



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102532402 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201110440996. 4

C09D 133/08 (2006. 01)

(22) 申请日 2011. 12. 23

C09D 7/12 (2006. 01)

(71) 申请人 上海奇想青晨新材料科技股份有限公司

地址 201505 上海市金山区南亭公路 5333
弄 28 号

(72) 发明人 陆超

(74) 专利代理机构 上海兆丰知识产权代理事务
所 (有限合伙) 31241

代理人 倪继祖

(51) Int. Cl.

C08F 220/18 (2006. 01)

C08F 212/08 (2006. 01)

C08F 220/14 (2006. 01)

C08F 2/30 (2006. 01)

C08F 2/26 (2006. 01)

权利要求书 2 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种真石漆乳液及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种真石漆乳液,由以下原料聚合而成:硬单体、软单体、功能性单体、复合乳化剂、有机硅,引发剂、pH 调节剂和去离子水;还提供了一种上述真石漆乳液的制备方法。本发明与现有技术相比,具有耐水性好,漆膜硬度高以及成膜温度低等优点,其原因有以下几点:本发明制得的乳液有较高的固含量,最高固含量可达 56%;采用至少一种反应型乳化剂,从而提高了乳液的稳定性和改进乳胶膜的耐水性;选择合适的单体以及单体配比,将聚合物的玻璃化温度及最低成膜温度降低,使形成的漆膜具有较高的硬度和较低的成膜温度。

1. 一种真石漆乳液,其特征在于,是由以下原料聚合而成:
硬单体、软单体、功能性单体、复合乳化剂、有机硅,引发剂、pH 调节剂和去离子水;
其中,所述硬单体为苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯中的至少一种;
所述软单体为丙烯酸丁酯、丙烯酸乙酯和丙烯酸异辛酯中的至少一种;
所述功能性单体为丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟乙酯中的至少一种;

所述复合乳化剂为壬基酚醚硫酸盐和烷基酚聚氧乙烯醚按重量比 1.5 : 5.5 复配制得;

所述有机硅为甲基三氯硅烷和甲基苯基二氯硅烷按质量比 4.5 : 2.5 复配制得;

所述引发剂为过硫酸盐;

所述 pH 调节剂是控制体系 pH 值为 5-9 的 pH 调节剂。

2. 如权利要求 1 所述的一种真石漆乳液,其特征在于,所述硬单体为为苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯按质量比 5.8 : 2.2 复配制得。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的一种真石漆乳液,其特征在于,所述原料的重量份数如下:

硬单体	18 份
软单体	53 份
功能性单体	1 份
复合乳化剂	2 份
有机硅	1 份
引发剂	2 份
去离子水	55 份
pH 调节剂	2 份。

4. 一种如权利要求 1 所述的真石漆乳液的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

A. 先将定量的复合乳化剂,去离子水,加入到聚合反应釜中,搅拌并升温;

B. 将定量的去离子水,复合乳化剂,硬单体加入预乳化釜中,恒速条件下,搅拌 80 分钟后得到预乳化液,称量其中的 10% 作为垫底种子反应液备用;

C. 将步骤 A 的聚合反应釜的温度升到 75-80℃,投入步骤 B 中的垫底种子反应液,再加入垫底引发剂反应 80-100 分钟,往聚合反应釜持续加去离子水,缓慢将温度降至 60℃,并控制控制温度在 55-60℃;

D. 将聚合反应釜抽真空 2 小时,再升温至 85℃将步骤 B 制备的剩余的 90% 预乳化液,以第一恒定速度滴加至聚合反应釜中,同时以第二恒定速度滴加引发剂;

E. 待反应滴加至 2.5 小时,暂停滴加预乳化液和引发剂,向预乳化釜中加入定量的软单体,同时加入有机硅,搅拌 35 分钟后制备得到混合反应液,同时以第三恒定速度,往聚合反应釜滴加混合反应液和引发剂;

F. 滴加结束后,在 85-90℃保温 5.5-6 小时,降温至 40℃,用 pH 调节剂调节 pH 值在 5-9 后,用去离子水调节固含量在 45% -56%,用 100 目过滤袋过滤出料。

5. 如权利要求 4 所述的一种真石漆乳液的制备方法,其特征在于,步骤 B 中所述的预乳

化釜为开启弯叶式,叶片数为5叶,其直径与预乳化釜直径之比为0.77,其叶片直径与叶片高度之比为4.7。

6. 如权利要求4所述的一种真石漆乳液的制备方法,其特征在于,步骤B中所述恒速条件为搅拌转速控制在650-750转/分钟。

7. 如权利要求4所述的一种真石漆乳液的制备方法,其特征在于,步骤A、B、C中所述去离子水电导率控制在 $0.1\mu\text{S}/\text{cm}$ - $1\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

8. 如权利要求4所述的一种真石漆乳液的制备方法,其特征在于,步骤D中所述抽真空的真空度保持在180-200毫米汞柱,所述第一恒定速度为每分钟150~300毫升,所述第二恒定速度为每分钟50~80毫升。

9. 如权利要求4所述的一种真石漆乳液的制备方法,其特征在于,步骤E所述第三恒定速度为每分钟100~150毫升。

10. 如权利要求4所述的一种真石漆乳液的制备方法,其特征在于,步骤F中pH调节剂为氨水,其中 NH_3 的含量控制在2-5%,所述去离子水电导率控制在 $250\mu\text{S}/\text{cm}$ ~ $280\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

一种真石漆乳液及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及建筑涂料,尤其涉及一种真石漆乳液及其制备方法。

背景技术

[0002] 真石漆,又称防石漆,主要采用各种颜色的天然石粉与聚合物乳液混合配制而成。其喷涂在建筑物的外墙上,装饰效果酷似大理石,花岗岩,是代替天然石材装饰面的一种理想材料。

[0003] 但现使用的真石漆,普遍存在耐水性不好的缺点,涂层在每次下雨以后都会发白,变得疏松。这是由于涂层吸收水分所英气的,配方原因主要是选用的苯丙乳液在合成时需加入乳化剂。这些不可聚合的乳化剂在漆膜表明形成一层非化学键合的乳化层,一旦遇水或受潮会导致漆膜吸水溶胀,造成“起霜”,“泛白”,其结果不但影响了建筑物外表的感观,而且大大降低了喷涂在建筑物外表的真石漆的物理性能。

发明内容

[0004] 本发明的目的,就是针对上述问题而提供一种真石漆乳液,该乳液耐水性能好,铅笔硬度硬,与天然石粉粘结牢固。

[0005] 本发明的另外一个目的在于提供一种制备本发真石漆乳液的方法。

[0006] 本发明为达目的所采用的技术方案是:

[0007] 本发明的一种真石漆乳液,由以下原料聚合而成:

[0008] 硬单体、软单体、功能性单体、复合乳化剂、有机硅,引发剂、pH 调节剂和去离子水;

[0009] 其中,所述硬单体为苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯中的至少一种;

[0010] 所述软单体为丙烯酸丁酯、丙烯酸乙酯和丙烯酸异辛酯中的至少一种;

[0011] 所述功能性单体为丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟乙酯中的至少一种;

[0012] 所述复合乳化剂为壬基酚醚硫酸盐和烷基酚聚氧乙烯醚按重量比 1.5 : 5.5 复配制得;

[0013] 所述有机硅为甲基三氯硅烷和甲基苯基二氯硅烷按质量比 4.5 : 2.5 复配制得;

[0014] 所述引发剂为过硫酸盐;

[0015] 所述 pH 调节剂是控制体系 pH 值为 5-9 的 pH 调节剂。

[0016] 上述的一种真石漆乳液,其中,所述硬单体为为苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯按质量比 5.8 : 2.2 复配制得。

[0017] 上述的一种真石漆乳液,其中,所述原料的重量份数如下:

[0018]

硬单体	18 份
软单体	53 份
功能性单体	1 份
复合乳化剂	2 份
有机硅	1 份
引发剂	2 份
去离子水	55 份
pH 调节剂	2 份。

[0019] 上述原料均为市售产品。

[0020] 本发明还提供了一种上述真石漆乳液的制备方法,包括以下步骤:

[0021] A. 先将定量的复合乳化剂,去离子水,加入到聚合反应釜中,搅拌并升温;

[0022] B. 将定量的去离子水,复合乳化剂,硬单体加入预乳化釜中,恒速条件下,搅拌 80 分钟后得到预乳化液,称量其中的 10% 作为垫底种子反应液备用;

[0023] C. 将步骤 A 的聚合反应釜的温度升到 75-80℃,投入步骤 B 中的垫底种子反应液,再加入垫底引发剂反应 80-100 分钟,往聚合反应釜持续加去离子水,缓慢将温度降至 60℃,并控制控制温度在 55-60℃;

[0024] D. 将聚合反应釜抽真空 2 小时,再升温至 85℃将步骤 B 制备的剩余的 90% 预乳化液,以第一恒定速度滴加至聚合反应釜中,同时以第二恒定速度滴加引发剂;

[0025] E. 待反应滴加至 2.5 小时,暂停滴加预乳化液和引发剂,向预乳化釜中加入定量的软单体,同时加入有机硅,搅拌 35 分钟后制备得到混合反应液,同时以第三恒定速度,往聚合反应釜滴加混合反应液和引发剂;

[0026] F. 滴加结束后,在 85-90℃保温 5.5-6 小时,降温至 40℃,用 pH 调节剂调节 pH 值在 5-9 后,用去离子水调节固含量在 45% -56%,用 100 目过滤袋过滤出料。

[0027] 上述的一种真石漆乳液的制备方法,其中,步骤 B 中所述的预乳化釜为开启弯叶式,叶片数为 5 叶,其直径与预乳化釜直径之比为 0.77,其叶片直径与叶片高度之比为 4.7。

[0028] 上述的一种真石漆乳液的制备方法,其中,步骤 B 中所述恒速条件为搅拌转速控制在 650-750 转/分钟。

[0029] 上述的一种真石漆乳液的制备方法,其中,步骤 A、B、C 中所述去离子水电导率控制在 0.1 μ S/cm-1 μ S/cm。

[0030] 上述的一种真石漆乳液的制备方法,其中,步骤 D 中所述抽真空的真空度保持在 180-200 毫米汞柱,所述第一恒定速度为每分钟 150 ~ 300 毫升,所述第二恒定速度为每分钟 50 ~ 80 毫升。

[0031] 上述的一种真石漆乳液的制备方法,其中,步骤 E 所述第三恒定速度为每分钟 100 ~ 150 毫升。

[0032] 上述的一种真石漆乳液的制备方法,其中,步骤 F 中 pH 调节剂为氨水,其中 NH₃ 的含量控制在 2-5%,所述去离子水电导率控制在 250 μ S/cm ~ 280 μ S/cm。

[0033] 本发明与现有技术相比,具有耐水性好,漆膜硬度高以及成膜温度低等优点,其原

因有以下几点：

- [0034] 1. 本发明制得的乳液有较高的固含量，最高固含量可达 56%；
- [0035] 2. 本发明采用至少一种反应型乳化剂，从而提高了乳液的稳定性和改进乳胶膜的耐水性；
- [0036] 3. 选择合适的单体以及单体配比，将聚合物的玻璃化温度及最低成膜温度降低，使形成的漆膜具有较高的硬度和较低的成膜温度。

具体实施方式

[0037] 以下通过具体实施例对本发明进行进一步阐述，但不应以任何方式限制本发明。

[0038] 实施例：

[0039] A. 先将 0.2 重量份的复合乳化剂，12 重量份的去离子水，加入到聚合反应釜中，搅拌并升温；

[0040] B. 将 35 重量份的去离子水，1.8 重量份复合乳化剂，18 重量份硬单体（15 重量份的苯乙烯和 3 重量份的甲基丙烯酸甲酯复配）加入预乳化釜中，恒速条件（720 转 / 分钟）下，搅拌 80 分钟后得到预乳化液，称量其中的 5.48 重量份作为垫底种子反应液备用；

[0041] C. 将步骤 A 的聚合反应釜的温度升到 75-80℃，投入步骤 B 中 5.48 重量份的垫底种子反应液，再加入 0.2 重量份的垫底引发剂反应 80-100 分钟，往聚合反应釜持续加 8 重量份的去离子水，缓慢将温度降至 60℃，并控制控制温度在 55-60℃；

[0042] D. 将聚合反应釜抽真空 2 小时，再升温至 85℃将步骤 B 制备的剩余的 49.32 重量份预乳化液，以第一恒定速度（每分钟 180 毫升）滴加至聚合反应釜中，同时以第二恒定速度（每分钟 55 毫升）滴加 0.8 重量份的引发剂；

[0043] E. 待反应滴加至 2.5 小时时，暂停滴加预乳化液和引发剂，向预乳化釜中加入 53 重量份的软单体（28 重量份的丙烯酸异辛酯和 25 重量份的丙烯酸丁酯复配），同时加入 1 重量份的有机硅（甲基三氯硅烷和甲基苯基二氯硅烷按质量比 4.5 : 2.5 复配），搅拌 35 分钟后制得混合反应液，同时以第三恒定速度（每分钟 120 毫升），往聚合反应釜滴加混合反应液和 1 重量份的引发剂；

[0044] F. 待预乳化釜中物料全部滴加完毕即混合反应液全部滴加完后后，在 85-90℃保温 5.5-6 小时，降温至 40℃，根据需要，用 2 重量份的氨水中和 pH 后，用去离子水调节固含量在 54%，用 100 目过滤袋过滤出料。

[0045] 上述垫底引发剂和引发剂均为过硫酸盐。

[0046] 该实施例制备得到的真石漆乳液，其各项性能如下：乳白色水性分散体，不分层，无沉淀，无结皮，搅拌后呈均匀状态；粘度：240±10mpa.s；pH 值：7±1；固含量：54%。

[0047] 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。