



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101891402 A

(43) 申请公布日 2010. 11. 24

(21) 申请号 201010232235. 5

(22) 申请日 2010. 07. 21

(71) 申请人 陕西科技大学

地址 710021 陕西省西安市未央区大学园 1
号

(72) 发明人 王秀峰 伍媛婷

(74) 专利代理机构 西安通大专利代理有限责任
公司 61200

代理人 陆万寿

(51) Int. Cl.

C03C 17/42 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种有机无机电致变色膜的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种有机无机电致变色膜的制备方法, 首先制备前驱体溶胶, 通过提拉成膜在 ITO 玻璃基板上附着 WO_3 薄膜, 再将 ITO 玻璃基板浸入苯胺 / 邻苯二胺有机溶胶中, 在氧化剂存在下反应, 提拉成膜后常温干燥, 得到有机无机电致变色膜。这样复合而成的电致变色薄膜, 在保持原有有机电致变色薄膜的特点的同时, 还结合了无机电致变色薄膜的性能优越、稳定的优点。与现有有机电致变色薄膜相比, 本发明制备的有机无机电致变色薄膜, 提高有机电致变色材料的稳定性及寿命。

1. 一种有机无机电致变色膜的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 将钨粉溶于过氧化氢溶液中配成溶液 A,过氧化氢的量以使钨粉完全反应为准;

2) 按照每克钨粉加入 1.5 ~ 2.5ml 的无水乙醇和 0.5 ~ 1.0ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入无水乙醇和冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

3) 将 ITO 玻璃基片浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后晾干,再经煅烧在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

4) 将步骤 3) 的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中,苯胺浓度为 0.2 ~ 0.3mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 1 ~ 0.8;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.25 ~ 0.3mol/L,30 ~ 80℃ 反应 2 ~ 24h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。

2. 根据权利要求 1 所述的有机无机电致变色膜的制备方法,其特征在于,所述的 ITO 玻璃基片浸入前驱体溶胶前,将 ITO 玻璃依次用去离子水、体积浓度 98% 硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,最后用 N_2 吹干。

3. 根据权利要求 1 所述的有机无机电致变色膜的制备方法,其特征在于,所述的 ITO 玻璃基片浸入前驱体溶胶,提拉成膜后晾干,在 200 ~ 300℃ 煅烧 1.5 ~ 3h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜。

4. 根据权利要求 1 所述的有机无机电致变色膜的制备方法,其特征在于,盐酸的浓度为 1 ~ 1.2mol/L。

5. 根据权利要求 1 所述的有机无机电致变色膜的制备方法,其特征在于,所述的步骤 4) WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 2 ~ 3。

一种有机无机电致变色膜的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于电致变色薄膜材料技术领域,涉及一种有机无机电致变色膜的制备方法。

背景技术

[0002] 电致变色是指在外加电压或电场的作用下,材料的颜色或透明度的稳定的可逆变化。电致变色薄膜具有工作电压低、能耗小、环保、视觉大、有记忆功能、工作范围宽、易于大面积制作等优点,在显示器件、调光玻璃、信息存储等领域有着广泛的应用前景。

[0003] 电致变色薄膜可分为无机电致变色薄膜(如 WO_3 、 NiO_2 、 MoO_3 、 V_2O_5 等)和有机电致变色薄膜两大类。无机电致变色材料的光吸收变化是因离子和电子的双注入/抽取引起,其性能优越稳定,但色彩较单一、响应时间较长。有机电致变色材料的光吸收变化来自氧化还原反应,其响应时间短(可达飞秒级)、色彩丰富、对比度高、易于进行分子设计,且断电后可保持变色效果,具有记忆效果,但其稳定性较差,寿命短。

发明内容

[0004] 本发明解决的技术问题在于提供一种有机无机电致变色膜的制备方法,以有机电致变色薄膜为基础,结合无机电致变色薄膜的优点,提高有机电致变色材料的稳定性及寿命。

[0005] 本发明是通过以下技术方案来实现:

[0006] 一种有机无机电致变色膜的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 1) 将钨粉溶于过氧化氢溶液中配成溶液 A,过氧化氢的量以使钨粉完全反应为准;

[0008] 2) 按照每克钨粉加入 1.5 ~ 2.5ml 的无水乙醇和 0.5 ~ 1.0ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入无水乙醇和冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

[0009] 3) 将 ITO 玻璃基片浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后晾干,再经煅烧在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

[0010] 4) 将步骤 3) 的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中,苯胺浓度为 0.2 ~ 0.3mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 1 ~ 0.8;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.25 ~ 0.3mol/L,30 ~ 80℃ 反应 2 ~ 24h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。

[0011] 所述的 ITO 玻璃基片浸入前驱体溶胶前,将 ITO 玻璃依次用去离子水、体积浓度 98% 硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,最后用 N_2 吹干。

[0012] 所述的 ITO 玻璃基片浸入前驱体溶胶,提拉成膜后晾干,在 200 ~ 300℃ 煅烧 1.5 ~ 3h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜。

[0013] 所述的盐酸的浓度为 1 ~ 1.2mol/L。

[0014] 所述的 WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 2 ~ 3。

[0015] 与现有技术相比,本发明具有以下有益的技术效果:

[0016] 本发明提供的有机无机复合电致变色薄膜的制备方法,首先制备前驱体溶胶,通过提拉成膜在ITO玻璃基板上附着 WO_3 薄膜,再将ITO玻璃基板浸入苯胺/邻苯二胺有机溶胶中,在氧化剂存在下反应,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。这样复合而成的电致变色薄膜,在保持原有有机电致变色薄膜的特点的同时,还结合了无机电致变色薄膜的性能优越、稳定的优点。与现有有机电致变色薄膜相比,本发明制备的无机复合有机电致变色薄膜,提高有机电致变色材料的稳定性及寿命。

具体实施方式

[0017] 下面结合具体实施例对有机无机电致变色薄膜的制备方法做详细的说明,所述是对本发明的解释而不是限定。

[0018] 实施例 1

[0019] 有机无机电致变色膜的制备方法,包括以下步骤:

[0020] 1) 将钨粉 183.85g(1mol) 溶于浓度为 30% 的 200ml 过氧化氢溶液中配成溶液 A;

[0021] 2) 按照每克钨粉加入 1.5ml 无水乙醇和 0.5ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入 275.78ml 无水乙醇和 91.92ml 冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

[0022] 3) 将 ITO 玻璃基板依次用去离子水、体积浓度 98% 的硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,再用氮气吹干;然后将 ITO 玻璃基板浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后(常温)晾干,然后在 200℃ 煅烧 3h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

[0023] 4) 将步骤 3) 制备的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中(盐酸的浓度为 1mol/L), WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 2,苯胺浓度为 0.2mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 11;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.25mol/L,30℃ 反应 24h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。

[0024] 所制备的有机无机电致变色膜在加负电时为显示为深蓝色,而在加正电时显示为浅绿色。

[0025] 实施例 2

[0026] 有机无机电致变色膜的制备方法,包括以下步骤:

[0027] 1) 将钨粉 183.85g(1mol) 溶于浓度为 30% 的 200ml 过氧化氢溶液中配成溶液 A;

[0028] 2) 按照每克钨粉加入 2.5ml 无水乙醇和 1.0ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入 459.6ml 无水乙醇和 183.85ml 冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

[0029] 3) 将 ITO 玻璃基板依次用去离子水、体积浓度 98% 的硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,再用氮气吹干;然后将 ITO 玻璃基板浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后晾干,然后在 300℃ 煅烧 1.5h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

[0030] 4) 将步骤 3) 制备的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中(盐酸的浓度为 1.2mol/L), WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 3,苯胺浓度为 0.3mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 0. ;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.3mol/L,80℃ 反应 2h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。

[0031] 实施例 3

[0032] 有机无机电致变色膜的制备方法,包括以下步骤:

[0033] 1) 将钨粉 183.85g(1mol) 溶于浓度为 30% 的 200ml 过氧化氢溶液中配成溶液 A;

[0034] 2) 按照每克钨粉加入 2ml 无水乙醇和 0.8ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入 367.7ml 无水乙醇和 147.08ml 冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

[0035] 3) 将 ITO 玻璃基板依次用去离子水、体积浓度 98% 的硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,再用氮气吹干;然后将 ITO 玻璃基板浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后晾干,然后在 250℃ 煅烧 2.5h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

[0036] 4) 将步骤 3) 制备的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中(盐酸的浓度为 1.2mol/L), WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 2.5,苯胺浓度为 0.25mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 0.9;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.26mol/L,60℃ 反应 10h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。

[0037] 实施例 4

[0038] 有机无机电致变色膜的制备方法,包括以下步骤:

[0039] 1) 将钨粉 183.85g(1mol) 溶于浓度为 30% 的 200ml 过氧化氢溶液中配成溶液 A;

[0040] 2) 按照每克钨粉加入 1.8ml 无水乙醇和 0.6ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入 330.93ml 无水乙醇和 110.31ml 冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

[0041] 3) 将 ITO 玻璃基板依次用去离子水、体积浓度 98% 的硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,再用氮气吹干;然后将 ITO 玻璃基板浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后晾干,然后在 225℃ 煅烧 2.0h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

[0042] 4) 将步骤 3) 制备的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中(盐酸的浓度为 1.2mol/L), WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 2.2,苯胺浓度为 0.28mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 0.85;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.28mol/L,40℃ 反应 20h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。

[0043] 实施例 5

[0044] 有机无机电致变色膜的制备方法,包括以下步骤:

[0045] 1) 将钨粉 183.85g(1mol) 溶于浓度为 30% 的 200ml 过氧化氢溶液中配成溶液 A;

[0046] 2) 按照每克钨粉加入 2.2ml 无水乙醇和 0.6ml 冰醋酸的比例,向溶液 A 中加入 404.47ml 无水乙醇和 110.31ml 冰醋酸,搅拌溶解,得到前驱体溶胶;

[0047] 3) 将 ITO 玻璃基板依次用去离子水、体积浓度 98% 的硫酸、异丙醇、去离子水超声清洗,再用氮气吹干;然后将 ITO 玻璃基板浸入前驱体溶胶中,提拉成膜后晾干,然后在 285℃ 煅烧 1.6h,在 ITO 玻璃基片上形成 WO_3 薄膜;

[0048] 4) 将步骤 3) 制备的 ITO 玻璃基片浸入含有苯胺与邻苯二胺的盐酸溶液中(盐酸的浓度为 1.2mol/L), WO_3 薄膜所包含的 W 与苯胺的摩尔比为 1 : 2.3,苯胺浓度为 0.22mol/L,苯胺与邻苯二胺摩尔比为 1 : 0.85;然后加入过硫酸胺,使混合溶液中过硫酸胺的浓度为 0.26mol/L,64℃ 反应 15h,提拉成膜后常温干燥,得到有机无机电致变色膜。