

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104685008 A

(43) 申请公布日 2015.06.03

(21) 申请号 201380039545.7

(22) 申请日 2013.07.19

(30) 优先权数据

102012015022.9 2012.07.27 DE

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015.01.27

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/DE2013/100271 2013.07.19

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/015858 DE 2014.01.30

(71) 申请人 赫莫雷特科技公司

地址 德国埃伦巴赫市贾默特医生街 3 号

(72) 发明人 拉尔夫·霍曼

(74) 专利代理机构 北京科亿知识产权代理事务

所（普通合伙） 11350

代理人 汤东凤

(51) Int. Cl.

C09D 7/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

生产乳胶漆的方法

(57) 摘要

本发明是关于一种生产乳胶漆的方法，其使用掺合物，诸如填充剂、颜料、添加剂、分散剂、消泡剂、膜粘合助剂、防腐剂以及作为增稠剂及粘合剂的纤维素醚和 / 或黄原胶，其中与所述纤维素醚和 / 或黄原胶的膨胀时间相比，将所述纤维素醚和 / 或黄原胶与水相中存在的其他掺合物以混合和掺合形式进行的加工时间更短。

1. 一种生产乳胶漆的方法,其使用掺合物,诸如填充剂、颜料、添加剂、分散剂、消泡剂、膜粘合助剂、防腐剂以及作为增稠剂和粘合剂的纤维素醚和 / 或黄原胶,其特征在于与所述纤维素醚和 / 或黄原胶的膨胀时间相比,将所述纤维素醚和 / 或黄原胶与水相中存在的其他掺合物以混合和掺合形式进行的加工时间更短。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述粘合剂为成膜剂。特别是独立成膜剂。
3. 一种执行根据权利要求 1 或 2 所述的方法的装置,其特征在于使用根据转子 - 定子原则操作的装置混合所述纤维素醚和 / 或黄原胶。
4. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法,其特征在于使用甲基纤维素 (MC)、甲基羟乙基纤维素 (MHEC)、甲基羟丙基纤维素 (MHPC)、羟乙基纤维素 (HEC) 以及 / 或乙基羟乙基纤维素 (EHEC) 作为纤维素醚。
5. 一种执行根据权利要求 1 所述的方法的半成品,其特征在于除所述增稠剂和粘合剂之外,所述乳胶漆的所有组分都以悬浮液形式存在于水相中。
6. 一种执行根据权利要求 1 所述的方法的半成品,其特征在于除所述增稠剂和粘合剂以及水之外,所述乳胶漆的所有组分都以固体组分存在。
7. 一种根据权利要求 5 或 6 所述的半成品的用途,其特征在于在适当情况下在添加水之后,对应于根据权利要求 1 所述的方法,将增稠剂和粘合剂掺合入所述半成品中。
8. 根据权利要求 1、4 或 7 中任一权利要求所述的方法,其特征在于按时间顺序在所述增稠剂之后添加所述粘合剂。

生产乳胶漆的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种生产乳胶漆的方法，其使用掺合物，诸如填充剂、颜料、添加剂、分散剂、消泡剂、膜粘合助剂、防腐剂以及作为增稠剂和粘合剂的纤维素醚和 / 或黄原胶。

背景技术

[0002] 无

发明内容

[0003] 目的是产生特征为高增稠性能、良好储存稳定性和易于加工以及环保涂覆的乳胶漆。此外，产物应该在不同配制品中展示一致良好的涂覆性质，也就是说不易于飞溅、良好的漆表面、易于扩展、高耐磨性、良好的颜料分布性等。另外，根据加工技术应该有可能快速、简单且经济地生产乳胶漆。

附图说明

[0004] 无

具体实施方式

[0005] 如同所有可用水稀释的涂布剂系统一样，乳胶漆由呈粘合剂、填充剂、颜料、添加剂以及水形式的涂布材料组成，并且添加如所已知的纤维素醚作为增稠剂。除其增稠效应之外，这些纤维素醚还对乳胶漆的稳定化、流动特性以及保水性具有正面影响。一般熟悉其中适用于具有习知组成的乳胶漆的纤维素醚，所述乳胶漆可能含有粘合剂，例如聚乙酸乙烯酯、聚丙酸乙烯酯以及苯乙烯丙烯酸酯；颜料，例如二氧化钛、硫酸钡以及硫化锌；填充剂，例如碳酸钙、硫酸钙、石英、高岭土、瓷土以及滑石；添加剂，例如湿润剂和分散剂（诸如聚磷酸酯和聚丙烯酸酯）；消泡剂，例如矿油基产物；成膜剂，例如石油溶剂油和丁基卡必醇乙酸酯；以及保存剂，例如酚类化合物和有机酰胺。

[0006] 术语“增稠剂”一般从本发明的意义上加以解释，并且通常描述吸收液体（通常为水）并且在工艺中膨胀并最终被转变为粘性的、真溶液或胶态溶液并且常常又被称为膨胀剂的高分子物质（参见伦普化学词典（RömpfChemieLexikon），第9版，格奥尔蒂姆出版社（Georg ThiemeVerlag），关键字“增稠剂（Verdickungsmittel）”）。如已知的黄原胶也在漆生产中作为乳胶的增稠剂和稳定剂。这是由基于碳水化合物的微生物培养基生产的葡萄糖化合物。在杀死培养基之后，获得所要的黄原胶。至于其化学组成，其是由具有测量的结合葡萄糖链组成的纤维素，而且至于其性质，是通过子基的结构来决定，丙酮酸酯单元的数量决定黄原胶的粘度。

[0007] 水或可用水稀释的粘合剂和漆中的纤维素等级的增稠效应将更详细地加以检测。对于所有高分子聚合物，一般情况是在水中的增稠效应随着分子量增加。然而，高分子纤维素的生产受到例如浆状物的起始材料的特性限制。为了获得可水膨胀并且由此增稠的纤维

素,疏水化处理是必需的,疏水化处理一般是由醚化造成,并且在最常见的情况下由于副反应又会导致分子量下降。因此,在先技术中已知,借助于类聚合物反应,例如纤维素化合物经例如醚化改质以生成生产高粘度水溶液的低分子纤维素。所述经改质的纤维素醚具有高表面活性并且可以用以生产粘性水溶液。

[0008] 在添加呈固体粉末形式或呈水性悬浮液形式的水溶性纤维素醚的情况下,问题常常发生在使这些增稠剂分解且不生产团块,并且将其分散以便达成快速并且均匀的溶解直到逐步达成最终粘度。已知不同的措施,其在原则上归结为利用水分子的作用阻止或者延迟纤维素醚粒子(粉末、颗粒或者凝聚物)的表面膨胀直至粒子均匀分布在含水乳胶漆中。已经采用的措施多样性的概述可见于德国公开案 DE OS 3232467 中,其要点在于通过使纤维素或者纤维素醚与不同的化学化合物反应以达成对溶解性的改良以便获得改进。

[0009] 纤维素醚在水溶液中的特性基本上通过 pH 值来确定。在 pH 值低于 7.5 时,纤维素醚不发生膨胀反应;在 pH 值增加至约 pH 8 的过渡范围时,纤维素醚发生分解,这样使得所述纤维素醚实现其作为增稠剂的功能。生产乳胶漆的普通程序是:在 pH 值为 7(或者低于 7)时,使纤维素醚以粉末或者悬浮液形式分散到水溶液中,通过机械搅拌来使其均匀分散,随后通过添加碱来提升 pH 值以使得纤维素开始分解并且发生均质混合,其可实现纤维素作为增稠剂的功能。如果将纤维素醚添加到已经呈碱性的水溶液中,那么纤维素醚将立刻发生分解,然而不利的是将形成团块和凝集块,其无法用习知的加工技术充分细微粉碎并且在涂覆时产生再也不能除去的有疙瘩的表面。因此,所述乳胶漆将不能使用。

[0010] 另一问题在于将其他掺合物添加到已经分解有增稠剂的高粘度溶液中并且将其分散,其是能量极其密集型的并且极其困难的。关键问题来自以下事实:在添加掺合物下,pH 值提升到 9 并且因此纤维素立刻开始膨胀,因此禁止在所述工艺开始时添加纤维素醚。

[0011] 本发明的目标是提出一种乳胶漆的生产方法,其使用可能不併有团块的纤维素醚和 / 或黄原胶作为增稠剂。

[0012] 根据本发明,如下这个目标已经实现:与纤维素醚和 / 或黄原胶的膨胀时间相比,将纤维素醚和 / 或黄原胶与水相中存在的其他掺合物以混合和掺合形式进行的加工时间更短。

[0013] 为使根据本发明的方法成功,关键是在添加增稠剂时,技术加工速度小于纤维素醚的膨胀时间(反应时间),所以尽管初期膨胀工艺已开始,但随时可混合和掺合。因此处理时间比膨胀时间短。当测量纤维素的膨胀度时,可以使用相对应的粘度状态,其极易通过仪器来记录。在原则上,膨胀工艺与粘度的增加成比例进行。对于描述本人可以确定的膨胀工艺来说具有决定性的是:当以原始材料作为起始材料,粘度已经增加一定倍数时,结束膨胀操作。有可能生产呈数字形式的粘度,因为存在对应于此的一般可应用的尺度。增加可能通过百分比数字来描述,也就是说当粘度已经增加 X 倍时结束所述工艺。根据本发明的要求,纤维素醚的膨胀时间(反应时间)必须大于在加工期间彻底混合和掺合的加工时间。

[0014] 加工速度必须如此快速进行和 / 或纤维素的膨胀时间必须如此缓慢进行,从而不可能形成团块和凝集块。如下对不出现团块和凝集块的情况进行监测:在玻璃表面上产生提取物,并且在其已经停止流动之后,确定团块是依然留存还是存在完全平滑的表面。为此目的,将漆涂覆到玻璃板上,并且使其停止流动,在低处所建立的厚度大于高处。涂层越薄,

凝集块越能被选择出并且越小,所述凝集块由于直径过大的情况下其在表面上方朝外突出并且被认作是不平坦的,所以可以被鉴别出。在这种测试方法中,可以可靠地确定的是要选择如此薄的层,以便在随后消费者涂覆时,(涂层的)层比这厚,从而确保平滑表面外观。归因于这些监测生产方法的测量值,所以可以确定制造工艺是否在本发明意义上进行操作。由于对制造工艺起作用的参数的多样性,所以不可以引用在绝对意义上的工艺参数。举例来说,润湿固体粒子的能力具有决定性影响,其不仅取决于对应液体的选择而且取决于所使用液体的粘度,因为稀液体更擅于润湿。此外,材料本身必须不仅仅原则上可润湿,而且材料的相对表面积越大其可润湿程度越好。

[0015] 成品“乳胶漆”最终产物中不存在团块的意思是最终产物中所含有的最大粒度低于具体限值。最大粒度基本上取决于后续涂覆的需求并且通过设定制造方法的参数来确定。在乳胶漆的情况下,常常并且一般要求不存在甚至低于 50 微米的颗粒,并且由此在本文中我们又要求在此情况下在本发明意义上使用术语不存在团块。

[0016] 基于实验经历,已知可用于膨胀和加工的时间在毫秒 ms 范围内变化。

[0017] 在先前技术的方法中,将掺合物分散入高粘度稠性物。在本发明的情况下,将其他固体引入到水相中,在水相中可以容易地将其分散。其中存在根据本发明的方法与先前技术的一个基本差异。添加水相显著简化分散并不需要进一步合理的解释,其产生与先前技术相比在分散期间待进行的能量支出显著更低的关键优势。由于可能存在更佳分散,所以另一可观优势可见于可以显著更高效地对待添加的组分进行使用和利用。由于流变学特性不同,所以待提供的能量支出的差异相当大。

[0018] 本发明的重要实施例在于在两阶段工艺中进行乳胶漆的生产。因此,可以生产半成品,其可以在不同时间、在不同场所用于最终生产乳胶漆。有可能出售这种半成品而且消费者自己当场生产最终产物。为此目的,本发明具体提出将所有固体、颜料、掺合物等(也就是说乳胶漆中所含有的所有成分,但是除粘合剂和稀释剂之外)引入到水相中并且掺合。在第二步中,也就是说当场,对于本发明掺合缺失组分(即纤维素醚和粘合剂)。

[0019] 可观的优势是可以生产半成品,也就是说所有固体和颜料(除粘合剂和增稠剂之外)都包含在普遍可应用的水相中。这在先前技术的方法下是不可行的,因为不可以获得充足的游离水,而其将结合到纤维素醚。那么在最后一个生产步骤中将缺少这种水,在所述生产步骤中将来自半成品的全部产物混合在一起。在所提出的解决方案中,由于不存在纤维素因而水不能被吸收,所以在生产工艺开始时保存水。由于缺乏水,所以这种半成品不能通过先技术生成。其他程序如下:随后向这种半成品中引入纤维素醚并且将粘合剂搅拌入其中并且由此完成最终产物。消费者借助于半成品获得基本组分,而且消费者有可能从不同来源购买完成最终产物所必需的组分(纤维素、粘合剂),随后在本发明意义上加工所述组分。半成品和/或可能的程序在先前技术中是不可能存在的。

[0020] 另一关键优势在于在根据本发明的方法下有可能显著改善碱性分散并且由此生产更光滑的表面。另外,因为在粘性状态下分散是困难的,所以原材料的利用程度相当大。半成品的优势产生于存在必要的水,其仅仅由于仅仅在结束时添加纤维素醚而成为可能。

[0021] 半成品不含增稠剂和粘合剂并且因此可以出售,因为这原本不可能出售或者在原则上由于高粘度而相对不可接受。对此存在多个原因:

[0022] 由于是半成品,所以可获得已经被完全掺合的漆,这样使得不必再以原本将由于

高粘度而必需的程度使固体分散。其仅仅在相对应地调节水平衡的情况下是可能的，其假定不含增稠剂，因为增稠剂会结合任何量的水，水最终也处于增稠剂的位置。

[0023] 在替代方案中，半成品中所含有的固体可以固体混合物形式供应，消费者必须将其与水混合，以使得不需要运输水。

[0024] 财务方面也是重要的。分解有纤维素醚的物质提供高粘度类糊状物稠性物的性质。以完整输送（然而不含粘合剂）的形式提供乳胶漆的意思是将必须运输高粘度稠性物，因此在经济方面并且由于支出相同，亦可直接输送成品乳胶漆。

[0025] 如果将输送含有所有组分的固体混合物并且需要将其引入到高粘度稠性物中，那么在归因于稠性这仅仅在极其高的支出下成为可能。

[0026] 另一方面在于：如果固体组分被分解并且产生单一浆料，随后例如根据使用者的判断将所述单一浆料混合，那么其并不能达到目标，因为由于配方结构每一种浆料含有大量水，其结果是产生极低粘度的稠性物，其并不适用作漆；或者添加相当多量的增稠剂，其在经济上将是不可接受的。

[0027] 目的是生产不含凝集块并且不含团块的混合物。其不仅事关混合和分散而且事关化学反应，也就是说必须实现膨胀，但是在另一方面，不能留下团块或者凝集块。其仅仅在属于毫秒范围内的时间系数下是可能的。“化学反应”应该理解为膨胀，其在本文中将被准确称为物理化学反应。

[0028] 为了彻底混合固体和液体组分，使用溶解器被认为是显而易见的。在溶解器的情况下，待供应的能量的量可以视需要而通过设定旋转速度来改变。根据所供应的分散能量的量来测定分散度，所述能量的量是根据时间以及借助于分散速率来测量的。如果引入粉末，那么单独的粉末颗粒是经过压缩的粒子，所述粒子必须被分离并粉碎，其需要能量输入。但是其不仅仅事关所供应的能量，因为大部分（在溶解器的情况下多达 90%）被转化成热能。最终，有用的能量成为一个问题，也就是说应用于分散的能量（其对应于效率）。所述方法也必须在某一时间间隔内进行。只有组合才能达到目标。

[0029] 溶解器的操作模式：

[0030] 在致动时，液体形成有固体倒入其中的栓状物。这种现象的原因是溶解器执行离心旋转运动。所供应的固体粒子被抛向边缘并且抛到壁上，在所述壁上其借助于溶解器盘受到剪切。因为我们在高粘度培养基中操作，所以必须供应大量能量，其大部分转化成热并且导致温度上升，继而使粘度降低，因此出现两个对立参数。与温度梯度有关的溶解器的作用时间花费若干分钟。目标是尽可能多的供应能量并且保持较低温度，其仅仅可以随时间推移而确立并且进行调整。

[0031] 根据伦普化学词典，术语“粘合剂”是用于组合相同或者不同物质的所有产物的通用术语，由此可能以不同方式，例如通过物理干燥、通过凝固或者升高粘度、通过化学反应或者通过水合作用进行自身凝结。归因于上述反应机制，可以清楚地区分粘合剂与增稠剂。具体来说，在本发明意义上用作增稠剂的纤维素醚不能被视为粘合剂。

[0032] 由于本发明与生产乳胶漆有关，所以决定性优势是将成膜剂用作粘合剂，其在产生涂层之后使生产发生并且产生涂层膜。在本文中，较佳使用能够独自（也就是说在受到或不受氧的影响下不添加其他物质）产生涂层膜的独立的成膜剂。另一方面，在非独立成膜剂的情况下而言，仅仅在其他组分存在的情况下（也就是说仅仅在应用合适混合物的情

况下)可能产生涂层膜。

[0033] 经历展示即使在所有工艺参数最佳化的情况下,使用溶解器仍需要在几秒范围内的时间花费。根据几毫秒的经历所需的时间无法以此方式轻易地调节。因此,使用其它装置是适当的,例如那些利用转子-定子原理操作的装置,其中待分散的材料借助泵获取并且在几毫秒内将其分散并润湿。“转子-定子”原理描述所有那些利用离心原理操作的分散设备的操作模式。由于转子的运动,形成真空,借助真空通过转子将固体以及液体沿轴向方向吸入。在充分高的真空下,分布粉末同时不必另外传输空气。在润湿操作期间分离粘附于粉末的空气分子应该视为另一优势,所述分子可以利用整体重量与比重量之间的重量差异登记。结果是实际上不含空气的产物。在分散区域的真空区中对固体粒子进行空气分离并且进行完全强制式润湿。

[0034] 然而,根据本发明的制造方法的性能不受具体作用原理限制,而是可以使用能够实现根据本发明的工艺参数的所有装置。

[0035] 在有利的实施例中,在包含疏水化纤维素醚的群组中,特别提及甲基纤维素(MC)、甲基羟乙基纤维素(MHEC)、甲基羟丙基纤维素(MHPC)、羟乙基纤维素(HEC)以及乙基羟乙基纤维素(EHEC)。

[0036] 在执行根据本发明的方法过程中,尤其较佳的是首先添加增稠剂,随后(也就是说在延迟一段时间之后)添加粘合剂。由此所获得的优势首先在于以下中:相比于在对细微分散起反作用的粘合剂存在的情况下,在团块不存在的情况下可以在后续混合期间(例如在转子-定子系统中)显著更好地细微分散增稠剂。另一重要方面在于粘合剂常常不具有剪切稳定性,从而因为粘合剂已经存在所以在增稠剂加工期间可预料到劣势。在另一方面,如果随后添加粘合剂,那么可以温和地搅拌入或者引入所述粘合剂。这将是乳胶漆产生的最后一个步骤。

[0037] 为了进一步说明,下文描述根据本发明的方法的具体示例性实施例。

[0038] 将水作为液体装料以引入方式添加入计量槽中。在不同情况下将多种掺合物装入计量槽中。温度是9℃。随后将所有粉末都容纳在粉末料斗中,在其中借助于利用转子-定子原理操作的康蒂-TD(Conti-TD)分散设备将所述粉末混合在一起。最后,添加水和其他组分。用康蒂-TDS(Conti-TDS)分散设备和喷流混合器进行分散。

[0039] 对于本发明至关重要的是随后也借助分散设备馈入纤维素并且使其均质化。对于3,600转/分钟的机械速度而言,性能是85-90千瓦。随后馈入苛性钠以清除纤维素的粉末路径。随后,使康蒂-TDS分散设备以85-90千瓦的功率和3,600转/分钟的速度使分散再循环。

[0040] 最终如最后一个产生步骤,添加并且混合入粘合剂。借助FSA-5流化器将粉末和液体馈入分散设备中。

[0041] 仍然将漆填充入适当容器中。

[0042] 可以根据以下概述再次获取并且由此进一步解释用于根据本发明的乳胶漆的特殊生产工艺生产参数。

[0043]

时间	注释	功率 千瓦	速度 转	温度 ℃	样 本
	液体装料, 向计量槽中添加水, 接通喷流混合器		250	9.0	
	向计量槽中添加添加剂 1 用喷流混合器均质化	0.3	350		
	向计量槽中添加添加剂 2 用喷流混合器均质化	0.3	350		
	向计量槽中添加添加剂 3 用喷流混合器均质化	0.3	350		
	向计量槽中添加添加剂 4 用喷流混合器均质化	0.3	350		
	pH 值的样本测量				
	将所有粉末装入大粉末料斗中; 借助康蒂-TDS 和 FSA5 流化器将固体和填充剂馈入计量槽中, 用喷流混合器均质化	70 1.2	3,600 650	16	
	添加水 用喷流混合器均质化		650		
	向计量槽中添加添加剂 4 用喷流混合器均质化		650		
	向计量槽中添加添加剂 5 用喷流混合器均质化		650		
	向计量槽中添加添加剂 6 用喷流混合器均质化		650		
	在 20℃下用康蒂-TDS 分散设备和喷流混合器使分散再循环	80-82 1.	3,600 650	20	
	pH 值的样本测量				
	借助第 2 粉末途径用另外的粉末料斗和康蒂-TDS 馈入纤维素, 用喷流混合器均质化	85-90 6.6	3,600 650-1250		
	借助第 2 粉末途径和康蒂-TDS 馈入苛性钠(清除纤维素的粉末途径), 用喷流混合器均质化				

[0044]

	用康蒂-TDS 分散设备和喷流混合器使分散再循环直到 45℃	85-90 5.0 - 7.5	2,600 1,050- 1,250	45	
	在计量槽中添加粘合剂 借助于喷流混合器均质化		1,250		
	填充入容器中/结束				