9	CN 112774260 A, 2021.05.11
(22) 申请日 2022.08.03	WO 2019005336 A1, 2019.01.03
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 115138105 A	CN 114392587 A, 2022.04.26
(43) 申请公布日 2022.10.04	CN 103254439 A, 2013.08.21
(73) 专利权人 合肥新万成环保科技有限公司 地址 231121 安徽省合肥市长丰县下塘镇	US 2014374317 A1, 2014.12.25
(72) 发明人 杨成勇	CN 102489048 A, 2012.06.13
(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理有限公司 专利代理师 余成俊	CN 106832254 A, 2017.06.13
(51) Int. Cl. B01D 19/04 (2006.01)	CN 106975247 A, 2017.07.25
(56) 对比文件 CN 102284198 A, 2011.12.21	CN 113082784 A, 2021.07.09
CN 110452490 A, 2019.11.15	CN 114712899 A, 2022.07.08
	US 6187891 B1, 2001.02.13
	冯光炷; 崔英德; 卢奎; 李和平. 油酸封端的 C <sub>2</sub> (36) 二聚酸/PEG/PPG 聚酯的合成及其消泡抑泡性能. 日用化学工业. 2006, (第02期), 全文.
	安秋凤; 李歌; 杨刚. 聚醚型聚硅氧烷的研究进展及应用. 化工进展. 2008, (第09期), 全文.
	审查员 智广阔
	权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种用于防水涂料的新型聚合物消泡剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于防水涂料的新型聚合物消泡剂及其制备方法, 新型聚合物消泡剂由 5~20 份的油酸聚氧乙烯醚、5~15 份的氨基碳纳米管、10~40 份的七甲基三硅氧烷、0.5~1 份的双金属催化剂 DMC 构成。制备方法首先将油酸聚氧乙烯醚与氨基碳纳米管反应, 然后再加入双金属催化剂 DMC, 最后分批次加入七甲基三硅氧烷进行反应, 从而得到新型聚合物消泡剂。本发明制得的新型聚合物消泡剂能够明显提高消泡抑泡能力。

1. 一种用于防水涂料的聚合物消泡剂,其特征在于,包括以下重量份的各组分:

油酸聚氧乙烯醚	5~20份,
氨基碳纳米管	5~15份,
七甲基三硅氧烷	10~40份,
双金属催化剂DMC	0.5~1份;

制备方法包括以下步骤:

步骤1、按重量份称取并混合油酸聚氧乙烯醚、氨基碳纳米管,将两者的混合物于70~90℃条件下搅拌反应1.8~3.5小时,得到中间反应物;步骤2、按重量份称取双金属催化剂DMC、七甲基三硅氧烷,先将称取的双金属催化剂加入步骤1得到的中间反应物中,然后分批次加入七甲基三硅氧烷,接着于60~80℃条件下搅拌反应1.7~2.2小时,得到所述聚合物消泡剂。

2. 根据权利要求1所述的一种用于防水涂料的聚合物消泡剂,其特征在于,各组分重量份如下:

油酸聚氧乙烯醚	10份,
氨基碳纳米管	15份,
七甲基三硅氧烷	20份,
双金属催化剂DMC	0.5份。

3. 根据权利要求1所述的一种用于防水涂料的聚合物消泡剂,其特征在于,其制备方法为:

步骤1中,搅拌速度为800~1000r/min,将两者的混合物于80℃条件下搅拌反应3小时得到中间反应物;

步骤2中,搅拌速度为1200~1500r/min,滴加七甲基三硅氧烷,30分钟加完,于70℃条件下搅拌反应2小时,得到所述聚合物消泡剂。

## 一种用于防水涂料的新型聚合物消泡剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及消泡剂领域,具体是一种用于防水涂料的新型聚合物消泡剂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 防水涂料在建筑装修行业中应用非常广泛,如房屋建筑、外墙、室内、城市道路、隧道、地铁、水库等。防水涂料它所形成的涂膜能够防止雨水和地下渗入,但是泡沫的出现也会让防水涂料的性能受到了影响。

[0003] 防水涂料若是在生产过程中出现泡沫,会导致其表面活性剂在相溶搅拌的过程中出现体积膨胀,调和设备的利用率也因此降低;而且泡沫限制了搅拌的速度,让防水涂料调和的时间也不得不延长,还会让填料和染料不能得到充分的润湿;泡沫持久不消的话,还会影响施工的过程,使施工过程流动性不佳,出现表面缺陷,凹凸不平,成膜时破裂等状况。

[0004] 目前使用的防水涂料消泡剂品种很多,但这些消泡剂消泡抑泡差,稀释漂油,在使用时,当由于某些原因(如涂装前加水冲稀)导致乳化剂从消泡物质表面脱离后,不溶于水的消泡物质就容易在涂膜表面造成缩孔,鱼眼现象。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种用于防水涂料的新型聚合物消泡剂及其制备方法,以解决现有技术防水涂料用消泡剂存在的消泡抑泡能力差的问题。

[0006] 为了达到上述目的,本发明所采用的技术方案为:

[0007] 一种用于防水涂料的新型聚合物消泡剂,包括以下重量份的各组分:

[0008] 油酸聚氧乙烯醚 5~20份,

[0009] 氨基碳纳米管 5~15份,

[0010] 七甲基三硅氧烷 10~40份,

[0011] 双金属催化剂DMC 0.5~1份。

[0012] 进一步的,各组分重量份如下:

[0013] 油酸聚氧乙烯醚 10份,

[0014] 氨基碳纳米管 15份,

[0015] 七甲基三硅氧烷 20份,

[0016] 双金属催化剂DMC 0.5份。

[0017] 一种新型聚合物消泡剂的制备方法,包括以下步骤:

[0018] 步骤1、按重量份称取并混合油酸聚氧乙烯醚、氨基碳纳米管,将两者的混合物于70~90℃条件下搅拌反应1.8~3.5小时,得到中间反应物。该步骤1中,可使使得油酸聚氧乙烯醚的端羧基和氨基碳纳米管的氨基能够充分接触反应,从而将碳纳米管引入油酸聚氧乙烯醚。

[0019] 步骤2、按重量份称取双金属催化剂DMC、七甲基三硅氧烷,先将称取的双金属催化剂加入步骤1得到的中间反应物中,然后分批次加入七甲基三硅氧烷,接着于60~80℃条件

下搅拌反应1.7~2.2小时,得到所述新型聚合物消泡剂。

[0020] 进一步的,步骤1中,搅拌速度为800~1000r/min。

[0021] 进一步的,步骤1中,将两者的混合物于80℃条件下搅拌反应3小时得到中间反应物。

[0022] 进一步的,步骤2中,搅拌速度为1200~1500r/min。

[0023] 进一步的,步骤2中,用滴加七甲基三硅氧烷方式,控制30分钟加完,

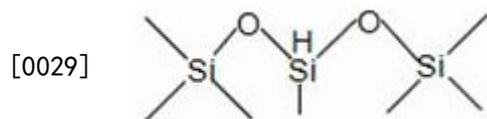
[0024] 进一步的,步骤2中,于70℃条件下搅拌反应2小时,得到所述新型聚合物消泡剂。

[0025] 本发明原理如下:

[0026] 本发明采用油酸聚氧乙烯醚作为原料之一,油酸聚氧乙烯醚是一种羧基封端聚醚。聚醚本身作为消泡剂来说,具有良好的消泡性,但受温度影响较大,当温度升高或变化较大时,其消泡效果就会大打折扣。本发明所选用的油酸聚氧乙烯醚拥有活性较高的羧基基团,比较容易与其他基团发生反应改性,从而改善这一缺点;且本身具有良好的乳化性能,不需要额外添加乳化剂,降低了生产成本。

[0027] 本发明采用氨基碳纳米管作为原料之一。氨基碳纳米管是一种具有极高长径比的物质,分子本身呈棒状,可以破坏已经形成的泡沫,具有良好的破泡效果,本发明将氨基碳纳米管引入聚醚体系,不仅能够增加破泡效果,破除已经形成的泡沫,还能增强分子链结构,减小温度对消泡剂的影响。

[0028] 本发明采用七甲基三硅氧烷作为原料之一。七甲基三硅氧烷的分子结构如下:



[0030] 七甲基三硅氧烷具有表面张力低、粘温系数小、耐高低温、耐氧化稳定性、耐候性、耐腐蚀等一系列优点,本发明使用七甲基三硅氧烷改性聚醚,能显著提高体系的消泡能力和稳定性;且甲基本身即具有极低的表面张力,本发明所选用的七甲基三硅氧烷甲基数量多,能明显降低被消泡体系的表面张力,从而达到消泡的效果。

[0031] 因此,从上述原理可以看出,与现有技术相比,本发明制得的新型聚合物消泡剂能够明显提高消泡抑泡能力,并具有成本低、耐受性和稳定性好的优点。

## 具体实施方式

[0032] 下面结合实施例对本发明进一步说明。

[0033] 实施例1

[0034] 本实施例1用于防水涂料的新型聚合物消泡剂,包括以下重量份的各组分:

[0035] 油酸聚氧乙烯醚 10份,

[0036] 氨基碳纳米管 10份,

[0037] 七甲基三硅氧烷 10份,

[0038] 双金属催化剂DMC 0.5份。

[0039] 本实施例1新型聚合物消泡剂制备方法包括以下步骤:

[0040] 步骤1、在装有温度计的三口烧瓶中放入10份油酸聚氧乙烯醚和10份氨基碳纳米管,在80℃条件下以800-1000r/min的转速搅拌,持续反应3小时。

[0041] 步骤2、将上述制得的聚醚放入装有温度计的三口烧瓶中,先加入0.5份双金属催化剂DMC,用滴加七甲基三硅氧烷方式,控制30分钟加完,最后在70℃条件下,以1200-1500r/min的转速持续搅拌2小时使反应进行,得到新型聚合物消泡剂A。

[0042] 实施例2

[0043] 本实施例2用于防水涂料的新型聚合物消泡剂,包括以下重量份的各组分:

[0044] 油酸聚氧乙烯醚 10份,

[0045] 氨基碳纳米管 15份,

[0046] 七甲基三硅氧烷 10份,

[0047] 双金属催化剂DMC 0.5份。

[0048] 本实施例2新型聚合物消泡剂制备方法包括以下步骤:

[0049] 步骤1、在装有温度计的三口烧瓶中放入10份油酸聚氧乙烯醚和15份氨基碳纳米管,在80℃条件下以800-1000r/min的转速搅拌,持续反应3小时。

[0050] 步骤2、将上述制得的聚醚放入装有温度计的三口烧瓶中,先加入0.5份双金属催化剂DMC,用滴加七甲基三硅氧烷方式,控制30分钟加完,最后在70℃条件下,以1200-1500r/min的转速持续搅拌2小时使反应进行,得到新型聚合物消泡剂B。

[0051] 实施例3

[0052] 本实施例3用于防水涂料的新型聚合物消泡剂,包括以下重量份的各组分:

[0053] 油酸聚氧乙烯醚 10份,

[0054] 氨基碳纳米管 10份,

[0055] 七甲基三硅氧烷 20份,

[0056] 双金属催化剂DMC 0.5份。

[0057] 本实施例3新型聚合物消泡剂制备方法包括以下步骤:

[0058] 步骤1、在装有温度计的三口烧瓶中放入10份油酸聚氧乙烯醚和10份氨基碳纳米管,在80℃条件下以800-1000r/min的转速搅拌,持续反应3小时。

[0059] 步骤2、将上述制得的聚醚放入装有温度计的三口烧瓶中,先加入0.5份双金属催化剂DMC,滴用滴加七甲基三硅氧烷方式,控制30分钟加完,,最后在70℃条件下,以1200-1500r/min的转速持续搅拌2小时使反应进行,得到新型聚合物消泡剂C。

[0060] 实施例4

[0061] 本实施例4用于防水涂料的新型聚合物消泡剂,包括以下重量份的各组分:

[0062] 油酸聚氧乙烯醚 10份,

[0063] 氨基碳纳米管 15份,

[0064] 七甲基三硅氧烷 20份,

[0065] 双金属催化剂DMC 0.5份。

[0066] 本实施例4新型聚合物消泡剂制备方法包括以下步骤:

[0067] 步骤1、在装有温度计的三口烧瓶中放入10份油酸聚氧乙烯醚和15份氨基碳纳米管,在80℃条件下以800-1000r/min的转速搅拌,持续反应3小时。

[0068] 步骤2、将上述制得的聚醚放入装有温度计的三口烧瓶中,先加入0.5份双金属催化剂DMC,采用滴加七甲基三硅氧烷方式,控制30分钟加完,最后在70℃条件下,以1200-1500r/min的转速持续搅拌2小时使反应进行,得到新型聚合物消泡剂D。

[0069] 实施例1-4分别制得的新型聚合物消泡剂A、B、C、D性能实验如下：

[0070] (1)取防水涂料40ml置于具塞量筒中(量筒上部刻度延伸标定至140 mL处,下部刻度延伸至5mL处),并加入0.02ml消泡剂。以2次/s速率用力振荡溶液30次,记录泡沫最大高度 $H_0$ 。每组溶液测5次,取平均值。

[0071] 将本发明制得的消泡剂与市售常用防水涂料用消泡剂做出对比,结果如表1所示：

[0072] 表1 对比结果表

消泡剂	实施例1为A	实施例2为B	实施例3为C	实施例4为D	I	II	空白
$H_0$ /ml	79	75	74	71	75	78	85

[0074] 表1中I,II分别为市场客户使用代表性的不同对比样。

[0075] 对比1,2两组实验可以看出,当端羧基聚醚与氨基碳纳米管的质量比为4:3时,酰胺化反应程度越高,消泡效果越好。对比1,3两组实验结果可以看出,随着反应中七甲基三硅氧烷含量的增多,消泡效果也有所提升。纵观全部实验,实施例4所得产品新型聚合物消泡剂D的效果最为显著,因此当端羧基聚醚:氨基碳纳米管=4:3,适当增加七甲基三硅氧烷含量,为最佳选择。

[0076] (2)将上述涂料用消泡剂,分别放入6桶相同的涂料中,均匀搅拌,然后涂覆在编号对应为1-6的相同的墙面上,进行实验。经试验发现,1-4号墙面上的小气泡数量均少于没有添加的本发明提供的涂料用消泡剂的涂料所形成的小气泡。尤其,实施例4所得产品新型聚合物消泡剂D中的小气泡数量最少。

[0077] 本发明所述的实施例仅仅是对本发明的优选实施方式进行的描述,并非对本发明构思和范围进行限定,在不脱离本发明设计思想的前提下,本领域中工程技术人员对本发明的技术方案作出的各种变型和改进,均应落入本发明的保护范围,本发明请求保护的技术内容,已经全部记载在权利要求书中。