



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108251067 B

(45) 授权公告日 2021.03.09

(21) 申请号 201810064460.9

审查员 焦若冰

(22) 申请日 2018.01.23

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 108251067 A

(43) 申请公布日 2018.07.06

(73) 专利权人 浙江工业大学

地址 310014 浙江省杭州市下城区潮王路
18号

(72) 发明人 马晓春 刘延君 肖帆 刘函
张林

(74) 专利代理机构 杭州杭诚专利事务所有限公
司 33109

代理人 尉伟敏

(51) Int. Cl.

C09K 5/06 (2006.01)

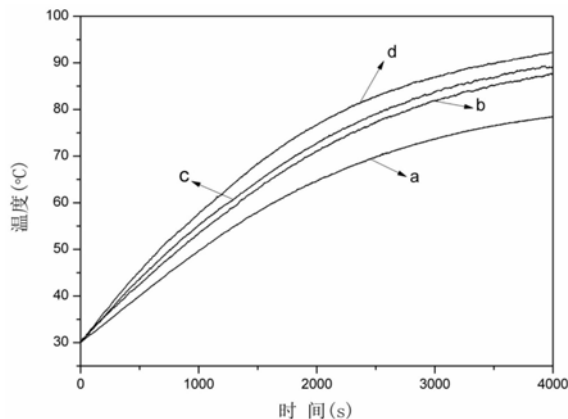
权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变
流体及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了基于氧化石墨烯二氧化钛包
覆石蜡的相变流体及其制备方法,所述流体由以
下质量分数的组分组成:微胶囊、分散剂和水,各
组分的质量分数为:微胶囊1~10%、分散剂1~3%,
余量为水;微胶囊以石蜡为相变材料,以氧化石
墨烯修饰的二氧化钛为包覆石蜡的外壳,利用原
位聚合法在非水乳液体系中制备得到。利用二氧
化钛包覆石蜡和氧化石墨烯的修饰防止了石蜡
在其相变过程中泄漏,提高了相变材料的热导
率、热稳定性和光吸收性能,通过将该微胶囊分
散在水中,进而提高了传统热转换流体的热储存
能力、导热性能和光热转换性能,从而制备出一
种用于直接吸收式太阳能集热器的新型热转换
相变流体,可有效避免传统太阳能集热器的热损
耗。



1. 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体,其特征在于,所述流体由以下质量分数的组分组成:微胶囊、分散剂和水,各组分的质量分数为:微胶囊1~10%、分散剂1~3%,余量为水;所述微胶囊以石蜡为相变材料,以氧化石墨烯修饰的二氧化钛为包覆石蜡的外壳,利用原位聚合法在非水乳液体系中制备得到;

所述相变流体的制备过程如下:

(1) 将石蜡加热熔化之后,加入相对于乳液体系质量分数为3~5 %的乳化剂,再加入甲酰胺,甲酰胺的加入量与石蜡的质量比6.6~13.2:1,保持石蜡为熔融状态,不断搅拌进行乳化反应,直至得到石蜡乳液;

(2) 将钛酸四丁酯加入到步骤(1)中所述的石蜡乳液中,继续搅拌至得到反应混合物;其中,所述钛酸四丁酯的添加量与石蜡的质量比为0.6~2.3:1;

(3) 向步骤(2)中所述反应混合物中加入乙酸,再逐滴加入含水的质量分数为10~20%的甲酰胺溶液,其中甲酰胺与石蜡质量比为2.8~5.7:1,搅拌进行反应,之后再加入氧化石墨烯,继续搅拌反应,氧化石墨烯的添加量相对于石蜡的质量分数为0.1~0.5%,反应结束后再通过过滤得到沉淀,先后用去离子水和乙醇清洗沉淀并干燥,得到经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊;

(4) 将步骤(3)中所述的经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊和分散剂加入到水中,超声分散1~3小时,得到所述经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊的相变流体,其中,所述微胶囊在所述相变流体中的质量分数为1~10%,分散剂在相变流体中的质量分数为1~3%。

2. 如权利要求1所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将石蜡加热熔化之后,加入相对于乳液体系质量分数为3~5 %的乳化剂,再加入甲酰胺,甲酰胺的加入量与石蜡的质量比6.6~13.2:1,保持石蜡为熔融状态,不断搅拌进行乳化反应,直至得到石蜡乳液;

(2) 将钛酸四丁酯加入到步骤(1)中所述的石蜡乳液中,继续搅拌至得到反应混合物;其中,所述钛酸四丁酯的添加量与石蜡的质量比为0.6~2.3:1;

(3) 向步骤(2)中所述反应混合物中加入乙酸,再逐滴加入含水的质量分数为10~20%的甲酰胺溶液,其中甲酰胺与石蜡质量比为2.8~5.7:1,搅拌进行反应,之后再加入氧化石墨烯,继续搅拌反应,氧化石墨烯的添加量相对于石蜡的质量分数为0.1~0.5%,反应结束后再通过过滤得到沉淀,先后用去离子水和乙醇清洗沉淀并干燥,得到经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊;

(4) 将步骤(3)中所述的经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊和分散剂加入到水中,超声分散1~3小时,得到所述经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊的相变流体,其中,所述微胶囊在所述相变流体中的质量分数为1~10%,分散剂在相变流体中的质量分数为1~3%。

3. 根据权利要求2所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,其特征在于,所述石蜡为混合蜡,熔点温度为58~70°C。

4. 根据权利要求3所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,在65~75°C恒温条件下,以700~800转/分的速度搅拌,乳化反应2~3

小时。

5. 根据权利要求3所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法, 其特征在于, 步骤(2)中, 在65~75°C恒温条件下, 以700~800转/分的速度搅拌0.5~1小时。

6. 根据权利要求2所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法, 其特征在于, 步骤(3)中, 加入乙酸和甲酰胺后的反应条件为: 在65~75°C恒温条件下, 以400~600转/分的速度搅拌, 反应2~4小时; 加入氧化石墨烯后的反应条件为: 在65~75°C恒温条件下, 以400~600转/分的速度搅拌, 反应2~4小时。

7. 根据权利要求2-6中任意一项所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法, 其特征在于, 步骤(2)中, 所述钛酸四丁酯添加量与石蜡的质量比为1:1。

8. 根据权利要求7所述的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法, 其特征在于, 干燥在真空干燥箱中, 于40~60°C条件下进行15~30h。

9. 根据权利要求8所述的基于氧化石墨烯的二氧化钛包覆石蜡相变流体的制备方法, 其特征在于, 步骤(4)中, 所述分散剂在相变流体中的质量分数为1%。

基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种具有光热转换功能的微胶囊相变流体,尤其涉及基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体及其制备方法。

背景技术

[0002] 现如今,人们对于不可再生的化石能源的使用量日益增大,但是由于能源产量的限制迫使人们急切地寻求高效、可再生、无污染的可替代能源。太阳能,作为一种可再生能源吸引着广大的学者的研究用于替代化石能源,太阳能集热器是目前利用最普遍的用于储存太阳光辐射能量的装置。而其中直接吸收式太阳能集热器(DASC)是70年代兴起的一种可以通过内部热转换流体直接储热和传热的太阳能储能装置,它可以有效避免传统集热器表面涂层与内部传热介质因温度差而带来的热损耗,从而有着较传统集热器更高的太阳能利用效率,而目前的直接吸收式集热器的热转换流体大多是水、乙二醇等对太阳光吸光性差的介质,并且这些介质是以显热的形式吸收太阳能,热储存性能较差,如何改善热流体的光热转换性能和热物性是提高直接吸收式太阳能集热器对太阳能利用效率的关键。

[0003] 相变材料是指在相变过程中通过其相变潜热吸收和释放热量的材料,因其具有较高的潜热密度和相态变化过程几乎温度恒定的特点被学术界和工业广泛应用于热能储存和调温领域。石蜡作为最广泛商业用途的有机相变材料,具有无腐蚀性、化学性质稳定、无过冷、较高的相变潜热和价格低廉等优点,但是由于其低的热导率和融化过程的泄露问题不适合直接用于实际应用中,而微胶囊封装技术就可以很好的解决这个问题。目前的相变材料微胶囊化方法有喷雾干燥、界面聚合,原位聚合等方法,与传统的相变复合材料相比,微胶囊技术可以使相变材料封装在有机或者无机材料的外壳中形成固体微球,从而能够有效防止相变材料相变过程的泄露问题的出现,并且与有机材料相比,无机材料作为壁材封装相变材料有着更高的热导率、热稳定性和机械强度,从而能够使得微胶囊相变材料有更好的性能。近些年来,不断有相关文章报导无机材料封装的相变微胶囊材料,例如,Chai 等【Luxiao Chai, Xiaodong Wang, Dezhen Wu. Development of bifunctional microencapsulated phase change materials with crystalline titanium dioxide shell for latent-heat storage and photocatalytic effectiveness [J]. Applied Energy. 2015. 138. 661-674】通过在非水乳液体系中用原位聚合方法制备了结晶二氧化钛包覆正二十烷双功能微胶囊相变材料,其产品经过DSC测量的相变焓值达152.50J/g,经100次循环稳定,表明该产品是一种稳定的相变储能材料,并通过光催化降解亚甲基蓝和杀菌的实验证明了其具有光催化性能;Zhang 等【Kunjie Yuan, Huichun Wang, Jian Liu, Xiaoming Fang, Zhengguo Zhang. Novel slurry containing graphene oxide-grafted microencapsulated phase change material with enhanced thermo-physical properties and photo-thermal performance [J]. Solar Energy Materials & Solar Cells. 2015. 143. 29-37】通过在水乳液体系中用原位聚合的方法制备了氧化石墨烯修饰二氧化硅包覆石蜡微胶囊相变材料,该微胶囊的相变焓值为87.1J/g,并且经测试,氧化

石墨烯修饰二氧化硅包覆石蜡微胶囊分散到水中所得相变流体较未添加微胶囊的纯水的热导率、比热容和光热转换性能都有所提高,进而可以推出该相变流体太阳能利用效率将会提高。通过微胶囊的相变潜热特性和热稳定性与热转换流体相结合不仅可以提高热转换流体的热储存能力、热导率,还能提高其光热转换性能,从而能够获得更高的太阳能利用效率。

[0004] 氧化石墨烯(GO)是石墨烯的氧化产物,具有良好的界面性能和较高的热导率,可达到约5300W/mk,保留了石墨烯的结构,由于含氧基团的层间耦合作用,降低了GO与基质之间的热界面电阻,最终可提高整体材料导热性,Mehrali等【Mohammad Mehrali, Sara Tahan Latibari, Mehdi Mehrali, Hendrik Simon Cornelis Metselaar, Mahyar Silakhori. Shape-stabilized phase changematerials with high thermal conductivity based on paraffin/graphene oxide composite [J]. Energy Conversion and Management. 2013. 67. 275-282】制备了石蜡/氧化石墨烯复合材料,实验表明了当石蜡含量为48.3wt%,其复合材料的热导率较固体石蜡从0.305 W/mK增加到0.985 W/mK。因此氧化石墨烯是一种很好增加材料热导率的物质,并且氧化石墨烯是一种黑色高吸收可见光的材料,通过氧化石墨烯的表面含氧基团与二氧化钛外壳表面的羟基结合形成氢键以完成氧化石墨烯的修饰,可使微胶囊的吸光能力和热导率得到很大的提升,通过将该微胶囊分散在热转换流体中得到的新型悬浮热转换流体,可明确提高热转换流体的热储存能力、导热性能和光热转换性能。

[0005] 然而,现有技术传统太阳能集热器中,水、乙二醇和油等传统的显热型热转换流体,只能用于传导从太阳能集热器的表面吸收的热量,这样在吸热表面与传热管之间由于空气的热损耗,会使得热量传递的过程中有很大的能量损失,并且热储存能力较潜热型储能材料差很多。而直接吸收式太阳能集热器可以克服传统集热器的热损耗问题,而应用于直接吸收式太阳能集热器的热转换流体是储能和传热的关键。通过制备基于氧化石墨烯修饰二氧化钛包覆石蜡微胶囊的相变流体,利用该微胶囊相变材料的潜热储能特性、高热导率和高吸光性能,从而提高热转换流体的储热能力,导热性和光热转换性能。

发明内容

[0006] 本发明是为了克服现有技术中传统太阳能集热器的热损耗大和储热能力差的问题,提供一种用于新型直接吸收式太阳能集热器的基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体及其制备方法,利用氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊的潜热储能特性、高的热导率和光吸收性能,通过将该种微胶囊分散在水里,提高了传统热转换流体的热储存能力、导热性和光热转换性能。

[0007] 为实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0008] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体,所述流体由以下质量分数的组分组成:微胶囊、分散剂和水,各组分的质量分数为:微胶囊1~10%、分散剂1~3%,余量为水;所述微胶囊以石蜡为相变材料,以氧化石墨烯修饰的二氧化钛为包覆石蜡的外壳,利用原位聚合法在非水乳液体系中制备得到。所述石蜡是单一熔点、具有单一控温范围的混合蜡,或者由多种单一熔点石蜡调配而成、具有多种控温范围的混合蜡。利用二氧化钛和氧化石墨烯复合壳包覆石蜡防止石蜡在相变过程中泄漏,提高相变材料的热导率和吸光性能。

[0009] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (1)将石蜡加热熔化之后,加入相对于乳液体系质量分数为3~5%的乳化剂,再加入甲酰胺,甲酰胺的加入量与石蜡的质量比6.6~13.2,保持石蜡为熔融状态,不断搅拌进行乳化反应,直至得到均一稳定的石蜡乳液;所述乳化剂为十二烷基硫酸钠(SDS);

[0011] (2)将钛酸四丁酯加入到步骤(1)中所述的石蜡乳液中,继续搅拌至得到反应混合物;其中,所述钛酸四丁酯的添加量与石蜡的质量比为0.6~2.3:1;

[0012] (3)向步骤(2)中所述反应混合物中加入乙酸,再逐滴加入含水的质量分数为10~20%的甲酰胺溶液,其中甲酰胺与石蜡质量比为2.8~5.7,搅拌进行反应,之后再加入氧化石墨烯,继续搅拌反应,氧化石墨烯的添加量相对于石蜡的质量分数为0.1~0.5%,反应结束后再通过过滤得到沉淀,先后用去离子水和乙醇清洗沉淀并干燥,得到经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊;

[0013] (4)将步骤(3)中所述的经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊和分散剂加入到水中,超声分散1~3小时,得到所述经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊的相变流体,其中,所述微胶囊在所述相变流体中的质量分数为1~10%,分散剂在相变流体中的质量分数为1~3%;所述分散剂为十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)。

[0014] 作为优选,所述石蜡为混合蜡,熔点温度为58~70°C。

[0015] 作为优选,步骤(1)中,在65~75°C恒温条件下,以700~800转/分的速度搅拌,乳化反应2~3小时。

[0016] 作为优选,步骤(2)中,在65~75°C恒温条件下,以700~800转/分的速度搅拌0.5~1小时。

[0017] 作为优选,步骤(3)中,在65~75°C恒温条件下,以400~600转/分的速度搅拌,反应2~4小时这里有两个反应时段不过都在2~4之内。

[0018] 作为优选,步骤(2)中,所述钛酸四丁酯添加量与石蜡的质量比为1:1。

[0019] 作为优选,干燥在真空干燥箱中,于40~60°C条件下进行15~30h。

[0020] 作为优选,步骤(4)中,所述分散剂在相变流体中的质量分数为1%。

[0021] 本发明技术方案采用甲酰胺有机溶剂代替水作为石蜡乳液的水相,使得钛酸四丁酯的水解速度得到更好的控制,从而使制备的微胶囊颗粒形貌更加均匀,此外,由于二氧化钛的封装和氧化石墨烯的修饰,能够使得石蜡熔化过程中的泄露问题得到解决,同时其热导率和吸光性能也得到提高。二氧化钛包覆石蜡的微胶囊不具有可见光吸收性能,氧化石墨烯的修饰使得微胶囊同时具有紫外光和可见光的吸收性能,通过将氧化石墨烯修饰二氧化钛包覆石蜡微胶囊分散在水中,制备出用于直接吸收式太阳能集热器的相变热转换流体,利用氧化石墨烯修饰二氧化钛包覆石蜡微胶囊的潜热储能特性、高的热导率和光吸收性能,使得该相变热转换流体热储存能力、导热性和光热转换性能都有明显的提高;将石蜡封装在经过氧化石墨烯修饰的二氧化钛壳层中进而形成微胶囊并将其分散在水中得到相变热转换流体,该方法绿色环保,操作简单,设备要求低且成本低。

[0022] 因此,本发明的有益效果如下:(1)用有机溶剂甲酰胺代替水作为乳液的水相,更好地控制了前驱体钛酸四丁酯的水解速度,使得制备的石蜡微胶囊颗粒结构形貌更为均匀;

[0023] (2)利用二氧化钛包覆石蜡和氧化石墨烯的修饰防止了石蜡在其相变过程中泄

漏,提高了相变材料的热导率、热稳定性和使用寿命;

[0024] (3)提高了热转换相变流体的热能储存能力、导热性能和光热转换性能。

附图说明

[0025] 图1是实施例中制得的石蜡微胶囊相变储能材料的SEM图,其中图(a)是实施例1中制得的微胶囊相变材料,图(b)是实施例2中制得的微胶囊相变材料,图(c)实施例3中制得的微胶囊相变材料,图(d)实施例3中制得的微胶囊相变材料。

[0026] 图2是实施例中制得的石蜡微胶囊相变储能材料、纯石蜡和二氧化钛的XRD图,其中(a)曲线是纯石蜡,(b)曲线是二氧化钛,(c)曲线是实施例1中制得的微胶囊相变材料,(d)是实施例2中制得的微胶囊相变材料,(f)是实施例3中制得的微胶囊相变材料。

[0027] 图3是实施例中光热转换性能测定装置简图。

[0028] 图4是实施例中制得的石蜡微胶囊相变流体和纯水的光热转换曲线图,其中a曲线是纯水的光热转换曲线,b曲线是实施例1中的相变流体的光热转换曲线,c曲线是实施例2中的相变流体的光热转换曲线,d曲线是实施例3中的相变流体的光热转换曲线。

具体实施方式

[0029] 下面结合附图与具体实施方式对本实用新型做进一步的描述。本发明所用试剂均为常规实验或市购所得。

[0030] 实施例1:

[0031] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体,所述流体由以下质量分数的组分组成:微胶囊、分散剂和水,各组分的质量分数为:微胶囊1%、分散剂1%,余量为水;微胶囊以石蜡为相变材料,以氧化石墨烯修饰的二氧化钛为包覆石蜡的外壳,利用原位聚合法在非水乳液体系中制备得到。

[0032] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,包括以下步骤:

[0033] (1)在三颈烧瓶中通过水浴加热将10g石蜡在70°C融化之后,加入相对于乳液体系质量分数为4%的乳化剂,再加入甲酰胺,甲酰胺的加入量与石蜡的质量比13.2,在70°C恒温,750转/分的搅拌速度下搅拌乳化2.5小时,得到均一稳定的石蜡乳液;

[0034] (2)将10g钛酸四丁酯加入到步骤(1)所得的石蜡乳液中,在70°C恒温,750转/分的搅拌速度下搅拌40分钟,得到反应混合物;

[0035] (3)向步骤(2)中所得到的反应混合物中加入0.2g的乙酸,再逐滴加入含水的质量分数为20%的甲酰胺溶液,其中甲酰胺与石蜡质量比为5.7,于70°C恒温,500转/分搅拌反应3小时,之后再加入氧化石墨烯,继续搅拌反应2小时,氧化石墨烯的添加量相对于石蜡的质量分数为0.5%,反应结束后再通过过滤得到沉淀,先后用去离子水和乙醇清洗沉淀3次,在真空干燥箱中50°C烘24小时,干燥后得到经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊;

[0036] (4)取0.24g步骤(3)中反应产物微胶囊和0.24g十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)分散剂加入到水中,超声分散1小时,即得到质量百分比含3%的二氧化钛掺杂氧化石墨烯包覆石蜡微胶囊相变流体,微胶囊在所述相变流体中的质量分数为1%,分散剂在相变流体中的质量分数为1%。

[0037] 图1中(a)图是本实例制得的微胶囊相变材料的SEM图片,从图中可以看出,本实例

制得的微胶囊相变材料形貌为均匀的球形颗粒,表面光滑,粒径为3-7 μm ,图2中(b)曲线是本方法通过去除石蜡所得的二氧化钛XRD曲线,其只有一个较宽的波带,因此可以看出本方法制备的二氧化钛壳层为无定型结构,图2中(c)是本实例所得微胶囊相变材料的XRD曲线,可以看出该曲线同时包含石蜡和二氧化钛的峰形,并且没有产生新的峰形,说明二氧化钛成功将石蜡包覆,并且只是物理结合。

[0038] 图3是实施例2中光热转换性能测定装置简图,图4中a 曲线是纯水的光热转换曲线,b曲线是本实施例的相变流体的光热转换曲线,光热转换测试中,通过4只60W的灯模拟太阳辐射,测量从30 $^{\circ}\text{C}$ 初始温度经模拟太阳灯源照射4000s之后的数据,从图4中a曲线和b曲线可以看出,纯水的最终温度为78.4 $^{\circ}\text{C}$,而本实例的相变流体最终温度为87.7 $^{\circ}\text{C}$,说明本实例的相变流体较纯水热转换流体的光热转换性能得到提高。

[0039] 实施例2:

[0040] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体,所述流体由以下质量分数的组分组成:微胶囊、分散剂和水,各组分的质量分数为:微胶囊10%、分散剂3%,余量为水;微胶囊以石蜡为相变材料,以氧化石墨烯修饰的二氧化钛为包覆石蜡的外壳,利用原位聚合法在非水乳液体系中制备得到。

[0041] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,包括以下步骤:

[0042] (1)在三颈烧瓶中通过水浴加热将10g石蜡在65 $^{\circ}\text{C}$ 融化之后,加入相对于乳液体系质量分数为3%的乳化剂,再加入甲酰胺,甲酰胺的加入量与石蜡的质量比6.6,在65 $^{\circ}\text{C}$ 恒温,800转/分的搅拌速度下搅拌乳化3小时,得到均一稳定的石蜡乳液;

[0043] (2)将6g钛酸四丁酯加入到步骤(1)所得的石蜡乳液中,在65 $^{\circ}\text{C}$ 恒温,800转/分的搅拌速度下搅拌30分钟,得到反应混合物;

[0044] (3)向步骤(2)中所得到的反应混合物中加入0.2g的乙酸,再逐滴加入含水的质量分数为10%的甲酰胺溶液,其中甲酰胺与石蜡质量比为2.8,于65 $^{\circ}\text{C}$ 恒温,400转/分搅拌反应4小时,之后再加入氧化石墨烯,继续搅拌反应2小时,氧化石墨烯的添加量相对于石蜡的质量分数为0.1%,反应结束后再通过过滤得到沉淀,先后用去离子水和乙醇清洗沉淀3次,在真空干燥箱中40 $^{\circ}\text{C}$ 烘30小时,干燥后得到经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊;

[0045] (4)取0.24g反应产物微胶囊和0.08g十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)分散剂加入到水中,超声分散1小时,即得到质量百分比含3%的二氧化钛掺杂氧化石墨烯包覆石蜡微胶囊相变流体,微胶囊在所述相变流体中的质量分数为10%,分散剂在相变流体中的质量分数为3%。

[0046] 图1中(b)图是本实例制得的微胶囊相变材料的SEM图片,从图中可以看出,本实例制得的微胶囊相变材料形貌为均匀的球形颗粒,表面光滑,粒径为3-5 μm ,图2中(b)曲线是本方法通过去除石蜡所得的二氧化钛XRD曲线,其只有一个较宽的波带,因此可以看出本方法制备的二氧化钛壳层为无定型结构,图2中(d)是本实例所得微胶囊相变材料的XRD曲线,可以看出该曲线同时包含石蜡和二氧化钛的峰形,并且没有产生新的峰形,说明二氧化钛成功将石蜡包覆,并且只是物理结合。

[0047] 图3是实施例2中光热转换性能测定装置简图,图4中a 曲线是纯水的光热转换曲线,c曲线是本实施例的相变流体的光热转换曲线,光热转换测试中,通过4只60W的灯模拟太阳辐射,测量从30 $^{\circ}\text{C}$ 初始温度经模拟太阳灯源照射4000s之后的数据,从图4中a曲线与c

曲线可以看出,纯水的最终温度为78.4°C,而本实例的相变流体最终温度为89°C,说明本实例的相变流体较纯水热转换流体的光热转换性能得到提高,并且本实例的相变流体最终温度比实施例1中的相比流体最终温度更高,说明随着氧化石墨烯的含量增加,相变流体的光热转换性能也会随之提高。

[0048] 实施例3:

[0049] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体,所述流体由以下质量分数的组分组成:微胶囊、分散剂和水,各组分的质量分数为:微胶囊5%、分散剂1.5%,余量为水;微胶囊以石蜡为相变材料,以氧化石墨烯修饰的二氧化钛为包覆石蜡的外壳,利用原位聚合法在非水乳液体系中制备得到。

[0050] 基于氧化石墨烯二氧化钛包覆石蜡的相变流体的制备方法,包括以下步骤:

[0051] (1)在三颈烧瓶中通过水浴加热将10g石蜡在75°C融化之后,加入相对于乳液体系质量分数为5%的乳化剂,再加入甲酰胺,甲酰胺的加入量与石蜡的质量比7.5,在75°C恒温,700转/分的搅拌速度下搅拌乳化2小时,得到均一稳定的石蜡乳液;

[0052] (2)将23g钛酸四丁酯加入到步骤(1)所得的石蜡乳液中,在75°C恒温,700转/分的搅拌速度下搅拌60分钟,得到反应混合物;

[0053] (3)向步骤(2)所得到的反应混合物中加入0.2g的乙酸,再逐滴加入含水的质量分数为15%的甲酰胺溶液,其中甲酰胺与石蜡质量比为3,于75°C恒温,600转/分搅拌反应2小时,之后再加入氧化石墨烯,继续搅拌反应2小时,氧化石墨烯的添加量相对于石蜡的质量分数为0.3%,反应结束后再通过过滤得到沉淀,先后用去离子水和乙醇清洗沉淀3次,在真空干燥箱中60°C烘15小时,干燥后得到经氧化石墨烯修饰的二氧化钛包覆石蜡微胶囊;

[0054] (4)取0.12g反应产物微胶囊和0.04g十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)分散剂加入到水中,超声分散3小时,即得到质量百分比含3%的二氧化钛掺杂氧化石墨烯包覆石蜡微胶囊相变流体,微胶囊在所述相变流体中的质量分数为5%,分散剂在相变流体中的质量分数为1.5%。

[0055] 图1中(c)图和(d)图是本实例制得的微胶囊相变材料的SEM图片,从(c)图中可以看出,本实例制得的微胶囊相变材料形貌为均匀的球形颗粒,表面光滑,粒径为2-5 μm ,从(d)图可以观察到微胶囊表面吸附着一层氧化石墨烯。图2中(b)曲线是本方法通过去除石蜡所得的二氧化钛XRD曲线,其只有一个较宽的波带,因此可以看出本方法制备的二氧化钛壳层为无定型结构,图2中(d)是本实例所得微胶囊相变材料的XRD曲线,可以看出该曲线同时包含石蜡和二氧化钛的峰形,并且没有产生新的峰形,说明二氧化钛成功将石蜡包覆,并且只是物理结合。

[0056] 图3是实施例中光热转换性能测定装置简图,图4中a曲线是纯水的光热转换曲线,d曲线是本实例的相变流体的光热转换曲线,光热转换测试中,通过4只60W的灯模拟太阳辐射,测量从30°C初始温度经模拟太阳灯源照射4000s之后的数据,从图4中a曲线与d曲线可以看出,纯水的最终温度为78.4°C,而本实例的相变流体最终温度为92.2°C,说明本实例的相变流体较纯水热转换流体的光热转换性能得到提高,并且本实例的相变流体最终温度比实施例1和实施例2中的相比流体最终温度都更高,说明随着氧化石墨烯的含量增加,相变流体的光热转换性能也会随之提高。

[0057] 应理解,本实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在

阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

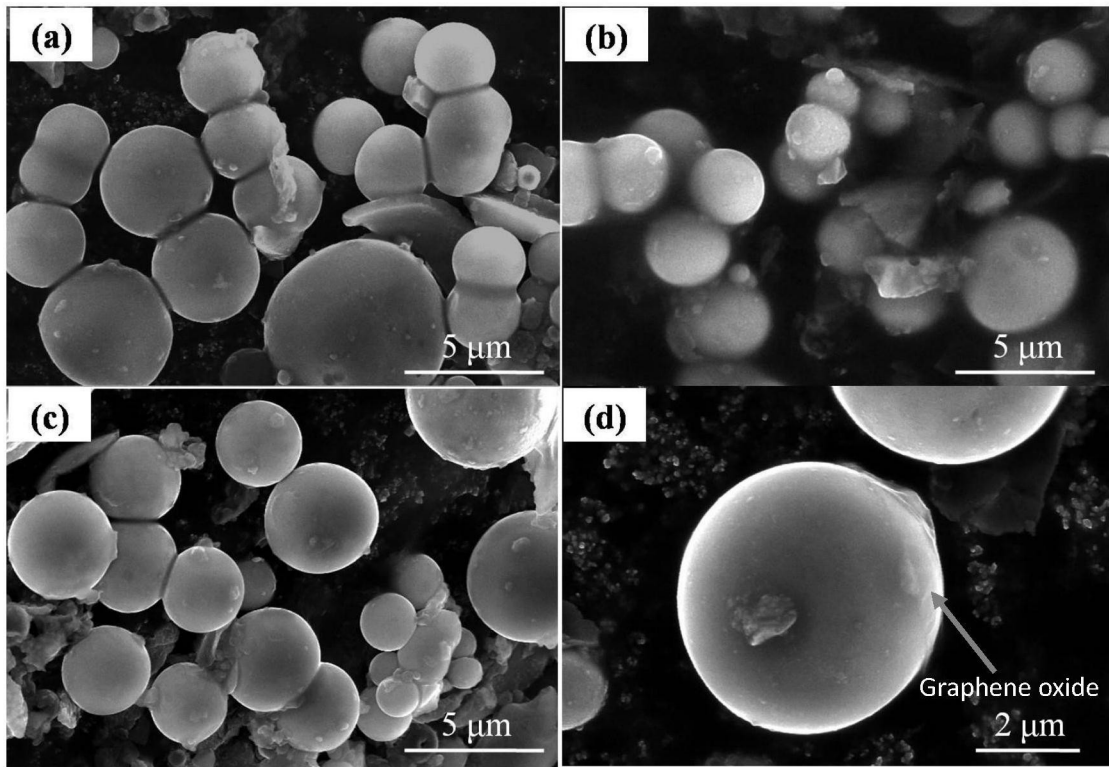


图1

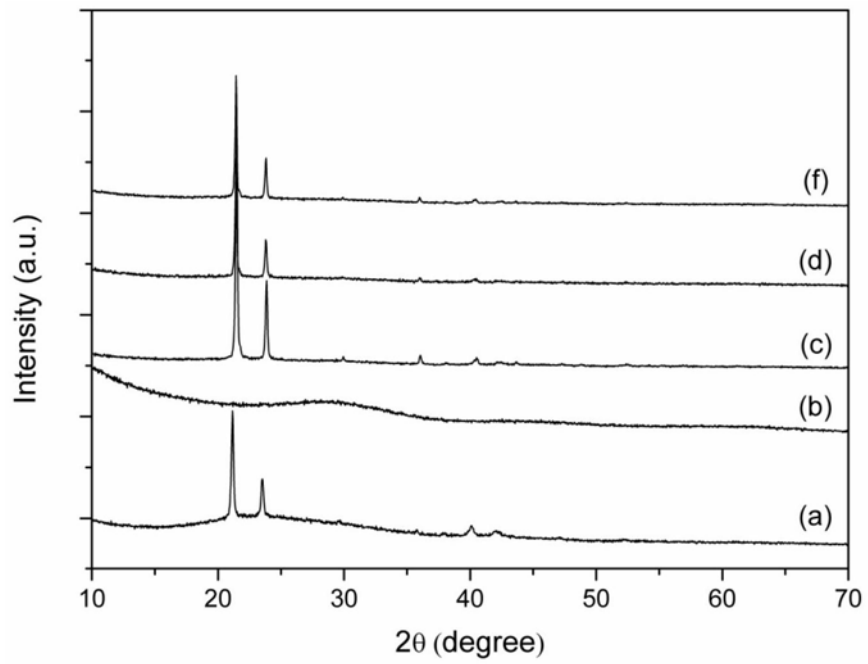


图2

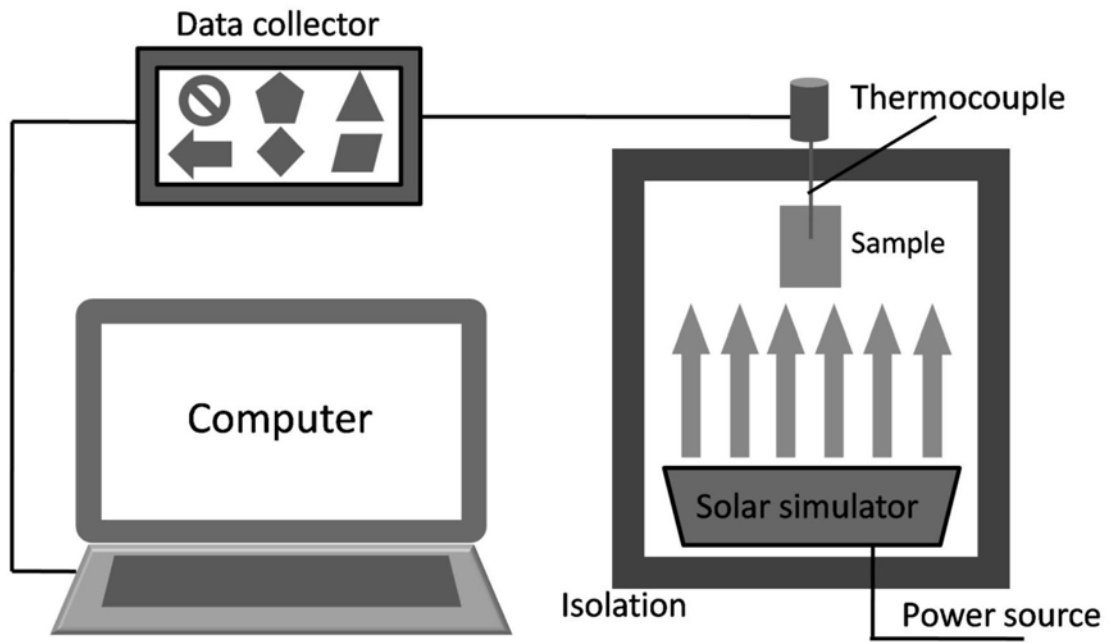


图3

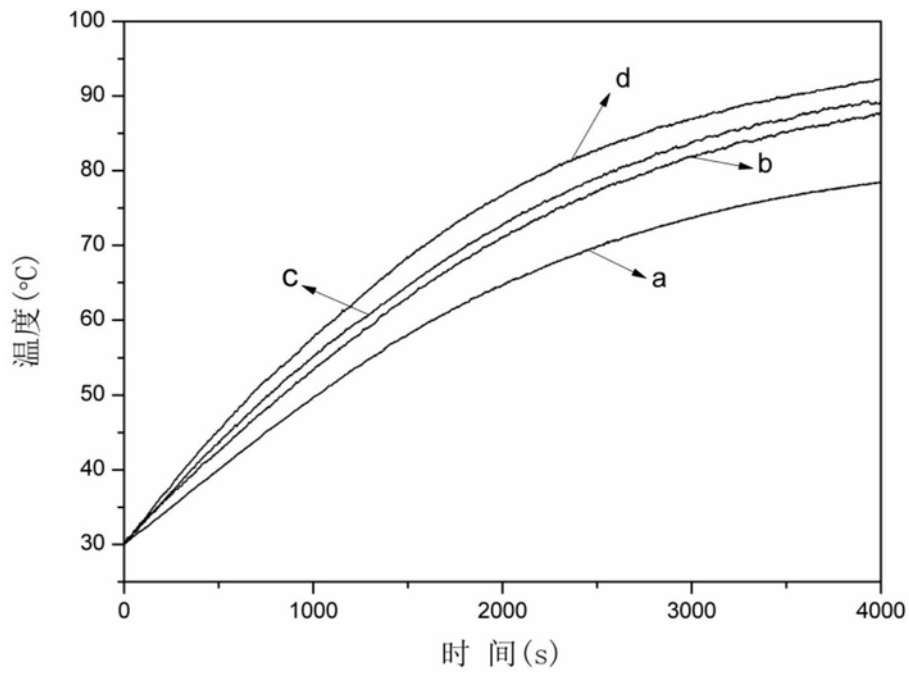


图4