



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102925028 B

(45) 授权公告日 2015. 10. 28

(21) 申请号 201210472285. X

CN 1170019 A , 1998. 01. 14, 权利要求 1-7、

(22) 申请日 2012. 11. 21

说明书 1-4 页 .

(73) 专利权人 江苏大学

审查员 马振鹏

地址 212013 江苏省镇江市京口区学府路  
301 号

(72) 发明人 陈刚 赵玉涛 朱敏华 杨胜勇

(74) 专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限公司 32200

代理人 楼高潮

(51) Int. Cl.

C09D 163/00(2006. 01)

C09D 7/12(2006. 01)

C09D 5/03(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101233173 A , 2008. 07. 30, 权利要求  
1-16、说明书 1-8 页 .

CN 101608088 A , 2009. 12. 23, 权利要求  
1-9、说明书 1-3 页 .

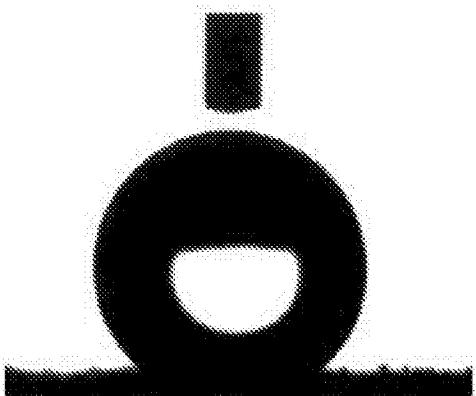
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种超疏水粉末涂料的制作方法

(57) 摘要

一种超疏水粉末涂料的制作方法，其特征在于：将疏水树脂粉体通过高速粉碎机进行预粉碎，然后与经预处理的纳米陶瓷颗粒、固化剂一起通过双螺杆挤出机熔融挤出，冷却后用高速粉碎机二次粉碎，分级过筛，获得尺寸为 60~90  $\mu\text{m}$  的粉末涂料，使用时采用静电喷涂成膜，并在一定条件下进一步固化涂料膜。本发明提出的粉末涂料及其制作方法降低了施工过程对环境的污染，且施工方便，涂料膜层强度高、疏水特性好。



1. 一种超疏水粉末涂料的制作方法,其特征在于:将疏水树脂粉体通过高速粉碎机进行预粉碎,然后与经预处理的纳米陶瓷颗粒、固化剂一起通过双螺杆挤出机熔融挤出,冷却后用高速粉碎机二次粉碎,分级过筛,获得尺寸为 60~90  $\mu\text{m}$  的粉末涂料,使用时采用静电喷涂成膜,固化成涂料膜;所述的疏水树脂是指,在常温、常压条件下光滑表面与水的接触角大于 90° 的有机硅化学共聚改性环氧树脂;

所述的经预处理的纳米陶瓷颗粒是指,采用硅烷偶联剂、分散剂预处理的纳米 TiO<sub>2</sub>、纳米硅微粉和纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒中的一种或按任意质量比混合的几种,其加入量占疏水树脂质量的 5~25%,其中硅烷偶联剂占纳米陶瓷颗粒质量的 4~6%,分散剂采用聚乙烯吡咯烷酮,占纳米陶瓷颗粒质量的 0.03~0.05%。

2. 如权利要求 1 所述的一种超疏水粉末涂料的制作方法,其特征在于:所述的固化剂是指加入量占疏水树脂质量 4~6% 双氰胺。

3. 如权利要求 1 所述的一种超疏水粉末涂料的制作方法,其特征在于:所述的固化成涂料膜是指,在 180~200℃烘烤 15~25min 使涂料层固化,或者采用光固化方法使膜层固化。

## 一种超疏水粉末涂料的制作方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及粉末涂料及其制作方法,具体而言为涉及一种静电喷涂用超疏水粉末涂料及其制作方法。

### 技术背景

[0002] 随着环保要求的提高,对大气 VOC 排放量的限制越来越严格,传统的溶剂型涂料因有机挥发成分大,对环境污染严重,市场份额正迅速缩小,而具有环保特性的粉末涂料、辐射固化涂料、水性涂料正在全球涂料市场成为持续热点;粉末涂料作为无溶剂涂料,符合国际上流行的“4E”原则,因此得到高速发展,开发符合环保要求的高性能涂料品种是现代涂料发展方向,其中高性能包括高装饰、重防腐、超耐久、功能化以及良好的施工应用等性能。

[0003] 超疏水特性是材料的一种重要功能特性。超疏水材料与水的接触角大于 150°,而水接触角滞后常小于 5°,具有防水、防雾、防雪、防污染、抗粘连、抗氧化、防腐蚀和自清洁以及防止电流传导等特点,在国防、工农业生产和日常生活中有着广泛的应用;低的表面自由能和合适的表面微细结构是固体表面产生超疏水特性的两个前提条件,通过采用疏水材料作基体,或使用低表面能物质对固体表面进行修饰,很容易降低材料表面的自由能,因此超疏水表面制备的关键就在于构建合适的表面微细结构;目前超疏水表面主要制备方法有:机械加工法、微加工法、激光刻蚀法、等离子体刻蚀法、物理气相沉积法、化学气相沉积法、电化学方法、溶胶-凝胶方法、聚合物溶液浇注法、静电纺纱法、聚电解质交替沉积法、纳米管(棒)阵列法、添加颗粒填料的聚合物溶液涂层法、采用多孔材料作基体等;上述这些方法尚存在各种问题,主要包括三类:1、如何降低膜层制备成本;2、膜层的耐磨性问题;3、膜层与被保护材料之间的结合问题。

[0004] 近年来,随着纳米技术的兴起,人们越来越多地将纳米材料应用于涂料。由于纳米材料具有特异的性能,可以大大改善涂料性能,比如获得高的耐磨性、紫外线屏蔽性、高的表面活性等,其应用前景十分诱人;纳米技术在超疏水表面制备方面也得到了应用;专利 CN101417278 (一种超疏水表面的制备方法)公开了一种采用具有纳米孔隙或纳米修饰表面的微米或亚微米颗粒与低表面能材料复合制备超疏水表面的方法,具体为:采用具有纳米尺寸孔隙或表面经过纳米修饰的微米或亚微米颗粒与低表面能材料复合制备超疏水表面,首先通过目前已经成熟的表面活化技术对颗粒表面进行活化,以去除颗粒表面的钝化膜,然后将低表面能材料、经过表面活化的微米或亚微米颗粒、偶联剂等均匀混合,再根据需要将混合物喷涂或涂刷在需要处理的表面上,最后自然干燥或在适当温度下烘干即获得超疏水表面,该发明可解决了以往技术对特殊形状表面处理困难的问题,工艺过程简单,适合大批量应用,所制作的超疏水表面使用寿命长。

[0005] 专利 CN101845242A (超疏水纳米复合涂料及其制备方法)公开了一种超疏水纳米复合涂料中各组分配比按质量百分比计为:疏水二氧化硅 0.5 ~ 10.5%,疏水高分子材料 0.2 ~ 5.4%,溶剂 86.5 ~ 99.3%,且水滴在用该涂料制成的膜表面上的接触角为 152 ~

169°，滚动角为1~9°；当涂料为透明时，制成膜的可见光透过率为80~94%，该发明还公开了上述超疏水纳米复合涂料的制备方法。该发明提供的纳米复合涂料不仅超疏水性优异，产品价格低廉，且制备工艺设备简易，生产效率高；但是，上述专利方法均使用了溶剂，与目前涂料开发的无溶剂化发展趋势相悖。

[0006] 因此，为了适应环保和实际应用的需要，希望开发新型粉末涂料，同时起到减摩耐磨、抗老化、改善与被保护材料之间的结合以及涂层超疏水特性的作用。

## 发明内容

[0007] 本发明提出一种超疏水粉末涂料及其制作方法，其原理是：在疏水树脂粉体中加入纳米陶瓷颗粒形成混合物涂料颗粒，通过静电喷涂实现与需要防护的表面的结合；纳米陶瓷颗粒先采用偶联剂、分散剂预处理，然后制成树脂包裹陶瓷颗粒的复合粉体，保证其在待涂覆表面上的铺展，并由纳米陶瓷颗粒形成纳米尺度的粗糙表面；通过调整纳米陶瓷颗粒的种类和加入量，可以实现既减摩、抗老化及改善超疏水特性，又提高被保护材料和所喷涂膜层之间的结合强度。

[0008] 本发明提出一种超疏水粉末涂料及其制作方法，其特征在于：将疏水树脂粉体通过高速粉碎机进行预粉碎，然后与经预处理的纳米陶瓷颗粒、固化剂一起通过双螺杆挤出机熔融挤出，冷却后用高速粉碎机二次粉碎，分级过筛，获得尺寸为60~90 μm的粉末涂料，使用时采用静电喷涂成膜，并在一定条件下进一步固化涂料膜。

[0009] 所涉及的疏水树脂是指，在常温、常压条件下光滑表面与水的接触角大于90°的有机硅化学共聚改性环氧树脂。

[0010] 所涉及的经预处理的纳米陶瓷颗粒是指，采用硅烷偶联剂、分散剂预处理的纳米TiO<sub>2</sub>、纳米硅微粉和纳米Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>颗粒中的一种或按任意质量比混合的几种，其加入量占疏水树脂质量的5~25%，其中硅烷偶联剂与所使用的树脂配合，占纳米陶瓷颗粒质量的4~6%，分散剂采用聚乙烯吡咯烷酮，占纳米陶瓷颗粒质量的0.03~0.05%。

[0011] 所涉及的固化剂是指加入量占疏水树脂质量4~6%双氰胺。

[0012] 所涉及的静电喷涂是指，采用静电作用使粉末涂料冲击在需要防护的表面上，并在表面上熔化或者软化形成膜层。

[0013] 所涉及的在一定条件下进一步固化涂料膜是指，在180~200℃烘烤15~25min使涂料层固化，或者采用光固化方法使膜层固化。

[0014] 本发明提出的粉末涂料及其制作方法降低了施工过程对环境的污染，且施工方便，涂料膜层强度高、疏水特性好，既可以实现减摩、抗老化，又提高了被保护材料和涂料膜层之间的结合强度。

## 附图说明

[0015] 图1为环氧树脂粉末涂料静电喷涂涂层的SEM照片；图2为环氧树脂涂层与水的接触角。

## 具体实施例

[0016] 本发明可以根据以下实例实施，但不限于以下实例，在本发明中所使用的术语，除

非有另外说明,一般具有本领域普通技术人员通常理解的含义,应理解,这些实施例只是为了举例说明本发明,而非以任何方式限制本发明的范围,在以下的实施例中,未详细描述的各种过程和方法是本领域中公知的常规方法。

[0017] 实施例 1

[0018] 本实施例具体实施一种在铝合金表面使用的改性环氧树脂基超疏水复合粉末涂料及其制作方法,具体为:将经有机硅化学共聚改性环氧树脂粉体在高速粉碎机进行预粉碎,同时将纳米硅微粉采用硅烷偶联剂、聚乙烯吡咯烷酮预处理,偶联剂占纳米硅微粉颗粒的 4 wt.%,聚乙烯吡咯烷酮占纳米陶瓷颗粒的 0.03wt.%;然后将改性环氧树脂颗粒、占改性环氧树脂 5wt.% 的经预处理的纳米硅微粉、占改性环氧树脂 4wt.% 的双氰胺一起通过双螺杆挤出机熔融挤出,冷却后用高速粉碎机二次粉碎,分级过筛,获得尺寸为 60 μm 的涂料颗粒;使用时采用静电喷涂,使粉末涂料冲击在经脱脂除锈处理的铝合金表面上,并在表面上形成膜层,在 180°C 对膜层烘烤 25min,使涂料层固化成膜。

[0019] 图 1 为环氧树脂粉末涂料静电喷涂涂层的 SEM 照片,其中白色颗粒为纳米硅微粉;图 2 为膜层与水接触角;图中可知,制备的膜层表面平整,纳米颗粒分布均匀,膜层与水的接触角约为 154°;经测量,涂料膜层的铅笔硬度为 4H。

[0020] 实施例 2

[0021] 本实施例具体实施一种在铜合金表面使用的改性环氧树脂基超疏水复合粉末涂料及其制作方法,具体为:将经有机硅化学共聚改性环氧树脂粉体在高速粉碎机进行预粉碎,同时将质量比 1:1 的纳米氧化铝、纳米 TiO<sub>2</sub>采用硅烷偶联剂、聚乙烯吡咯烷酮预处理,硅烷偶联剂占纳米陶瓷颗粒的 6wt.%,聚乙烯吡咯烷酮占纳米陶瓷颗粒的 0.05wt.%;然后将改性环氧树脂颗粒、占改性环氧树脂 25wt.% 的经预处理的纳米氧化铝与纳米 TiO<sub>2</sub>的混合物、占改性环氧树脂 6wt.% 的双氰胺一起通过双螺杆挤出机熔融挤出,冷却后用高速粉碎机二次粉碎,分级过筛,获得尺寸为 90 μm 的涂料颗粒;使用时采用静电喷涂,使粉末涂料冲击在经脱脂除锈处理的铜合金表面上,并在表面上形成膜层,在 190°C 对膜层烘烤 25min,使涂料层固化成膜,制备的膜层表面平整,纳米颗粒分布均匀,膜层与水的接触角约为 161°,涂料膜层的铅笔硬度为 7H。

[0022] 实施例 3

[0023] 本实施例具体实施一种在铝合金表面使用的耐老化改性环氧树脂基超疏水复合粉末涂料及其制作方法,具体为:将经有机硅化学共聚改性环氧树脂粉体在高速粉碎机进行预粉碎,同时将纳米 TiO<sub>2</sub>粉采用硅烷偶联剂、聚乙烯吡咯烷酮预处理,偶联剂占纳米 TiO<sub>2</sub>粉颗粒的 5wt.%,聚乙烯吡咯烷酮占纳米 TiO<sub>2</sub>粉的 0.04wt.%;然后将改性环氧树脂颗粒、占改性环氧树脂 15wt.% 的经预处理的纳米 TiO<sub>2</sub>粉、占改性环氧树脂 5wt.% 的双氰胺一起通过双螺杆挤出机熔融挤出,冷却后用高速粉碎机二次粉碎,分级过筛,获得尺寸为 70 μm 的涂料颗粒;使用时采用静电喷涂,使粉末涂料冲击在经脱脂除锈处理的铝合金表面上,并在表面上形成膜层,采用紫外光固化方法使膜层固化。制备的膜层表面平整,纳米颗粒分布均匀,膜层与水的接触角约为 158°,涂料膜层的铅笔硬度为 6H。

[0024] 实施例 4

[0025] 本实施例具体实施一种在合金钢表面使用的改性环氧树脂基超疏水复合粉末涂料及其制作方法,具体为:将经有机硅化学共聚改性环氧树脂粉体在高速粉碎机进行预

碎,同时将质量比 1:1 的纳米硅微粉、纳米  $TiO_2$ 采用硅烷偶联剂、聚乙烯吡咯烷酮预处理,偶联剂占纳米陶瓷颗粒的 5wt.% ,聚乙烯吡咯烷酮占纳米陶瓷颗粒的 0.05wt.% ;然后将改性环氧树脂颗粒、占改性环氧树脂 10wt.% 的经预处理的纳米硅微粉与纳米  $TiO_2$ 的混合物、占改性环氧树脂 5wt.% 的双氰胺一起通过双螺杆挤出机熔融挤出,冷却后用高速粉碎机二次粉碎,分级过筛,获得尺寸为  $90\mu m$  的涂料颗粒;使用时采用静电喷涂,使粉末涂料冲击在经脱脂除锈处理的合金钢表面上,并在表面上形成膜层,在 200℃对膜层烘烤 15min,使涂料层固化成膜。制备的膜层表面平整,纳米颗粒分布均匀,膜层与水的接触角约为 157°,涂料膜层的铅笔硬度为 6H。

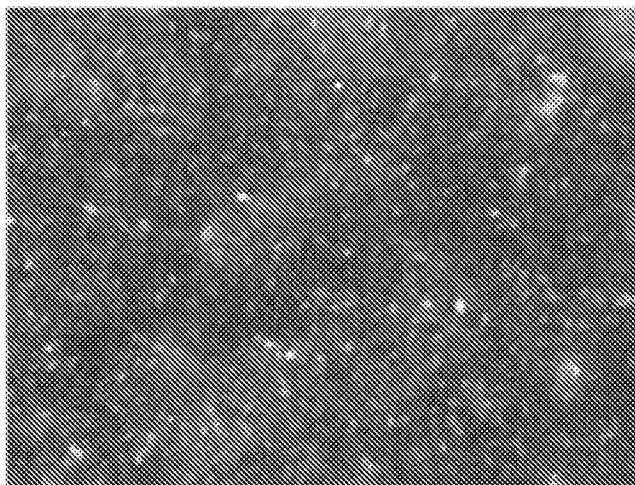


图 1

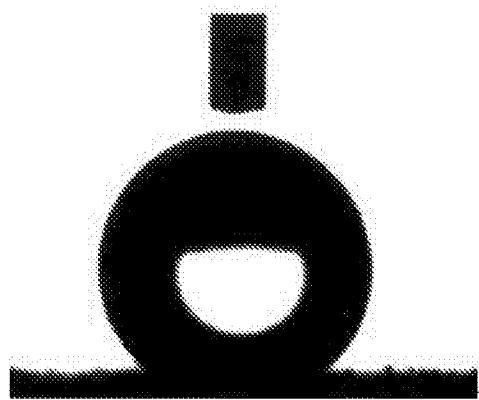


图 2