



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115073748 A

(43) 申请公布日 2022.09.20

---

(21) 申请号 202210750550.X

(22) 申请日 2022.06.29

(71) 申请人 安庆中拓新材料科技有限公司

地址 246000 安徽省安庆市高新区环湖西路1号

(72) 发明人 王潇 赵蔚菡 薛鹏

(74) 专利代理机构 上海湾谷知识产权代理事务所(普通合伙) 31289

专利代理人 倪继祖

(51) Int.Cl.

C08G 77/46 (2006.01)

C09D 183/12 (2006.01)

---

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种非离子型水性有机硅树脂及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种非离子型水性有机硅树脂，包括以下组分及其质量百分含量：硅单体40-60%；催化剂0.1-0.5%；去离子水5-10%；聚醚4-8%；去离子水35-50%。本发明还公开了上述非离子型水性有机硅树脂的制备方法。本发明通过将亲水的聚醚基团接枝于树脂的链段中，可以形成稳定的乳液，可长期储存。此外由于聚醚结构含量低，因此Si-O-Si链段的含量高，可以长期耐400℃的高温，通过搭配耐热性颜填料，可以制成环保型水性耐高温涂料。

1. 一种非离子型水性有机硅树脂,其特征在于,包括以下组分及其质量百分含量:

硅单体 40-60%;

催化剂 2-5%;

去离子水 5-10%;

聚醚 4-8%;

去离子水 35-50%;

上述组分质量百分含量之和为100%;

所述催化剂选自浓度为0.5M的盐酸的水溶液。

2. 如权利要求1所述的非离子型水性有机硅树脂,其特征在于,所述硅单体选自苯基三甲氧基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、二甲基二甲氧基硅烷、二甲基二乙氧基硅烷、 $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷、 $\gamma$ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷中的至少一种。

3. 如权利要求1所述的非离子型水性有机硅树脂,其特征在于,所述聚醚选自聚乙二醇二缩水甘油醚、聚乙二醇单缩水甘油醚、聚醚单胺、聚醚胺中的至少一种。

4. 如权利要求1所述的非离子型水性有机硅树脂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 按以下组分其质量百分含量准备原料:

硅单体 40-60%;

催化剂 2-5%

去离子水 5-10%

聚醚 4-8%;

去离子水 35-50%;

上述组分质量百分含量之和为100%;

(2) 在反应釜中加入硅单体,并将反应釜升温至60-90℃且维持该温度,向反应釜中滴加催化剂和去离子水的混合溶液,滴加时间为2-4小时,滴加完成后在反应釜中保温2-4小时,再向反应釜中加入聚醚,完成后在反应釜中保温2-4小时,得到反应液;

(3) 将步骤(2)完成后得到的反应液转移到乳化釜,高速分散,转速为1000-2000r/min,并滴加去离子水,滴加时间为1-2小时,在滴加过程中发生相反转从而形成稳定的非离子型水性有机硅树脂。

## 一种非离子型水性有机硅树脂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于水性涂料领域,具体涉及一种非离子型水性有机硅树脂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 耐高温涂料领域使用的有机硅树脂是指以Si-O-Si键为主链,以烷氧基或烷基为侧链的树脂,烷氧基常以甲氧基、乙氧基为主,烷基常以甲基、苯基为主。这种结构的树脂具有强烈的憎水性,很难溶于或分散于水中,只能溶解于溶剂中如二甲苯等。由于二甲苯等溶剂的挥发性和易燃性,使耐高温涂料既不安全又不环保。

[0003] 水性有机硅树脂是指以水为分散介质的有机硅树脂,由于以水为分散介质,因此VOC含量低,不燃,是一种安全环保的产品。CN 112724406 A公开了一种水性有机硅树脂及其制备方法,采用环状有机聚硅氧烷、改性磷酸酯的原料经乳液聚合得到,但所得漆膜仅可在150℃下长期使用;CN 107778489 A公开了一种有机硅改性水性醇酸树脂及其制备方法,以约10%含量的有机硅预聚体改性水性醇酸树脂,可以提高醇酸树脂的耐温性,但由于有机硅含量低,不能用于耐高温涂料的主体树脂;CN 108546509 A公开了一种自清洁涂料用水性有机硅树脂及其制备方法与应用,采用脂肪醇聚氧乙烯醚乳化剂通过转相法将有机硅树脂乳化,但这种方法采用的乳化剂用量大,且乳液稳定性差,不能长时间储存。

[0004] 因此,亟需研制一种耐温性好、稳定性佳的水性有机硅树脂。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的,就是为了解决上述问题而提供了一种非离子型水性有机硅树脂及其制备方法,具有优异的耐温和稳定性。

[0006] 本发明的目的是这样实现的:

[0007] 一种非离子型水性有机硅树脂,包括以下组分及其质量百分含量:

硅单体 40-60%;

催化剂 2-5%;

[0008] 去离子水 5-10%

聚醚 4-8%;

去离子水 35-50%;

[0009] 上述组分质量百分含量之和为100%;

[0010] 所述催化剂选自浓度为0.5M的盐酸的水溶液。

[0011] 上述的非离子型水性有机硅树脂,其中,所述硅单体选自苯基三甲氧基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、二甲基二甲氧基硅烷、二甲基二乙氧基硅烷、 $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷、 $\gamma$ -缩水甘油醚丙基三甲氧基硅烷中的至少一种。

[0012] 上述的非离子型水性有机硅树脂,其中,所述聚醚选自聚乙二醇二缩水甘油醚、聚

乙二醇单缩水甘油醚、聚醚单胺、聚醚胺中的至少一种

[0013] 本发明还提供了一种非离子型水性有机硅树脂的制备方法,包括以下步骤:

[0014] (1)按以下组分其质量百分含量准备原料:

硅单体 40-60%;

催化剂 2-5%

[0015] 去离子水 5-10%

聚醚 4-8%;

去离子水 35-50%;

[0016] 上述组分质量百分含量之和为100%;

[0017] (2)在反应釜中加入硅单体,并将反应釜升温至60-90℃且维持该温度,向反应釜中滴加催化剂和去离子水的混合溶液,滴加时间为2-4小时,滴加完成后在反应釜中保温2-4小时,再向反应釜中加入聚醚,完成后在反应釜中保温2-4小时,得到反应液;

[0018] (3)将步骤(2)完成后得到的反应液转移到乳化釜,高速分散,转速为1000-2000r/min,并滴加去离子水,滴加时间为1-2小时,在滴加过程中发生相反转从而形成稳定的非离子型水性有机硅树脂。

[0019] 本发明的非离子型水性有机硅树脂是一种内乳化型树脂,通过将亲水的聚醚基团接枝于树脂的链段中,可以形成稳定的乳液,可长期储存。此外由于聚醚结构含量低,因此Si-O-Si链段的含量高,可以长期耐300℃的高温,通过搭配耐热性颜填料,可以制成环保型水性耐高温涂料。

## 具体实施方式

[0020] 下面将结合实施例,对本发明作进一步说明。

[0021] 实施例1:

[0022] 非离子型水性有机硅树脂包括以下组分及其质量百分含量:

二甲基二甲氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司) 25%

苯基三乙氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司) 20%

γ-氨基丙基三乙氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司) 5%

[0023] 0.5M 盐酸(国药集团化学试剂有限公司) 3%

去离子水 6%

聚乙二醇二缩水甘油醚(RF-PEGDGE400 上海如发化工科技有限公司) 5%

去离子水 36%;

[0024] 制备方法包括以下步骤:

[0025] (1)在反应釜中加入配方量的二甲基二甲氧基硅烷,苯基三乙氧基硅烷和γ-氨基丙基三乙氧基硅烷,并升温至60℃,向反应釜中滴加配方量的盐酸和去离子水的混合溶液,滴加时间为2小时,滴加完成后在60℃下保温2小时,再向反应釜中加入配方量的聚乙二醇二

缩水甘油醚,继续在60℃下保温4小时,得到反应液;

[0026] (2) 将步骤(1)完成后得到的反应液转移到乳化釜,高速分散,转速为2000r/min,并滴加配方量的去离子水,滴加时间为2小时,在滴加过程中发生相反转从而形成稳定的非离子型水性有机硅树脂。

[0027] 实施例2:

[0028] 非离子型水性有机硅树脂包括以下组分及其质量百分含量:

二甲基二甲氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司)	15%
-------------------------	-----

苯基三乙氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司)	21%
------------------------	-----

[0029] γ-缩水甘油醚丙基三甲氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司)	9%
--------------------------------------	----

0.5M 盐酸(国药集团化学试剂有限公司)	3.5%
-----------------------	------

去离子水	5%
------	----

[0030] 聚醚单胺(M-2070 Huntsman)	8%
------------------------------	----

[0030] 去离子水	38.5%;
-------------	--------

[0031] 制备方法包括以下步骤:

[0032] (1) 在反应釜中加入配方量的二甲基二甲氧基硅烷,苯基三乙氧基硅烷和γ-缩水甘油醚丙基三甲氧基硅烷,并升温至90℃,向反应釜中滴加配方量的盐酸和去离子水的混合溶液,滴加时间为1小时,滴加完成后在90℃保温2小时,再向反应釜中加入配方量的聚醚单胺,继续在90℃保温4小时,得到反应液;

[0033] (2) 将步骤(1)完成后得到的反应液转移到乳化釜,高速分散,转速为1000r/min,并滴加配方量的去离子水,滴加时间为1.5小时,在滴加过程中发生相反转从而形成稳定的非离子型水性有机硅树脂。

[0034] 实施例3

[0035] 非离子型水性有机硅树脂及其制备方法,包括以下组分及其质量百分含量:

二甲基二乙氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司)	17%
-------------------------	-----

苯基三甲氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司)	21%
------------------------	-----

γ-氨丙基三乙氧基硅烷(国药集团化学试剂有限公司)	3%
---------------------------	----

[0036] 0.5M 盐酸(国药集团化学试剂有限公司)	2.5%
------------------------------	------

去离子水	8%
------	----

聚乙二醇二单缩水甘油醚(KL-20 辽宁科隆精细化工股份有限公司)	6%
-----------------------------------	----

去离子水	42.5%;
------	--------

[0037] 制备方法包括以下步骤:

[0038] (1) 在反应釜中加入配方量的二甲基二乙氧基硅烷,苯基三甲氧基硅烷和γ-氨丙基三乙氧基硅烷,并升温至90℃,向反应釜中滴加配方量的盐酸和去离子水的混合溶液,滴加时间为1小时,滴加完成后在90℃保温1小时,再向反应釜中加入配方量的聚乙二醇单缩水甘油醚,继续在90℃保温3小时,得到反应液;

[0039] (2) 将步骤(1)完成后得到的反应液转移到乳化釜,开启高速分散,转速为1500r/min,并滴加配方量的去离子水,滴加时间为1.5小时,在滴加过程中发生相反转从而形成稳定的非离子型水性有机硅树脂。

[0040] 以实施例1-3制备的水性有机硅树脂为原料,制备水性耐高温涂料。

[0041] 水性耐高温涂料由以下组分及其重量份组成:

	水性有机硅树脂 (实施例制得)	60 份
	消泡剂 BYK-024 (BYK Additives & Instruments)	0.3 份
	云母粉 (滁州万桥绢云母有限公司)	10 份
	滑石粉 (江西广源化工有限责任公司)	10 份
[0042]	水性铝银浆 W-500 (章丘市金属颜料有限公司)	15 份
	基材润湿剂 BYK346 (BYK Additives & Instruments)	0.3 份
	去离子水	2.9 份
	增稠剂 BYK-425 (BYK Additives & Instruments)	0.5 份

[0043] 制备工艺:将水性有机硅树脂,分散剂BYK-190,消泡剂BYK-024加入搅拌罐中,开启搅拌,转速600r/min,再依次加入云母粉,滑石粉,水性铝银浆,将转速调至1200r/min,高速分散至细度小于50μm,然后加入基材润湿剂BYK346,去离子水和增稠剂BYK425,即得到水性耐高温涂料。

[0044] 以实施例1-3制备的水性有机硅树脂为原料制备得到的水性耐高温涂料,并将市售耐高温树脂DOWSIL 8016和广州佳豪JH-7506按照相同的涂料配方制成涂料为对比例1和对比例2,进行性能测试,结果如表1所示:

[0045] 表1、耐高温涂料的性能对比

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	对比例 1	对比例 2	执行标准
附着力	0 级	0 级	0 级	0 级	1 级	GB/T 9286
柔韧性	1mm	1mm	1mm	1mm	1mm	GB/T 1731
耐水性	≥240h	≥300h	≥240h	<168h	<200h	GB/T 1733
储存稳定性, 50 °C/14d	无沉底, 轻微分水	无沉底, 无分水	无沉底, 轻微分水	无尘低, 轻微分水	约有 1cm 硬沉底, 并有严重分水	GB 6753. 3
耐高温性, 400°C /24h	漆膜轻微变色, 无起泡、无脱落	漆膜轻微变色, 无起泡、无脱落	漆膜轻微变色, 无起泡、无脱落	漆膜开裂, 严重脱落, 脱落面积大于 20%	漆膜开裂, 严重脱落, 脱落面积大于 50%	GB/T 1735

[0047] 通过以上测试结果可见,在经过400°C/24h的耐热性测试后,对比例漆膜开裂并严重脱落,而实施例漆膜轻微变色,无起泡无脱落,表明实施例的耐高温性优于对比例。而从

储存稳定性看出,实施例1,实施例3和对比例1均无沉底,有轻微分水。而实施例2则无沉底,无分水,对比例2则有硬沉底并由严重分水。这表明通过化学接枝,将亲水的聚醚链段镶嵌在有机硅树脂分子链中,可以更好的乳化并稳定,同时也具有更好的耐热性。

[0048] 以上实施例仅供说明本发明之用,而非对本发明的限制,有关技术领域的技术人员,在不脱离本发明的精神和范围的情况下,还可以作出各种变换或变型,因此所有等同的技术方案也应该属于本发明的范畴,应由各权利要求所限定。