



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109233362 B

(45) 授权公告日 2021.07.16

(21) 申请号 201710395687.7

审查员 肖文达

(22) 申请日 2017.05.25

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109233362 A

(43) 申请公布日 2019.01.18

(73) 专利权人 香港理工大学

地址 中国香港九龙红磡

(72) 发明人 吕琳 汪远昊 钟洪 胡彦

(74) 专利代理机构 深圳市顺天达专利商标代理有限公司 44217

代理人 郭伟刚

(51) Int. Cl.

C09D 1/00 (2006.01)

C09D 5/16 (2006.01)

C09D 7/63 (2018.01)

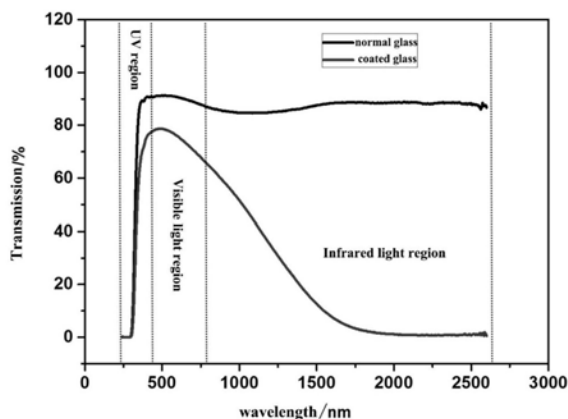
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

一种基于铈钨青铜的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法

(57) 摘要

本发明提出了一种基于铈钨青铜的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法；所述制备方法包括：步骤S1：以 WCl_6 和 $CsOH \cdot 5H_2O$ 为原料，以PVP为表面活性剂，以乙酸为酸催化剂，利用水热法制备得到纳米铈钨青铜颗粒；步骤S2：利用 $TiCl_4$ 制备得到纳米 TiO_2 颗粒；步骤S3：将纳米铈钨青铜颗粒、纳米 TiO_2 颗粒、硅烷偶联剂和水一起经球磨、分散，制备得到铈钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料；再调整铈钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的浓度，以得到自清洁纳米隔热涂料。本发明的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法简单实用，隔热效果好，自清洁效果佳。



1. 一种基于铈钨青铜的自清洁纳米隔热涂料的制备方法,其特征在于,包括:

步骤S1:以 WCl_6 和 $\text{CsOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 为原料,以PVP为表面活性剂,以乙酸为酸催化剂,利用水热法制备得到纳米铈钨青铜颗粒:

取10-15质量份的 WCl_6 ,2-4质量份的 $\text{CsOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,30-40质量份的乙酸及15-20质量份的PVP,一起搅拌,以得到第一混合物;

第一混合物中掺加适量的水并在反应釜中加热至 70°C - 80°C ,并保温1h-2h,反应釜的内衬采用对位聚苯酚或聚四氟乙烯制成;然后,将第一混合物继续升温至 220°C - 240°C ,并在该温度下反应20h-30h,再经离心和烘干处理,得到纳米铈钨青铜颗粒;

步骤S2:利用 TiCl_4 制备得到纳米 TiO_2 颗粒;步骤S3:将纳米铈钨青铜颗粒、纳米 TiO_2 颗粒、SN5040和水一起经球磨、分散,制备得到铈钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料;再调整铈钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的浓度,以得到亲水性自清洁纳米隔热涂料;

铈钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料还通过高速剪切和超声进行分散。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤S2包括:

取10-15质量份的 TiCl_4 与30-40质量份的无水乙醇,并混合,以得到第二混合物;

然后将第二混合物在 180°C 下反应8h,并经离心和烘干处理,得到纳米 TiO_2 颗粒。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤S3包括:

取40-50质量份的纳米铈钨青铜颗粒,5-10质量份的纳米 TiO_2 颗粒,1-2质量份的SN5040和40-50质量份的去离子水,然后一起球磨,得到铈钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料。

4. 根据权利要求3所述的制备方法,其特征在于,用于球磨的球磨机转速为500r/min-5000r/min,其球磨时间为4h-12h。

5. 一种自清洁纳米隔热涂料,其特征在于,采用如权利要求1-4任意一项所述的制备方法制备得到。

一种基于铯钨青铜的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及涂料领域,尤其涉及一种基于铯钨青铜的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法。

背景技术

[0002] 根据相关报道,建筑能耗占全球能耗的40%,其中50%以上的建筑能耗为空调能耗;特别在我国,建筑能耗的95%是由建筑的采暖、空调、电扇以及家用电器所产生的能耗。所以,建筑物的隔热保温对于建筑节能有重要意义。为了保证室内充足的采光和建筑外观的美观,现代建筑越来越倾向于使用大面积的窗户或者玻璃幕墙来取代以往的混凝土水泥结构,夏天的制冷和冬天的采暖必然会带来额外的能源消耗。在不减少建筑玻璃面积的前提下,可以通过提高玻璃的隔热性能的方式来达到节能的目标。国内外有关玻璃隔热已经进行了许多尝试和研究,目前,比较主流的节能隔热产品有镀膜热反射玻璃、真空玻璃、中空玻璃等。镀膜热反射玻璃隔热性能显著,但是由于它具有很高的可见光反射率,会造成光污染问题;中空玻璃虽然达到一定的保温效果,但是隔热效果并不理想;真空玻璃是在中空玻璃基础上,将玻璃夹层抽真空以达到保温隔热效果,这种玻璃对密封性要求高,造价昂贵;贴膜玻璃主要将红外屏蔽材料制备成膜贴在玻璃表面,这种技术能够很好地解决玻璃隔热问题,但是造价极其昂贵,不能广泛应用。

[0003] 铯钨青铜具有良好的可见光透过率和可红外吸收的特性,因此,受到科学家们的广泛关注。利用铯钨青铜制备得到的透明隔热涂料是一种非常新颖的透明隔热涂料,目前并未在市场上推广;其分散性不好是其应用受到限制的主要原因之一,并且现如今市场上的大多数隔热涂料都为油性隔热涂料,VOC(有机挥发物)的含量较高,会对施工工人和使用者的身体造成伤害。因此制备一种可见光透过率优异、分散性良好的水性透明隔热涂料仍有待进一步提高和研究。

发明内容

[0004] 本发明基于上述技术问题,提出了一种基于铯钨青铜的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法。

[0005] 本发明所提出的技术方案如下:

[0006] 本发明提出了一种基于铯钨青铜的自清洁纳米隔热涂料的制备方法,包括:

[0007] 步骤S1:以 $WC1_6$ 和 $CsOH \cdot 5H_2O$ 为原料,以PVP为表面活性剂,以乙酸为酸催化剂,利用水热法制备得到纳米铯钨青铜颗粒;

[0008] 步骤S2:利用 $TiCl_4$ 制备得到纳米 TiO_2 颗粒;

[0009] 步骤S3:将纳米铯钨青铜颗粒、纳米 TiO_2 颗粒、硅烷偶联剂和水一起经球磨、分散,制备得到铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料;再调整铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的浓度,以得到自清洁纳米隔热涂料。

[0010] 本发明上述的制备方法中,步骤S1包括:

[0011] 取10-15质量份的 WCl_6 , 2-4质量份的 $\text{CsOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 30-40质量份的乙酸及15-20质量份的PVP, 一起搅拌, 以得到第一混合物;

[0012] 将第一混合物加热至 70°C - 80°C , 并保温1h-2h; 然后, 将第一混合物继续升温至 220°C - 240°C , 并在该温度下反应20h-30h, 再经离心和烘干处理, 得到纳米铯钨青铜颗粒。

[0013] 本发明上述的制备方法中, 步骤S2包括:

[0014] 取10-15质量份的 TiCl_4 与30-40质量份的无水乙醇, 并混合, 以得到第二混合物;

[0015] 然后将第二混合物在 180°C 下反应8h, 并经离心和烘干处理, 得到纳米 TiO_2 颗粒。

[0016] 本发明上述的制备方法中, 步骤S3包括:

[0017] 取40-50质量份的纳米铯钨青铜颗粒, 5-10质量份的纳米 TiO_2 颗粒, 1-2质量份的SN5040偶联剂和40-50质量份的去离子水, 然后一起球磨, 得到铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料。

[0018] 本发明上述的制备方法中, 用于球磨的球磨机转速为500r/min-5000r/min, 其球磨时间为4h-12h。

[0019] 本发明还提出了一种自清洁纳米隔热涂料, 采用如上所述的制备方法制备得到。

[0020] 本发明通过水热法制备得到纳米铯钨青铜颗粒及纳米 TiO_2 颗粒, 纳米铯钨青铜颗粒具有较大的比表面积, 对红外吸收率的提高具有积极的作用。纳米 TiO_2 颗粒在水中具有良好的分散性, 并对可见光几乎无阻挡效果;

[0021] 本发明还通过球磨分散制备得到铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料, 分散良好的纳米铯钨青铜颗粒及纳米 TiO_2 颗粒有利于涂层的可见光透过率及红外屏蔽性能的提高。

[0022] 本发明的自清洁纳米隔热涂料被应用而得到的涂层具有良好亲水性, 该性能可有效阻止有机油污及无机粉尘对纳米涂层的污染, 从而大大增强该涂层的抗污性能, 并延长其使用寿命。

[0023] 本发明的自清洁纳米隔热涂料为一种水性隔热涂料, 可挥发性有机物(VOC)含量低, 对环境, 施工人员和使用者的身体健康无危害。

附图说明

[0024] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明, 附图中:

[0025] 图1示出了本发明制备得到的纳米铯钨青铜颗粒的XRD谱图;

[0026] 图2示出了本发明制备得到的纳米铯钨青铜颗粒的TEM谱图;

[0027] 图3示出了本发明制备得到的纳米 TiO_2 颗粒的XRD谱图;

[0028] 图4示出了本发明制备得到的纳米 TiO_2 颗粒的TEM谱图;

[0029] 图5为自清洁纳米隔热涂层的透过率曲线照片;

[0030] 图6为自清洁纳米隔热涂层的接触角照片。

具体实施方式

[0031] 本发明所要解决的技术问题是: 利用铯钨青铜制备得到的透明隔热涂料是一种非常新颖的透明隔热涂料, 目前并未在市场上推广; 其分散性不好是其应用受到限制的主要原因之一。就该技术问题, 本发明提出了一种基于铯钨青铜的自清洁纳米隔热涂料及其制备方法, 该隔热涂料为水性涂料, 光透过率优异、分散性良好。

[0032] 本发明所提出的自清洁纳米隔热涂料的制备方法的技术方案为：以 WCl_6 和 $\text{CsOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 为原料，以聚乙烯吡咯烷酮(PVP)为表面活性剂，以乙酸为酸催化剂，利用水热法制备得到纳米铯钨青铜颗粒。然后，以 TiCl_4 为主要原料，在水热条件下水解制备得到纳米 TiO_2 颗粒。最后，将纳米铯钨青铜颗粒、纳米 TiO_2 颗粒、硅烷偶联剂和水一起经球磨、分散，制备得到铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料；再调整铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的浓度，以得到自清洁纳米隔热涂料。在这里，铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料还通过高速剪切和超声进行分散。

[0033] 进一步地，纳米铯钨青铜颗粒的制备过程包括如下步骤：

[0034] 取10-15质量份的 WCl_6 ，2-4质量份的 $\text{CsOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，30-40质量份的乙酸及15-20质量份的PVP，一起搅拌，以得到第一混合物；

[0035] 将第一混合物加热至 70°C - 80°C ，并保温1h-2h；然后，将第一混合物继续升温至 220°C - 240°C ，并在该温度下反应20h-30h，再经离心和烘干处理，得到纳米铯钨青铜颗粒。

[0036] 在这里，第一混合物中可以掺加适量的水；第一混合物的加热过程是在反应釜中进行，该反应釜内衬的材质不应与第一混合物发生化学反应。优选地，反应釜的内衬采用对位聚苯酚(PPL)制成。可以理解，反应釜内衬还可以采用聚四氟乙烯(PTFE)。

[0037] 进一步地， TiO_2 颗粒的制备过程包括如下步骤：

[0038] 取10-15质量份的 TiCl_4 与30-40质量份的无水乙醇，并混合，以得到第二混合物；

[0039] 然后将第二混合物在 180°C 下反应8h，并经离心和烘干处理，得到纳米 TiO_2 颗粒。

[0040] 在这里，第二混合物的加热过程也是在反应釜中进行，该反应釜内衬的材质不应与第二混合物发生化学反应。优选地，反应釜的内衬采用对位聚苯酚(PPL)制成。可以理解，反应釜内衬还可以采用聚四氟乙烯(PTFE)。

[0041] 进一步地，铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的制备过程包括如下步骤：

[0042] 取40-50质量份的纳米铯钨青铜颗粒，5-10质量份的纳米 TiO_2 颗粒，1-2质量份的SN5040偶联剂和40-50质量份的去离子水，然后一起球磨，得到铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料。

[0043] 在该铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的制备过程中，用于球磨的球磨机转速为500r/min-5000r/min，其球磨时间为4h-12h。

[0044] 铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的浓度的调整可以通过旋蒸仪进行蒸发实现，或者通过调整铯钨青铜/ TiO_2 复合颗粒水性浆料的制备过程中的用水量实现，或者采用其他方法。

[0045] 为了使本发明的技术目的、技术方案以及技术效果更为清楚，以便于本领域技术人员理解和实施本发明，下面将结合附图及具体实施例对本发明做进一步详细的说明。

[0046] 第一实施例

[0047] 取10质量份的 WCl_6 ，2质量份的 $\text{CsOH} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，35质量份的乙酸及15质量份的PVP，一起搅拌，以得到第一混合物；将第一混合物加热至 80°C ，并保温2h；然后，将第一混合物继续升温至 220°C ，并在该温度下反应20h，再经离心和烘干处理，得到纳米铯钨青铜颗粒。对该纳米铯钨青铜颗粒进行XRD分析，如图1所示，并进行TEM分析，如图2所示，可以看到，其平均直径为20nm。

[0048] 取10质量份的 TiCl_4 与30质量份的无水乙醇，并混合，以得到第二混合物；然后将

第二混合物在180℃下反应8h,并经离心和烘干处理,得到纳米TiO₂颗粒。对该TiO₂颗粒进行XRD分析,如图3所示,并进行TEM分析,如图4所示,可以看到,其平均直径为12nm。

[0049] 取40质量份的纳米铈钨青铜颗粒,5质量份的纳米TiO₂颗粒,1质量份的SN5040偶联剂和40质量份的去离子水,然后一起球磨,得到铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料,并将该铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料作为自清洁纳米隔热涂料。

[0050] 该自清洁纳米隔热涂料均匀稳定。

[0051] 通过旋涂仪,并利用自清洁纳米隔热涂料制备自清洁纳米隔热涂层。然后,测量自清洁纳米隔热涂层的光透过率曲线,如图5所示;从图5中可以看到,自清洁纳米隔热涂层的可见光透过率为80%左右,其红外阻隔率为85%左右。

[0052] 在自清洁纳米隔热涂层上滴加一滴水,拍摄其接触角,如图6所示,可以看到,该接触角几乎为0°,具有超亲水自清洁效果。

[0053] 第二实施例

[0054] 取13质量份的WCl₆,2质量份的CsOH·5H₂O,40质量份的乙酸及20质量份的PVP,一起搅拌,以得到第一混合物;将第一混合物加热至70℃,并保温1.5h;然后,将第一混合物继续升温至220℃,并在该温度下反应20h,再经离心和烘干处理,得到纳米铈钨青铜颗粒。

[0055] 取15质量份的TiCl₄与40质量份的无水乙醇,并混合,以得到第二混合物;然后将第二混合物在180℃下反应8h,并经离心和烘干处理,得到纳米TiO₂颗粒。

[0056] 取50质量份的纳米铈钨青铜颗粒,10质量份的纳米TiO₂颗粒,2质量份的SN5040偶联剂和40质量份的去离子水,然后一起球磨,得到铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料,并将该铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料作为自清洁纳米隔热涂料。

[0057] 该自清洁纳米隔热涂料均匀稳定。

[0058] 第三实施例

[0059] 取15质量份的WCl₆,4质量份的CsOH·5H₂O,30质量份的乙酸及15质量份的PVP,一起搅拌,以得到第一混合物;将第一混合物加热至70℃,并保温1h;然后,将第一混合物继续升温至240℃,并在该温度下反应30h,再经离心和烘干处理,得到纳米铈钨青铜颗粒。

[0060] 取12质量份的TiCl₄与30质量份的无水乙醇,并混合,以得到第二混合物;然后将第二混合物在180℃下反应8h,并经离心和烘干处理,得到纳米TiO₂颗粒。

[0061] 取45质量份的纳米铈钨青铜颗粒,8质量份的纳米TiO₂颗粒,2质量份的SN5040偶联剂和50质量份的去离子水,然后一起球磨,得到铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料,并将该铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料作为自清洁纳米隔热涂料。

[0062] 该自清洁纳米隔热涂料均匀稳定。

[0063] 本发明通过水热法制备得到纳米铈钨青铜颗粒及纳米TiO₂颗粒,纳米铈钨青铜颗粒具有较大的比表面积,对红外吸收率的提高具有积极的作用。纳米TiO₂颗粒在水中具有良好的分散性,并对可见光几乎无阻挡效果;

[0064] 本发明还通过球磨分散制备得到铈钨青铜/TiO₂复合颗粒水性浆料,分散良好的纳米铈钨青铜颗粒及纳米TiO₂颗粒有利于涂层的可见光透过率及红外屏蔽性能的提高。

[0065] 本发明的自清洁纳米隔热涂料被应用而得到的涂层具有良好亲水性,该性能可有效阻止有机油污及无机粉尘对纳米涂层的污染,从而大大增强该涂层的抗污性能,并延长其使用寿命。

[0066] 本发明的自清洁纳米隔热涂料为一种水性隔热涂料,可挥发性有机物(VOC)含量低,对环境,施工人员和使用者的身体健康无危害。

[0067] 应当理解的是,对本领域普通技术人员来说,可以根据上述说明加以改进或变换,而所有这些改进和变换都应属于本发明所附权利要求的保护范围。

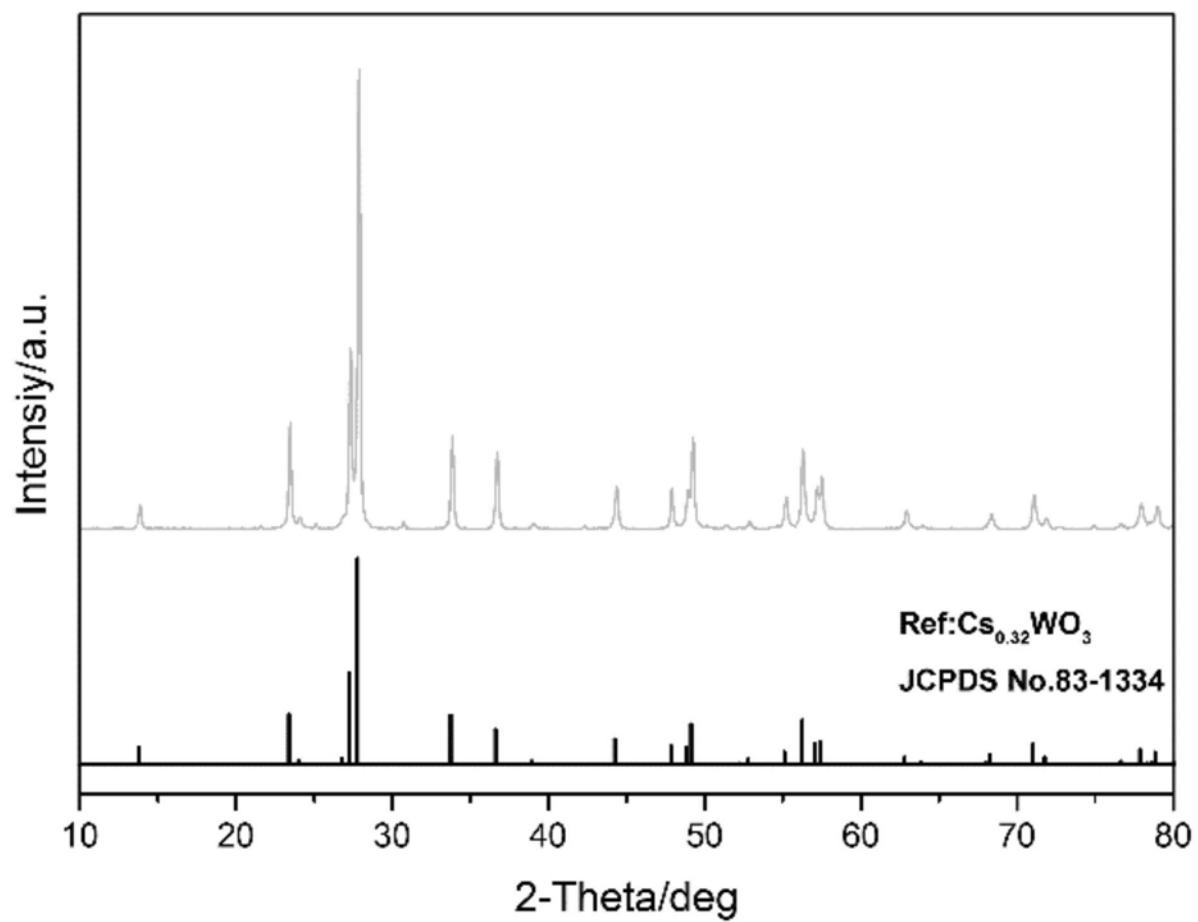


图1

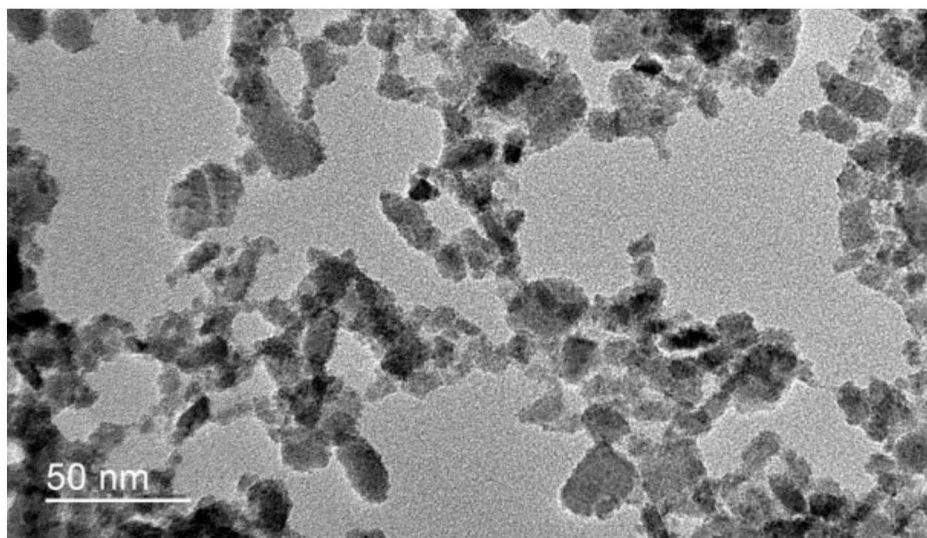


图2

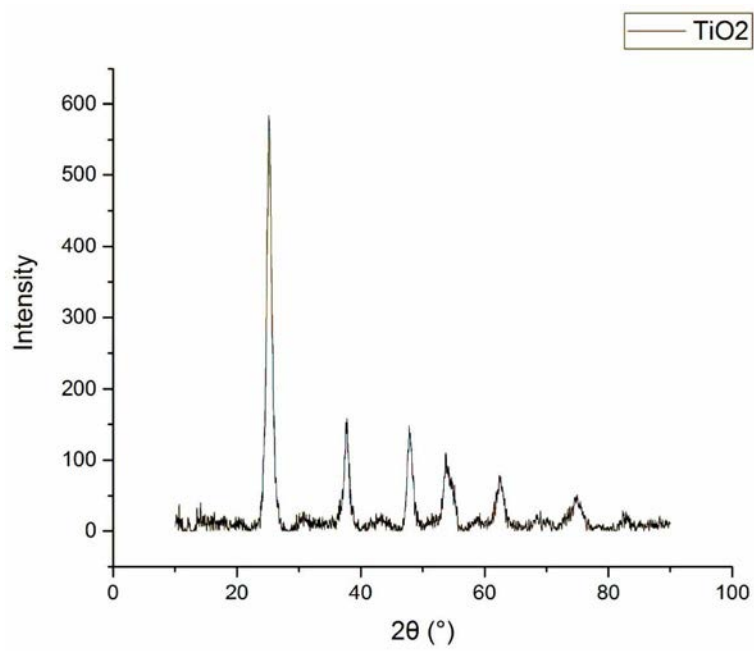


图3

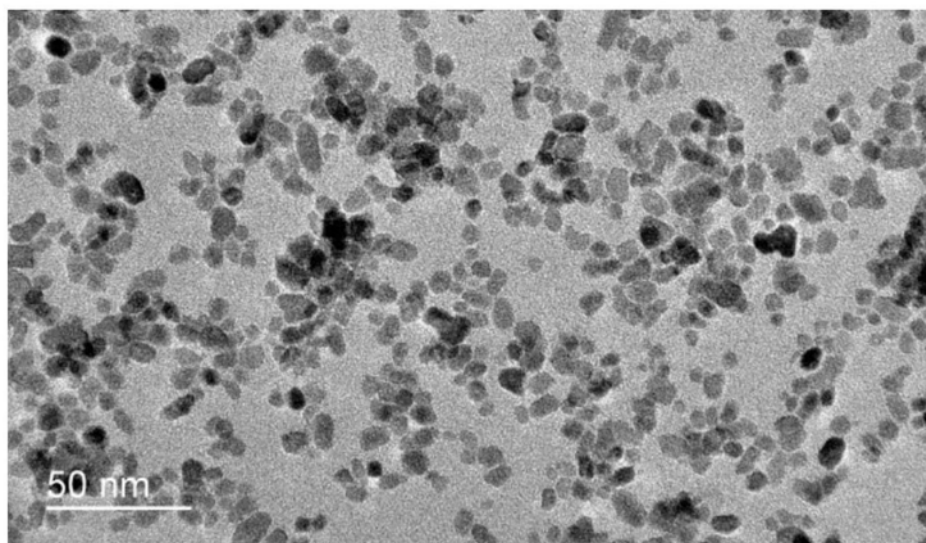


图4

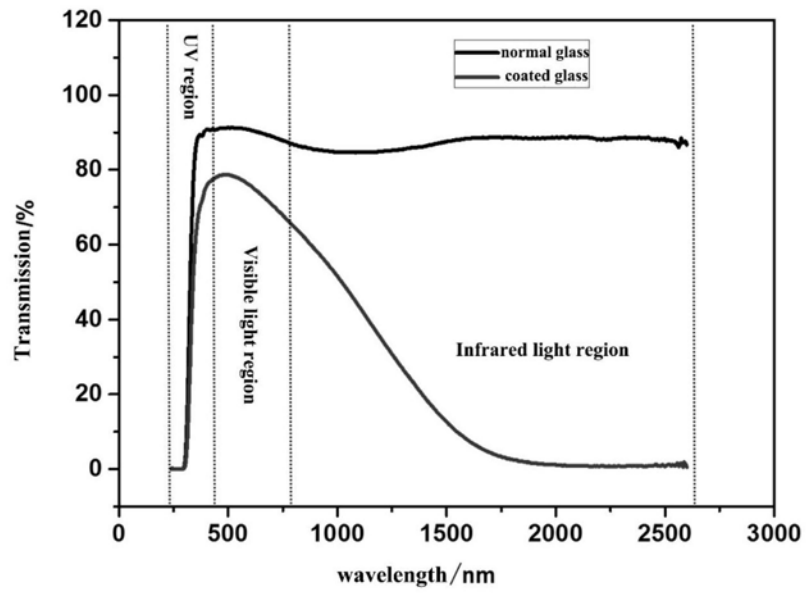


图5

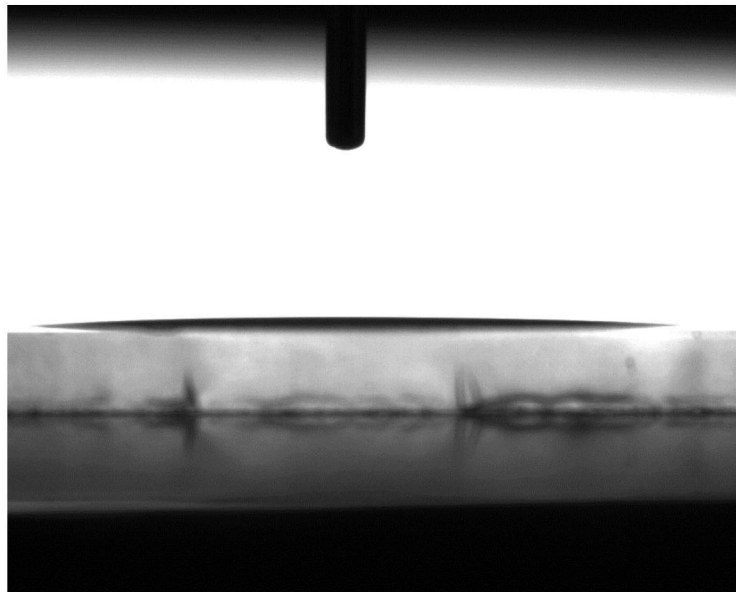


图6