



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108219061 A

(43)申请公布日 2018.06.29

(21)申请号 201810114501.0 *C08F 222/02*(2006.01)
(22)申请日 2018.02.05 *C08F 220/48*(2006.01)
(71)申请人 苏州大乘环保新材料有限公司 *C08F 220/32*(2006.01)
地址 215000 江苏省苏州市高新区鸿禧路 *C09D 133/08*(2006.01)
99号

(72)发明人 单秀军 朱立伟

(74)专利代理机构 北京维正专利代理有限公司
11508

代理人 俞光明

(51) Int. Cl.

C08F 220/18(2006.01)
C08F 220/14(2006.01)
C08F 220/56(2006.01)
C08F 220/06(2006.01)
C08F 230/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54)发明名称

一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法

(57)摘要

本发明涉及到一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,主要包括保护胶溶液的制备、引发剂溶液I、引发剂溶液II、引发剂溶液III的制备,单体I、单体II、单体III和后添加剂溶液的制备,再取保护胶溶液缓慢升温后,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应,将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加完毕后保温;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,最后再将体系降温调节pH,搅拌过滤即可;本发明中制备得到的水性EAU丙烯酸乳液呈网状结构且秉承了水性EAU技术所要求的高环保性、高耐候性特点,并具有良好的机械性和延展性。

1. 一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1:取8%的保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成后添加剂溶液;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入反应釜中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将反应釜降温至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入反应釜中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将反应釜降温至35-45℃加入pH调节剂,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

2. 根据权利要求1所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:引发剂溶液I浓度=2倍引发剂溶液II浓度=2倍引发剂溶液III浓度。

3. 根据权利要求1所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:所述pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇中的一种或两种混配。

4. 根据权利要求3所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:所述后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配。

5. 根据权利要求4所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:所述热分解引发剂采用过硫酸钠、过硫酸钾、过硫酸铵中的一种或者多种混配。

6. 根据权利要求5所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:所述硬单体为丙烯酸,丙烯酰胺,甲基丙烯酸甲酯,丙烯腈中的一种或多种混配。

7. 根据权利要求6所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:所述软单体为丙烯酸丁酯,甲基丙烯酸丁酯,丙烯酸异辛酯中的一种或多种混配。

8. 根据权利要求7所述的一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,其特征在于:所述交联单体为衣康酸,双丙酮丙烯酰胺,甲基丙烯酸羟乙酯,乙基三甲氧基硅烷中,苯基二甲胺丁酮,甲基丙烯酸缩水甘油酯中的一种或多种混配。

一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及,特别涉及一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法。

背景技术

[0002] 水性EAU技术全称为Eco-friendly Acrylics Unity,是一种生态友好环保水性丙烯酸交联技术,是以对生态环境友好作为永恒理念研发的全水性体系;这就要求生产、运输、储存、施工和使用全过程中安全、环保即无刺激性气味、无有害物质排放、极低的VOC等。目前足球场和跑道等体育运动场地都要求使用水性EAU技术来完成,即通过以各种无毒无害的功能性添加剂和满足环保要求的弹性颗粒和粉末与基础胶黏剂联合成为一体来完成。在水性EAU技术中,基础胶黏剂起到很重要的作用;它不仅要满足新拌状态下对使用性能的要求,同时要在固化后满足体育场地的运动性能和耐久性的要求。

[0003] 如申请公布号为“CN106977654A”的中国专利所公开的一种核壳结构自交联丙烯酸乳液及其制备方法,其中核部分的原料主要包括阿丙烯酸类硬单体、自交联单体I、偏氯乙烯、有机缓蚀剂、乳化剂I和引发剂,壳部分主要包括丙烯酸类软单体、自交联单体II、乳化剂II、磷酸酯类单体、有机氟活性单体和引发剂II;这种制备方法中大量使用乳化剂,乳化剂和引发剂同时使用时,多余的乳化剂会发生乳化反应,产生大量的气泡或白沫,导致制备得到的丙烯酸溶液使用过程中出现缺陷,如在后期涂膜时出现陷穴,或在成膜表面出现小孔或鱼眼。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法。

[0005] 本发明的上述技术目的是通过以下技术方案得以实现的:一种水性EAU用无皂合成纯丙烯酸乳液的制备方法,包括以下步骤:

步骤1:取8%的保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成后添加剂溶液;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入反应釜中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将反应釜降温至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入反应釜中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将反应釜降温至35-45℃加入pH调节剂,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

- [0006] 作为优选,引发剂溶液I浓度=2倍引发剂溶液II浓度=2倍引发剂溶液III浓度。
- [0007] 作为优选,所述pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇中的一种或两种混配。
- [0008] 作为优选,所述后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或多种混配。
- [0009] 作为优选,所述热分解引发剂采用过硫酸钠、过硫酸钾、过硫酸铵中的一种或多种混配。
- [0010] 作为优选,所述硬单体为丙烯酸,丙烯酰胺,甲基丙烯酸甲酯,丙烯腈中的一种或多种混配。
- [0011] 作为优选,所述软单体为丙烯酸丁酯,甲基丙烯酸丁酯,丙烯酸异辛酯中的一种或多种混配。
- [0012] 作为优选,所述交联单体为衣康酸,双丙酮丙烯酰胺,甲基丙烯酸羟乙酯,乙烯基三甲氧基硅烷中,苯基苄二甲基胺丁酮,甲基丙烯酸缩水甘油酯中的一种或多种混配。
- [0013] 综上所述,本发明具有以下有益效果:

(1) 本发明中制备得到的水性EAU丙烯酸乳液,合成步骤主要包括成核和生长两大步骤,将制备得到的引发剂溶液、单体均匀滴加在保护胶溶液中成核后,再将其其余的引发剂溶液、单体以及后添加剂溶液缓慢滴加在体系中,二次添加进体系中的单体在相邻核体之间生长并相连,使制备得到的丙烯酸乳液呈网状结构且秉承了水性EAU技术所要求的高环保性、高耐候性特点,并具有良好的机械性和延展性;

(2) 现有技术中在丙烯酸乳液的制备过程中,通常向其中添加乳化剂使得单体、水、引发剂等能在体系中均匀分散形成微小的单体珠滴,从而完成丙烯酸乳液的制备;但是在本方案中采用保护胶溶液替换乳化剂的使用,将单体、引发剂等滴加进保护胶溶液中,并在保护胶溶液中进行一系列的反应;由于整个反应过程中没有乳化剂的参与,因此在乳化过程中,整个体系中不会产生大的气泡也不会产生致密的若干小气泡,从而影响涂覆成膜后的膜体品质;

(3) 其次,在这种水性EAU纯丙烯酸乳液的制备过程中,核体和壳体的玻璃化温度均为-40-60℃之间,因此当升温至此温度区间时,有助于核壳良好的生长;

(4) 单体主要包括硬单体、软单体和交联单体,将三种单体设计组合后混入进制备体系中;由于其中的单体有软单体和硬单体之分,因此形成的核体以及连接在相邻核体之间的链体也因此有软有硬,将这种丙烯酸乳液涂覆在跑道表面或其他物质表面时,这些长链均匀的展开,其中的硬单体可提高结构强度和承重、承压能力,软单体则可提高整个体系的柔韧性,最终使得制备得到的丙烯酸乳液具有更好的机械性能;

(5) 后期在引发剂和后添加剂的作用下,原有的中心壳体通过自乳化作用将交联单体吸附到乳胶粒表面或内部,之后引发聚合反应使核壳结构变成具有互穿网络的核壳结构,从而使得制备得到的丙烯酸乳液的力学性能得到明显提升;本方案在生产制备过程中,使用的材料基本无毒无害,超长链物质和芳香族物质基本没有,因此对环境的影响较小。

具体实施方式

[0014] 本具体实施例仅仅是对本发明的解释,其并不是对本发明的限制,本领域技术人

员在阅读完本说明书后可以根据需要对本实施例做出没有创造性贡献的修改,但只要在本发明的权利要求范围内都受到专利法的保护。

[0015] 实施例1:

步骤1:取6份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将9.5份丙烯酸异辛酯,1.48份甲基丙烯酸甲酯,0.12份的丙烯酰胺配置成单体I;将85.3份丙烯酸异辛酯,13.3份甲基丙烯酸甲酯,1.08份的丙烯酰胺配置成单体II,将17.2份甲基丙烯酸甲酯,4.79份的丙烯酸异辛酯,1.07份的丙烯酸,0.18份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.5份的苯基苄二甲基胺丁酮,1份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0016] 实施例2:

步骤1:取6份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将9.5份丙烯酸异辛酯,1.48份甲基丙烯酸甲酯,0.12份的丙烯酰胺配置成单体I;将85.3份丙烯酸丁酯,13.3份甲基丙烯酸甲酯,1.08份的丙烯酰胺配置成单体II,将17.2份甲基丙烯酸甲酯,4.79份的丙烯酸异辛酯,1.07份的丙烯酸,0.18份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.5份的苯基苄二甲基胺丁酮,1份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节

至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0017] 实施例3:

步骤1:取8份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将9.5份丙烯酸异辛酯,1.48份甲基丙烯酸甲酯,0.12份的丙烯酰胺配置成单体I;将85.3份丙烯酸异辛酯,13.3份甲基丙烯酸甲酯,1.08份的丙烯酰胺配置成单体II,将17.2份甲基丙烯酸甲酯,4.79份的丙烯酸异辛酯,1.07份的丙烯酸,0.18份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.5份的苯基苄二甲基胺丁酮,1份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0018] 实施例4:

步骤1:取10份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将9.5份丙烯酸异辛酯,1.48份甲基丙烯酸甲酯,0.12份的丙烯酰胺配置成单体I;将85.3份丙烯酸异辛酯,13.3份甲基丙烯酸甲酯,1.08份的丙烯酰胺配置成单体II,将17.2份甲基丙烯酸甲酯,4.79份的丙烯酸异辛酯,1.07份的丙烯酸,0.18份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.5份的苯基苄二甲基胺丁酮,1份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0019] 实施例5:

步骤1:取10份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III,制备后的引发剂溶液I的浓度是另外两个的两倍,引发剂溶液II和引发剂溶液III的浓度相同;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将9.5份丙烯酸丁酯,1.48份丙烯酰胺,0.12份的丙烯腈配置成单体I;将85.3份丙烯酸丁酯,13.3份甲基丙烯酸甲酯,1.08份的甲基丙烯酸甲酯配置成单体II,将17.2份丙烯酸,4.79份的甲基丙烯酸丁酯,1.07份的丙烯酸,0.18份的甲基丙烯酸缩水甘油酯,1.5份的苯基苄二甲基胺丁酮,1份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配,本实施例中采用亚磷酸氢钠制备得到后添加剂溶液;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节至7-8,pH调节剂采用氨水,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0020] 实施例6:

步骤1:取8份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将12份丙烯酸异辛酯,1.5份甲基丙烯酸甲酯,0.2份的丙烯酰胺配置成单体I;将86份丙烯酸异辛酯,14份甲基丙烯酸甲酯,1.1份的丙烯酰胺配置成单体II,将18份甲基丙烯酸甲酯,5.0份的丙烯酸异辛酯,1.1份的丙烯酸,0.2份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.5份的苯基苄二甲基胺丁酮,1份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节

至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0021] 实施例7:

步骤1:取8份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将8.5份丙烯酸异辛酯,1.6份甲基丙烯酸甲酯,0.15份的丙烯酰胺配置成单体I;将87.2份丙烯酸异辛酯,12.6份甲基丙烯酸甲酯,0.98份的丙烯酰胺配置成单体II,将16.3份甲基丙烯酸甲酯,4.5份的丙烯酸异辛酯,1.15份的丙烯酸,0.25份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.72份的苯基苄二甲基胺丁酮,1.2份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0022] 实施例8:

步骤1:取6份保护胶,与离子水混合配制成保护胶溶液;

步骤2:将热分散剂按照4:2:2的比例分别与去离子水混合配制成引发剂溶液I,引发剂溶液II,引发剂溶液III;

步骤3:取硬单体、软单体、交联单体混合配制形成浓度不同的单体I、单体II、单体III三份单体混合物;本实施例将9.8份丙烯酸异辛酯,1.32份甲基丙烯酸甲酯,0.17份的丙烯酰胺配置成单体I;将86.1份丙烯酸异辛酯,12.7份甲基丙烯酸甲酯,1.1份的丙烯酰胺配置成单体II,将16.5份甲基丙烯酸甲酯,4.55份的丙烯酸异辛酯,1.07份的丙烯酸,0.25份的乙烯基三甲氧基硅烷,1.35份的苯基苄二甲基胺丁酮,1.5份的衣康酸配置成单体III;

步骤4:取后添加剂与去离子水混合配制成浓度为5%的后添加剂溶液,后添加剂采用过氧化氢,亚硫酸氢钠,异丙苯过氧化氢中的一种或者多种混配;

步骤5:取保护胶溶液于反应釜中缓慢升温至75-85℃,将引发剂溶液I、单体I倒入均匀搅拌反应0.5-1.0h;再将单体II、引发剂II连续匀速滴加混入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;再取引发剂III、单体III匀速滴加入体系中,滴加时间为1-2h,滴加完毕后保温1-2h;

步骤6:将整个体系温度降低至50-60℃,将后添加剂溶液匀速滴加入体系中,滴加完毕后保温0.5h-2h,之后将整个体系降温至35-45℃加入pH调节剂,pH调节剂采用氨水或2-氨基-2-甲基-1-丙醇,本实施例中采用氨水与2-氨基-2-甲基-1-丙醇1:1混合,将体系pH调节至7-8,之后搅拌均匀后过滤即得到无皂乳液聚合核壳丙烯酸乳液。

[0023] 对比例为普通丙烯酸溶液。

[0024] 测量实施例1-实施例8以及对比例中制备得到的丙烯酸乳液的性质,并记录在表1和表2中。

[0025] 表1:

检测项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
外观	乳白色带蓝光液体	乳白色带蓝光液体	乳白色带蓝光液体	乳白色带蓝光液体
涂膜外观	乳白色表面无小孔	乳白色表面无小孔	乳白色表面无小孔	乳白色表面无小孔
黏度 (mpas)	3000	3000	3100	3200
固含量	49%	48%	47%	47%
pH 值	7	8	8	7
耐水性 (h)	500	500	500	500
耐盐雾	>2600	>2600	>2600	>2600
附着力	0 级	0 级	0 级	0 级
柔韧性 (mm)	3	3	3	3
耐冲击力 (cm)	50	60	55	60

表2:

检测项目	实施例 5	实施例 6	实施例 7	实施例 8	对比例

外观	乳白色带 蓝光液体	乳白色带 蓝光液体	乳白色带 蓝光液体	乳白色带 蓝光液体	乳白色
涂膜外观	乳白色表 面无小孔	乳白色表 面无小孔	乳白色表 面无小孔	乳白色表 面无小孔	乳白色， 带有少量 小孔
黏度 (mpas)	3000	3000	3100	3200	2800
固含量	49%	48%	47%	47%	45%
pH 值	7	8	8	7	7
耐水性 (h)	500	500	500	500	450
耐盐雾	>2600	>2600	>2600	>2600	>1800
附着力	0 级	0 级	0 级	0 级	0 级
柔韧性 (mm)	3	3	3	3	1
耐冲击力 (cm)	50	60	55	60	45

根据上表可得结论:本方案中制备得到的丙烯酸乳液相较普通的丙烯酸溶液具有较好的附着力、耐腐蚀性、耐水性和机械拉伸性能,且涂膜干燥之后,表面并无小孔、鱼眼和陷穴。