



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103819992 B

(45) 授权公告日 2016.07.06

(21) 申请号 201410111772.2

(22) 申请日 2014.03.24

(73) 专利权人 常州市天安特种涂料有限公司

地址 213119 江苏省常州市武进区横山桥工  
业园区金丰村

(72) 发明人 王素琴 金加洪 陈杰 陆振方

(74) 专利代理机构 常州佰业腾飞专利代理事务  
所(普通合伙) 32231

代理人 翁斌

(51) Int. Cl.

*C09D 133/14*(2006.01)

*C09D 7/12*(2006.01)

*C08F 220/28*(2006.01)

*C08F 220/06*(2006.01)

*C08F 2/44*(2006.01)

*C08K 9/04*(2006.01)

*C08K 3/04*(2006.01)

审查员 安祥飞

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种耐光性涂料的制备方法

(57) 摘要

本发明是一种耐光性涂料的制备方法,在丙烯酸酯类树脂的制备中加入改性脂质体,利用改性脂质体替代传统的表面活性剂,所制备的水性丙烯酸酯类树脂接近于有机溶剂型丙烯酸酯类树脂的性能,可广泛用作内外墙涂料、木器面漆、金属涂料等,在环保型涂料及油漆领域应用前景广阔。

1. 一种耐光性涂料的制备方法,其特征在于:

(1) 取鞘磷脂 6g、过氧化(2-乙基己酸)叔丁酯 0.3g、磷酸吡哆醛 0.2g、氧化石墨烯 0.02g,用 1,1-二氯乙烷 55mL 使其溶解,升温到 50℃,搅拌反应 1h,加入丙酰氯 0.02g,搅拌反应 1h,形成脂质体溶液;将脂质体溶液于薄膜蒸发器上,常温减压蒸馏脱出溶剂,形成脂质体包覆体;

(2) 向 250mL 三口瓶中加入水 60g、甲基丙烯酸 0.4g、上述(1)脂质体包覆体 13g,将反应温度升至 60℃,搅拌时间 70min,加入丙烯酸-2-羟基丙酯 12.0g、盐酸阿地芬宁 0.3g 和硼氢化钠 0.2g,乳化时间 60min,当温度升到 70℃通回流水,保温反应 1h,加氨水调 pH 值为 7,得到耐光性涂料。

2. 一种耐光性涂料的制备方法,其特征在于:

(1) 取硫酸长春新碱脂 6g、过氧化二碳酸二环己酯 0.2g、4,4'-联苯二甲醛 1.8g、碳纳米管 0.07g,用 1,1-二氯乙烷 55mL 使其溶解,混合均匀,升温到 50℃,搅拌反应 1h,加入异丁酰氯 0.5g,搅拌反应 1h,形成脂质体溶液;将脂质体溶液于薄膜蒸发器上,常温减压蒸馏脱出溶剂,形成脂质体包覆体;

(2) 向 250mL 三口瓶中加入水 60g、甲基丙烯酸 0.4g、上述(1)脂质体包覆体 16g,将反应温度升至 60℃,搅拌时间 70min,加入甲基丙烯酸羟乙酯 14.0g 和氯酯醒 0.3g,乳化时间 60min,当温度升到 70℃通回流水,保温反应 2h,加氨水调 pH 值为 7,得到耐光性涂料。

## 一种耐光性涂料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种涂料的制备方法,特别涉及一种性能接近于溶剂型的耐光性丙烯酸酯类树脂涂料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 喷涂于内外墙体、家具、金属器具表面的涂料和油漆,每时每刻都在与人类直接或间接接触,有毒、有害涂料已也时刻威胁着人们的健康。由于使用的领域常接触太阳光,由于太阳光线中含有大量对有色物体有害的紫外光,其波长约 290 ~ 460nm,这些有害的紫外光通过化学上的氧化还原作用,使涂料发生颜色的变化。

[0003] 环保型的丙烯酸酯类树脂是分散介质由水取代有机溶剂,降低丙烯酸酯类树脂的毒性,但所得水性丙烯酸酯类树脂的性能达不到溶剂型丙烯酸酯类树脂的性能,因此其在内外墙体、家具、金属器具表面的涂料和油漆的广泛应用受到一定程度限制。

[0004] 水性丙烯酸酯类树脂的制备中需加入水溶性引发剂和乳化剂,这些水溶性引发剂都会降低丙烯酸酯类树脂的性能,常见的水溶性引发剂主要为过硫酸盐,其在丙烯酸酯类单体的聚合过程中,附在聚合物终端的亚硫酸盐离子吸附部分水分子,使丙烯酸酯类树脂所成膜的连续性降低,降低了丙烯酸酯类树脂的力学性能。

[0005] 脂质体是脂类分子(类脂)的自组装体,是一种由一个或多个脂双层中间包覆微水相的结构。脂质体可天然存在,也可人工合成。不同脂质组成的双分子在水相中依赖于各种条件存在着“相”的变化,即“相变”。相变温度之上链的“僵直”状态改变到“柔曲”的运动,通过柔顺分子链提高丙烯酸酯类树脂的性能。

[0006] 有机过氧化引发剂以其价廉而受到欢迎,但杂质的存在易引起链转移反应,大幅度降低引发效率,从而使引发过程重现性差,导致产品质量不稳定。

### 发明内容

[0007] 本发明旨在提供一种耐光性涂料的制备方法,所要解决的技术问题:脂质体对油性过氧化引发剂进行包覆,并将耐光材料用于包覆体内,该包覆体作为丙烯酸酯类单体聚合的乳化剂和引发剂,并选择一些化合物抑制由于引发剂引起的链转移反应,提高引发剂的使用效率,所制备的丙烯酸酯类树脂的性能达到或接近于溶剂型丙烯酸酯类树脂的性能,材料的耐光性也大幅度提高。

[0008] 本发明采用了以下技术方案。

[0009] 技术方案一

[0010] (1)取鞘磷脂 6g、过氧化(2-乙基己酸)叔丁酯 0.3g、磷酸吡哆醛 0.2g、氧化石墨烯 0.02g,用 1,1-二氯乙烷 55ml 使其溶解,升温到 50℃,搅拌反应 1h,加入丙酰氯 0.02g,搅拌反应 1h,形成脂质体溶液;将脂质体溶液于薄膜蒸发器上,常温减压蒸馏脱出溶剂,形成脂质体包覆体;

[0011] (2)向 250ml 三口瓶中加入水 60g、甲基丙烯酸 0.4g、上述(1)脂质体包覆体 13g,

将反应温度升至 60℃, 搅拌时间 70min, 加入丙烯酸-2-羟基丙酯 12.0g、盐酸阿地芬宁 0.3g 和硼氢化钠 0.2g, 乳化时间 60min, 当温度升到 70℃通回流水, 保温反应 1h, 加氨水调 pH 值 7, 得到耐光性涂料。

#### [0012] 技术方案二

[0013] (1) 取硫酸长春新碱脂 6g、过氧化二碳酸二环己酯 0.2g、4,4'-联苯二甲醛 1.8g、碳纳米管 0.07g, 用 1,1-二氯乙烷 55ml 使其溶解, 混合均匀, 升温到 50℃, 搅拌反应 1h, 加入异丁酰氯 0.5g, 搅拌反应 1h, 形成脂质体溶液; 将脂质体溶液于薄膜蒸发器上, 常温减压蒸馏脱出溶剂, 形成脂质体包覆体;

[0014] (2) 向 250ml 三口瓶中加入水 60g、甲基丙烯酸 0.4g、上述(1)脂质体包覆体 16g, 将反应温度升至 60℃, 搅拌时间 70min, 加入甲基丙烯酸羟乙酯 14.0g 和氯酯醒 0.3g, 乳化时间 60min, 当温度升到 70℃通回流水, 保温反应 2h, 加氨水调 pH 值 7, 得到耐光性涂料。

[0015] 本发明具有以下特点:

[0016] (1) 将油溶性的过氧化类引发剂包覆在脂质体的内层;

[0017] (2) 利用脂质体取代传统的丙烯酸酯类树脂制备中所用的乳化剂, 使水性的丙烯酸酯类树脂性能接近于溶剂型的丙烯酸酯类树脂的性能;

[0018] (3) 磷酸吡哆醛、丙酰氯、4,4'-联苯二甲醛、异丁酰氯、氯酯醒等可降低杂质对过氧化引发剂的链转移反应, 提高引发剂的效率和使产品质量的稳定性提高, 并提高水性丙烯酸酯类树脂性能, 使其接近于有机溶剂型丙烯酸酯类树脂。

[0019] (4) 氧化石墨烯、碳纳米管、十四烯酸甘油酯、5-尿基乙内酰胺作为耐光材料提高丙烯酸酯类树脂涂料的耐光性。

[0020] 具体实施方式 下面结合实例进一步说明本发明。

#### [0021] 实例一

[0022] (1) 取鞘磷脂 6g、过氧化(2-乙基己酸)叔丁酯 0.3g、磷酸吡哆醛 0.2g、氧化石墨烯 0.02g, 用 1,1-二氯乙烷 55ml 使其溶解于 100ml 烧杯中, 升温到 50℃, 搅拌反应 1h, 加入丙酰氯 0.02g, 搅拌反应 1h, 形成脂质体溶液; 将脂质体溶液于薄膜蒸发器上, 常温减压蒸馏脱出溶剂, 形成脂质体包覆体;

[0023] (2) 向 250ml 三口瓶中加入水 60g、甲基丙烯酸 0.4g、上述(1)脂质体包覆体 13g, 将反应温度升至 60℃, 搅拌时间 70min, 加入丙烯酸-2-羟基丙酯 12.0g、盐酸阿地芬宁 0.3g 和硼氢化钠 0.2g, 乳化时间 60min, 当温度升到 70℃通回流水, 保温反应 1h, 加氨水调 pH 值 7, 得到耐光性涂料。

#### [0024] 实例二

[0025] (1) 取硫酸长春新碱脂 6g、过氧化二碳酸二环己酯 0.2g、4,4'-联苯二甲醛 1.8g、碳纳米管 0.07g, 用 1,1-二氯乙烷 55ml 使其溶解于 100ml 烧杯中, 混合均匀, 升温到 50℃, 搅拌反应 1h, 加入异丁酰氯 0.5g, 搅拌反应 1h, 形成脂质体溶液; 将脂质体溶液于薄膜蒸发器上, 常温减压蒸馏脱出溶剂, 形成脂质体包覆体;

[0026] (2) 向 250ml 三口瓶中加入水 60g、甲基丙烯酸 0.4g、上述(1)脂质体包覆体 16g, 将反应温度升至 60℃, 搅拌时间 70min, 加入甲基丙烯酸羟乙酯 14.0g 和氯酯醒 0.3g, 乳化时间 60min, 当温度升到 70℃通回流水, 保温反应 2h, 加氨水调 pH 值 7, 得到耐光性涂料。

[0027] 对实例一到实例二制备的耐光性丙烯酸酯类树脂涂料膜进行性能测试, 实验数据

如下。

[0028] 表一 丙烯酸酯类树脂的所得膜性能

[0029]

|           | 市场涂料 SB60 | 实例一 | 实例二 |
|-----------|-----------|-----|-----|
| 断裂伸长率(%)  | 160       | 150 | 145 |
| 抗张强度(MPa) | 5.8       | 5.7 | 5.6 |
| 抗磨损(级)    | 4         | 3.5 | 4   |

[0030] 表一中指标的检测方法参考(蒋维祺. 皮革成品理化检验 [M]. 中国轻工业出版社, 1999), 本发明涂料所得膜断裂伸长率、抗张强度、抗磨损接近于溶剂型的丙烯酸酯类树脂。

[0031] 为了定量描述丙烯酸酯类树脂涂料的耐光性能, 采用分光光度仪进行检测, 以得到反色差值 $\Delta E$ , 来描述丙烯酸酯类树脂的耐光性。 $\Delta E$ 代表了颜色变化程度, $\Delta E$ 越大, 颜色改变越明显。一般来说, $\Delta E$ 值为0~1.5属轻微变化; $\Delta E$ 值为1.5~3.0属可感变化; $\Delta E$ 值为3.0~6.0属明显变化(参见王芳, 党高潮, 王丽琴, 几种有机文物保护聚合物涂料的光降解 [J]. 西北大学学报, 2005, 35(5): 56~58)。

[0032] 表二 不同紫外光照射时间下丙烯酸酯类树脂涂料膜的色差值 $\Delta E$ 变化

[0033]

| 时间 /min | 市场涂料 SB60 | 实例一 | 实例二 |
|---------|-----------|-----|-----|
| 90      | 0.9       | 0.1 | 0.6 |
| 150     | 1.1       | 0.6 | 0.8 |
| 270     | 1.3       | 0.9 | 0.9 |
| 330     | 1.3       | 0.9 | 0.9 |
| 390     | 1.4       | 1.0 | 1.0 |
| 450     | 1.7       | 1.2 | 1.1 |
| 510     | 1.8       | 1.3 | 1.3 |
| 540     | 2.1       | 1.2 | 1.3 |
| 600     | 2.3       | 1.3 | 1.3 |

[0034] 从表二可以发现, 实例一到实例二所制备的丙烯酸酯类树脂膜耐光性均在轻微变化范围内, 显示很好的耐光性, 而市场上的耐光性丙烯酸酯类树脂涂料在450min以上, 属于可感变化。