

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810018857.0

[51] Int. Cl.

C09D 183/04 (2006.01)

B05D 7/24 (2006.01)

B05D 5/08 (2006.01)

B05D 3/00 (2006.01)

[43] 公开日 2008年9月24日

[11] 公开号 CN 101270260A

[22] 申请日 2008.1.28

[21] 申请号 200810018857.0

[71] 申请人 南京工业大学

地址 210009 江苏省南京市中山北路200号

[72] 发明人 李雪梅 何涛 柯清平

[74] 专利代理机构 南京天华专利代理有限责任公司

代理人 徐冬涛 袁正英

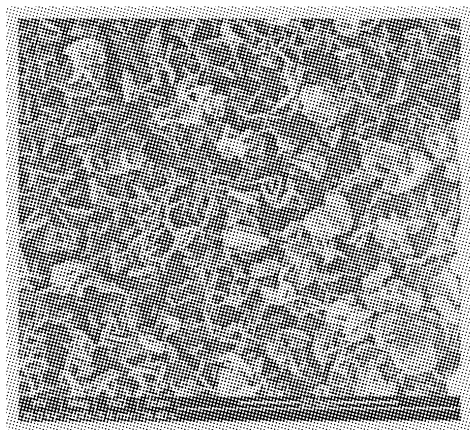
权利要求书2页 说明书9页 附图4页

[54] 发明名称

一种超疏水表面涂层材料及其制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种超疏水的表面涂层材料及其制备方法，其特征在于在衬底材料上自组装形成具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料，超疏水表面材料的表面的水接触角为 $120^{\circ} - 180^{\circ}$ ，滚动角为 $1 - 30^{\circ}$ 。其具体步骤为：A. 将衬底材料进行预处理；B. 将含有长碳链烷基硅烷的溶液通过涂层法涂覆于衬底表面；C. 用试剂对涂层表面进行处理后再热处理或直接暴露在空气里，自组装形成具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料。本发明采用了涂敷法制备超疏水膜，制作方式简单，克服了现有的超疏水膜的制备技术诸多不足。



- 1、一种超疏水的表面涂层材料，其特征在于在衬底材料上自组装形成具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料，超疏水表面材料的表面的水接触角为 120° - 180° ，滚动角为 1 - 30° 。
- 2、一种如权利要求 1 所述的超疏水的表面涂层材料的制备方法，其具体步骤为：A、将衬底材料进行预处理；B、将含有长碳链烷基硅烷的溶液通过涂层法涂覆于衬底表面；C、用试剂对涂层表面进行处理后再热处理或直接暴露在空气里，自组装形成具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料。
- 3、根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于所述的衬底材料为无机或有机的致密或多孔材料，优选玻璃，硅，二氧化硅，木材，半导体，陶瓷，高分子材料，纤维素，生物可降解材料，石块，水泥，大理石，砖或瓷砖。
- 4、根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于所述的含有长碳链烷基硅烷的溶液的摩尔浓度为 0.01% - 100% ；溶剂为甲苯，乙腈，乙醇，甲醇，丙酮，乙酸乙酯，二氯甲烷，己烷，四氢呋喃，二甲基甲酰胺或二甲基砒。
- 5、据权利要求 4 所述的方法，其特征在于所述的含有长碳链烷基硅烷为至少含有分子式为 $RR'_mSi(X)_{(3-m)}$ 的烷基硅烷，其中 R 为 8-18 碳直链烷基，R' 为甲基，X 为卤素或烷氧基； $1 \geq m \geq 0$ 。
- 6、据权利要求 5 所述的方法，其特征在于所述的含有长碳链烷基硅烷为分子式为 $RR'_mSi(X)_{(3-m)}$ 和分子式为 $R''_nSi(X)_{(4-n)}$ 的混合物；其中 R 和 R' 为不同烷基，R 为 8-18 碳直链烷基；优选 R 为 12 到 18 个碳直链烷基，R' 为甲基，R'' 为甲基至二十个碳直链烷基； $1 \geq m \geq 0$, $2 \geq n \geq 0$ ；X 为甲氧基，乙氧基，丙氧基，丁氧基，氟，氯或碘。
- 7、根据权利要求 6 所述的方法，其特征在于所述的含有长碳链烷基硅烷混合物中分子式为 $RR'_mSi(X)_{(3-m)}$ 和分子式为 $R''_nSi(X)_{(4-n)}$ 的摩尔比为 $100: 1 \sim 1: 100$ ；优选 $100: 1-50$ 。

8、根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于步骤 B 中所述的涂层法的涂覆为喷涂法、旋转涂覆法、直接浸入法或滴液注膜法；涂覆后的衬底在空气中的停留时间为 1-100 秒，优选 1-50 秒，更优选 1-30 秒。

9、根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于步骤 C 中的试剂对涂层表面进行后处理为直接浸入法或蒸气熏蒸法；所述的试剂为甲醇，乙醇，水，丙酮，甲苯，二氯甲烷，乙酸乙酯，四氢呋喃，二甲基甲酰胺或二甲基砒；后处理的时间为 1~250 秒，优选 1~150 秒，更优选 1~75 秒；热处理温度为其特征在于热处理温度为 20~150°C，优选 20~110 °C；所制得的层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的厚度为 10 纳米~50 微米。

10、根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于步骤 A 中预处理为清洗和活化。

一种超疏水表面涂层材料及其制备方法

技术领域

本发明涉及一种超疏水表面涂层材料及其制备方法，尤其公开了一种可通过涂覆法在有机高分子材料，无机材料，及金属表面形成具有超疏水结构和功能的超疏水材料及其制备方法。

技术背景

固体表面的水湿性是非常重要的表面性质之一。在很多的实际应用中控制表面的水湿性都至关重要。固体表面的水湿性体现在水滴和该平坦表面的接触角（CA）。当物体表面的CA超过150度时，这种表面通常被称为超级疏水表面。超级疏水表面在自然界里比较常见。许多植物的叶面都表现出很强的憎水性，莲叶是其中比较知名的例子。由于超级疏水表面的水接触角非常高，所以水珠非常容易滚落，而且在滚落的过程中带走灰尘，因而，超级疏水表面具有非常好的防沾，防污，和自清洁的功能。这些功能在很多领域中都具有广泛的应用前景。对于超疏水表面的疏水性的来源的研究表明一个粗糙的，低表面能的表面是获得超疏水表面的最基本出发点。

关于超疏水表面的理论的有Wenzel（Wenzel, Ind. Eng. Chem.1926, 288, 988）和Cassie-Baxter（Cassie and Baxter, Trans. Faraday Soc. 1944, 40, 546）理论。这两种理论对表面的粗糙度和各个相对最终表观的接触角的贡献进行了描述。对于一般的粗糙表面Cassie-Baxter的接触角的与杨氏接触角的关系为：

$$\cos\theta^c = f(1 + \cos\theta) - 1$$

其中 θ 为固体表面的杨氏接触角， f 为固体的相百分数。也就是说固体表面上空隙的相分数比例越大，所得到的接触角越大。

而Wenzel理论则通过热力学平衡的角度推导出表观接触角与表面的粗糙度呈线性关系，即

$$\cos\theta^w = r \cos\theta$$

其中 r 为表面的粗糙度，是由实际的表面积和该表面的投影面积的比例决定的。 r 越大，则表面越粗糙，则表观接触角越大。

最近 McCarthy (Gao and McCarthy, Langmuir, 2007, 23, 3762-3765) 指出了这两个理论的错误之处, 并提出了表面的接触角是与接触线直接相关的。

根据以上理论, 制备超疏水的表面的主要出发点为制备具有低表面能的, 高粗糙度的表面和/或高接触线密度的表面结构。超疏水表面的制备方法一般包括模板法, 光刻法, 化学沉积法, 粒子沉积法, 自组装法, 溶胶凝胶和等离子体刻蚀法等。一般来说, 由于任何一个应用方法均对材料有具体的要求, 因而也限制了能应用于该方法的材料的可选范围。比如说模板法是利用具有理想结构的模板, 通过热塑性高分子材料在模板的表面固化, 进一步通过移除模板得到和模板结构相反的结构。一般只能应用热塑性高分子材料。光刻法是利用把光透过光刻模板照射到涂有光致抗蚀剂的底板上(经常是硅)。光的透过引起光致抗蚀剂的聚合从而具有抗刻蚀的功能, 而光未透过区不具有抗刻蚀的功能。通过进一步的刻蚀即可得到具有规整结构的粗糙表面。通过进一步对该表面引入一层具有低表面能的涂层结构将使该表面具有超疏水的功能。化学沉积法是在衬底材料表面通过气相或液相反应制备出具有纳米结构的表面。该表面也需要通过涂层法获得低表面能的表面。自组装法, 溶胶凝胶法等均是通过对设计分子材料, 通过物理化学法, 得到具有粗糙结构的表面。

中国专利(CN1624062)使用了含有胺基反应活性基团的聚合物及长碳链脂肪酸为原料制备超疏水膜。由于成膜与具有粗糙表面的铝材料上, 从而制备出了超疏水的表面, 该工作开发了一种表面改性的方法, 可应用到已经具有粗糙结构的表面进行低表面能化的过程, 因而其可应用性不强。对于具有粗糙结构的表面, 该方法可用, 但是对于一般表面, 该膜材料不具有应用可行性。同时该薄膜只适合于铝的表面改性, 因而限制了它的应用范围。

中国专利(CN1544482)通过对含氟单体进行⁶⁰Co辐照, 于非含氟的烯烃的气氛中, 聚合成超疏水聚合物膜, 制备出含氟的共聚物, 膜的接触角大于130度。该方法所得表面水接触角相对较低, 而且相对操作难度大, 原料中含有氟, 对环境和操作人员要求高。

中国专利(CN1775380)公开了一种利用莲叶为模板制备软印章, 通过该软印章将热塑性的高分子材料印刷到相应的衬底材料得到超疏水的表面。该过程的缺点在于所获得表面结构取决于模板的表面结构和模板复制的效果。如用莲叶, 水稻叶作模板,

由于模版的获得受季节限制，机械性能很差，而且软印章的使用次数也受限制，因而限制了这一方法的应用可行性。

中国专利（CN1611305）公开了一种通过在常温常压下，利用非结晶性高分子在溶剂的挥发过程中的相分离成膜技术，制备涂覆在固体表面上的超疏水高分子涂层的方法。中国专利（CN1613565）公开了一种湿化学法在玻璃表面或单晶硅表面获得纳米氧化锌、并通过分子自组装法获得超疏水表面的过程。

世界专利（W02004/113456A2），用硅烷混合物通过气相沉积法制备超疏水的表面。由于该专利中所用的硅烷均为短碳链的硅烷聚合前体（其C原子数为1-4），因而得到的表面结构为细丝状聚硅氧烷。该过程的缺点为气相沉积只适合于易挥发性的硅烷，同时该过程需要严格控制沉积过程的湿度，因而操作难度较大。

由于表面的制作过程涉及到表面的结构化的过程，因而表面材料的机械性能、耐磨性大大降低。所以到目前为止，找到一个具有非常强的可应用性的制备超疏水表面的方法是解决超疏水材料在工业中实际应用的关键。很多制备方法均存在一些共同的问题如：表面材料与基底材料之间的粘结牢度差，因而不具有任何的实用价值；制备程序复杂等因而大大地限制了它的应用。如化学气相沉积法可以得到针状的具有极高水接触角的表面。但是该表面的机械性能极差，表面与基底材料之间的粘结牢度差，没有任何实用的价值。其他方法如高分子相分离成膜法，胶束法等也局限于高分子材料。开发具有高度可应用性的超疏水表面是限制超疏水表面的大量应用的瓶颈。

发明内容

本发明的目的是为了改进现有的超疏水涂层材料低超疏水性、可应用范围窄等不足而提出了一种具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料，本发明的另一目的是为了改进现有超疏水表面制备方法，克服制备过程中存在的环境问题如高制造成本、复杂制备过程等问题而提出的一种新的超疏水涂层材料的制备方法。

本发明的技术方案为：首先对衬底材料表面进行物理化学处理，以提高该衬底表面的分子水平的粗糙度和化学反应活性。提高表面的反应活性，涂层材料可以化学键与衬底材料相结合，将提高表面改性材料与衬底材料的粘结牢度。同时，表面的超疏水化是通过涂覆涂层的过程实现的。通过将特有的涂层材料涂覆于表面活化了的衬底后，经过有效的后处理过程，将自然形成超疏水的结构。本发明提供了一种简单易行

的超疏水表面的制备方法。该方法包括衬底预处理，涂层材料的制备，涂层过程以及最终得到的超疏水表面的结构。

本发明的具体技术方案为：一种超疏水的表面涂层材料，其特征在于在衬底材料上自组装形成具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料，超疏水表面材料的表面的水接触角为 120° - 180° ，滚动角为 1 - 30° 。

本发明还提供了上述超疏水的表面涂层材料的制备方法，其具体步骤为：A、将衬底材料进行预处理；B、将含有长碳链烷基硅烷的溶液通过涂层法涂覆于衬底表面；C、用试剂对涂层表面进行处理后再热处理或直接暴露在空气里，自组装形成具有层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的超疏水功能材料。

衬底材料的预处理首先是衬底材料的清洗，如超声清洗来除去表面上物理吸附的灰尘，杂质，油污。

所述的衬底材料为无机或有机的致密或多孔材料，可以为玻璃，硅，二氧化硅，木材，半导体，陶瓷，高分子材料，纤维素，生物可降解材料，建筑材料，如石块，水泥，大理石，砖，瓷砖以及其它无机或有机的材料。由于所用的涂层材料对衬底的形状没有任何限制，所以衬底可薄膜，片状，管状，粒状等。代表性的材料包括玻璃，织物，高分子膜材料，无机陶瓷膜，卫生洁具等。

其次是材料的活化过程，这一步根据材料的不同处理方式不同。玻璃，硅，半导体，陶瓷，和二氧化硅等材料表面层均有二氧化硅的存在。该表面通过浓硫酸与过氧化氢的混合物进行活化。含有羟基的表面如木材，纤维素只需要适当的清洗就可以进行涂层。其他的表面如金属为了避免金属的腐蚀，我们对金属表面的涂层只用含有甲氧基或乙氧基的硅烷涂覆液。对于高分子材料，通过表面活化处理后，硅氧烷就可以接枝到表面上去。

涂层的配方中所述的烷基硅烷溶液为含有长碳链烷基硅烷的溶液，至少含有分子式为 $RR'_mSi(X)_{(3-m)}$ 的烷基硅烷，其中 R 为 8-18 碳直链烷基，R' 为甲基，X 为卤素或烷氧基； $1 \geq m \geq 0$ 。优选含有长碳链烷基硅烷为分子式为 $RR'_mSi(X)_{(3-m)}$ 和分子式为 $R''_nSi(X)_{(4-n)}$ 的混合物；其中 R 和 R' 为不同烷基，R 为 8-18 碳直链烷基；优选 R 为 12 到 18 个碳直链烷基，R' 为甲基；R'' 为甲基至二十个碳直链烷基； $1 \geq m \geq 0$ ， $2 \geq n \geq 0$ ；X 可根据衬底材料选择不同的基团如甲氧基，乙氧基，丙氧基，丁氧基或卤素；卤素可为氟或氯，优选氯。烷基硅烷溶液的摩尔浓度为 0.01% -100%；烷基硅烷溶

液的溶剂为甲苯，乙腈，乙醇，甲醇，丙酮，乙酸乙酯，二氯甲烷，己烷，四氢呋喃，二甲基甲酰胺，二甲基砷常用溶剂种的一种 或者以上溶剂的混合物。

分子式为 $RR'mSi(X)_{(3-m)}$ 的烷基硅烷（组分 1）优选为三氯化正辛基硅烷（OTS），三氯化正癸基硅烷(DTS)，三乙氧基十二烷基硅烷(DTES)，三氯化十六碳烷基硅烷(HDTS)，三氯化十八碳烷基硅烷(ODTS)。分子式为 $R''_nSi(X)_{(4-n)}$ 的烷基硅烷（组分 2）优选为四乙氧基硅烷(TEOS)，二氯二甲基硅烷(DDMS)，四甲氧基硅烷(TMOS)。组分 1 与 2 的比例为 100: 1 到 1: 100。优选 100: 1-50，更优选 100: 1-10。例如，当以 ODTS 为涂层材料时，在玻璃表面可获得接触角为 176 度，滚动角为 1 度的超级憎水表面。

涂层过程的选择可根据被处理的彻底材料的大小和几何形状进行选择。其中所说的涂覆法可为喷涂法，旋转涂覆法，直接浸入法，或滴液注膜法。涂覆过程的选择是基于被处理面的大小来决定的。如喷涂法适用于大的处理面而且不受被处理面的几何形状的限制；旋涂法和滴液法适用于相对较小面积的平面。直接浸入法对被处理面几何形状的限制也较小。涂覆后的衬底在空气中的停留时间为 1-100 秒，优选 1-50 秒，更优选 1-30 秒，或者更广义地讲是在硅烷尚未完全发生水解之前。

涂层后的表面的试剂处理过程是涂层的后处理步骤。所说的试剂处理为直接浸入法，或蒸气熏蒸法。试剂为甲醇，乙醇，水，丙酮，甲苯，二氯甲烷，乙酸乙酯，四氢呋喃，二甲基甲酰胺，二甲基砷。后处理的时间为 1-250 秒，优选 1-150 秒，更优选 1-75 秒。

其中所说的自组装和化学聚合的过程可以发生在溶液中或在成膜中或涂层后的后处理过程。其聚合的机理如图 1 所示。图 1 中以含有三乙氧基己基硅烷为例，对两种反应机理进行了描述，如图 1 路线 1 和路线 2 所示。三乙氧基己基硅烷在遇到水的情况下会发生水解，生成硅醇。在这种情况下，由于外部环境因素的不同，可以发生两种情况。在适当的外部环境下，如温度等环境条件下，两个硅醇首先发生反应，缩合生成硅氧烷二聚体。以该二聚体中心继续缩合，就会生成枝状的无确定顺序的聚硅氧烷，也就是无定形的聚硅氧烷。另外，硅醇在合适的外部条件下，也可以通过自组装首先形成有序的双层结构，然后再缩聚形成聚硅氧烷，形成含有特定晶形结构的聚硅氧烷。我们的研究中发现两种路线都是可能的，但是得到的结果表面的形貌上有很大的差异。与此相类似地，含有其它的功能团的硅烷，如甲氧基或卤素的烷基硅烷，也

均可发生水解反应，生成一元或多元的硅醇，一元硅醇间只能缩合成二聚体。多元硅醇间就可以进一步聚合形成不定形的或具有晶体结构的聚硅氧烷。

用试剂对涂层表面进行处理后再热处理或直接暴露在空气中。所制得的层状晶体结构的聚烷基硅氧烷的厚度为 10 纳米~50 微米。所得的材料的表面的水接触角为 120°~180°，水接触角一般为 155°，最高可达到 180°。滚动角为 1-30°。

任何对表面改性的熟悉的专家都知道对应不同的材料，怎样进行表面活化处理，并根据本专利说明的配方进行涂层制备出具有超疏水功能的表面。

有益效果：

本发明采用了涂层法制备超疏水的表面，利用表面缩聚和自组装过程，一步形成具有超疏水结构的表面，制作方式简单，克服了现有的很多表面的制备技术诸多不足点。现有的超疏水表面制备技术中通常需要采取多个步骤，包括表面的粗糙化，如光刻法，一个方法中就需要很多复杂的步骤，其后还要对表面进行低表面能化，也就是涂覆疏水层，从而赋予该粗糙表面超疏水性能。由于这种复杂的加工过程，和高制作成本，使得制备超疏水表面制备需要复杂的微纳米制造设备，大大提高了超疏水表面制备的门槛。本发明不需要复杂的微纳米制备设备，只需要在普通实验室即可完成，由于制备过程简单，无需复杂参数控制，大大地简化了超疏水表面的制作过程和成本。本发明的原料为硅烷，可以在市场买到，溶剂也是常见的溶剂，体系简单；本发明中超疏水表面的形成是一种自组装的过程，只要适当控制涂覆过程的温度、湿度，或处理试剂即可。另外，本涂层材料中不含有全氟化硅烷，相对于全氟化材料更加环保，且生产成本低。本发明的涂层材料适用于非常广泛的材料的表面的超疏水化，与现有的表面制备技术相比，可应用范围广，限制小。由于涂层材料与衬底材料通过共价键相结合，因而涂层粘结牢度好。本发明制备的表面具有很好的抗污，抗沾和自清洁作用，因而是一种新型的环保技术。

附图说明

图 1. 烷基硅烷缩聚成聚硅氧烷的反应原理图。路线 1，无定形聚硅氧烷的反应路线图，该过程是由分子间缩聚而引起的，最后形成了无规整结构的高分子；路线 2，具有结晶性的结构的聚硅氧烷的形成路线，该过程是由硅烷的水解开始生成硅醇，具有两亲

基团的硅醇自组装形成 LB 双层膜，双层膜间的分子缩聚合从而形成具有规整晶形结构的聚硅氧烷。

图 2. 实施例 3 所制得的具有晶体结构的超疏水聚硅氧烷的扫描电镜图。

图 3. 实施例 1 所制得的具有晶体结构的超疏水聚硅氧烷的扫描电镜图。

图 4. 实施例 6 所制得的具有晶体结构的超疏水聚硅氧烷的扫描电镜图。

图 5. 实施例 11 所制得的具有晶体结构的超疏水聚硅氧烷的扫描电镜图。

图 6. 实施例 3 所制得的具有结晶结构的聚硅氧烷的 XRD 图，由该图可以看出，该涂层材料具有规整晶格结构， 2θ 峰为 21.35° 。半峰宽为 0.674° ，由 Bragg's Law 可以算出晶格间距 $d = 4.16 \text{ \AA}$ 。

图 7. 一个体积为 5 微升的水滴在实施例 1 材料上的接触角照片，其中该接触角为 155° 。

具体实施方式

扫描电子显微镜 (SEM) 高分辨环境扫描电镜是在通过 QUANTA 200, FEI Co. 获得的。电子加速度为 30 KV 距离为 10 mm。样品可喷金或不喷。

接触角. 接触角是在 Krüss Contact Angle Measuring System G100 上测得的。

实施例 1

热的 Piranha 是通过将浓硫酸和双氧水按照 2: 1 的比例制备的。将干净的玻璃片浸入 Piranha 中活化处理，45 分钟后，取出玻璃片，用大量的超纯水清洗，氮气吹干。使用甲苯做溶剂，配 OTS 溶液 2%，通过浸入涂层法将处理过的玻璃片涂层。涂层后的玻璃片在空气中干燥 20 秒后，浸入丙酮中 5 秒，取出， 100°C 热处理 3 小时，空气中静置 20 小时，得到厚度为 25 微米，滚动角为 3 度，接触角为 155 度的疏水膜。

实施例 2.

热的 Piranha 是通过将浓硫酸和双氧水按照 3: 1 的比例制备的。将干净的玻璃片浸入 Piranha 中活化处理，45 分钟后，取出玻璃片，用大量的超纯水清洗，氮气吹干。

DTS: TEOS 摩尔比=10:1，直接喷涂到硅片上，水蒸汽熏 50 秒，取出，在 100°C 下热处理得到厚度为 15 微米，滚动角为 3 度，接触角为 156 度的超疏水膜。

实施例 3

热的 Piranha 是通过将浓硫酸和双氧水按照 2: 1 的比例制备的。将干净的玻璃片浸入 Piranha 中活化处理, 45 分钟后, 取出玻璃片, 用大量的超纯水清洗, 氮气吹干。配 ODTS: DTES 摩尔比=5:1, 通过浸入涂层法将处理过的玻璃片涂层。涂层后的玻璃片在空气中干燥 20 秒后, 浸入乙酸乙酯中 5 秒, 取出, 100°C 热处理 3 小时, 空气中静置 20 小时, 得到涂层厚度为 25 微米, 滚动角为 1 度, 接触角为 176 度的疏水膜。

实施例 4.

聚砜微滤膜通过等离子体活化。使用乙醇做溶剂, 配 ODTS: TEOS (10: 2) 10% 溶液, 将处理过聚砜微滤膜浸入到该溶液中 20 秒, 然后在 45°C 下热处理 12 小时, 得到厚度为 20 微米, 滚动角为 0.9 度, 接触角为 156 度的超疏水膜。

实施例 5.

将木材片刨光。配 ODTS: DDMS (10: 2) 2% 乙醇溶液, 将该溶液中旋涂到木片上。在室温下干燥 12 小时, 得到厚度为 30 微米, 接触角为 151 度的超疏水膜。

实施例 6.

将涂有金的玻璃片通过等离子体清洗后, 直接浸入到 HDTS: TMOS (10: 2) 5% 甲苯溶液中, 10 秒钟取出, 85°C 下热处理 12 小时, 得到厚度为 40 微米, 滚动角为 1 度, 接触角为 150 度的超疏水膜。

实施例 7

配 DTES 3% 甲苯溶液, 通过滴液注膜法直接涂到洗干净的陶瓷片上, 在空气中停留 10 秒钟, 用 100 °C 热处理 12 小时, 得到厚度为 2 微米, 滚动角为 3 度, 水接触角为 155 度的超疏水膜。

实施例 8

配 ODTS 5% 甲苯溶液, 将洗净的玻璃片进入到 ODTS 溶液中 5 秒后取出, 空气中干燥 10 秒后, 45 °C 热处理 24 小时, 得到厚度为 2 微米, 滚动角为 6 度, 水接触角为 155 度的超疏水膜。

实施例 9

配 HDTS: DDMS (20: 1) 2% 甲苯溶液, 喷涂到洗净的玻璃片上, 空气中干燥 10 秒后, 65 °C 热处理 24 小时, 得到厚度为 20 微米, 滚动角为 13 度, 水接触角为 180 度的超疏水膜。

实施例 10

配 DTES: TMOS (5: 1) 3%甲苯溶液, 通过滴液注膜法直接涂到洗干净的不锈钢板上, 在空气中停留 10 秒钟, 用 100 °C 热处理 12 小时, 得到厚度为 0.8 微米, 滚动角为 3 度, 水接触角为 156 度的超疏水膜。

实施例 11.

将浓硫酸和双氧水按照 7: 3 的比例混合, 将事先用乙醇清洗过的玻璃片浸入处理 45 分钟, 取出玻璃片后, 超纯水清洗, 备用。使用甲苯做溶剂, 配 5% DTES: TEOS=10:1 溶液, 将处理过的玻璃片浸入到该溶液中 10 秒, 取出后, 室温下放置 20 小时得到膜厚为 5 微米, 接触角 154 度, 滚动角为 5 度的超疏水膜。

实施例 12.

聚砜微滤膜通过等离子体活化。使用乙醇做溶剂, 配 OTS: TEOS (10: 2) 10% 溶液, 将处理过聚砜微滤膜浸入到该溶液中 20 秒, 然后在 45°C 下热处理 12 小时, 得到厚度为 20 微米, 滚动角为 30 度, 接触角为 125 度的疏水膜。

以上几个实例并不表明本专利的有限的应用范围。正如专利前文所阐述的, 对于不同的衬底材料, 选择的配方可能会不同。任何对超疏水表面制备熟悉的专业人士都能够非常容易地根据专利所阐述的方法应用于其他任何可能的体系而得到高性能的超疏水膜。

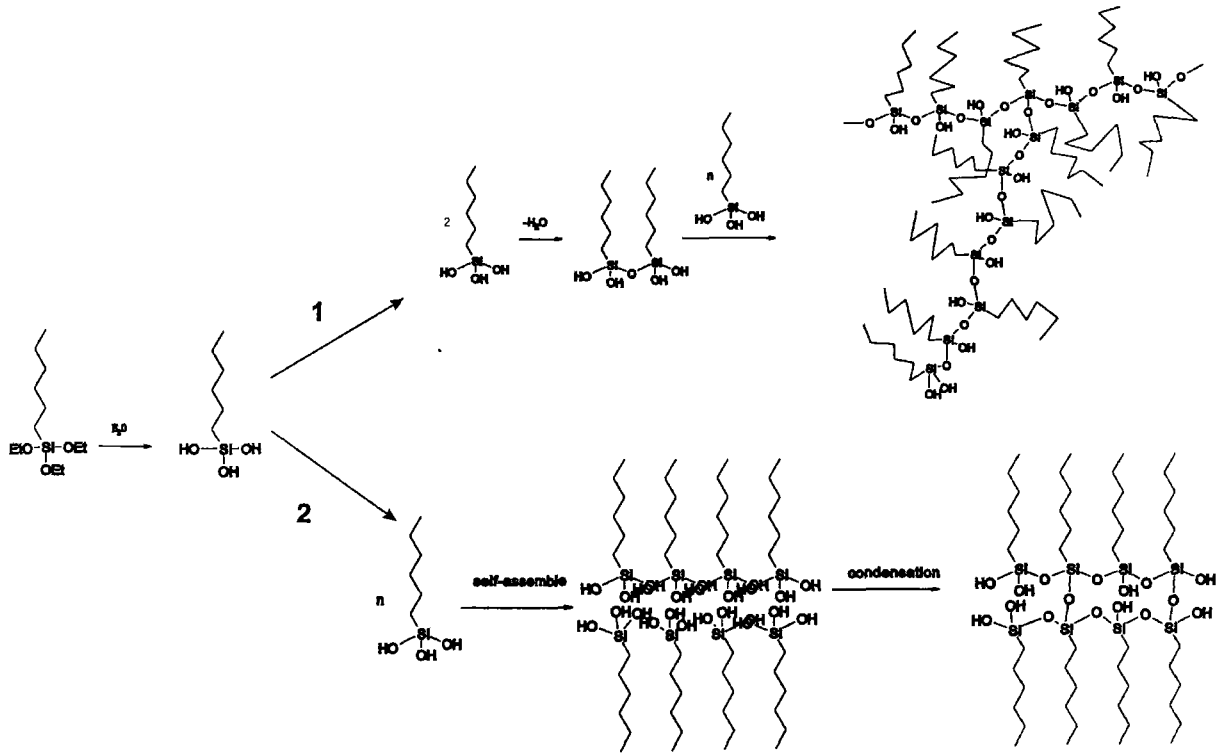


图 1

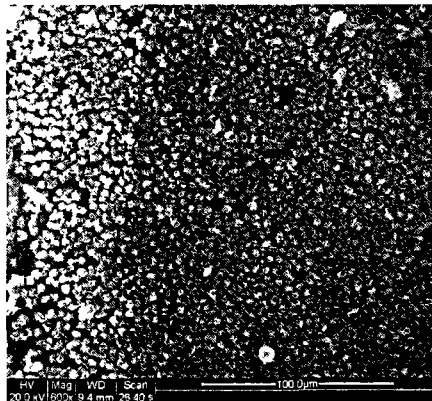


图 2.

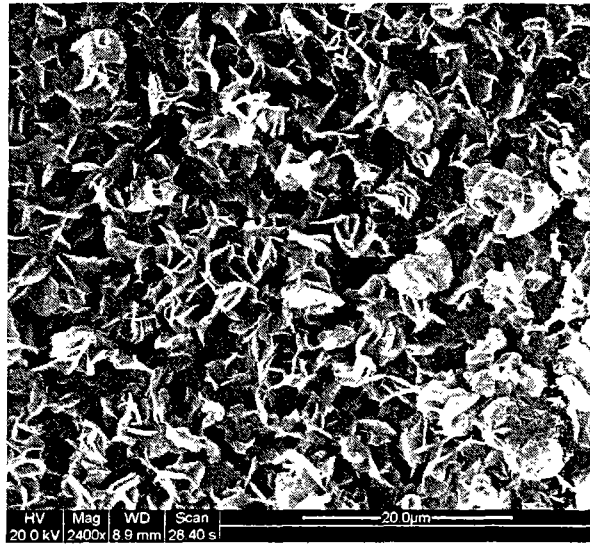


图 3

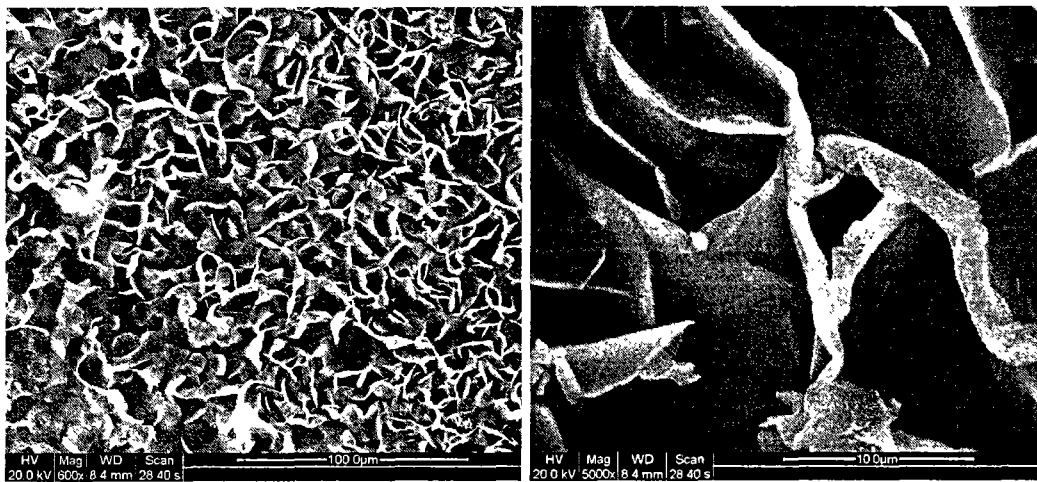


图 4

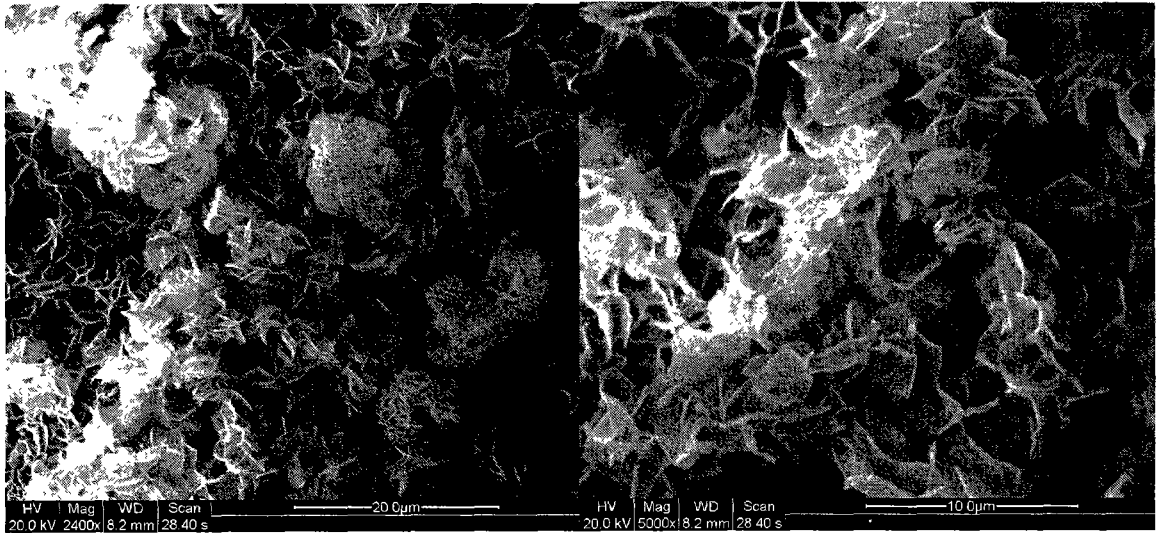


图 5

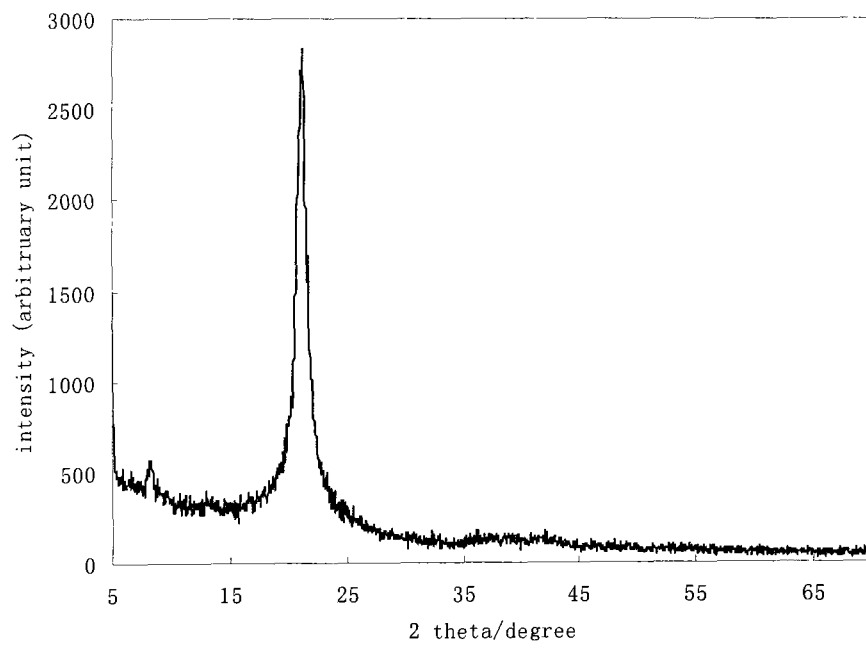


图 6.

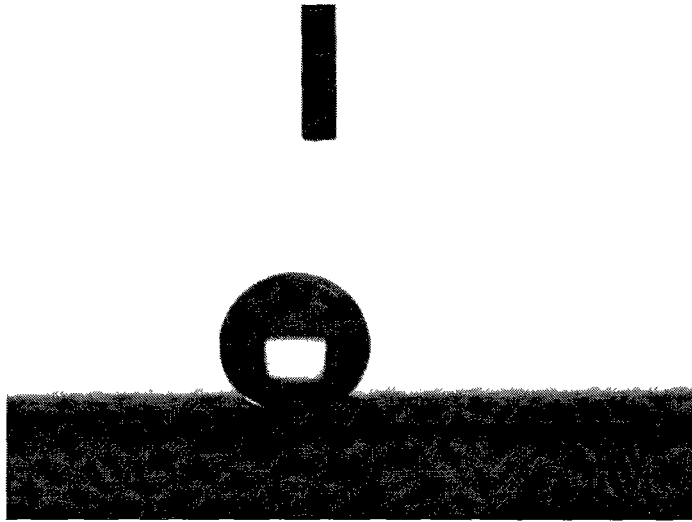


图 7