



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115073713 A

(43) 申请公布日 2022.09.20

(21) 申请号 202210865970.2

(22) 申请日 2022.07.22

(71) 申请人 安徽衡光新材料科技有限公司

地址 239000 安徽省滁州市明光经开区化  
工集中区纬二路以南、经六路以西、纬  
三路以北

(72) 发明人 刘树飞 张钊 郑齐 王亚轩  
桑泽宝

(74) 专利代理机构 南通鼎点知识产权代理事务  
所(普通合伙) 32442

专利代理师 朱建

(51) Int. Cl.

C08G 59/50 (2006.01)

C09D 163/00 (2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

一种水性增韧环氧固化剂、制备方法以及由  
其制得的水性环氧组合物

(57) 摘要

本发明公开了一种水性增韧环氧固化剂,包  
括以下重量百分比的组分:聚醚胺25-30%、环氧  
树脂8-12%;助溶剂5-10%、乳化剂3-8%、去离  
子水45-55%。以及水性环氧组合物,其包括:至  
少一种水性环氧分散体;和至少一种上述水性增  
韧环氧固化剂。本发明通过使用聚醚胺改性环氧  
树脂,制备一种柔性环氧固化剂,然后将其水性  
化,再添加到普通环氧产品中,用以提高产品的  
柔韧性,增加韧性。

1. 一种水性增韧环氧固化剂,其特征在于,包括以下重量百分比的组分:

聚醚胺	25-30%
环氧树脂	8-12%
助溶剂	5-10%
乳化剂	3-8%
去离子水	45-55%。

2. 根据权利要求1所述的一种水性增韧环氧固化剂,其特征在于,所述助溶剂选自乙二醇丁醚,所述聚醚胺选自D-2000聚醚胺,所述环氧树脂选自901固体环氧树脂,所述乳化剂选自索尔维0092环氧树脂乳液剂、罗地亚磷酸酯乳化剂RS-610其中的一种或两种。

3. 制备权利要求1或2所述的一种水性增韧环氧固化剂的方法,其特征在于,包括以下步骤:

室温下,将聚醚胺和助溶剂混合;

升温至80℃,加入环氧树脂,并于80℃保温1h;

升温至120℃保温2h;

升温至130℃保温2h;

加入余量的环氧树脂,继续于130℃保温2h;

保温结束待胺值合格后,加入余量的助溶剂,降温至50℃;

加入乳化剂,并分3批次加入去离子水,降温后出料,即制得所述水性增韧环氧固化剂。

4. 根据权利要求3所述的一种水性增韧环氧固化剂的方法,其特征在于,检测胺值为9.2-9.6mg/g,即为合格。

5. 根据权利要求3所述的一种水性增韧环氧固化剂的方法,其特征在于,加入乳化剂后混合转速为800r/min。

6. 根据权利要求3所述的一种水性增韧环氧固化剂的方法,其特征在于,三次加入去离子水的质量比为20:22:9,第一次加入去离子水后搅拌时间为30min,第二次加入去离子水后搅拌时间为30min,第三次加入去离子水后搅拌时间为1h。

7. 水性环氧组合物,其特征在于,其包括:

至少一种水性环氧分散体;和

至少一种权利要求1或2所述的水性增韧环氧固化剂或权利要求3至6中任一权利要求所述的制备方法制得的水性增韧环氧固化剂。

8. 根据权利要求7所述的水性环氧组合物,其特征在于,其为由如下组成的双组分组合物,其包括:

至少一种水性环氧分散体;和

至少一种权利要求1或2所述的水性增韧环氧固化剂或权利要求3至6中任一权利要求所述的制备方法制得的水性增韧环氧固化剂。

9. 根据权利要求8所述的水性环氧组合物,其特征在于,其为由如下组成的双组分组合物,所述双组分组合物包括组分A和组分B,

所述组分A包括以下重量百分比的组分:

水性环氧分散体	40%
丙二醇甲醚	1%
消泡剂	0.2%
分散剂	0.5%
润湿流平剂	0.2%
防闪锈剂	0.5%
有机膨润土	0.2%
二丙二醇丁醚	0.5%
防锈颜料	5%
钛白	3%
碳黑	0.1%
硫酸钡	23%
去离子水	25.5%
增稠剂	0.3%;

所述B组分包括以下重量百分比的组分:

第一环氧固化剂	37-40%
水性增韧环氧固化剂	3-6%
丙二醇甲醚	10%
去离子水	47%。

10. 制备权利要求7至9中任一权利要求所述的水性环氧组合物的方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤a、按质量配比,分别称取全部的去离子水、1/2量的消泡剂、1/2量的分散剂、全部的丙二醇甲醚,搅拌混合后,加入有机膨润土、防锈颜料、碳黑、钛白和硫酸钡后继续搅拌15-20min,得到混合浆,将所述混合浆研磨至细度 $\leq 25\mu\text{m}$ ,得到前期浆;

步骤b、将水性环氧分散体、而丙二醇丁醚、前期浆、润湿流平剂、以及剩余的消泡剂,混合15min后加入增稠剂,得到所述组分A;

步骤c、将第一环氧固化剂、水性增韧环氧固化剂、丙二醇甲醚和去离子水混合,得到所述组分B;

步骤d、将所述组分A和组分B混合,并控制所述组分A和组分B的质量比为7:1,从而得到所述水性环氧组合物。

## 一种水性增韧环氧固化剂、制备方法以及由其制得的水性环氧组合物

### 技术领域

[0001] 本发明涉及涂料技术领域,特别涉及一种水性增韧环氧固化剂、制备方法以及由其制得的水性环氧组合物。

### 背景技术

[0002] 工业漆应用中,水性环氧双组分的使用已经成为一种不可或缺的产品,面对市场的要求的多样性。环氧树脂在涂料中的地位是不言而喻的,其优异的防腐性能使得其在涂料中的使用比例大幅提高,主要的使用方法是以前环氧基作为主要反应和固化的主体,配套合适的含有活泼氢固化剂,制备成环氧双组分涂料。市面上的固化剂种类繁多,质量也参差不齐,使用过长中也多数会遇到固化剂匹配不良,出现产品的硬度偏高,脆性较大,柔韧性较差。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种水性增韧环氧固化剂、制备方法以及由其制得的水性环氧组合物,解决上述现有技术问题中的一个或者多个。

[0004] 第一方面,本发明提供的一种水性增韧环氧固化剂,包括以下重量百分比的组分:

聚醚胺 25-30%

环氧树脂 8-12%

[0005] 助溶剂 5-10%

乳化剂 3-8%

去离子水 45-55%。

[0006] 在某些实施方案中,所述助溶剂选自乙二醇丁醚,所述聚醚胺选自D-2000聚醚胺,厂家为扬州晨化新材料股份有限公司;所述环氧树脂选自901固体环氧树脂,厂家为中国石化;所述乳化剂选自索尔维0092环氧树脂乳液剂、罗地亚磷酸酯乳化剂RS-610其中的一种或两种。

[0007] 第二方面,本发明提供的制备一种水性增韧环氧固化剂的方法,包括以下步骤:

[0008] 室温下,将聚醚胺和助溶剂混合;

[0009] 升温至80℃,加入环氧树脂,并于80℃保温1h;

[0010] 升温至120℃保温2h;

[0011] 升温至130℃保温2h;

[0012] 加入余量的环氧树脂,继续于130℃保温2h;

[0013] 保温结束待胺值合格后,加入余量的助溶剂,降温至50℃;

[0014] 加入乳化剂,并分3批次加入去离子水,降温后出料,即制得所述水性增韧环氧固化剂。

[0015] 其中,通过上述温度的设定,实现了以下步骤:1、树脂融化;2、反应需要加热,进行阶段反应。

[0016] 在某些实施方案中,检测胺值为9.2-9.6mg/g,即为合格。

[0017] 在某些实施方案中,加入乳化剂后混合转速为800r/min。

[0018] 在某些实施方案中,三次加入去离子水的质量比为20:22:9,第一次加入去离子水后搅拌时间为30min,第二次加入去离子水后搅拌时间为30min,第三次加入去离子水后搅拌时间为1h。

[0019] 第三方面,本发明提供的水性环氧组合物,其包括:

[0020] 至少一种水性环氧分散体;和

[0021] 至少一种上述水性增韧环氧固化剂或上述制备方法制得的水性增韧环氧固化剂。

[0022] 在某些实施方案中,其为由如下组成的双组分组合物,其包括:

[0023] 至少一种水性环氧分散体;和

[0024] 至少一种上述水性增韧环氧固化剂或上述制备方法制得的水性增韧环氧固化剂。

[0025] 在某些实施方案中,其为由如下组成的双组分组合物,所述双组分组合物包括组分A和组分B,

[0026] 所述组分A包括以下重量百分比的组分:

水性环氧分散体 40%

丙二醇甲醚 1%

[0027] 消泡剂 0.2%

分散剂 0.5%

润湿流平剂 0.2%

防闪锈剂 0.5%

有机膨润土 0.2%

二丙二醇丁醚 0.5%

防锈颜料 5%

[0028] 钛白 3%

碳黑 0.1%

硫酸钡 23%

去离子水 25.5%

增稠剂 0.3%;

[0029] 所述B组分包括以下重量百分比的组分:

	第一环氧固化剂	37-40%
[0030]	水性增韧环氧固化剂	3-6%
	丙二醇甲醚	10%
	去离子水	47%。

[0031] 第四方面,本发明提供的制备水性环氧组合物的方法,包括以下步骤:

[0032] 步骤a、按质量配比,分别称取全部的去离子水、1/2量的消泡剂、1/2量的分散剂、全部的丙二醇甲醚,搅拌混合后,加入有机膨润土、防锈颜料、碳黑、钛白和硫酸钡后继续搅拌15-20min,得到混合浆,将所述混合浆研磨至细度 $\leq 25\mu\text{m}$ ,得到前期浆;

[0033] 步骤b、将水性环氧分散体、而丙二醇丁醚、前期浆、润湿流平剂、以及剩余的消泡剂,混合15min后加入增稠剂,得到所述组分A;

[0034] 步骤c、将第一环氧固化剂、水性增韧环氧固化剂、丙二醇甲醚和去离子水混合,得到所述组分B;

[0035] 步骤d、将所述组分A和组分B混合,并控制所述组分A和组分B的质量比为7:1,从而得到所述水性环氧组合物。

[0036] 有益效果:本发明通过使用聚醚胺改性环氧树脂,制备一种柔性环氧固化剂,然后将其水性化,再添加到普通环氧产品中,用以提高产品的柔韧性,增加韧性。

### 具体实施方式

[0037] 下面通过实施方式对本发明进行进一步详细的说明。

[0038] 实施例1

[0039] 一种水性增韧环氧固化剂,包括以下重量百分比的组分:

[0040]	聚醚胺	28%
	环氧树脂	10.3%
	助溶剂	6.7%
	乳化剂	5%
	去离子水	50%

[0041] 水性增韧环氧固化剂的制备方法:

[0042] 将聚醚胺280g和乙二醇丁醚42g加入反应釜中,升温到80℃,加入环氧树脂98g,80℃保温1小时,然后升温到120℃保温2小时,再次升温到130℃保温2小时,加入5g环氧树脂,继续130℃保温2小时。保温结束后检测胺值为 $9.4 \pm 0.2\text{mg/g}$ ,合格后加入乙二醇丁醚25g降温到50℃。加入乳化剂50g,混合15分钟,提升转速度到800r/min,加入200g去离子水,搅拌30分钟,再次加入去离子水220g,搅拌30分钟,再次加入去离子水90g,搅拌1小时,降温后出料。制得水性增韧环氧固化剂1#。

[0043] 水性环氧组合物,包括如下质量百分比的组分A:

原料	配比%
水性环氧分散体 XG-3902	40
丙二醇甲醚	1
消泡剂 BYK028	0.2
分散剂 BYK190	0.5
润湿流平剂 Tego4100	0.2
防闪锈剂 T750	0.5
有机膨润土 EW	0.2
二丙二醇丁醚	0.5
防锈料	5
钛白	3
碳黑	0.1

[0044]

[0045]

硫酸钡	23
去离子水	25.5
增稠剂	0.3

[0046] B组分:

[0047]

原料	配比%
环氧固化剂AQUAEPO-3126	43
丙二醇甲醚	10
去离子水	47

[0048] 其中,水性环氧分散体XG-3902,衡水新光新材料科技有限公司;

[0049] 有机膨润土EW,为海明斯德谦流变粉助剂;

[0050] 防闪锈剂Defors T750,为霍夫曼化学公司;

[0051] 防锈颜料为改性三聚磷酸铝,厂家为湖南瑞石科技发展有限公司;

[0052] 环氧固化剂为AQUAEPO-3126,厂家为江苏富琪森新材料有限公司;

[0053] 硫酸钡为天然硫酸钡,粒径为1500目。

[0054] 水性环氧组合物的制备方法,包括以下步骤:

[0055] 步骤a、按质量配比,分别称取全部的去离子水,1/2量的消泡剂、分散剂,全部丙二

醇甲醚400r/min搅拌混合均匀,再加入有机膨润土,防锈料,碳黑,钛白和硫酸钡,700r/min搅拌15min得到混合浆,将混合浆研磨至细度 $\leq 25\mu\text{m}$ ,得到前期浆;

[0056] 步骤b,将水性环氧分散体、二丙二醇丁醚,前期浆,流平剂、以及剩余的消泡剂,400r/min搅拌混合15min,再加入增稠剂,调整合适的粘度,得到实施例1#A组分;

[0057] 步骤c,将环氧固化剂,和丙二醇甲醚混合均匀,加入去离子水搅拌均匀,得实施例1#B组分

[0058] A:B质量比为7:1。

[0059] 实施例2

[0060] 一种水性增韧环氧固化剂,包括以下重量百分比的组分:

[0061]	聚醚胺	25%
	环氧树脂	13.3%

[0062]	助溶剂	6.7%
	乳化剂	5%
	去离子水	50%

[0063] 水性增韧环氧固化剂的制备方法:

[0064] 将聚醚胺280g和乙二醇丁醚42g加入反应釜中,升温到80℃,加入环氧树脂98g,80℃保温1小时,然后升温到120℃保温2小时,再次升温到130℃保温2小时,加入5g环氧树脂,继续130℃保温2小时。保温结束后检测胺值为 $9.4 \pm 0.2\text{mg/g}$ ,合格后加入乙二醇丁醚25g降温到50℃。加入乳化剂50g,混合15分钟,提升转速度到800r/min,加入200g去离子水,搅拌30分钟,再次加入去离子水220g,搅拌30分钟,再次加入去离子水90g,搅拌1小时,降温后出料。制得水性增韧环氧固化剂1#。

[0065] 水性环氧组合物,包括如下质量百分比的组分A:

[0066]	原料	配比%
	水性环氧分散体XG-3902	40
	丙二醇甲醚	1
	消泡剂BYK028	0.2
	分散剂BYK190	0.5
	润湿流平剂Tego4100	0.2
	防闪锈剂T750	0.5
	有机膨润土EW	0.2
	二丙二醇丁醚	0.5
	防锈料	5
	钛白	3
	碳黑	0.1
	硫酸钡	23
	去离子水	25.5

增稠剂	0.3
-----	-----

[0067] B组分:

[0068] 原料	配比 %
环氧固化剂AQUAEPO-3126	40
丙二醇甲醚	10
水性韧性环氧固化剂	3
去离子水	47

[0069] 其中,水性环氧分散体XG-3902,衡水新光新材料科技有限公司;

[0070] 有机膨润土EW,为海明斯德谦流变粉助剂;

[0071] 防闪锈剂Defors T750,为霍夫曼化学公司;

[0072] 防锈颜料为改性三聚磷酸铝,厂家为湖南瑞石科技发展有限公司;

[0073] 环氧固化剂为AQUAEPO-3126,厂家为江苏富琪森新材料有限公司;

[0074] 硫酸钡为天然硫酸钡,粒径为1500目。

[0075] 水性环氧组合物的制备方法,包括以下步骤:

[0076] 步骤a、按质量配比,分别称取全部的去离子水,1/2量的消泡剂、分散剂,全部丙二醇甲醚400r/min搅拌混合均匀,再加入有机膨润土,防锈料,碳黑,钛白和硫酸钡,700r/min搅拌15min得到混合浆,将混合浆研磨至细度 $\leq 25\mu\text{m}$ ,得到前期浆;

[0077] 步骤b,将水性环氧分散体、二丙二醇丁醚,前期浆,流平剂、以及剩余的消泡剂,400r/min搅拌混合15min,再加入增稠剂,调整合适的粘度,得到实施例2#A组分;

[0078] 步骤c,将环氧固化剂,和丙二醇甲醚混合均匀,加入去离子水搅拌均匀,得实施例2#B组分

[0079] A:B质量比为7:1。

[0080] 实施例3

[0081] 一种水性增韧环氧固化剂,包括以下重量百分比的组分:

[0082] 聚醚胺	30%
环氧树脂	8.3%
助溶剂	6.7%
乳化剂	5%
去离子水	50%

[0083] 水性增韧环氧固化剂的制备方法:

[0084] 将聚醚胺300g和乙二醇丁醚42g加入反应釜中,升温到80℃,加入环氧树脂78g,80℃保温1小时,然后升温到120℃保温2小时,再次升温到130℃保温2小时,加入5g环氧树脂,继续130℃保温2小时。保温结束后检测胺值为 $9.4 \pm 0.2\text{mg/g}$ ,合格后加入乙二醇丁醚25g降温到50℃。加入乳化剂50g,混合15分钟,提升转速度到800r/min,加入200g去离子水,搅拌30分钟,再次加入去离子水220g,搅拌30分钟,再次加入去离子水90g,搅拌1小时,降温后出料。制得水性增韧环氧固化剂1#。

[0085] 水性环氧组合物,包括如下质量百分比的组分A:

[0086] 原料	配比 %
-----------	------

水性环氧分散体XG-3902	40
丙二醇甲醚	1
消泡剂BYK028	0.2
分散剂BYK190	0.5
润湿流平剂Tego4100	0.2
防闪锈剂T750	0.5
有机膨润土EW	0.2
二丙二醇丁醚	0.5
防锈料	5
钛白	3
碳黑	0.1
硫酸钡	23
去离子水	25.5
增稠剂	0.3

[0087] B组分:

原料	配比%
环氧固化剂 AQUAEPO-3126	40

丙二醇甲醚	10
水性韧性环氧固化剂	3
去离子水	47

[0090] 其中,水性环氧分散体XG-3902,衡水新光新材料科技有限公司;

[0091] 有机膨润土EW,为海明斯德谦流变粉助剂;

[0092] 防闪锈剂Defors T750,为霍夫曼化学公司;

[0093] 防锈颜料为改性三聚磷酸铝,厂家为湖南瑞石科技发展有限公司;

[0094] 环氧固化剂为AQUAEPO-3126,厂家为江苏富琪森新材料有限公司;

[0095] 硫酸钡为天然硫酸钡,粒径为1500目。

[0096] 水性环氧组合物的制备方法,包括以下步骤:

[0097] 步骤a、按质量配比,分别称取全部的去离子水,1/2量的消泡剂、分散剂,全部丙二醇甲醚400r/min搅拌混合均匀,再加入有机膨润土,防锈料,碳黑,钛白和硫酸钡,700r/min搅拌15min得到混合浆,将混合浆研磨至细度 $\leq 25\mu\text{m}$ ,得到前期浆;

[0098] 步骤b,将水性环氧分散体、二丙二醇丁醚,前期浆,流平剂、以及剩余的消泡剂,400r/min搅拌混合15min,再加入增稠剂,调整合适的粘度,得到实施例3#A组分;

[0099] 步骤c,将环氧固化剂,和丙二醇甲醚混合均匀,加入去离子水搅拌均匀,得实施例3#B组分

[0100] A:B质量比为7:1。

[0101] 性能测试:

[0102] 将上述实施例1-3制备的水性增韧环氧固化剂进行柔韧性和耐盐雾性测试,测试结果如表1所示。

[0103] 表1

[0104]

项目	目标值	测试标准	实施例1	实施例2	实施例3
柔韧性	1mm	GB/T 1731	3mm	2mm	1mm
耐盐雾/h	500	GB/T 1865	500	500	500

[0105] 由表1结果表明,本发明的水性增韧环氧固化剂具有优异的柔韧性和良好的耐盐雾性。

[0106] 对实施例1-3制得的水性环氧组合物的性能进行检测,检测结果如表2所示:

[0107] 表2

项目	目标值	检测方法	检测结果		
	最小值~最大值		实施例 4#	实施例 5#	实施例 6#
外观	平整、无缩孔	目测	平整、无缩孔	平整、无缩孔	平整、无缩孔
光泽(60°)份	≥90	GB/T 9754	92	95	97
柔韧性	1mm	GB/T 1731	3mm	1mm	1mm
冲击强度/cm	50	GB/T 1732	50	50	50
附着力 (1mm×1mm, 100/100) /级	1	GB/T 9286	1	1	1
铅笔硬度	≥2H	GB/T 6739	2H	2H	H
耐水性/h	240	GB/T 1733	240	240	240
耐盐水/h	240	GB/T 1763	240	240	240
耐盐雾/h	500	GB/T 1865	500	500	380

[0108] 由表2结果表明,通过本发明的水性增韧环氧固化剂制得的水性环氧组合物的柔韧性有明显的提高,但是该水性增韧环氧固化剂的加入量变大后,会影响水性环氧组合物的耐盐性能。导致盐雾性能下降的原因是固化剂超量添加容易出现水溶性物质反应不完全。因此,水性增韧环氧固化剂的增加量不能太大,约为环氧固化剂质量的7-10%,不能超过10%,否则会出现上述盐雾性能下降的情况。其次,随着环氧固化剂加入量增大后铅笔硬

度也降低了。主要是因为：水溶性物质过多，交联不完全，会影响水性环氧组合物的硬度。本发明的水性增韧环氧固化剂在水中的分散性好，与环氧树脂的相容性好，无挥发性，安全环保，其用于固化环氧树脂的水性组合物硬度高、柔韧性好。

[0110] 综上所述：本发明通过使用聚醚胺改性环氧树脂，制备一种柔性环氧固化剂，然后将其水性化，再添加到普通环氧产品中，用以提高产品的柔韧性，增加韧性。

[0111] 以上表述仅为本发明的优选方式，应当指出，对本领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明创造构思的前提下，还可以做出若干变形和改进，这些也应视为发明的保护范围之内。