



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102643029 A

(43) 申请公布日 2012. 08. 22

(21) 申请号 201210122274. 9

(22) 申请日 2012. 04. 24

(71) 申请人 奇瑞汽车股份有限公司

地址 241006 安徽省芜湖市经济技术开发区  
长春路 8 号

(72) 发明人 陈大华 熊建民

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理  
有限公司 11112

代理人 罗建民 邓伯英

(51) Int. Cl.

C03C 17/00 (2006. 01)

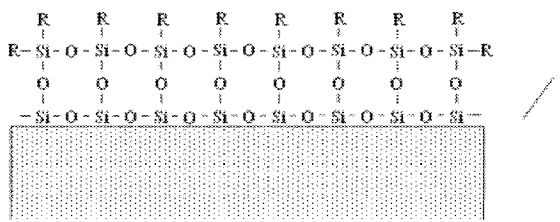
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

## (54) 发明名称

憎水修饰剂及其修饰的憎水玻璃、憎水玻璃的制备方法

## (57) 摘要

本发明提供了一种憎水修饰剂及其修饰的憎水玻璃、憎水玻璃的制备方法,憎水修饰剂为取代氯硅烷,其价格低廉,实现了憎水修饰剂的低成本化,便于推广应用,该玻璃制备过程中使用了憎水修饰剂对表面涂有二氧化硅膜的玻璃进行修饰,制得的憎水玻璃有很好的憎水性能。



1. 一种用于玻璃的憎水修饰剂,其特征在于,所述憎水修饰剂为取代氯硅烷溶于有机溶剂得到的溶液,所述取代氯硅烷的通式为  $\text{Si}(\text{R})_m\text{Cl}_{4-m}$ ,

其中,  $m$  为 1、2、3 任意之一;

$\text{R}$  为含 1 ~ 12 个碳原子的疏水基团;当  $m$  为 2 或 3 时,各  $\text{R}$  为相同的基团或者不同的基团。

2. 根据权利要求 1 所述的用于玻璃的憎水修饰剂,其特征在于,所述取代氯硅烷为三甲基氯硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷、三乙基氯硅烷、甲基十二烷基二氯硅烷、甲基苯基二氯硅烷、甲基乙烯基二氯硅烷、3-三氟丙基三氯硅烷中的一种或几种的混合物。

3. 根据权利要求 1 所述的用于玻璃的憎水修饰剂,其特征在于,所述有机溶剂为环己烷、丙酮、异丙醇或甲苯中的一种或几种的混合物,所述取代氯硅烷的质量百分比浓度为 5% ~ 20%。

4. 一种憎水玻璃,其特征在于,其是由权利要求 1 ~ 3 任意之一所述的憎水修饰剂修饰得到的。

5. 一种憎水玻璃的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

- (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层;
- (2) 用权利要求 1 ~ 3 任意之一所述的憎水修饰剂修饰玻璃;
- (3) 对玻璃进行热处理,得到表面形成憎水膜层的玻璃。

6. 根据权利要求 5 所述的憎水玻璃的制备方法,其特征在于,所述步骤 (1) 包括:

用溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶;  
用所述溶胶在玻璃表面形成溶胶膜;  
将所述溶胶膜固化形成纳米二氧化硅层。

7. 根据权利要求 6 所述的憎水玻璃的制备方法,其特征在于,所述步骤 (1) 还满足下列条件中的至少一种:

所述溶胶中二氧化硅颗粒的粒径为 90 ~ 110nm;

用所述溶胶在玻璃表面形成溶胶膜的方法包括:提拉镀膜、手工刮涂、机械刮涂、喷涂中的任意一种;

所述溶胶膜的膜厚为 80 ~ 1000nm;

将所述溶胶膜固化形成纳米二氧化硅层包括:在 80 ~ 120°C 下热处理 40 ~ 90 分钟,得到具有纳米二氧化硅层的玻璃。

8. 根据权利要求 5 所述的憎水玻璃的制备方法,其特征在于,所述步骤 (2) 包括:在 25 ~ 40°C 下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 16 ~ 90 小时,得到憎水修饰剂修饰的玻璃。

9. 根据权利要求 8 所述的憎水玻璃的制备方法,其特征在于,所述步骤 (2) 为:

在大于等于 25°C 小于 30°C 的温度下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 64 ~ 90 小时;或

在大于等于 30°C 且小于等于 40°C 的温度下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 16 ~ 50 小时。

10. 根据权利要求 5 所述的憎水玻璃的制备方法,其特征在于,所述步骤 (3) 包括:

将憎水修饰剂修饰的玻璃在 80 ~ 100°C 下热处理 10 ~ 40 分钟。

## 憎水修饰剂及其修饰的憎水玻璃、憎水玻璃的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及憎水玻璃技术领域,具体涉及一种憎水修饰剂及其修饰的憎水玻璃和憎水玻璃的制备方法。

### 背景技术

[0002] 玻璃表面具有较高的表面能,产生的表面张力远远高于水的表面张力,因此水对玻璃具有浸润性,水滴在玻璃上无序扩展时会使玻璃的透光性变差,给人们生活和工作带来很多不便。例如,汽车在雨天高速行驶时,雨水和泥水往往会粘在风挡玻璃或后视镜玻璃表面,严重影响驾驶员视线,即使采用雨刮器也会存在很多死角,增加事故机率;而且,对于侧窗和后视镜,雨刮器也无能为力。

[0003] 目前大多车辆在出厂时其前门侧窗玻璃和外后视镜均采用表面镀憎水涂层技术以解决雨天行驶视野模糊问题。同时,市场上亦出现供汽车保养用的纳米玻璃防雨镀膜产品,这些产品均采用具有较低表面能的取代氟硅烷作为憎水修饰剂,如十七氟癸基三甲氧基硅烷、十三氟代辛烷基三乙氧基硅烷、全氟烷基氯硅烷等,但是氟硅烷价格昂贵,且含氟硅烷废水处理成本高。因此,憎水涂层技术在汽车玻璃上尚未得到广泛应用。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是针对现有技术中存在的上述不足,提供一种憎水修饰剂及其修饰的憎水玻璃、憎水玻璃的制备方法,该制备方法制得的憎水玻璃的憎水膜层接触角不低于  $100^\circ$ ,而且该憎水玻璃成本大大降低。

[0005] 解决本发明技术问题所采用的技术方案是一种用于玻璃的憎水修饰剂,所述憎水修饰剂为取代氯硅烷溶于有机溶剂得到的溶液,所述取代氯硅烷的通式为  $\text{Si}(\text{R})_m\text{Cl}_{4-m}$ ,

[0006] 其中,  $m$  为 1、2、3 任意之一;

[0007]  $\text{R}$  为含 1 ~ 12 个碳原子的疏水基团;当  $m$  为 2 或 3 时,各  $\text{R}$  为相同的基团或者不同的基团;也就是说  $m$  为 2 或 3 时,一个硅原子上连有多个  $\text{R}$ ,而这几个  $\text{R}$  可相同也可不同。

[0008] 其中,该取代氯硅烷的结构为一个硅原子上连接了  $m$  个  $\text{R}$  和  $(4-m)$  个氯原子,即一氯硅烷或二氯硅烷或三氯硅烷中的全部氢原子被  $\text{R}$  取代后的产物。

[0009] 其中,疏水基团说明  $\text{R}$  是表面能较低的、具有疏水性的基团,其优选为烷基,更优选为脂肪烃,进一步优选为烷基,但取代烷基等也是可行的。

[0010] 优选的是,所述取代氯硅烷为三甲基氯硅烷、二甲基二氯硅烷、甲基三氯硅烷、三乙基氯硅烷、甲基十二烷基二氯硅烷、甲基苯基二氯硅烷、甲基乙烯基二氯硅烷、3-三氟丙基三氯硅烷中的一种或几种的混合物。

[0011] 优选的是,所述有机溶剂为环己烷、丙酮、异丙醇或甲苯中的一种或几种混合物,所述的取代氯硅烷的质量百分比浓度为 5% ~ 20%。

[0012] 本发明还提供一种憎水玻璃,其是由上述憎水修饰剂修饰得到的。

[0013] 本发明还提供一种憎水玻璃的制备方法,包括以下步骤:

- [0014] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层；
- [0015] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃；
- [0016] (3) 对玻璃进行热处理,得到表面形成憎水膜层的玻璃。
- [0017] 优选的是,所述步骤(1)中包括:在玻璃表面形成纳米二氧化硅层前,对玻璃的表面进行前处理去除玻璃表面的污物,在玻璃表面形成具有活性的硅羟基基团(-Si-OH)。
- [0018] 所述步骤(1)中的二氧化硅层附着在玻璃表面,该二氧化硅层表面的活性硅羟基的数量远远多于未吸附二氧化硅前的玻璃表面的活性硅羟基的数量,便于憎水修饰剂对玻璃进行修饰,可以得到憎水效果好的憎水玻璃。
- [0019] 优选的是,所述步骤(1)包括:
- [0020] 用溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶;
- [0021] 用所述溶胶在玻璃表面形成溶胶膜;
- [0022] 将所述溶胶膜固化形成纳米二氧化硅层。
- [0023] 优选的是,所述步骤(1)还满足下列条件中的至少一种:
- [0024] 所述溶胶中二氧化硅颗粒的粒径为90~110nm;该粒径的二氧化硅颗粒能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度,且具有比较大的接触角。
- [0025] 用所述溶胶在玻璃表面形成溶胶膜的方法包括:提拉镀膜、手工刮涂、机械刮涂、喷涂中的任意一种;
- [0026] 所述溶胶膜的膜厚为80~1000nm;
- [0027] 将所述溶胶膜固化形成纳米二氧化硅层包括:在80~120℃下,热处理40~90分钟,得到具有纳米二氧化硅层的玻璃。
- [0028] 优选的是,所述步骤(2)包括:在25~40℃下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中16~90小时,得到憎水修饰剂修饰的玻璃。
- [0029] 更优选的是,所述步骤(2)为
- [0030] 在大于等于25℃小于30℃的温度下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中64~90小时;或
- [0031] 在大于等于30℃且小于等于40℃的温度下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中16~50小时。
- [0032] 优选的是,所述步骤(3)包括:
- [0033] 憎水修饰剂修饰的玻璃在80~100℃下热处理10~40分钟,在玻璃表面反应形成一层牢固的憎水膜层。
- [0034] 热处理过程可以除去玻璃表面的有机溶剂,同时加速未与二氧化硅层反应的残留取代氯硅烷水解物与二氧化硅层反应,促进玻璃表面形成憎水膜层。
- [0035] 本发明的优点:取代氯硅烷价格低廉,其成本约为氟硅烷的1/500,而且该物质容易水解,较含氟硅烷废水容易处理。本发明采用取代氯硅烷制备具有与氟硅烷相同或相近憎水性能的憎水修饰剂,从而实现憎水修饰剂低成本化,由本憎水修饰剂修饰制备的憎水玻璃便于推广应用。

#### 附图说明

- [0036] 图1是本发明憎水膜形成机理图;

[0037] 图中 :1- 憎水玻璃。

## 具体实施方式

[0038] 为使本领域技术人员更好地理解本发明的技术方案,下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细描述。

[0039] 在以下各实施例中,一种用溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶的过程可为:

[0040] 按照体积比 (1 ~ 3) : (3 ~ 1) : (12.5 ~ 33.3) 分别量取浓氨水、正硅酸乙酯和 / 或正硅酸丁酯、有机溶剂 (无水乙醇、甲醇、丙酮、异丙醇中的一种或几种混合物),之后先将全部浓氨水与有机溶剂的一半混合并于 40 ~ 60°C 下搅拌 15 ~ 30min,再将剩余量有机溶剂、正硅酸乙酯和 / 或正硅酸丁酯迅速加入其中,并继续于 40 ~ 60°C 下搅拌 90 ~ 120min 得到含二氧化硅颗粒的溶胶,其中,搅拌速度为 100 ~ 300r/min,搅拌过程中要求容器密封,以防止挥发性气体逸出;其中二氧化硅颗粒的直径可通过改变浓氨水、正硅酸乙酯和 / 或正硅酸丁酯等的量调节。由于溶胶凝胶法制备含纳米二氧化硅颗粒的溶胶是已知的,故在实施例中不再对其详细描述。

[0041] 实施例 1

[0042] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂,本憎水修饰剂为三乙基氯硅烷溶于环己烷得到的质量百分比浓度为 10% 的溶液。

[0043] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法,包括以下步骤:

[0044] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0045] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶,其中二氧化硅颗粒的粒径为 95nm;

[0046] 玻璃的前处理:使用硫酸和双氧水溶液在超声波的环境下清洗玻璃,用氧化铈抛光粉抛光,自来水冲洗后再用去离子水冲洗,然后用电风吹干玻璃表面,在玻璃表面形成具有活性的硅羟基基团。由于该玻璃的前处理过程是本领域公知的,故在实施例中不再对其详细描述;

[0047] 通过提拉镀膜的方法,用所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 100nm 的透明溶胶膜,其中提拉镀膜的速度为 600  $\mu$ m/s;

[0048] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 105°C 下热处理 60 分钟,得到具有纳米二氧化硅层的玻璃,该玻璃表面无斑点,透光率不低于 70%;

[0049] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0050] 在 40°C 下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入所述憎水修饰剂中 16 小时,得到憎水修饰剂修饰的玻璃;

[0051] (3) 对玻璃进行热处理

[0052] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 82°C 下热处理 35 分钟,自然冷却后得到接触角为 118.3° 的、透明的、憎水性能良好的、表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的环己烷,加速未与二氧化硅层反应的三乙基氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应,促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 95nm 的二氧化硅颗粒,能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度,且具有比较大的接触角。

[0053] 图 1 为憎水修饰剂修饰过的憎水玻璃 1。在制备憎水玻璃 1 的过程中,二氧化硅膜层中的部分活性的 -Si-OH 与经过前处理的玻璃表面的活性 -Si-OH 反应,形

成-Si-O-Si-网络结构；二氧化硅膜层中部分剩余的活性-Si-OH与憎水修饰剂中的Si(R)<sub>m</sub>Cl<sub>4-m</sub>水解产物Si(R)<sub>m</sub>(OH)<sub>4-m</sub>反应，形成-Si-O-Si(R)<sub>m</sub>结构，使R位于玻璃的最外层，从而玻璃具有较低的表面能，显示出憎水性能；而由于该二氧化硅层表面的活性硅羟基的数量远远多于未吸附二氧化硅前的玻璃表面的活性硅羟基的数量，因此其最终还会形成交错复杂的-Si-O-Si-网络结构，使得在玻璃表面的憎水基团R大大增多，增强了玻璃的憎水性能。

#### [0054] 实施例 2

[0055] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂，本憎水修饰剂为甲基十二烷基二氯硅烷溶于环己烷得到的质量百分比浓度为 8% 的溶液。

[0056] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法，包括以下步骤：

[0057] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0058] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶，其中二氧化硅颗粒的粒径为 90nm；

[0059] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理；

[0060] 用手工刮涂的方法，将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 80nm 的透明溶胶膜；

[0061] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 100℃ 下热处理 65 分钟，得到具有纳米二氧化硅层的玻璃，该玻璃表面无斑点，透光率不低于 70%；

[0062] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0063] 在 27℃ 下，将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 77 小时，得到憎水修饰剂修饰的玻璃；

[0064] (3) 对玻璃进行热处理

[0065] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 92℃ 下热处理 23 分钟。自然冷却后得到接触角为 114.3° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的环己烷，加速未与二氧化硅层反应的甲基十二烷基二氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应，促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 90nm 的二氧化硅颗粒，能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度，且具有比较大的接触角。

#### [0066] 实施例 3

[0067] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂，本憎水修饰剂为甲基乙基二氯硅烷溶于甲苯得到的质量百分比浓度为 5% 的溶液。

[0068] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法，包括以下步骤：

[0069] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0070] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶，其中二氧化硅颗粒的粒径为 105nm；

[0071] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理；

[0072] 用提拉镀膜的方法，将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 300nm 的透明溶胶膜，其中提拉镀膜的速度为 300 μm/s；

[0073] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 80℃ 下热处理 90 分钟，得到具有纳米二氧化硅层的玻璃，该玻璃表面无斑点，透光率不低于 70%；

[0074] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0075] 在 30℃ 下，将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 50 小时，得到憎水修饰剂修饰的玻璃；

[0076] (3) 对玻璃进行热处理

[0077] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 80℃ 下热处理 40 分钟, 自然冷却后得到接触角为 110.5° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的甲苯, 加速未与二氧化硅层反应的甲基乙基二氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应, 促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 105nm 的二氧化硅颗粒, 能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度, 且具有比较大的接触角。

[0078] 实施例 4

[0079] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂, 本憎水修饰剂为甲基苯基二氯硅烷溶于环己烷与丙酮 ( 体积比 1 : 1 ) 混和溶剂得到的质量百分比浓度为 15% 的溶液。

[0080] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法, 包括以下步骤:

[0081] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0082] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶, 其中二氧化硅颗粒的粒径为 90nm ;

[0083] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理 ;

[0084] 用机械刮涂的方法, 将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 500nm 的透明溶胶膜 ;

[0085] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 85℃ 下热处理 80 分钟, 得到具有纳米二氧化硅层的玻璃, 该玻璃表面无斑点, 透光率不低于 70% ;

[0086] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0087] 在 35℃ 下, 将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 33 小时, 得到憎水修饰剂修饰的玻璃 ;

[0088] (3) 对玻璃进行热处理

[0089] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 100℃ 下热处理 10 分钟, 自然冷却后得到接触角为 112.7° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的残留溶剂环己烷和丙酮, 同时加速未与二氧化硅层反应的甲基苯基二氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应, 促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 90nm 的二氧化硅颗粒, 能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度, 且具有比较大的接触角。

[0090] 实施例 5

[0091] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂, 本憎水修饰剂为甲基乙基苯基氯硅烷溶于环己烷与丙酮 ( 体积比 1 : 1 ) 混和溶剂得到的质量百分比浓度为 18% 的溶液。

[0092] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法, 包括以下步骤:

[0093] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0094] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶, 其中二氧化硅颗粒的粒径为 100nm ;

[0095] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理 ;

[0096] 用提拉镀膜的方法, 将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 700nm 的透明溶胶膜, 其中提拉镀膜的速度为 400  $\mu$  m/s ;

[0097] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 120℃ 下热处理 40 分钟, 得到具有纳米二氧化硅层的玻璃, 该玻璃表面无斑点, 透光率不低于 70% ;

[0098] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0099] 在 32℃ 下, 将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 53 小时, 得到憎水修

饰剂修饰的玻璃。

[0100] (3) 对玻璃进行热处理

[0101] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 95℃ 下热处理 20 分钟, 自然冷却后得到接触角为 116.3° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的残留溶剂环己烷和丙酮, 同时加速未与二氧化硅层反应的甲基乙基苯基氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应, 促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 100nm 的二氧化硅颗粒, 能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度, 且具有比较大的接触角。

[0102] 实施例 6

[0103] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂, 本憎水修饰剂为 3- 三氟丙基三氯硅烷溶于环己烷与异丙醇 ( 体积比 1 : 1 ) 的混和溶剂中得到的质量百分比浓度为 5% 的溶液。

[0104] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法, 包括以下步骤 :

[0105] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0106] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶, 其中二氧化硅颗粒的粒径为 110nm ;

[0107] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理 ;

[0108] 用喷涂的方法, 将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 900nm 的透明溶胶膜 ;

[0109] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 110℃ 下热处理 50 分钟, 得到具有纳米二氧化硅层的玻璃, 该玻璃表面无斑点, 透光率不低于 70% ;

[0110] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0111] 在 25℃ 下, 将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 90 小时, 得到憎水修饰剂修饰的玻璃 ;

[0112] (3) 对玻璃进行热处理

[0113] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 90℃ 下热处理 25 分钟, 自然冷却后得到接触角为 115.2° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的残留环己烷与异丙醇, 同时加速未与二氧化硅层反应的 3- 三氟丙基三氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应, 促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 110nm 的二氧化硅颗粒, 能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度, 且具有比较大的接触角。

[0114] 实施例 7

[0115] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂, 本憎水修饰剂为三甲基氯硅烷溶于环己烷得到的质量百分比浓度为 20% 的溶液。

[0116] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法, 包括以下步骤 :

[0117] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0118] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶, 其中二氧化硅颗粒的粒径为 110nm ;

[0119] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理 ;

[0120] 用提拉镀膜的方法, 将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 1000nm 的透明溶胶膜, 其中提拉镀膜的速度为 500  $\mu$  m/s ;

[0121] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 90℃ 下热处理 75 分钟, 得到具有纳米二氧化硅层的



玻璃,该玻璃表面无斑点,透光率不低于 70% ;

[0122] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0123] 在 40℃ 下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 16 小时,得到憎水修饰剂修饰的玻璃 ;

[0124] (3) 对玻璃进行热处理

[0125] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 85℃ 下热处理 30 分钟,自然冷却后得到接触角为 113.7° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的环己烷,加速未与二氧化硅层反应的三甲基氯硅烷水解物与二氧化硅层的硅羟基反应,促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 110nm 的二氧化硅颗粒,能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度,且具有比较大的接触角。

[0126] 实施例 8

[0127] 本实施例提供一种用于玻璃的憎水修饰剂,本憎水修饰剂为甲基三氯硅烷和二甲基二氯硅烷(质量比 2 : 1)溶于环己烷得到的质量百分比浓度为 12% 的溶液。

[0128] 本实施例提供一种憎水玻璃的制备方法,包括以下步骤 :

[0129] (1) 在玻璃表面形成纳米二氧化硅层

[0130] 溶胶凝胶法制备含二氧化硅颗粒的溶胶,其中二氧化硅颗粒的粒径为 100nm ;

[0131] 用与实施例 1 相同的方法对玻璃进行前处理 ;

[0132] 用喷涂的方法,将所述溶胶在玻璃表面形成膜厚为 200nm 的透明溶胶膜 ;

[0133] 将表面形成溶胶膜的玻璃在 95℃ 下热处理 70 分钟,得到具有纳米二氧化硅层的玻璃,该玻璃表面无斑点,透光率不低于 70% ;

[0134] (2) 用所述的憎水修饰剂修饰玻璃

[0135] 在 30℃ 下,将有纳米二氧化硅膜层的玻璃浸入憎水修饰剂中 64 小时,得到憎水修饰剂修饰的玻璃 ;

[0136] (3) 对玻璃进行热处理

[0137] 憎水修饰剂修饰的玻璃在 93℃ 下热处理 15 分钟,自然冷却后得到接触角为 117.8° 的、透明的、憎水性能良好的表面形成憎水膜层的憎水玻璃。本热处理过程可以除去玻璃表面的环己烷,加速未与二氧化硅层反应的甲基三氯硅烷和二甲基二氯硅烷的水解物与二氧化硅层的硅羟基反应,促进玻璃表面形成憎水膜层。该制备过程中使用了粒径为 100nm 的二氧化硅颗粒,能保证最终制得的憎水玻璃具有良好的透光率和粗糙度,且具有比较大的接触角。

[0138] 实施例 9

[0139] 本实施例提供一种憎水玻璃,其是由上述任意一实施例的方法制得的。

[0140] 可以理解的是,以上实施方式仅仅是为了说明本发明的原理而采用的示例性实施方式,然而本发明并不局限于此。对于本领域内的普通技术人员而言,在不脱离本发明的精神和实质的情况下,可以做出各种变型和改进,这些变型和改进也视为本发明的保护范围。

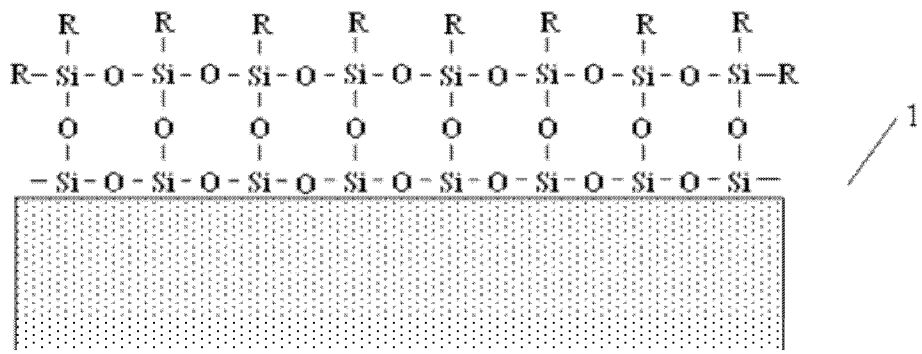


图 1