

# 一种热固性耐高温粉末涂料的研制

王立亮<sup>1</sup>, 邓书平<sup>1</sup>, 姜莉莉<sup>1</sup>, 刘凤翊<sup>1</sup>, 尹宏波<sup>2</sup>

(1.营口理工学院, 辽宁 营口 115014; 2.沈阳梓凯丞涂料有限公司, 沈阳 110132)

**摘要:** 采用熔融挤出法以环氧树脂 E12 为基料, 加入硅树脂 TC03、耐高温固化剂 TC04、填料等制备了一种新型耐高温粉末涂料。通过优化填料种类和用量, 对涂料配方进行有效改进, 使制得的粉末涂料在马弗炉中能够耐 250 °C 高温。通过对粉末涂料进行耐冲击、附着力、耐酸碱、耐溶剂、耐水煮等性能测试, 验证该配方的合理性, 并通过差示扫描量热法(DSC)和热重分析法(TG)表征涂层性能, 其最佳工艺参数下的固化温度为 149 °C。

**关键词:** 热固性; 耐高温; 填料; 粉末涂料

中图分类号: TQ637 文献标志码: A 文章编号: 1007-9548(2024)06-0001-03

## Development of A Thermosetting High Temperature Resistant Powder Coating

WANG Li-liang<sup>1</sup>, DENG Shu-ping<sup>1</sup>, JIANG Li-li<sup>1</sup>, LIU Feng-yi<sup>1</sup>, YIN Hong-bo<sup>2</sup>

(1. Yingkou Institute of Technology, Yingkou 115014, Liaoning, China;

2. Shenyang Zikaicheng Paint Co., Ltd., Shenyang 110132, China)

**Abstract:** In this paper, a new type of high temperature resistant powder coating was prepared by melt extrusion method with epoxy resin E12 as base material, silicone resin TC03, high temperature resistant curing agent TC04 and filler. The powder coating can be resistant to 250 °C in muffle furnace by optimizing the filler type and dosage and improving the coating formula effectively. In this paper, the impact resistance test, coating adhesion test, acid and alkali resistance, solvent resistance, water resistance and other properties of the prepared powder coating were tested to verify the rationality of the formulation, and the properties of the coating were characterized by differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TG), the curing temperature at the optimal process parameters is 149 °C.

**Key words:** thermosetting; high temperature resistant; filler; powder coating

## 0 引言

粉末涂料是一种不含有机溶剂、性能优良、对环境基本没有污染的固体涂料, 它以环保、使用方法简单、价格公道等优点深受市场欢迎, 近年来粉末涂料在涂料行业总体销售份额不断升高。随着对粉末涂料产品的不断研发, 粉末涂料以其独特的环保性、安全性、利用率高和性能佳等诸多优势, 将逐步取代传统的液体涂料。热固性耐高温粉末涂料是一种功能型粉末涂料,

其不仅具有普通粉末涂料的高效率、环保等性能, 而且具有耐高温性、耐腐蚀性和耐候性等优点, 应用于各种耐高温设备。本文通过研究两种不同的填料及用量, 来改善热固性耐高温粉末涂料涂膜的耐冲击性、结合力、耐酸碱、耐丙酮、耐水煮性能和高温炙烤下涂料外观的变化以及质量损失等性能, 以此设计出一种新的、符合人们需求的耐高温粉末涂料配方。

## 1 试验部分

### 1.1 试验原料

环氧树脂 E-12: 凯茵隆化工原料; 硅树脂 TC03、固化剂 TC04、促进剂 TC05、阻燃剂: 扬州金添彩新材料科技有限公司; 鱼籽砂纹剂: 湖北来斯化工新材料有限公司; 钛白粉: 安徽安纳达钛业股份有限公司; 云母

收稿日期: 2023-09-15

作者简介: 王立亮(1980—), 女, 硕士, 高级工程师, 主要从事铝合金化学转化膜与粉末涂料的研究工作。E-mail: 53258168@qq.com。

粉:灵寿县华源云母有限公司;消光钡:陕西富化化工有限责任公司;流平剂:沈阳梓凯丞涂料有限公司;以上原料均为工业级。

## 1.2 试验设备

SZA-YY-60 双螺杆挤压机:石家庄浩塑机电设备有限公司;打碎机 FS-500:鹤壁天冠仪器仪表有限公司;冲击机 QCJ-50:天津科信伟业设备有限公司;差示扫描量热仪 DSC-Q20:南京丰度仪器科技有限公司;热重分析仪 TGA Q500:上海准权仪器设备有限公司;马弗炉 SXL-1200C:苏州冠旭仪器设备有限公司;电热恒温鼓风机干燥箱 101-2B、电子天平 FA1004B:上海佑科仪器有限公司;静电喷涂设备 HZ-301:隆源涂装有限公司。

## 1.3 耐高温粉末涂料的制备

耐高温粉末涂料的基础配方见表 1 所列。

表 1 涂料基础配方

原料	配方/%	
	1	2
环氧树脂 E-12	31.0	31.0
硅树脂 TC03	15.5	15.5
固化剂 TC04	11.0	11.0
填料 YX01	36.0	0
填料 TX02	0	36.0
阻燃剂 TC532	4.5	4.5
促进剂 TC05	0.5	0.5
鱼籽砂纹剂	0.2	0.2
流平剂	1.3	1.3

注:YX01 填料为云母粉和消光钡按 1:1 比例混合;TX02 填料为钛白粉与消光钡按比例 5:2 混合。

将 E-12、硅树脂、固化剂、促进剂、阻燃剂、填料等按配方进行称量,分装备用。为了使配方中的各种成分能够分散均匀,在熔融和挤出之前对其进行一次预混合,然后再进行熔融挤出,本试验采用双螺杆挤压机,挤出机温度设定为:I 区 90~95 °C, II 区 90~100 °C, III 区 100~105 °C, IV 区 100~105 °C;螺杆转速 800~1 000 r/min,挤出冷却后粗粉碎和微细粉碎。在静电喷涂之前,先将粉末涂料过一遍筛,所用网筛 150 目。采用静电喷涂的方式制备涂层,在涂装之前,先将试片基材用丙酮清洗干净,然后用静电喷枪将粉末涂料均匀地喷涂在基底表面。喷涂完成后迅速放进烘箱,烘箱提前设置好涂料固化所需的温度,待试片固化后取出,放在室内通风干燥处自然冷却到室温。

## 1.4 样品分析

### 1.4.1 差示扫描量热分析

对粉末涂料样品进行 DSC 分析:初始温度设置为

室温(25 °C),终止温度为 500 °C。利用 N<sub>2</sub> 作为保护气,整个测试过程中气体的流速稳定在 50.0 mL/min,粉末样品分别在升温速率 10 °C/min、13 °C/min、15 °C/min、20 °C/min 下进行测试。

### 1.4.2 热重分析

采用 TGA Q500 型分析仪进行热重分析,将 4~10 mg 样品置于铂制样品盘中,在 N<sub>2</sub> 氛中从 25 °C 加热到 550 °C,升温速率为 10 °C/min。

## 1.5 性能测试

按表 2 标准或方法对涂层性能进行检测。

表 2 检测方法

项目	标准或方法
外观	目测
涂层厚度	GB/T 13452.2—2008《色漆和清漆 漆膜厚度的测定》
耐冲击性	GB/T 1732—1993《漆膜耐冲击性测定法》
附着力(划格法)	ISO 2409—2007《色漆和清漆 划格试验》
耐水煮试验	GB/T 1733—1993《漆膜耐水性测定法》
耐酸碱试验	GB/T 9274—1988《色漆和清漆 耐液体介质测定》
耐高温试验	用马弗炉在不同温度下烘烤后观察外观变化

## 2 结果与讨论

### 2.1 基础配方选择

本试验先设计两种基础配方,并对制作的粉末涂料试片进行一系列的性能测试,以此来确定一个性能初步合格的基础配方。

#### 2.1.1 漆膜的外观和厚度

涂层的厚度大约在 60 μm,因为加入了鱼籽砂纹剂,其表面具有良好的亚光性,表面成砂纹状,平整且颜色比较均匀。

#### 2.1.2 耐冲击试验结果

对两种配方的涂层进行冲击试验,发现配方 1 制作的热固性耐高温粉末涂料 50 cm 的正反冲全部失败,而以配方 2 制作的热固性耐高温粉末涂料 50 cm 的正反冲全部通过。

#### 2.1.3 耐水煮试验

分别对配方 1~2 进行耐水煮性能试验。通过 2 h 水煮,配方 2 没有出现起泡、脱落、变色等现象,而配方 1 则出现起泡、小面积脱落现象,但是表面并未变色。

经过试验测试,配方 1 的性能不如配方 2,配方 2 性能基本合格,故后续试验以配方 2 为基础配方并进行改进,从而得到性能更佳的粉末涂料配方。

### 2.2 配方进一步改进

填料的添加不仅可以降低粉末涂料成本,对涂层质量影响也至关重要,故对配方 2 调整配比,从填料添

加量方面对配方进行研究,通过对涂料机械性能和化学性能测试,筛选出更优的涂料配方。优化配方见表3所列。

表3 优化配方

原料	配方/g		
	2	3	4
环氧树脂 E-12	150	150	150
硅树脂 TC03	75	75	75
固化剂 TC04	55	55	55
填料 TX02	127	177	227
阻燃剂 TC532	23.5	23.5	23.5
流平剂	5	5	5
促进剂 TC05	2.2	2.2	2.2
鱼籽砂纹剂	1	1	1

### 2.2.1 耐冲击试验

对上述3种配方进行耐冲击测试,其中配方2和配方3全部通过了50 cm正反冲测试,而配方4的50 cm正反冲全部失败。

### 2.2.2 附着力测试

涂层表面进行划格试验,用手术刀划成正方形小网格,之后用胶带对涂层进行附着力测试,配方3为0级,配方2和4为1级。

### 2.2.3 耐酸碱丙酮试验

对3种配方涂层进行耐酸、耐碱、耐溶剂测试,结果表明:配方3在NaOH中浸泡240 h后无起泡脱落和变色,在稀HCl中浸泡240 h后也无起泡脱落和变色状况,而且在用丙酮擦拭2 000次也无掉粉情况,这说明配方3的涂料耐酸碱和耐溶剂性能较好,而配方2和4性能稍差些。

### 2.2.4 差示扫描量热法(DSC)分析

差示扫描量热分析见图3所示。

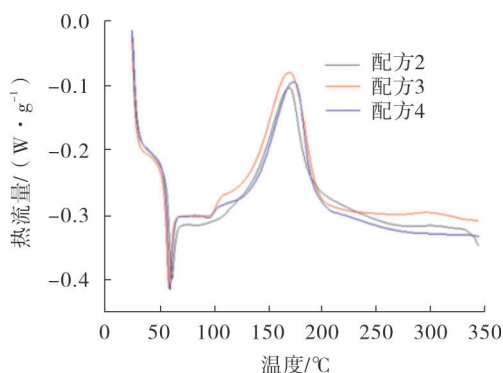


图3 DSC 测试结果

由图3可知,3种配方DSC曲线形状相差不大,

但配方3峰面积稍大,说明其固化反应热更多,固化更完全。配方2和4峰面积相近,固化效果相对不完全。

### 2.2.5 热重(TG)分析

图4所示为3种热固性耐高温粉末涂料配方的热失重曲线,可见3种配方在350℃之前质量损失很少,仅为3%,这主要是由于粉末涂料中所含溶剂小分子的挥发。从350℃左右开始,质量损失急剧增大,涂料开始慢慢被分解。当温度到450℃时,配方2的质量损失为40.22%,配方3的质量损失为29.72%,配方4的质量损失为37.65%,配方3随着温度的增加质量损失得最少,配方3耐高温性更好。

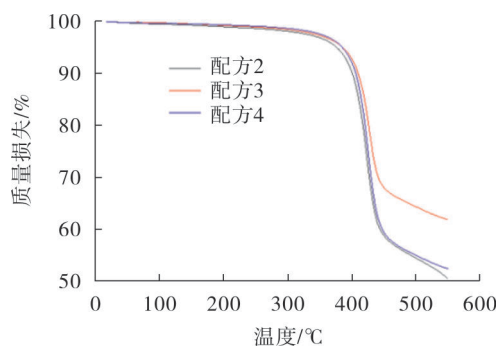


图4 热重测试结果

### 2.2.6 耐高温测试

经过前面的性能测试和表征,确定配方3的性能最佳,因此对配方3进行耐高温测试。在马弗炉中,分别将试片在250℃、300℃、350℃、500℃烘烤2 h。当加热到300℃以上时,涂层颜色有明显变化;但加热到350℃,除了颜色,涂层也并没有被破坏;当加热温度达到500℃时,涂层开始粉化被破坏,这也验证了热重试验测试结果。

通过上述测试表征,配方3的性能要优于另外两种配方,该配方性能测试结果汇总表4所列。

表4 配方3的性能测试结果

项目	性能
外观	白色,呈砂纹状亚光外观
耐冲击性(50 cm)	正冲反冲无破损
划格附着力/级	0
丙酮来回擦拭(2 000次)	无掉粉
耐酸性(3% HCl)	240 h 无变色、起泡、脱落
耐碱性(3% NaOH)	240 h 无变色、起泡、脱落
耐高温性	250℃无变化,350℃无开裂、鼓泡,但颜色变暗

## 2.3 最佳固化温度的确定

不同升温速率下配方3粉末涂料(下转第10页)