



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107142104 A

(43)申请公布日 2017.09.08

(21)申请号 201710348114.9

(22)申请日 2017.05.17

(71)申请人 河南工程学院

地址 451191 河南省郑州市新郑龙湖镇祥和路1号

(72)发明人 王世民 刘帅帅 郭丹 张玉碧
廖肃然 卢奎

(74)专利代理机构 西安铭泽知识产权代理事务所(普通合伙) 61223

代理人 俞晓明

(51)Int.Cl.

C09K 11/06(2006.01)

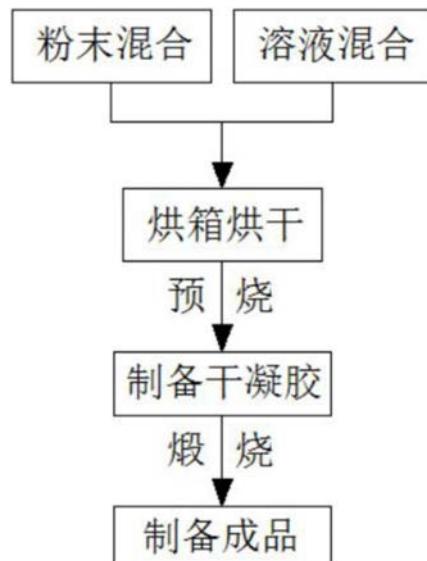
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种含硅的有机发光材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了有机光电材料技术领域的一种含硅的有机发光材料及其制备方法,该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比:聚硅氧烷:30~80份;甲基硅油:20~30份;碳酸锂:3~7份;碳酸钙:10~15份;氧化铈:2~4份;有机改性硅酸盐:6~10份;乙二醇:200~400份;柠檬酸:40~60份;去离子水:800~1000份,本发明制备出的有机发光材料具备较高的发光效率,其物相均匀性较好,本方法制备有机发光材料的产率高、生产成本低、步骤简单,纯度高,能够适应大规模的工厂化生产使用。



1.一种含硅的有机发光材料,其特征在于:该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比:

聚硅氧烷:30~80份;
甲基硅油:20~30份;
碳酸锂:3~7份;
碳酸钙:10~15份;
氧化铈:2~4份;
有机改性硅酸盐:6~10份;
乙二醇:200~400份;
柠檬酸:40~60份;
去离子水:800~1000份。

2.一种含硅的有机发光材料制备方法,其特征在于:该含硅的有机发光材料制备方法的具体步骤如下:

S1:将30~80份的聚硅氧烷、3~7份的碳酸锂、10~15份的碳酸钙、2~4份的氧化铈和6~10份的有机改性硅酸盐放入到行星式球磨机中,将混合好的浆料移入烘干机中在70~80℃的温度下烘干,形成混合均匀的粉末;

S2:在800~1000份的去离子水中依次加入20~30份的甲基硅油、200~400份的乙二醇和40~60份的柠檬酸,搅拌均匀后形成混合溶液;

S3:将步骤S1中制备的混合粉末添加到步骤S2中制备的混合溶液中,并不断搅拌使其混合均匀,随后移至烘箱中在80~100℃下将多余水分蒸发得到溶胶;

S4:将溶胶置入马弗炉中加热到300~500℃并在空气气氛保护下预烧3~5h,得到干凝胶;

S5:最后将干凝胶放入到卧式管式反应炉中,在700~900℃并在还原气氛保护下进行煅烧,并保温3~5h,得到发光材料。

3.根据权利要求2所述的一种含硅的有机发光材料制备方法,其特征在于:所述步骤S1中,行星式球磨机的球磨介质为无水酒精,球磨机的转速为200~300r/min,球磨时间为2h。

4.根据权利要求2所述的一种含硅的有机发光材料制备方法,其特征在于:所述步骤S2中,在溶液的添加过程中伴随着不断的搅拌过程,且搅拌过程在70~90℃的水浴锅中进行,直至混合溶液不再出现分层为止。

5.根据权利要求2所述的一种含硅的有机发光材料制备方法,其特征在于:所述步骤S5中,在卧式管式反应炉中升温速度为3~5℃/min,其降温速度为8~10℃/min,还原气氛为20%的H₂和80%的N₂的混合气体。

一种含硅的有机发光材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及有机光电材料技术领域,具体为一种含硅的有机发光材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 有机电致发光器件作为一种平板显示技术,具有诸如自发光、高亮度、宽视角、超薄、低能耗、响应速度快、可卷曲、可实现全色发光的众多优点。因此,在最近的时间段该器件取得了突飞猛进的发展,其产业化的进程也在不断的往前推进。但整体看来,仍有很多关键性的技术难题没有解决。单从材料的角度看,性能优良的红、绿、蓝光材料是实现全色显示的首要条件。但就目前的有机电致发光材料的研究来看,除了绿光材料的性能较好以外,红光和蓝光材料的性能目前仍然不能满足商业化的需要,并且其制备方法复杂,成本高,产率及纯度也不高。为此,我们提出了一种含硅的有机发光材料及其制备方法投入使用,以解决上述问题。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种含硅的有机发光材料及其制备方法,以解决上述背景技术中提出的现有的有机电致发光材料制备方法复杂,成本高,产率及纯度也不高的问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种含硅的有机发光材料,该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比:

[0005] 聚硅氧烷:30~80份;

[0006] 甲基硅油:20~30份;

[0007] 碳酸锂:3~7份;

[0008] 碳酸钙:10~15份;

[0009] 氧化铈:2~4份;

[0010] 有机改性硅酸盐:6~10份;

[0011] 乙二醇:200~400份;

[0012] 柠檬酸:40~60份;

[0013] 去离子水:800~1000份。

[0014] 优选的,一种含硅的有机发光材料制备方法,该含硅的有机发光材料制备方法的具体步骤如下:

[0015] S1:将30~80份的聚硅氧烷、3~7份的碳酸锂、10~15份的碳酸钙、2~4份的氧化铈和6~10份的有机改性硅酸盐放入到行星式球磨机中,将混合好的浆料移入烘干机中在70~80℃的温度下烘干,形成混合均匀的粉末;

[0016] S2:在800~1000份的去离子水中依次加入20~30份的甲基硅油、200~400份的乙二醇和40~60份的柠檬酸,搅拌均匀后形成混合溶液;

[0017] S3:将步骤S1中制备的混合粉末添加到步骤S2中制备的混合溶液中,并不断搅拌

使其混合均匀,随后移至烘箱中在80~100℃下将多余水分蒸发得到溶胶;

[0018] S4:将溶胶置入马弗炉中加热到300~500℃并在空气气氛保护下预烧3~5h,得到干凝胶;

[0019] S5:最后将干凝胶放入到卧式管式反应炉中,在700~900℃并在还原气氛保护下进行煅烧,并保温3~5h,得到发光材料。

[0020] 优选的,所述步骤S1中,行星式球磨机的球磨介质为无水酒精,球磨机的转速为200~300r/min,球磨时间为2h。

[0021] 优选的,所述步骤S2中,在溶液的添加过程中伴随着不断的搅拌过程,且搅拌过程在70~90℃的水浴锅中进行,直至混合溶液不再出现分层为止。

[0022] 优选的,所述步骤S5中,在卧式管式反应炉中升温速度为3~5℃/min,其降温速度为8~10℃/min,还原气氛为20%的H₂和80%的N₂的混合气体。

[0023] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:本发明制备出的有机发光材料具备较高的发光效率,其物相均匀性较好,本方法制备有机发光材料的产率高、生产成本低、步骤简单,纯度高,能够适应大规模的工厂化生产使用。

附图说明

[0024] 图1为本发明工作流程图。

具体实施方式

[0025] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0026] 实施例一

[0027] 一种含硅的有机发光材料,该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比:

[0028] 聚硅氧烷:30份;

[0029] 甲基硅油:20份;

[0030] 碳酸锂:3份;

[0031] 碳酸钙:10份;

[0032] 氧化铈:2份;

[0033] 有机改性硅酸盐:6份;

[0034] 乙二醇:200份;

[0035] 柠檬酸:40份;

[0036] 去离子水:800份。

[0037] 本发明还提供了一种含硅的有机发光材料制备方法,该含硅的有机发光材料制备方法的具体步骤如下:

[0038] S1:将30份的聚硅氧烷、3份的碳酸锂、10份的碳酸钙、2份的氧化铈和6份的有机改性硅酸盐放入到行星式球磨机中,将混合好的浆料移入烘干机中在70℃的温度下烘干,形成混合均匀的粉末,行星式球磨机的球磨介质为无水酒精,球磨机的转速为200r/min,球磨

时间为2h；

[0039] S2：在800份的去离子水中依次加入20份的甲基硅油、200份的乙二醇和40份的柠檬酸，搅拌均匀后形成混合溶液，在溶液的添加过程中伴随着不断的搅拌过程，且搅拌过程在70℃的水浴锅中进行，直至混合溶液不再出现分层为止；

[0040] S3：将步骤S1中制备的混合粉末添加到步骤S2中制备的混合溶液中，并不断搅拌使其混合均匀，随后移至烘箱中在80℃下将多余水分蒸发得到溶胶；

[0041] S4：将溶胶置入马弗炉中加热到300℃并在空气气氛保护下预烧3h，得到干凝胶；

[0042] S5：最后将干凝胶放入到卧式管式反应炉中，在700℃并在还原气氛保护下进行煅烧，并保温3h，得到发光材料，在卧式管式反应炉中升温速度为3℃/min，其降温速度为8℃/min，还原气氛为20%的H₂和80%的N₂的混合气体。

[0043] 实施例二

[0044] 一种含硅的有机发光材料，该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比：

[0045] 聚硅氧烷：80份；

[0046] 甲基硅油：30份；

[0047] 碳酸锂：7份；

[0048] 碳酸钙：15份；

[0049] 氧化铈：4份；

[0050] 有机改性硅酸盐：10份；

[0051] 乙二醇：400份；

[0052] 柠檬酸：60份；

[0053] 去离子水：1000份。

[0054] 本发明还提供了一种含硅的有机发光材料制备方法，该含硅的有机发光材料制备方法的具体步骤如下：

[0055] S1：将80份的聚硅氧烷、7份的碳酸锂、15份的碳酸钙、4份的氧化铈和10份的有机改性硅酸盐放入到行星式球磨机中，将混合好的浆料移入烘干机中在80℃的温度下烘干，形成混合均匀的粉末，行星式球磨机的球磨介质为无水酒精，球磨机的转速为300r/min，球磨时间为2h；

[0056] S2：在1000份的去离子水中依次加入30份的甲基硅油、400份的乙二醇和60份的柠檬酸，搅拌均匀后形成混合溶液，在溶液的添加过程中伴随着不断的搅拌过程，且搅拌过程在90℃的水浴锅中进行，直至混合溶液不再出现分层为止；

[0057] S3：将步骤S1中制备的混合粉末添加到步骤S2中制备的混合溶液中，并不断搅拌使其混合均匀，随后移至烘箱中在100℃下将多余水分蒸发得到溶胶；

[0058] S4：将溶胶置入马弗炉中加热到500℃并在空气气氛保护下预烧5h，得到干凝胶；

[0059] S5：最后将干凝胶放入到卧式管式反应炉中，在900℃并在还原气氛保护下进行煅烧，并保温5h，得到发光材料，在卧式管式反应炉中升温速度为5℃/min，其降温速度为10℃/min，还原气氛为20%的H₂和80%的N₂的混合气体。

[0060] 实施例三

[0061] 一种含硅的有机发光材料，该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比：

[0062] 聚硅氧烷：50份；

- [0063] 甲基硅油:25份;
- [0064] 碳酸锂:4份;
- [0065] 碳酸钙:13份;
- [0066] 氧化铈:3份;
- [0067] 有机改性硅酸盐:8份;
- [0068] 乙二醇:300份;
- [0069] 柠檬酸:50份;
- [0070] 去离子水:900份。

[0071] 本发明还提供了一种含硅的有机发光材料制备方法,该含硅的有机发光材料制备方法的具体步骤如下:

[0072] S1:将50份的聚硅氧烷、4份的碳酸锂、13份的碳酸钙、3份的氧化铈和8份的有机改性硅酸盐放入到行星式球磨机中,将混合好的浆料移入烘干机中在75℃的温度下烘干,形成混合均匀的粉末,行星式球磨机的球磨介质为无水酒精,球磨机的转速为250r/min,球磨时间为2h;

[0073] S2:在900份的去离子水中依次加入25份的甲基硅油、300份的乙二醇和50份的柠檬酸,搅拌均匀后形成混合溶液,在溶液的添加过程中伴随着不断的搅拌过程,且搅拌过程在80℃的水浴锅中进行,直至混合溶液不再出现分层为止;

[0074] S3:将步骤S1中制备的混合粉末添加到步骤S2中制备的混合溶液中,并不断搅拌使其混合均匀,随后移至烘箱中在90℃下将多余水分蒸发得到溶胶;

[0075] S4:将溶胶置入马弗炉中加热到400℃并在空气气氛保护下预烧4h,得到干凝胶;

[0076] S5:最后将干凝胶放入到卧式管式反应炉中,在800℃并在还原气氛保护下进行煅烧,并保温4h,得到发光材料,在卧式管式反应炉中升温速度为4℃/min,其降温速度为9℃/min,还原气氛为20%的H₂和80%的N₂的混合气体。

[0077] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

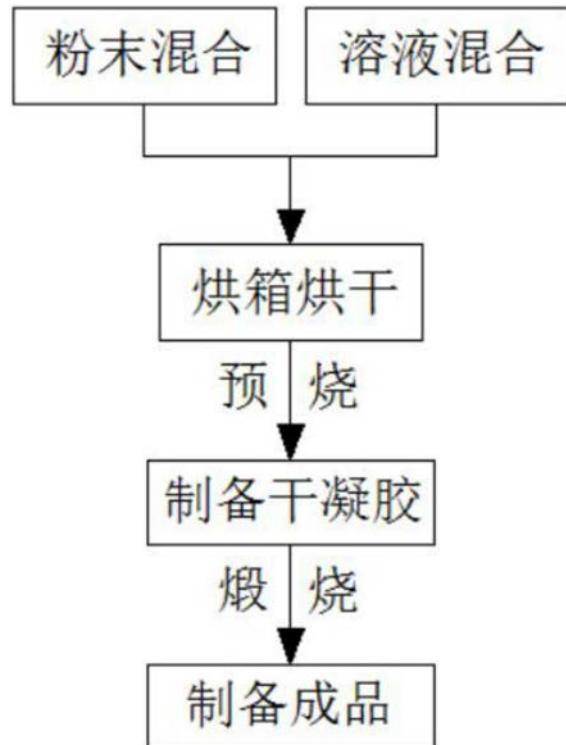


图1

专利名称(译)	一种含硅的有机发光材料及其制备方法		
公开(公告)号	CN107142104A	公开(公告)日	2017-09-08
申请号	CN201710348114.9	申请日	2017-05-17
[标]申请(专利权)人(译)	河南工程学院		
申请(专利权)人(译)	河南工程学院		
当前申请(专利权)人(译)	河南工程学院		
[标]发明人	王世民 刘帅帅 郭丹 张玉碧 廖肃然 卢奎		
发明人	王世民 刘帅帅 郭丹 张玉碧 廖肃然 卢奎		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/14		
代理人(译)	俞晓明		
外部链接	Espacenet Sipo		

摘要(译)

本发明公开了有机光电材料技术领域的一种含硅的有机发光材料及其制备方法，该含硅的有机发光材料按以下重量份进行配比：聚硅氧烷：30~80份；甲基硅油：20~30份；碳酸锂：3~7份；碳酸钙：10~15份；氧化铈：2~4份；有机改性硅酸盐：6~10份；乙二醇：200~400份；柠檬酸：40~60份；去离子水：800~1000份，本发明制备出的有机发光材料具备较高的发光效率，其物相均匀性较好，本方法制备有机发光材料的产率高、生产成本低、步骤简单，纯度高，能够适应大规模的工厂化生产使用。

