

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102258965 B

(45) 授权公告日 2013. 04. 17

(21) 申请号 201110072661. 1

CN 101550006 A, 2009. 10. 07, 全文.

(22) 申请日 2011. 03. 25

审查员 刘辉

(73) 专利权人 武汉科技大学

地址 430081 湖北省武汉市青山区建设一路

(72) 发明人 樊希安 李光强 胡晓明 洪小杰

朱诚意 侯艳辉

(74) 专利代理机构 武汉开元知识产权代理有限

公司 42104

代理人 樊戎

(51) Int. Cl.

B01J 13/02(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1271758 A, 2000. 11. 01, 全文.

CN 101215166 A, 2008. 07. 09, 全文.

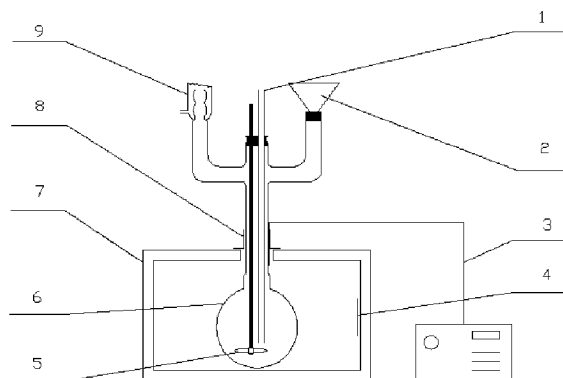
权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 2 页

(54) 发明名称

具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。其制备步骤是：预先配制碱性溶液和含过渡金属阳离子的水溶液，再将球磨处理的堇青石超细微粉加入配制的碱性溶液中，然后加入微波加热炉的反应容器(6)内，加热，通入压缩空气，搅拌；将配制的含过渡金属阳离子的水溶液加入反应容器(6)内，保温，自然冷却，停止搅拌；最后用水和无水乙醇洗涤，干燥，即制得以堇青石为核、尖晶石铁氧体为壳的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料。本发明具有能耗小、投资少、生产成本低、工艺简单和周期短的特点，所制得的红外辐射节能材料的红外发射率为 0.89 ~ 0.94。



1. 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的制备方法,其特征在于制备步骤是:
第一步、将工业级的堇青石进行球磨处理,获得堇青石超细微粉,备用;
第二步、分别配制浓度为 $0.1 \sim 2.0\text{mol/L}$ 的含过渡金属阳离子的水溶液和pH值为 $8 \sim 13$ 的碱性溶液,备用;
第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 $(0.10 \sim 0.30) : 1$;
第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器(6)内,加热至 $40 \sim 90^\circ\text{C}$,再通过微波加热炉的玻璃管(1)通入压缩空气,用搅拌杆(5)进行搅拌;
第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗(2)加入到第四步的反应容器(6)内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 $1 : (2 \sim 10)$,在 $40 \sim 90^\circ\text{C}$ 条件下保温 $0.5 \sim 7.0\text{h}$;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;
第六步、对第五步所得的固、液混合物进行离心分离,再先后用水和无水乙醇洗涤,干燥,即制得以堇青石为核、尖晶石铁氧体为壳的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料;
所述的含过渡金属阳离子的水溶液中含有 Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子,还含有 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 中的一种以上离子;其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 $80 \sim 85\%$ 。
2. 根据权利要求1所述的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的制备方法,其特征在于所述的堇青石超细微粉的粒径小于 $3\mu\text{m}$ 。
3. 根据权利要求1所述的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的制备方法,其特征在于所述的碱性溶液为 NaOH 溶液、或为 KOH 溶液、或为 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶液。
4. 根据权利要求1所述的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的制备方法,其特征在于微波加热炉的结构是:在微波炉壳体(7)内壁的一侧设置有微波源(4),在微波炉壳体(7)内的底板上设置有反应容器(6),冷凝回流管(9)、玻璃管(1)、滴液漏斗(2)、光纤温度计(3)和搅拌杆(5)通过微波炉壳体(7)顶板的通孔与反应容器(6)相通;微波加热炉内的反应容器和搅拌杆为聚四氟乙烯材质。
5. 根据权利要求1~4中任一项所述的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的制备方法所制备的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料。

具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于红外辐射节能技术领域,具体涉及一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着能源危机和环境污染问题的日益加剧,作为一类新型节能材料的红外辐射材料受到了各国的普遍重视。我国大型工业炉窑每年消耗的能源占全国工业能耗的 55%以上,但其平均热效率却不足 30%,与发达国家工业炉的热效率 50%相比还有很大差距。因此,工业炉窑的节能减排不仅具有相当大的潜力,也符合我国大力发展低碳经济的政策需求。

[0003] 红外辐射又称为热辐射,是在其射程范围内被物质吸收,使物质分子和原子中的电子或离子产生受迫共振而引发的热效应。工业炉窑的高温加热,主要以辐射传热为主,即热量主要以电磁波辐射的形式传递给工件和炉窑衬体。目前,工业炉窑内衬所使用的耐火材料在高温下其表面发射率大都小于 0.5,为利用红外辐射节能材料提高炉衬的表面发射率、进而提高热工设备的热效率提供了可能。

[0004] 目前红外辐射节能材料的发展方向是超细超薄化,成分复合化和功能多样化(CN101928479A)。在红外加热技术中,一般要求辐射材料的红外辐射主波长与被加热对象的吸收峰波长相对应。而温度升高,红外辐射的主波峰会向短波段移动,这就要求红外辐射材料在短波段具有比较高的发射率。近年来,尽管红外辐射材料的研究取得了较大进展,远红外区(6~25 μm)高辐射率材料的发射率已超过 0.9,但在近红外区(0.76~3 μm)和中红外区(3~6 μm)材料的发射率还比较低,大部分在 0.8 左右,这成为了当前利用红外辐射节能材料提高热工设备热效率的瓶颈(CN101550006A)。另外,现有制备红外辐射材料的方法大都需要长时间高温煅烧(>1200 $^{\circ}\text{C}$)(CN101555369A,CN1296315C),这不仅提高了生产成本,增加了固定资本的投入,且所制备的材料稳定性差。

发明内容

[0005] 本发明旨在克服现有技术的不足,目的是提供一种能耗小、投资少、生产成本低、工艺简单、周期短的在全波段具有高发射率的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。

[0006] 为了实现上述目的,本发明采用的技术方案为如下步骤:

[0007] 第一步、将工业级的堇青石进行球磨处理,获得堇青石超细微粉,备用;

[0008] 第二步、分别配制浓度为 0.1~2.0mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 8~13 的碱性溶液,备用;

[0009] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为(0.10~0.30):1;

[0010] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的

反应容器内,加热至 40 ~ 90℃,再通过微波加热炉的玻璃管通入压缩空气,用搅拌杆进行搅拌;

[0011] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗加入到第四步的反应容器内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (2 ~ 10),在 40 ~ 90℃条件下保温 0.5 ~ 7h;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0012] 第六步、对第五步所得的固、液混合物进行离心分离,再先后用水和无水乙醇洗涤,干燥,即制得以堇青石为核、尖晶石铁氧体为壳的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料。

[0013] 在上述技术方案中:堇青石超细微粉的粒径小于 3 μm;含过渡金属阳离子的水溶液中含有 Fe²⁺ 和 Mn²⁺ 离子,还含有 Co²⁺、Ni²⁺、Cu²⁺ 和 Zn²⁺ 中的一种以上离子,其中,Fe²⁺ 和 Mn²⁺ 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 80 ~ 85%。;碱性溶液为 NaOH 溶液、或为 KOH 溶液、或为 NH₃ · H₂O 溶液。

[0014] 微波加热炉的结构是:在微波炉壳体内壁的一侧设置有微波源,在微波炉壳体內的底板上设置有反应容器,冷凝回流管、玻璃管、滴液漏斗、光纤温度计和搅拌杆通过微波炉壳体顶板的通孔与反应容器相通,微波炉壳体顶板的通孔内壁镶嵌有铜管;微波加热炉内的反应容器和搅拌杆为聚四氟乙烯材质。

[0015] 由于采用上述技术方案,本发明具有以下优点:

[0016] ①本发明采用球磨和微波诱导液相合成法制备具有核壳异质结构的红外辐射节能材料,具有投资省、工艺简单、周期短、反应温度低和生产成本低的优势。

[0017] ②采用本发明技术所制备的以堇青石为核、尖晶石铁氧体为壳的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的壳层铁氧体部分可以控制在纳米范围,符合当前所要求的超细和超薄的发展趋势,通过核壳结构的设计有效解决了目前市场上红外辐射节能材料在高温时短波段发射率低的缺陷,所制备的材料在全波段的发射率为 0.89 ~ 0.94,具有非常明显的节能效果。

[0018] 因此,本发明具有能耗小、投资少、生产成本低、工艺简单和周期短的特点,所制得的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的红外发射率高。

附图说明

[0019] 图 1 为本发明所采用的一种设备示意图;

[0020] 图 2 为本发明所制备的一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的红外发射率谱图;

[0021] 图 3 为本发明所制备的另一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的红外发射率谱图。

具体实施方式

[0022] 下面结合附图和具体实施方式对本发明做进一步的描述,并非对其保护范围的限制:

[0023] 为避免重复,先将本具体实施方式所涉及到的微波加热炉统一描述如下:其结构

如图 1 所示,在微波炉壳体 7 内壁的一侧设置有微波源 4,在微波炉壳体 7 内的底板上设置有反应容器 6,冷凝回流管 9、玻璃管 1、滴液漏斗 2、光纤温度计 3 和搅拌杆 5 通过微波炉壳体 7 顶板的通孔与反应容器 6 相通,微波炉壳体 7 顶板的通孔内壁镶嵌有铜管 8;微波加热炉内的反应容器和搅拌杆为聚四氟乙烯材质。实施例中不再赘述。

[0024] 实施例 1

[0025] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0026] 第一步、将工业级的堇青石进行球磨处理,获得粒径小于 $3\mu\text{m}$ 的堇青石超细微粉,备用;

[0027] 第二步、分别配制浓度为 $0.1\sim 0.5\text{mol/L}$ 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 $8\sim 9$ 的碱性溶液,备用;

[0028] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 $(0.10\sim 0.15):1$;

[0029] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 $40\sim 50^\circ\text{C}$,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0030] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 $1:(2\sim 4)$,在 $40\sim 50^\circ\text{C}$ 条件下保温 $0.5\sim 1.5\text{h}$;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0031] 第六步、对第五步所得的固、液混合物进行离心分离,再先后用水和无水乙醇洗涤,干燥,即制得以堇青石为核、尖晶石铁氧体为壳的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料。

[0032] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 和 Co^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 $80\sim 81\%$;碱性溶液为 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 $0.91\sim 0.92$ 。

[0033] 实施例 2

[0034] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0035] 第一步、同实施例 1;

[0036] 第二步、分别配制浓度为 $0.5\sim 1.0\text{mol/L}$ 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 $9\sim 10$ 的碱性溶液,备用;

[0037] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 $(0.15\sim 0.20):1$;

[0038] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 $50\sim 60^\circ\text{C}$,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0039] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 $1:(4\sim 6)$,在 $50\sim 60^\circ\text{C}$ 条件下保温 $1.5\sim 3\text{h}$;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0040] 第六步、同实施例 1。

[0041] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 和 Zn^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 81 ~ 83%;碱性溶液为 KOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.89 ~ 0.90。

[0042] 实施例 3

[0043] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0044] 第一步、同实施例 1;

[0045] 第二步、分别配制浓度为 1.0 ~ 1.5mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 10 ~ 11 的碱性溶液,备用;

[0046] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.20 ~ 0.25) : 1;

[0047] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 60 ~ 70℃,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0048] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (6 ~ 8),在 60 ~ 70℃ 条件下保温 3 ~ 4.5h;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0049] 第六步、同实施例 1。

[0050] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 和 Ni^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 83 ~ 84%;碱性溶液为 NaOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.91 ~ 0.93。

[0051] 实施例 4

[0052] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0053] 第一步、同实施例 1;

[0054] 第二步、分别配制浓度为 1.5 ~ 2.0mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 11 ~ 12 的碱性溶液,备用;

[0055] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.25 ~ 0.30) : 1;

[0056] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 70 ~ 80℃,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0057] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (8 ~ 10),在 70 ~ 80℃ 条件下保温 4.5 ~ 6h;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0058] 第六步、同实施例 1。

[0059] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 和 Cu^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 84 ~ 85%;碱性溶液为 NaOH

溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.91 ~ 0.92。

[0060] 实施例 5

[0061] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下：

[0062] 第一步、同实施例 1；第二步、分别配制浓度为 0.5 ~ 0.7mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 12 ~ 13 的碱性溶液，备用；

[0063] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中，堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.15 ~ 0.20) : 1；

[0064] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内，加热至 80 ~ 90℃，再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气，用搅拌杆 5 进行搅拌；

[0065] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内，含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (4 ~ 6)，在 80 ~ 90℃ 条件下保温 6 ~ 7h；然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气，自然冷却至室温，停止搅拌，即得固、液混合物；

[0066] 第六步、同实施例 1。

[0067] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 和 Cu^{2+} 的水溶液，其中， Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 83 ~ 84%；碱性溶液为 KOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.90 ~ 0.91。

[0068] 实施例 6

[0069] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下：

[0070] 第一步、同实施例 1；

[0071] 第二步、分别配制浓度为 0.7 ~ 0.9mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 10 ~ 11 的碱性溶液，备用；

[0072] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中，堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.20 ~ 0.25) : 1；

[0073] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内，加热至 80 ~ 90℃，再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气，用搅拌杆 5 进行搅拌；

[0074] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内，含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (3 ~ 5)，在 80 ~ 90℃ 条件下保温 1 ~ 2h；然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气，自然冷却至室温，停止搅拌，即得固、液混合物；

[0075] 第六步、同实施例 1。

[0076] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的水溶液，其中， Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 83 ~ 84%；碱性溶液为 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.92 ~ 0.94。

[0077] 实施例 7

[0078] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下：

[0079] 第一步、同实施例 1；

[0080] 第二步、分别配制浓度为 0.9 ~ 1.2mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 10 ~ 11 的碱性溶液, 备用;

[0081] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中, 堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.20 ~ 0.25) : 1;

[0082] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内, 加热至 45 ~ 55℃, 再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气, 用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0083] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内, 含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (3 ~ 5), 在 45 ~ 55℃ 条件下保温 0.5 ~ 1h; 然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气, 自然冷却至室温, 停止搅拌, 即得固、液混合物;

[0084] 第六步、同实施例 1。

[0085] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ni^{2+} 和 Zn^{2+} 的水溶液, 其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 80 ~ 81%; 碱性溶液为 NaOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.90 ~ 0.91。

[0086] 实施例 8

[0087] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0088] 第一步、同实施例 1.; 第二步、分别配制浓度为 0.6 ~ 1.0mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 10 ~ 11 的碱性溶液, 备用;

[0089] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中, 堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.20 ~ 0.25) : 1;

[0090] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内, 加热至 45 ~ 55℃, 再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气, 用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0091] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内, 含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (3 ~ 5), 在 45 ~ 55℃ 条件下保温 0.5 ~ 1h; 然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气, 自然冷却至室温, 停止搅拌, 即得固、液混合物;

[0092] 第六步、同实施例 1。

[0093] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 和 Ni^{2+} 的水溶液, 其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 81 ~ 82%; 碱性溶液为 KOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.91 ~ 0.92。

[0094] 实施例 9

[0095] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0096] 第一步、同实施例 1;

[0097] 第二步、分别配制浓度为 1.0 ~ 1.2mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 9 ~ 10 的碱性溶液, 备用;

[0098] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中, 堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.15 ~ 0.20) : 1;

[0099] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 50 ~ 60℃,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0100] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (4 ~ 7),在 50 ~ 60℃条件下保温 1 ~ 2h;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0101] 第六步、同实施例 1。

[0102] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 和 Cu^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 82 ~ 83%;碱性溶液为 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.90 ~ 0.91。

[0103] 实施例 10

[0104] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0105] 第一步、同实施例 1;

[0106] 第二步、分别配制浓度为 1.5 ~ 1.8mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 9 ~ 10 的碱性溶液,备用;

[0107] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.15 ~ 0.20) : 1;

[0108] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 45 ~ 60℃,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0109] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (3 ~ 5),在 45 ~ 60℃条件下保温 0.5 ~ 1.5h;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物;

[0110] 第六步、同实施例 1。

[0111] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 83 ~ 84%;碱性溶液为 NaOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.89 ~ 0.90。

[0112] 实施例 11

[0113] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下:

[0114] 第一步、同实施例 1;

[0115] 第二步、分别配制浓度为 1.0 ~ 1.2mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 10 ~ 11 的碱性溶液,备用;

[0116] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.15 ~ 0.20) : 1;

[0117] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 45 ~ 60℃,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌;

[0118] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (3 ~ 5),在 45 ~ 60℃条件下保温 1 ~ 2h ;然后关闭微波加热炉的微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物 ;

[0119] 第六步、同实施例 1。

[0120] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 83 ~ 84% ;碱性溶液为 KOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.90 ~ 0.91。

[0121] 实施例 12

[0122] 一种具有核壳异质结构的红外辐射节能材料及其制备方法。制备步骤如下 :

[0123] 第一步、同实施例 1 ;

[0124] 第二步、分别配制浓度为 0.6 ~ 0.9mol/L 的含过渡金属阳离子的水溶液和 pH 值为 10 ~ 11 的碱性溶液,备用 ;

[0125] 第三步、将第一步获得的堇青石超细微粉加入到第二步配制的碱性溶液中,堇青石超细微粉与碱性溶液的质量比为 (0.15 ~ 0.20) : 1 ;

[0126] 第四步、将第三步制得的含有堇青石超细微粉的碱性溶液加入到微波加热炉内的反应容器 6 内,加热至 55 ~ 70℃,再通过微波加热炉的玻璃管 1 通入压缩空气,用搅拌杆 5 进行搅拌 ;

[0127] 第五步、将第二步制备的含过渡金属阳离子的水溶液通过微波加热炉的滴液漏斗 2 加入到第四步的反应容器 6 内,含过渡金属阳离子的水溶液与第四步的碱性溶液的质量比为 1 : (4 ~ 7),在 55 ~ 70℃条件下保温 0.5 ~ 1.5h ;然后关闭微波加热炉微波电源和压缩空气,自然冷却至室温,停止搅拌,即得固、液混合物 ;

[0128] 第六步、同实施例 1。

[0129] 本实施例中的含过渡金属阳离子的水溶液为含 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的水溶液,其中, Fe^{2+} 和 Mn^{2+} 离子的质量之和为上述过渡金属阳离子总质量的 84 ~ 85% ;碱性溶液为 NaOH 溶液。本实施例所制备的材料在全波段的发射率为 0.93 ~ 0.94。

[0130] 本具体实施方式具有以下优点 :

[0131] ①本具体实施方式采用球磨和微波诱导液相合成法制备具有核壳异质结构的红外辐射节能材料,具有投资省、工艺简单、周期短、反应温度低和生产成本低的优势。

[0132] ②采用本具体实施方式所制备的以堇青石为核、尖晶石铁氧体为壳的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的壳层铁氧体部分可以控制在纳米范围,符合当前所要求的超细和超薄的发展趋势,通过核壳结构的设计有效解决了目前市场上红外辐射节能材料在高温时短波段发射率低的缺陷,所制备的材料在全波段的发射率为 0.89 ~ 0.94,如图 2 和图 3 所示的实施例 3 和实施例 12 所制备的两种不同的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料,其发射率分别为 0.91 ~ 0.93 和 0.93 ~ 0.94。

[0133] 因此,本具体实施方式具有能耗小、投资少、生产成本低、工艺简单和周期短的特点,所制得的具有核壳异质结构的红外辐射节能材料的红外发射率高。

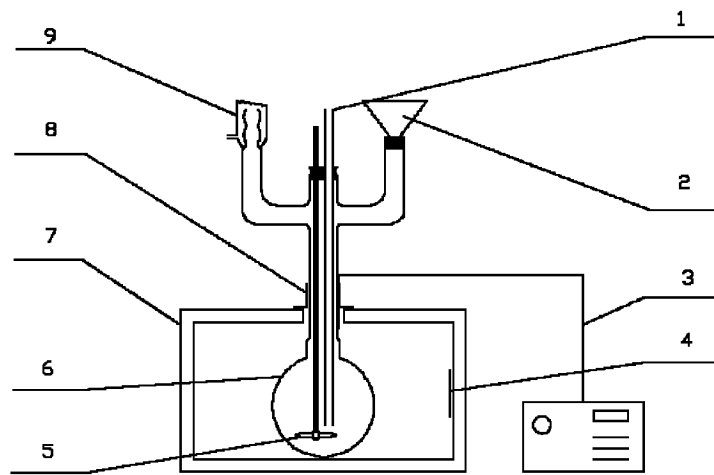


图 1

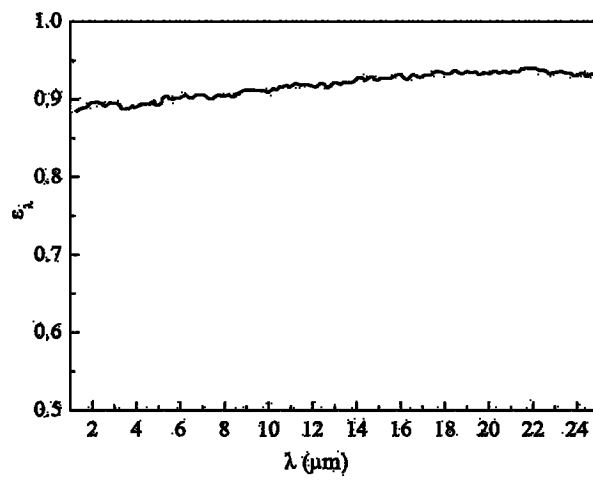


图 2

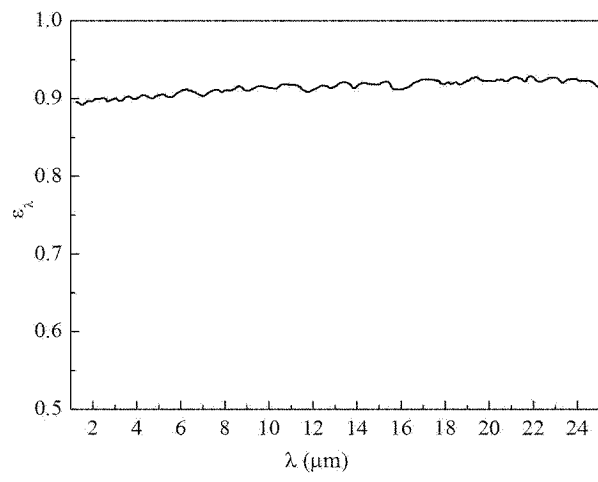


图 3