



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110294980 A

(43)申请公布日 2019.10.01

(21)申请号 201810247993.0

(22)申请日 2018.03.23

(71)申请人 苏州瑞康真空科技有限公司  
地址 215000 江苏省苏州市苏州工业园区  
苏虹东路405号E幢2楼

(72)发明人 陈珂珩

(74)专利代理机构 上海宣宜专利代理事务所  
(普通合伙) 31288

代理人 刘君

(51) Int. Cl.

C09D 127/12(2006.01)

C09D 7/63(2018.01)

C09D 7/65(2018.01)

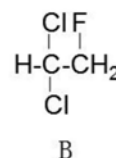
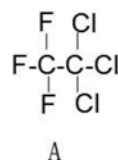
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种疏水材料的制备方法

(57)摘要

为了解决一般含氟的高分子具有优越的疏水特性,只是这些含氟高分子与基材之间的范德华力很微弱,导致含氟高分子涂层与基材之间的粘附力比较弱,且涂层的硬度不够的问题,本发明提出一种超级疏水材料的制备方法,采用本发明的制备方法制备出的超级疏水材料,采用涂布、浸泡或者真空镀膜的方式转移到基材表面,形成超疏水涂层,不但可以起到很好的疏水性能,同时还具有较好的涂层硬度。



1. 一种超级疏水材料的制备方法,其包括如下步骤:

Step1,称取如下质量百分比的原材料备用:

改性全氟聚醚一份:13%~15%;

氟碳溶液(I)各三份:24.3%~24.8%;

硅烷偶联剂一份:1.2%~1.5%;

氟碳溶剂(II)一份:41%~42%;

酰氟二聚体一份:4.5%~4.8%;

无水甲醇各两份:13%~15%;

Step2,按照如上所述的原材料的比例依次在反应釜中投入改性全氟聚醚、氟碳溶剂(I)和硅烷偶联剂反应,设定反应温度为40℃,反应时间2小时,同时控制环境湿度为30±5%,温度20±5℃;

Step3,将步骤Step2的反应产物和如上所述的原材料配比中的无水甲醇加入到分液漏斗中,摇匀后静置,分液漏斗中的液体分为两层,上层液体为未反应的硅烷偶联剂,下层液体为目标产物层,将下层液体分离出来,然后采用旋转蒸发器旋蒸出多余的氟碳溶剂(I),旋蒸温度为40℃,旋蒸至产物重量不再减少为止,备用;

Step4,将步骤Step3处理完成的产物与氟碳溶剂(I)和酰氟二聚体按照原材料的质量比依次投入到反应釜,设定反应温度为40℃,反应时间2小时,同时控制环境湿度为30±5%,温度20±5℃;

Step5,将步骤Step4中的反应产物与无水甲醇、氟碳溶剂(I)按照原材料的质量比依次投入到反应釜,反应30min,反应完成后静置分层,分离出上层液体,下层液体为反应产物;

Step6,将Step5中的反应产物中多余的氟碳溶液(I)蒸馏出来,旋蒸温度设定为30℃,旋至重量不再减轻为止;

Step7,将步骤Step6中的反应产物使用氟碳溶剂(II)稀释到指定浓度,即可得到本发明的疏水镀膜液。

2. 如权利要求1所述的超级疏水材料的制备方法,其特征在于:步骤Step7中的疏水镀膜液的储存浓度为20%,温度为20℃,湿度为5%,使用时候的浓度为0.01%~0.03%。

3. 如权利要求1所述的超级疏水材料的制备方法,其特征在于:硅烷偶联剂为乙烯基硅烷、氨基硅烷、环氧基硅烷、巯基硅烷和甲基丙烯酰氧基硅烷中的一种。

4. 采用权利要求1的方法制备而成的超级疏水材料。

5. 采用权利要求1的方法制备而成的超级疏水材料采用涂布、浸泡或等离子体辅助真空蒸发镀膜方式转移到基材表面的应用。

## 一种疏水材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及疏水涂层领域技术,具体的涉及到一种超级疏水材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 抗污、抗指纹膜层的功能即是降低物体表面的表面能(如玻璃或金属表面),形成一种超疏水特性的膜层。改变物体表面能有两种方法,一种是物理性表面粗糙改质法:根据自洁理论,表面结构越粗糙,可产生越优良的疏水自洁效果,但粗糙的表面可造成可见光的严重散射,使涂层呈现非透明状态,并使机械性,如接着、抗磨等效果下降,此方法于目前保护玻璃产业并不适用;另一种方法是加入氟官能团的基团至高分子链上,伴随着烷基上氢原子被氟原子取代数目的增加,其表面能亦随之下降,物质表面可形成最低表面能与最高水滴触角的材料,所有平坦表面结构的材料与水的接触角不会超过 $120^{\circ}$ ,因此,一般含氟的高分子具有优越的疏水特性,只是这些含氟高分子与基材之间的范德华力很微弱,导致含氟高分子涂层与基材之间的粘附力比较弱,且涂层的硬度不够。

### 发明内容

[0003] 有鉴于此,本发明提出一种超级疏水材料的制备方法,采用本发明的制备方法制备出的超级疏水材料,采用涂布、浸泡或者真空镀膜方式转移到基材表面,形成超疏水涂层,不但可以起到很好的疏水性能,同时还具有较好的涂层硬度。

[0004] 一种超级疏水材料,其配置的过程中需要称取如下质量百分比的原材料:

[0005] 改性全氟聚醚一份:13%~15%;

[0006] 氟碳溶液(I)各三份:24.3%~24.8%;

[0007] 硅烷偶联剂一份:1.2%~1.5%;

[0008] 氟碳溶剂(II)一份:41%~42%;

[0009] 酰氟二聚体一份:4.5%~4.8%;

[0010] 无水甲醇各两份:13%~15%。

[0011] 一种超级疏水材料的制备方法,其包括如下步骤:

[0012] Step1,按照如上所述的原材料的比例依次在反应釜中投入改性全氟聚醚、氟碳溶剂(I)和硅烷偶联剂反应,设定反应温度为 $40^{\circ}\text{C}$ ,反应时间2小时,同时控制环境湿度为 $30 \pm 5\%$ ,温度 $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ;

[0013] Step2,将步骤Step1的反应产物和如上所述的原材料配比中的无水甲醇加入到分液漏斗中,摇匀后静置,分液漏斗中的液体分为两层,上层液体为未反应的硅烷偶联剂,下层液体为目标产物层,将下层液体分离出来,然后采用旋转蒸发器旋蒸出多余的氟碳溶剂(1),旋蒸温度为 $40^{\circ}\text{C}$ ,旋蒸至产物重量不再减少为止,备用。

[0014] Step3,将步骤Step2处理完成的产物与氟碳溶剂(I)和酰氟二聚体按照原材料的质量比依次投入到反应釜,设定反应温度为 $40^{\circ}\text{C}$ ,反应时间2小时,同时控制环境湿度为 $30 \pm 5\%$ ,温度 $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ;

[0015] Step4,将步骤Step3中的反应产物与无水甲醇、氟碳溶剂(I)按照原材料的质量比依次投入到反应釜,反应30min,反应完成后静置分层,分离出上层液体,下层液体为反应产物。

[0016] Step5,将Step4中的反应产物中多余的氟碳溶液(I)蒸馏出来,旋蒸温度设定为30℃,旋至重量不再减轻为止。

[0017] Step6,将步骤Step5中的反应产物使用氟碳溶剂(II)稀释到指定浓度,即可得到本发明的疏水镀膜液。

[0018] 进一步的,本发明的输水镀膜液的储存浓度为20%,温度为20℃,湿度为5%,使用时候的浓度为0.01%~0.03%。

[0019] 进一步的,硅烷偶联剂为乙烯基硅烷、氨基硅烷、环氧基硅烷、巯基硅烷和甲基丙烯酰氧基硅烷中的一种。

[0020] 本发明的超级疏水材料的反应原理为:含甲氧基全氟聚醚与氨基硅烷偶联剂反应,氨基与甲氧基进行取代反应,反应后获得接有氨基硅烷的全氟聚醚,硅烷偶联剂反应性强,可与大部分表面含羟基、羧基等活性基团的基材结合,从而在基材表面形成一层绒毛状单分子层,由于其微观结构及全氟聚醚链段本身的物理特性,从而使基材表面具有良好的爽滑及疏水疏油性能,疏水角可达119°,而且由于是单分子层,其硬度基本与基材保持一致,在镀膜材料上使用效果优良。

[0021] 采用本发明的方法制备的超级疏水材料可以采用涂布、浸泡或者等离子体辅助真空蒸发镀膜方式将超级疏水材料转移到基材表面,从而增加基材表面的疏水性能,提升基材表面的平滑度,并保证涂层的硬度。

## 附图说明

[0022]

[0023] 图1为本发明的改性全氟聚醚的分子结构示意图。

[0024] 图2为两种氟碳溶液的分子结构示意图。

[0025] 图3为氨基硅烷的分子结构示意图。

[0026] 如下具体实施方式将结合上述附图进一步说明本发明。

## 具体实施方式

[0027] 具体实施案例1:

[0028] 本实施1中的一种超级疏水材料,其配置的过程中需要称取如下质量百分比的原材料:

[0029] 改性全氟聚醚一份:14%;

[0030] 氟碳溶液(I)各三份:24.6%;

[0031] 硅烷偶联剂一份:1.3%;

[0032] 氟碳溶剂(II)一份:41.5%;

[0033] 酰氟二聚体一份:4.6%;

[0034] 无水甲醇各两份:14%。

[0035] 具体实施案例2:

[0036] 本实施2中的一种超级疏水材料,其配置的过程中需要称取如下质量百分比的原材料:

[0037] 改性全氟聚醚一份:13.5%;

[0038] 氟碳溶液(I)各三份:24.4%;

[0039] 硅烷偶联剂一份:1.4%;

[0040] 氟碳溶剂(II)一份:41.2%;

[0041] 酰氟二聚体一份:4.6%;

[0042] 无水甲醇各两份:14.9%。

[0043] 具体实施案例3:

[0044] 本实施3中的一种超级疏水材料,其配置的过程中需要称取如下质量百分比的原材料:

[0045] 改性全氟聚醚一份:14.5%;

[0046] 氟碳溶液(I)各三份:24.5%;

[0047] 硅烷偶联剂一份:1.35%;

[0048] 氟碳溶剂(II)一份:41.8%;

[0049] 酰氟二聚体一份:4.7%;

[0050] 无水甲醇各两份:13.15%。

[0051] 具体实施方式1~3中的超级疏水材料的制备方法,均按照以下步骤进行制备:

[0052] Step1,按照如上所述的原材料的比例依次在反应釜中投入改性全氟聚醚、氟碳溶剂(I)和硅烷偶联剂反应,设定反应温度为40℃,反应时间2小时,同时控制环境湿度为30±5%,温度20±5℃;

[0053] Step2,将步骤Step1的反应产物和如上所述的原材料配比中的无水甲醇加入到分液漏斗中,摇匀后静置,分液漏斗中的液体分为两层,上层液体为未反应的硅烷偶联剂,下层液体为目标产物层,将下层液体分离出来,然后采用旋转蒸发器旋蒸出多余的氟碳溶剂(1),旋蒸温度为40℃,旋蒸至产物重量不再减少为止,备用。

[0054] Step3,将步骤Step2处理完成的产物与氟碳溶剂(I)和酰氟二聚体按照原材料的质量比依次投入到反应釜,设定反应温度为40℃,反应时间2小时,同时控制环境湿度为30±5%,温度20±5℃;

[0055] Step4,将步骤Step3中的反应产物与无水甲醇、氟碳溶剂(I)按照原材料的质量比依次投入到反应釜,反应30min,反应完成后静置分层,分离出上层液体,下层液体为反应产物。

[0056] Step5,将Step4中的反应产物中多余的氟碳溶液(I)蒸馏出来,旋蒸温度设定为30℃,旋至重量不再减轻为止。

[0057] Step6,将步骤Step5中的反应产物使用氟碳溶剂(II)稀释到指定浓度,即可得到本发明的疏水镀膜液。

[0058] 其中,如上所述的硅烷偶联剂采用氨基硅烷。

[0059] 进一步的,本发明的超级疏水材料的储存浓度为20%,温度为20℃,湿度为5%,使用时候的浓度为0.01%~0.03%。

[0060] 将具体实施案例1~3中的获得的超级疏水材料可以采用等离子体辅助真空蒸发

镀膜方式将超级疏水材料转移到玻璃基材表面,具体实施案例1~3的测试结果如下所示:

[0061] 1. 钢丝绒耐磨性能检测:1cm×1cm磨头;负载1000g;行程4.5cm;3000次耐磨测试后疏水角 $>100^{\circ}$

[0062] 2. 橡皮擦耐磨性能检测:直径6.5mm,负载1000g,行程2cm;3000次耐磨测试后疏水角 $>100^{\circ}$

[0063] 由此可见,采用本发明的方法制备的超级疏水材料,采用等离子体辅助真空蒸发镀膜方式将疏水镀膜液转移到玻璃基材表面,可以增加玻璃表面的疏水性能,提升玻璃表面的平滑度,并保证涂层的硬度。

[0064] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明的保护范围应以所附权利要求为准。



图1

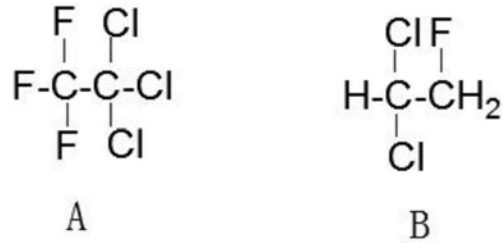


图2

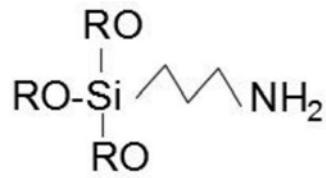


图3