



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110803988 A

(43)申请公布日 2020.02.18

(21)申请号 201911056821.6

C09D 175/04(2006.01)

(22)申请日 2019.10.31

(71)申请人 润泰化学(泰兴)有限公司

地址 225400 江苏省泰州市泰兴经济开发
区文化西路17号

申请人 润泰化学股份有限公司

(72)发明人 卢小松 张世元 姜明秋 王永成
张润赞

(74)专利代理机构 常州智慧腾达专利代理事务
所(普通合伙) 32328

代理人 杨雪

(51)Int.Cl.

C07C 67/08(2006.01)

C07C 69/675(2006.01)

C09D 7/63(2018.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54)发明名称

2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的
制备方法、水性木器漆及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及有机化合物合成及应用技术领域,具体涉及一种2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法、水性木器漆及其制备方法。本发明的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,包括以下步骤:1)异丁醛在碱性催化剂作用下发生羟醛缩合反应,生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛;将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛与H₂O₂发生氧化反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸;2)将步骤1)制得的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚在强酸催化剂作用下反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯。本发明的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,反应产物单一,无需进行多步分离,操作简单,同时本发明还提供了一种水性木器漆及其制备方法。

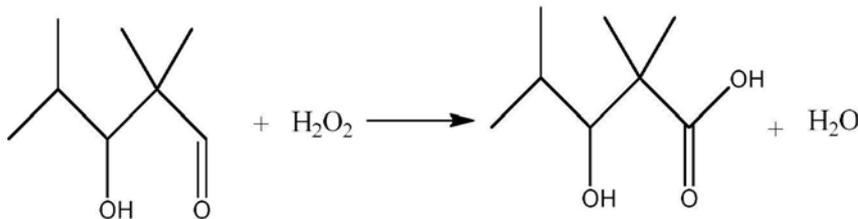
1. 一种2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸

异丁醛在碱性催化剂作用下发生羟醛缩合反应,生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛,反应式如下:

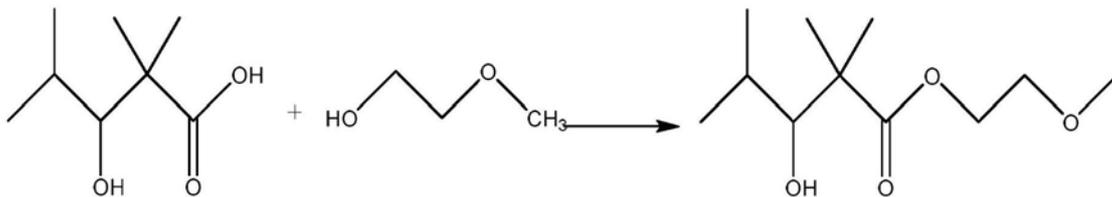


将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛与 H_2O_2 发生氧化反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,反应式如下:



2) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯

将步骤1) 制得的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚在强酸催化剂作用下反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯,反应式如下:



2. 根据权利要求1所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,所述步骤1)中,所述碱性催化剂为 NaOH , KOH , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{BA}(\text{OH})_2$ 以及 LiOH 中的任意一种或两种,所述异丁醛与所述碱性催化剂的质量比为100:1~3。

3. 根据权利要求1所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,所述步骤2)中,所述强酸催化剂为硫酸、盐酸或对甲苯磺酸中的任意一种。

4. 根据权利要求1所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,所述步骤2)中,所述强酸催化剂的用量是所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚总重量的0.2~0.5%,2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚的质量比为1000:500~700。

5. 根据权利要求1所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,所述步骤2)中,所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚的酯化反应温度为 50°C ~ 145°C ,酯化反应时间为10~30小时。

6. 根据权利要求1所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,所述步骤2)中,将2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚混合,加入强酸催化剂,升温至 $50\sim 60^\circ\text{C}$,充分搅拌溶解形成混合溶液,将所述混合溶液搅拌缓慢升温至 $150\sim 155^\circ\text{C}$,酯

化塔顶温度在120~125℃,至酯化液酸值 $\leq 4\text{mgKOH/g}$,将酯化液进行减压蒸馏脱出乙二醇甲醚,在塔底温度160~165℃,塔顶温度140~145℃,真空度-0.1~0.08Mpa的条件下,塔顶出乙二醇甲醚,塔底出2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯,得到2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品。

7. 根据权利要求6所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,向得到的所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品中加入碱液进行碱洗中和,碱液加入量为2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的3~10%,温度为50~80℃,时间为2~8小时,然后进行一次油水分离;对一次油水分离得到的油相进行水洗,加入纯净水,水的加入量为一次油水分离得到的油相的5~20%,温度为60~95℃,时间为2~6小时,然后进行二次油水分离;二次油水分离得到的油相依次经过脱水处理,最终得到2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯。

8. 根据权利要求7所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,其特征在于,所述脱水塔中塔底温度为95~130℃。

9. 一种含有2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯的水性木器漆,其特征在于,包括以下组分:聚氨酯水性分散体600~800份,防腐剂1~5份,PH调节剂1~5份,成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯20~60份,消泡剂2~8份,增稠剂5~30份,流平剂1~6份,纳米氧化铝20~50份,聚乙烯水性蜡液10~40份,水50~100份,润湿剂2~8份,分散剂2~8份,其中,所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯由权利要求1-8任一项所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法制得。

10. 一种如权利要求9所述水性木器漆的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:在容器中加入水、分散剂、润湿剂、50%的消泡剂,以1200~1500rpm的转速搅拌,同时边搅拌边加入增稠剂,之后加入纳米氧化铝,搅拌一段时间后,加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、流平剂、防腐剂、成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯以及剩余50%消泡剂,以500~800rpm的转速搅拌,时间为30~50分钟,加入PH调节剂调节PH至8~9,即得水性木器漆。

2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法、水性木器漆及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及有机化合物合成及应用技术领域,具体涉及一种2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法及含有2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的水性木器漆的制备方法。

背景技术

[0002] 水性木器漆是一种以水作为分散介质的特殊涂料,由于不含苯、二甲苯、游离TDI(甲苯二异氰酸酯)等有害物质,是一种环保、挥发物少、不燃不爆的漆料,深受消费者青睐。现有水性木器漆的成膜助剂一般采用DPM(二丙二醇甲醚)和DPNB(二丙二醇丁醚)的混合物,DPM主要是起助挥发的作用,加快挥发速度,DPNB起助成膜的作用,然而,现有的水性木器漆成膜效率较低,而水性木器漆选用十二碳醇酯(2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇-单异丁酸酯)作为成膜助剂存在十二碳醇酯不易挥发、十二碳醇酯容易有残留以及制成的水性木器漆易回粘导致木器产品不能重叠的问题,因此需要开发一种能够提高水性木器漆的成膜效率,同时挥发速度快,抗回粘效果好的成膜助剂,同时需要开发一种含有该成膜助剂的水性木器漆。

发明内容

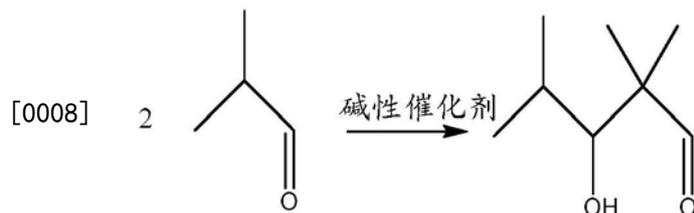
[0003] 本发明的目的在于提供一种高效成膜助剂2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法及含有2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的水性木器漆及其制备方法。

[0004] 为实现上述目的,本发明的技术方案是:

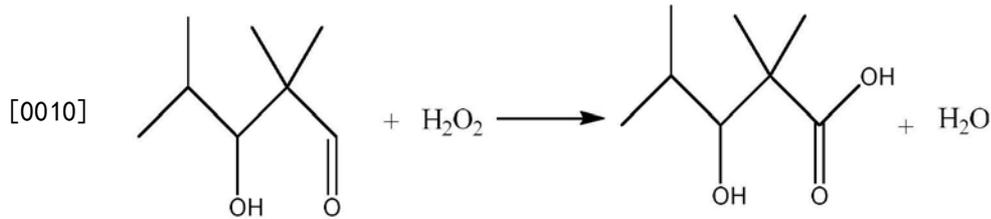
[0005] 一种2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,包括以下步骤:

[0006] 1) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸

[0007] 异丁醛在碱性催化剂作用下发生羟醛缩合反应,生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛,反应式如下:

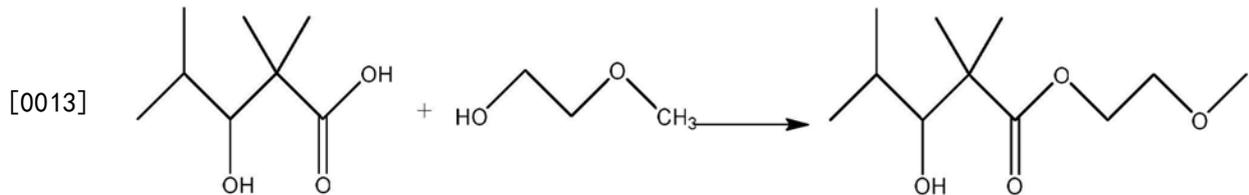


[0009] 将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛与 H_2O_2 发生氧化反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,反应式如下:



[0011] 2) 制备2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯

[0012] 将步骤1) 制得的2,2,4-三甲基-3羟基戊酸和乙二醇甲醚在强酸催化剂作用下反应得到2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯,反应式如下:



[0014] 所述步骤1) 中,所述碱性催化剂为NaOH, KOH, Ca(OH)₂, Ba(OH)₂以及LiOH中的任意一种或两种,所述异丁醛与所述碱性催化剂的质量比为100:1~3。

[0015] 所述步骤2) 中,所述强酸催化剂为硫酸、盐酸或对甲苯磺酸中的任意一种。

[0016] 所述步骤2) 中,所述强酸催化剂的用量是所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸和乙二醇甲醚总重量的0.2~0.5%, 2,2,4-三甲基-3羟基戊酸和乙二醇甲醚的质量比为1000:500~700。

[0017] 所述步骤2) 中,所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸和乙二醇甲醚的酯化反应温度为50℃~145℃,酯化反应时间为10~30小时。

[0018] 所述步骤2) 中,将2,2,4-三甲基-3羟基戊酸和乙二醇甲醚混合,加入强酸催化剂,升温至50~60℃,充分搅拌溶解形成混合溶液,将所述混合溶液搅拌缓慢升温至150~155℃,酯化塔顶温度在120~125℃,至酯化液酸值≤4mgKOH/g,将酯化液减压蒸馏脱出乙二醇甲醚,在塔底温度130~145℃,塔顶温度115~130℃,真空度-0.1~0.08Mpa的条件下,塔顶出乙二醇甲醚,塔底出2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯,得到2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品。

[0019] 向得到的所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品中加入碱液进行碱洗中和,碱液加入量为2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的3~10%,温度为50~80℃,时间为2~8小时,然后进行一次油水分离;对一次油水分离得到的油相进行水洗,加入纯净水,水的加入量为一次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的5~20%,温度为60~95℃,时间为2~6小时,然后进行二次油水分离;二次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品依次经过脱水处理,最终得到2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯,所述脱水塔中塔底温度为95~130℃。

[0020] 一种含有2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯的水性木器漆,包括以下组分:聚氨酯水性分散体600~800份,防腐剂1~5份,PH调节剂1~5份,成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯20~60份,消泡剂2~8份,增稠剂5~30份,流平剂1~6份,纳米氧化铝20~50份,聚乙烯水性蜡液10~40份,水50~100份,润湿剂2~8份,分散剂2~8份,其中,所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯由前述任一项所述2,2,4-三甲基-3羟基戊酸

甲氧基乙基酯的制备方法制得。

[0021] 一种如上述水性木器漆的制备方法,包括以下步骤:在容器中加入水、分散剂、润湿剂、50%的消泡剂、以1200~1500rpm的转速搅拌,同时边搅拌边加入增稠剂,之后加入纳米氧化铝,搅拌一段时间后,加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、流平剂、防腐剂、成膜助剂,2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯、以及剩余50%消泡剂,以500~800rpm的转速搅拌,时间为30~50分钟,加入PH调节剂调节PH至8~9,即得水性木器漆。

[0022] 本发明的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法的有益效果在于:

[0023] 本发明中提供的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,将异丁醛在碱性催化剂的作用下通过羟醛缩合反应生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛,然后2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛与 H_2O_2 发生氧化反应生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,经过重结晶,得到纯度高的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,反应产物单一,无需进行多步分离,简化了生产工艺,且2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸的收率较高,反应物和催化剂都是常见的化工原料,生产成本较低;同时将制得的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸与乙二醇甲醚在强酸催化剂作用下发生酯化反应,生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯,该酯化反应副反应少,反应速率高,酯化完全,无副产物产生,可制得高纯度的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯。

[0024] 本发明的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法中,当酯化液酸值 $\leq 4mgKOH/g$ 时停止酯化反应,酯化反应完全,生成的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的收率更高。

[0025] 本发明的水性木器漆中采用2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯作为成膜助剂,2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯中由于戊酸酯基的存在,与十二碳醇酯(2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇单异丁酸酯)中的醇酸酯基相比,2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯与丙烯酸单体的相容性更好,也就使得乳胶漆的乳胶子降粘、增塑效果更好,从而使2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯与十二碳醇酯相比,其成膜效率更高,挥发速度更快;而2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯中由于甲氧基乙基的存在,因为其亲水性,使其挥发速率更快,抗回粘效果更好,从而使得制备的水性木器漆成膜效率高,挥发速度快以及抗回粘效果好。

具体实施方式

[0026] 实施例和对比例中所涉及到的原材料包括:

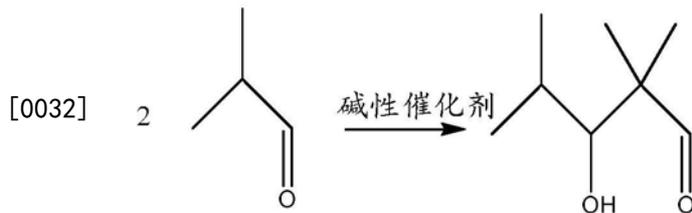
[0027] 实施例及对比例所用原材料除另有说明外均为市售工业用品,可通过商业渠道购得。

[0028] 731A,工业级,陶氏化学;EF406,工业级,陶氏化学;CF246,工业级,;RM-8W,工业级,陶氏化学;RM2020,工业级,陶氏化学;SN5027,工业级,诺普科;BD109,工业级,陶氏化学;NXZ,工业级,诺普科;RM-12W,工业级,陶氏化学;SN5040,工业级,诺普科;SN-990,工业级,诺普科;SN1370,工业级,诺普科;RM2020,工业级,陶氏化学;CF246,工业级,布莱克本。

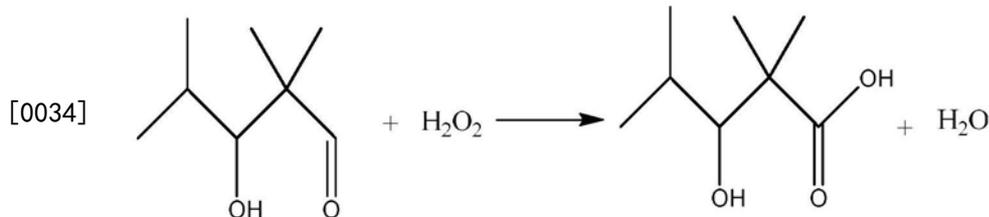
[0029] 一种2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,包括以下步骤:

[0030] 1) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸

[0031] 异丁醛在碱性催化剂作用下发生羟醛缩合反应,生成2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛,反应式如下:

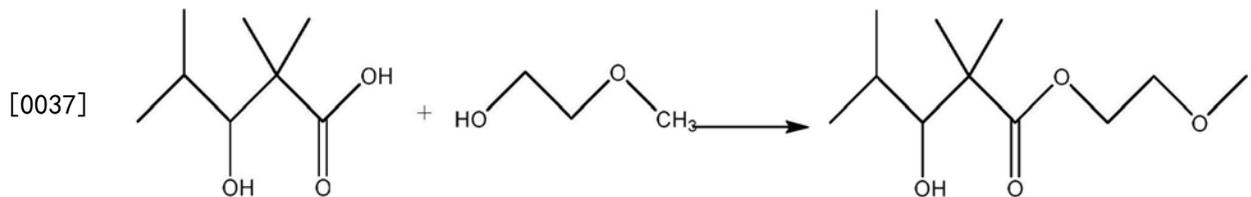


[0033] 将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛与 H_2O_2 发生氧化反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,反应式如下:



[0035] 2) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯

[0036] 将步骤1) 制得的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚在强酸催化剂作用下反应得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯,反应式如下:



[0038] 所述步骤1) 中,所述碱性催化剂为 $NaOH$, KOH , $Ca(OH)_2$, $BA(OH)_2$ 以及 $LiOH$ 中的任意一种或两种,所述异丁醛与所述碱性催化剂的质量比为100:1~3。所述步骤2) 中,所述强酸催化剂为硫酸、盐酸或对甲苯磺酸中的任意一种。所述步骤2) 中,所述强酸催化剂的用量是所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚总重量的0.2~0.5%, 2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚的质量比为1000:500~700。所述步骤2) 中,所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚的酯化反应温度为 $50^{\circ}C$ ~ $145^{\circ}C$,酯化反应时间为10~30小时。

[0039] 所述步骤2) 中,将2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和乙二醇甲醚混合,加入强酸催化剂,升温至 $50\sim 60^{\circ}C$,充分搅拌溶解形成混合溶液,将所述混合溶液缓慢升温至 $150\sim 155^{\circ}C$,酯化塔顶温度在 $120\sim 125^{\circ}C$,至酯化液酸值 $\leq 4mgKOH/g$,将酯化液进行减压蒸馏脱出乙二醇甲醚,在塔底温度 $130\sim 145^{\circ}C$,塔顶温度 $115\sim 130^{\circ}C$,真空度 $-0.1\sim -0.08Mpa$ 的条件下,塔顶出乙二醇甲醚,塔底出2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯,得到2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品。

[0040] 一种水性木器漆,包括以下组分:聚氨酯水性分散体600~800份,防腐剂1~5份,PH调节剂1~5份,成膜助剂2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯20~60份,消泡剂2~8份,增稠剂5~30份,流平剂1~6份,纳米氧化铝20~50份,聚乙烯水性蜡液10~40份,水50~100份,润湿剂2~8份,分散剂2~8份,其中,所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯由前述任一项所述2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法制得。

[0041] 所述防腐剂为卡松防腐剂;所述消泡剂为CF246、NXZ或SN1370中的任意一种;所述增稠剂为RM-8W或RM-12W中的任意一种;所述流平剂为RM2020或硅氧烷与聚醚的共聚物中的

任意一种；所述润湿剂为EF406、BD109或SN-990中的任意一种；所述分散剂为731A、SN5027或SN5040中的任意一种。

[0042] 一种如上述水性木器漆的制备方法，包括以下步骤：在容器中加入水、分散剂、润湿剂、50%的消泡剂、以1200~1500rpm的转速搅拌，同时边搅拌边加入增稠剂，之后加入纳米氧化铝，搅拌一段时间后，加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、流平剂、防腐剂、成膜助剂2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯、以及剩余50%消泡剂，以500~800rpm的转速搅拌，时间为30~50分钟，加入PH调节剂调节PH至8~9，即得水性木器漆。

[0043] 实施例1

[0044] 本实施例的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法，包括以下步骤：

[0045] 1) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸

[0046] 将600g异丁醛与45克、质量分数为40%的Ba(OH)₂溶液分别加入反应釜中，搅拌升温至55℃，反应7小时后，间隔30分钟时间取样做气相色谱测试，当连续两次色谱测试中2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛的含量不再增加时停止反应，然后在70℃，-0.1MPa下蒸馏脱除未反应的异丁醛，然后水洗，分离出油相产品，得到520g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛。

[0047] 将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛加入反应釜中，升温至80℃，边反应边滴加双氧水，双氧水中H₂O₂的质量分数为20%，双氧水的添加量为571克，反应2小时后，做气相色谱测试，测得2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛的含量低于1%时，停止滴加双氧水，得到粗品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸，将粗品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸用120mL乙腈在40℃重结晶，最终得到540g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸，纯度为98%，2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸的收率为98.4%。

[0048] 2) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯

[0049] 将步骤1)得到的500g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和250g的乙二醇甲醚混合，加入3克的催化剂硫酸，升温至60℃，充分搅拌溶解制得混合溶液，将混合溶液泵入酯化釜，搅拌缓慢升温至140℃，酯化塔顶温度为120℃；反应30h后，检测酯化液酸值为4mgKOH/g，将酯化液转入蒸馏釜中进行蒸馏，在塔底温度为160℃，塔顶温度为140℃，真空度为-0.1Mpa下进行。至未反应的乙二醇甲醚脱尽，开始接收2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品，连续出料。

[0050] 将上述制得的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入碱洗釜进行碱洗中和，加入48%的NaOH溶液，NaOH溶液的加入量为2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的3%，温度为80℃下，碱洗8小时后，然后进行一次油水分离，一次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入水洗釜进行水洗，加入纯净水，水的加入量为2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的5%，温度80℃，时间6小时，然后进行二次油水分离。

[0051] 二次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入脱水塔，塔底温度为95℃，至没有水分时脱除停止，即得成品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯。

[0052] 实施例2

[0053] 本实施例的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法，包括以下步骤：

[0054] 1) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸

[0055] 将700g异丁醛与60g、质量分数为35%的KOH溶液分别加入反应釜中,搅拌升温至65℃,反应2小时后,间隔30分钟时间取样做气相色谱测试,当连续两次色谱测试中2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛的含量不再增加时停止反应,然后在65℃,-0.05MPa下蒸馏脱除未反应的异丁醛,然后水洗,分离出油相产品,得到620g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛。

[0056] 将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛加入反应釜中,升温至50℃,边反应边滴加双氧水,双氧水中H₂O₂的质量分数为5%,双氧水的添加量为2900克,反应5小时后,做气相色谱测试,测得2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛的含量低于1%时,停止滴加双氧水,得到粗品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,将粗品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸用150mL乙腈在45℃重结晶,最终得到630g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,纯度为95%,2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸的收率为91.5%。

[0057] 2) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯

[0058] 将步骤1)得到的500g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸和300g的乙二醇甲醚混合,加入8克的催化剂对甲苯磺酸,升温至50℃,充分搅拌溶解制得混合溶液,将混合溶液泵入酯化釜,搅拌缓慢升温至155℃,酯化塔顶温度为125℃;反应10h后,检测酯化液酸值为3mgKOH/g,将酯化液转入蒸馏釜中进行蒸馏,在塔底温度为162℃,塔顶温度为143℃,真空度为0.08Mpa下进行。至未反应的乙二醇甲醚脱尽,开始接收2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品,连续出料。

[0059] 将上述制得的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入碱洗釜进行碱洗中和,加入35%的KOH溶液,KOH溶液的加入量为2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的10%,温度为50℃下,碱洗3小时后,然后进行一次油水分离,一次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入水洗釜进行水洗,加入纯净水,水的加入量为2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的20%,温度95℃,时间2小时,然后进行二次油水分离。

[0060] 二次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入脱水塔,塔底温度为130℃,至没有水分时脱除停止,出成品即2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯。

[0061] 实施例3

[0062] 本实施例的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸甲氧基乙基酯的制备方法,包括以下步骤:

[0063] 1) 制备2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸

[0064] 将500g异丁醛与25g、质量分数为20%的Ca(OH)₂溶液分别加入反应釜中,搅拌升温至30℃,反应5小时后,间隔30分钟时间取样做气相色谱测试,当连续两次色谱测试中2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛的含量不再增加时停止反应,然后在40℃,-0.01MPa下蒸馏脱除未反应的异丁醛,然后水洗,分离出油相产品,得到480g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛。

[0065] 将上述得到的2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛加入反应釜中,升温至90℃,边反应边滴加双氧水,双氧水中H₂O₂的质量分数为70%,双氧水的添加量为196克,反应3小时后,做气相色谱测试,测得2,2,4-三甲基-3-羟基戊醛的含量低于1%时,停止滴加双氧水,得到粗品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,将粗品2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸用90mL乙腈在45℃重结晶,最终得到460g的2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸,纯度为97%,2,2,4-三甲基-3-羟基戊酸的收率为90%。

[0066] 2) 制备2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯

[0067] 将步骤1)得到的450g的2,2,4-三甲基-3羟基戊酸和315g的乙二醇甲醚混合,加入6克的98%的盐酸,升温至55℃,充分搅拌溶解制得混合溶液,将混合溶液泵入酯化釜,搅拌缓慢升温至150℃,酯化塔顶温度为120℃;反应20h后,检测酯化液酸值为4mgKOH/g,将酯化液转入蒸馏釜中进行蒸馏,在塔底温度为165℃,塔顶温度为145℃,真空度为-0.1Mpa下进行。至未反应的乙二醇甲醚脱尽,开始接收2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品,连续出料。

[0068] 将上述制得的2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入碱洗釜进行碱洗中和,加入碱液40%的NaOH溶液,NaOH溶液的加入量为2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的8%,温度为60℃下,碱洗5小时后,然后进行一次油水分离,一次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入水洗釜进行水洗,加入纯净水,水的加入量为2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品的10%,温度80℃,时间4小时,然后进行二次油水分离。

[0069] 二次油水分离得到的油相即2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯粗品进入脱水塔,塔底温度为100℃,至没有水分时脱除停止,出成品即2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯。

[0070] 实验例1

[0071] 本实验例的水性木器漆,包括以下组分:聚氨酯水性分散体600份,防腐剂1份,PH调节剂1份,成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯30份,消泡剂2份,增稠剂5份,流平剂1份,纳米氧化铝20份,聚乙烯水性蜡液10份,水100份,润湿剂2份,分散剂2份,其中,本实验例中的2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯由实施例1制得。

[0072] 本实验例的水性木器漆的制备方法,包括以下步骤:在高速分散罐中加入纯净水、分散剂731A、润湿剂EF406、50%的消泡剂CF246,在搅拌速度为1200rpm的条件下,边搅拌边加入聚氨酯增稠剂RM-8W,再加入纳米氧化铝,搅拌一段时间后,分散到刮板细度20微米以下,加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、流平剂RM2020、卡松防腐剂、成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯以及剩余50%消泡剂CF246,以500rpm的转速搅拌50分钟,加入PH调节剂氨水调节PH至8,即得水性木器漆。

[0073] 实验例2

[0074] 本实验例的水性木器漆,包括以下组分:聚氨酯水性分散体800份,防腐剂5份,PH调节剂5份,成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯60份,消泡剂8份,增稠剂30份,流平剂6份,纳米氧化铝50份,聚乙烯水性蜡液40份,水50份,润湿剂8份2~8,分散剂8份2~8,其中,本实验例中的2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯由实施例1制得。

[0075] 本实验例的水性木器漆的制备方法,包括以下步骤:在高速分散罐中加入水、分散剂SN5027、润湿剂BD109、50%的消泡剂NXZ,在搅拌速度为1300rpm的条件下,边搅拌边加入聚氨酯增稠剂RM-12W,再加入纳米氧化铝,搅拌一段时间后,分散到刮板细度20微米以下,加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、硅氧烷与聚醚的共聚物流平剂、卡松防腐剂、成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯以及剩余50%消泡剂NXZ诺普科,以600rpm的转速搅拌40分钟,加入PH调节剂三乙醇胺调节PH至8.5,即得水性木器漆。

[0076] 实验例3

[0077] 本实验例的水性木器漆,包括以下组分:聚氨酯水性分散体700份,防腐剂2份,PH调节剂2份,成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯40份,消泡剂4份,增稠剂10份,流平剂4份,纳米氧化铝30份,聚乙烯水性蜡液20份,水60份,润湿剂4份,分散剂4份,其中,本实验例中的2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯由实施例1制得。

[0078] 本实验例的水性木器漆的制备方法,包括以下步骤:在高速分散罐中加入水、分散剂SN5040、润湿剂SN-990、50%的消泡剂SN1370,在搅拌速度为1500rpm的条件下,边搅拌边加入聚氨酯增稠剂RM-8W,再加入纳米氧化铝,搅拌一段时间后,分散到刮板细度20微米以下,加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、硅氧烷与聚醚的共聚物流平剂、卡松防腐剂、成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯以及剩余50%消泡剂SN1370,以800rpm的转速搅拌30分钟,加入PH调节剂二甲基乙醇胺调节PH至9,即得水性木器漆。

[0079] 对比例1

[0080] 本对比例1与实验例1的区别仅在于,水性木器漆中的成膜助剂不同,本对比例1的水性木器漆的制备中,将实验例1中的成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯替换为成膜助剂十二碳醇酯。

[0081] 本对比例的水性木器漆,包括以下组分:聚氨酯水性分散体600份,防腐剂1份,PH调节剂1份,成膜助剂十二碳醇酯30份,消泡剂2份,增稠剂5份,流平剂1份,纳米氧化铝20份,聚乙烯水性蜡液10份,水100份,润湿剂2份,分散剂2份。

[0082] 本对比例的水性木器漆的制备方法,包括以下步骤:在高速分散罐中加入纯净水、分散剂731A、润湿剂EF406、50%的消泡剂CF246,在搅拌速度为1200rpm的条件下,边搅拌边加入聚氨酯增稠剂RM-8W,再加入纳米氧化铝,搅拌一段时间后,分散到刮板细度20微米以下,加入聚氨酯水性分散体、聚乙烯水性蜡液、流平剂RM2020、卡松防腐剂、成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯以及剩余50%消泡剂CF246,以500rpm的转速搅拌50分钟,加入PH调节剂氨水调节PH至8,即得水性木器漆。

[0083] 对比例2

[0084] 本对比例2与实验例1的区别仅在于,水性木器漆中的成膜助剂不同,本对比例2的水性木器漆的制备中,将实验例1中的成膜助剂2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯替换为DPM(二丙二醇甲醚)和DPNB(二丙二醇丁醚)按照质量比为1:1的混合物。

[0085] 将上述实验例1、实验例2、实验例3、对比例1以及对比例2中制备的水性木器漆按照GBT23999-2009《室内装饰装修用水性木器漆》进行性能测试,结果见表1:

[0086] 表1实施例及对比例中的水性木器漆的性能数据

测试项目	实验例 1	实验例 2	实验例 3	对比例 1	对比例 2
最低成膜温度	3°C	3°C	3°C	4°C	6°C
[0087] 抗粘连性	MM:A-0	MM:A-0	MM:A-0	MM:A-3	MM:A-0
耐水性 (沸水 15min)	无异常	无异常	无异常	发白	无异常

[0088] 由表1可知,实验例1-3中制备的水性木器漆中,由于采用2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯作为成膜助剂,而在对比例1中使用十二碳醇酯作为成膜助剂,在对比例2中使用DPM(二丙二醇甲醚)和DPNB(二丙二醇丁醚)按照质量比1:1的混合物做为成膜助剂,2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯中由于戊酸酯基的存在,与十二碳醇酯(2,2,4-三甲基-1,3戊二醇单异丁酸酯)中的醇酸酯基相比,2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯与丙烯酸单体的相容性更好,也就使得乳胶漆中的乳胶子降粘、增塑效果更好,从而使2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯与十二碳醇酯相比,其成膜效率更高,在低温状态成膜助剂的挥发速度更快,漆膜的干燥速度更快,乳胶漆耐水白更好,所以在同样的配方的情况下,对比例1与实验例1相比,抗粘连性和耐沸水性更优异;而对比例2与实验例1对比,由于2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯中甲氧基乙基的存在,由于其亲水性,使其挥发速率更快,抗回粘效果更好,从而使得制备的水性木器漆成膜效率高,挥发速度快以及抗回粘效果好,所以2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯做为水性木器漆成膜助剂,其抗粘连性和耐沸水与DPNB与DPM混合物做成膜助剂的水性木器漆的性能相似,但2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯成膜效率更高,在同样添加量的情况下,2,2,4-三甲基-3羟基戊酸甲氧基乙基酯最低成膜温度更低,因此,可以达到少添加量达到同样成膜效果的目的,并且味道小,环境更友好。

[0089] 对本领域的技术人员来说,可根据以上描述的技术方案以及构思,做出其它各种相应的改变以及形变,而所有的这些改变以及形变都应该属于本发明权利要求的保护范围之内。