

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2018年10月25日(25.10.2018)



(10) 国际公布号
WO 2018/192541 A1

- (51) 国际专利分类号:
C09K 11/54 (2006.01) B01J 4/00 (2006.01)
C09K 11/56 (2006.01) B82Y 30/00 (2011.01)
C09K 11/88 (2006.01) B82Y 40/00 (2011.01)
B01J 19/24 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2018/083632
- (22) 国际申请日: 2018年4月19日(19.04.2018)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201710266969.7 2017年4月21日(21.04.2017) CN
201710265873.9 2017年4月21日(21.04.2017) CN
- (71) 申请人: 东莞市睿泰涂布科技有限公司
(DONGGUAN RETECK COATING TECHNOLOGY CO., LTD.) [CN/CN]; 中国广东省东莞市桥头镇大洲社区东新路12号A栋, Guangdong 523000 (CN)。
- (72) 发明人: 陈绍楷(CHEN, Shaokai); 中国广东省东莞市桥头镇大洲社区东新路12号A栋, Guangdong 523000 (CN)。
- (74) 代理人: 东莞市兴邦知识产权代理事务所(特殊普通合伙)(DONGGUAN XING BANG INTELLECTUAL PROPERTY FRIM (SPECIAL GENERAL PARTNERSHIP)); 中国广东省东莞市南城街道新城元美东路第一国际财富中心D座1801牛翔, Guangdong 523000 (CN)。
- (81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,

(54) Title: QUANTUM DOT PRECURSOR SYNTHESIS DEVICE AND QUANTUM DOT PRECURSOR SYNTHESIS METHOD

(54) 发明名称: 量子点前驱体合成装置及量子点前驱体合成方法

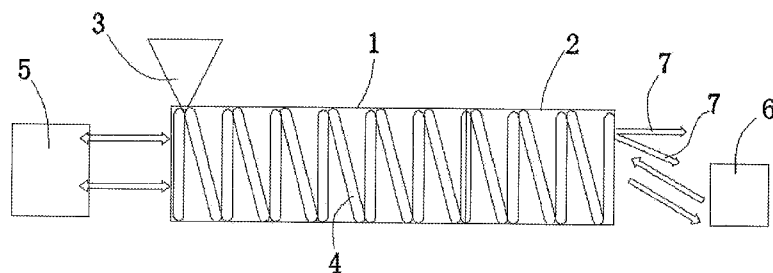


图1

(57) Abstract: Disclosed is a quantum dot precursor synthesis device, comprising a precursor reaction region, which comprises at least one spiral reaction tube. A path groove which extends in a direction opposite to the spiral shape and enables reactants injected into the reaction tube to generate a bubbling effect through friction is formed on the inner wall of the spiral reaction tube; a heating region covers a front section of the precursor reaction region; a cooling region covers a rear section of the precursor reaction region; a plurality of injection openings are formed at the front end of the precursor reaction region; the front end of the core/shell reaction region is connected with a pressurization device. Also disclosed is a quantum dot precursor synthesis method. The quantum dot precursor synthesis device in the present invention is simple in structure and reliable; by forming a path groove on the spiral reaction tube, reactants can be stirred; the passing time of the reactants in the spiral reaction tube can be controlled by regulating the inner diameter and the length of the spiral reaction tube with regard to different kinds of precursors to be synthesized, so that precursors of high quality can be obtained.

WO 2018/192541 A1

SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

- (84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

(57) 摘要: 本发明公开了一种量子点前驱体合成装置, 其包括前驱体反应区, 该前驱体反应区包括至少一个螺旋状反应管, 所述螺旋状反应管内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽, 所述前驱体反应区的前段包覆有加热区, 所述前驱体反应区的后段包覆有冷却区, 于该前驱体反应区的前端设有注入口, 所述前驱体反应区的前端还连接有加压装置。本发明还公开了一种量子点前驱体合成方法。本发明的量子点前驱体合成装置结构简单可靠, 通过螺旋状反应管中设有的途径槽能够将反应物进行搅拌, 针对不同种类的前驱体调整螺旋状反应管的内径、长度, 控制反应物在螺旋状反应管内的通过时间, 从而能获得优质的前驱体。

量子点前驱体合成装置及量子点前驱体合成方法

技术领域

[0001] 本发明涉及量子点合成领域，具体涉及一种量子点前驱体合成装置及通过该量子点前驱体合成装置实施的量子点前驱体合成方法。

背景技术

[0002] 现有技术中，量子点的合成方法为溶液法工艺，主要由围绕着加热套的烧瓶、能使烧瓶内部溶液均匀的磁力搅拌器、以及控制溶液温度的温度调节器和温度计组成。另外，添加了维持稳定浓度的电容器和能转换真空/氮气氛围的多支管组成。

[0003] 合成方法为利用前驱体（precursor）的有机化合物合成核（core），为了使合成的核和稳定剂在混合搅拌的反应器中形成适当的壳，反复注入前驱体形成结构稳定的核/壳结构，最近还开发出了one-pot工艺，将所有反应物质一次性放入反应器中再添加壳工序的方法。

发明概述

技术问题

[0004] 如此，溶液工艺合成方法变成大容量化时，为了反应物质内的均匀性，有时也会用叶轮代替磁力搅拌器，但是因为不均匀的温差、不均匀的环境导致反应物内浓度的差异以及组合的差异。量子点合成是奥斯特瓦尔德熟化（Ostwald ripening），也是温度和时间的函数，据悉此技术是小的粒子与相对大的颗粒合体之后生长，当形成所需大小的纳米粒子时停止粒子生长的技术。但是目前的方法是通过冷却控制粒子生长时，会产生温度差，很难合成出大小均匀的粒子。因此，这些因素还会影响量子点纳米粒子的发光特性和散布大小均匀的粒子。

[0005] 为了得到一定大小的纳米粒子，进行急速冷却。此反应物中也存有反应的副产物、有机物，所以通过离心过滤除去有机物。纳米粒子分离可通过丙酮或乙醇等强极性溶剂，利用离心过滤区分粒子的大小。各个反应过程中通过磁棒或搅

拌机进行强制搅拌，虽然这是众所周知能达到比较均匀搅拌的方法，但是根据反应物的量，反应搅拌速度会有所不同，这会影响到粒子的大小和稳定纳米粒子的形成。

[0006] 这种现有的合成方法还另外需要前驱体反应器、核反应器、核/壳反应器等，因为是在各自反应后重新进行计量、测量，然后进行合成，所以存在无法连续作业的缺点。而且因为反应时间、粒子分离等差异，有可能无法得到具有均匀的特点的纳米粒子。

[0007] 前驱体的合成是量子点合成中的一个关键工序，现有的合成装置难以很好的获得优质的前驱体。

问题的解决方案

技术解决方案

[0008] 为了解决上述问题，本发明公开了一种量子点前驱体合成装置。

[0009] 本发明还公开了一种通过该量子点前驱体合成装置实施的量子点前驱体合成方法。

[0010] 本发明为实现上述目的所采用的技术方案是：

[0011] 一种量子点前驱体合成装置，其包括前驱体反应区，该前驱体反应区包括至少一个螺旋状反应管，所述螺旋状反应管内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述前驱体反应区的前段包覆有加热区，所述前驱体反应区的后段包覆有冷却区，于该前驱体反应区的前端设有注入口，所述前驱体反应区的前端还连接有加压装置，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管进行混合、反应。

[0012] 所述加热区、冷却区分别包括缠绕于该螺旋状反应管上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区、冷却区的温度控制管分别与加热装置、外部冷却器连接。

[0013] 所述前驱体反应区包括并列设置的四个螺旋状反应管。

[0014] 所述螺旋状反应管的后端连接有至少一根输送管道。

[0015] 一种通过前述量子点前驱体合成装置实施的量子点前驱体合成方法，其包括以下步骤：将前驱体反应区的螺旋状反应管进行真空排气后转换为氮气环境，将

前驱体生成原料通过注入口注入前驱体反应区的螺旋状反应管，通过螺旋状反应管中设有的途径槽能够将反应物进行搅拌，通过加热区将螺旋状反应管加热到设定温度，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，根据反应所需时间调整螺旋状反应管的长度，根据搅拌所需时间调整螺旋状反应管的内径或长度，反应完成后生产的前驱体转移至冷却区进行冷却，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度，从而制得量子点前驱体。

- [0016] 所述加热区、冷却区分别包括缠绕于该螺旋状反应管上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区、冷却区的温度控制管分别与加热装置、外部冷却器连接。
- [0017] 为了制作Cd前驱体，于注入口以0.05~1.0mol/L的摩尔浓度放入油酸（Oleic acid）和氧化镉（Cd oxide），真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在170摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，Cd前驱体合成所需内径为0.5~3cm，通过反应管反应的所需时间为3~7分钟，完成反应的Cd前驱体会转移到冷却区内，用5分钟的时间通过长度为100cm的螺旋状反应管进行冷却，冷却温度为50~60摄氏度。
- [0018] 为了制作S前驱体，在注入口计量注入了0.1mol/L的1-十八碳烯和S粉末，真空排气后转换为氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在120摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用5分30秒的时间通过内径1cm，长度为150cm的螺旋状反应管，即能完成合成，完成合成的S前驱体在冷却区内通过长度为100cm的螺纹管，在50~60摄氏度的冷却区内用时为5分钟。
- [0019] 为了制作Zn前驱体，在注入口中计量注入摩尔浓度为0.5~1.5mol/L的1-油酸和十八烯以及氧化锌，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在300摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管

进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用5分30秒经过内径1cm、长度200cm的螺旋状反应管，即可完成合成，完成合成的反应物通过注入到管内的氮气压力移送到冷却区，冷却区螺旋状反应管的长度为100cm，Zn前驱体在100~120摄氏度的冷却区内用时为5分钟通过，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度。

[0020] 为了制作Se前驱体，在注入口计量注入摩尔浓度为0.7~1.5mol/L的三辛基磷和硒粉，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在50~60摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用10分30秒经过内径1cm、长度430cm的螺旋状反应管，即完成合成。

发明的有益效果

有益效果

[0021] 本发明的有益效果为：根据前驱体种类液状加热装置的温度会有所不同，可以将温度控制到常温~300摄氏度，本发明的量子点前驱体合成装置结构简单可靠，通过螺旋状反应管中设有的途径槽能够将反应物进行搅拌，针对不同种类的前驱体调整螺旋状反应管的内径、长度，控制反应物在螺旋状反应管内的通过时间，从而能获得优质的前驱体，高效稳定，为合成出提升了发光效率及鲜明度的量子点打下坚实基础。

对附图的简要说明

附图说明

[0022] 下面结合附图与具体实施方式，对本发明进一步说明。

[0023] 图1是本发明的结构示意图。

实施该发明的最佳实施例

本发明的最佳实施方式

[0024] 实施例，参见图1，本实施例公开了一种量子点前驱体合成装置，其包括前驱体反应区，该前驱体反应区包括至少一个螺旋状反应管4，所述螺旋状反应管4内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述前驱体反应区的前段包覆有加热区1，所述前驱体反应区的后段包覆有冷却区2，于该前驱体反应区的前端设有注入口3，所述前驱体反应区的前端还连接有加压装置，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管进行混合、反应。

[0025] 所述加热区1、冷却区2分别包括缠绕于该螺旋状反应管4上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区1、冷却区2的温度控制管分别与加热装置5、外部冷却器6连接。

[0026] 所述前驱体反应区包括并列设置的四个螺旋状反应管4。

[0027] 所述螺旋状反应管4的后端连接有至少一根输送管道7。

[0028] 一种通过前述量子点前驱体合成装置实施的量子点前驱体合成方法，其包括以下步骤：将前驱体反应区的螺旋状反应管4进行真空排气后转换为氮气环境，将前驱体生成原料通过注入口3注入前驱体反应区的螺旋状反应管4，通过加热区1将螺旋状反应管4加热到设定温度，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，根据反应所需时间调整螺旋状反应管4的长度，根据搅拌所需时间调整螺旋状反应管4的内径或长度，反应完成后生产的前驱体转移至冷却区2进行冷却，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度，从而制得量子点前驱体。

[0029] 所述加热区1、冷却区2分别包括缠绕于该螺旋状反应管4上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区1、冷却区2的温度控制管分别与加热装置5、外部冷却器6连接。

[0030] 为了制作Cd（镉）前驱体，于注入口3以0.05~1.0mol/L的摩尔浓度放入油酸（Oleic acid）和氧化镉（Cd oxide），真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在170摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混

合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，Cd前驱体合成所需内径为0.5~3cm，通过反应管反应的所需时间为3~7分钟，完成反应的Cd前驱体会转移到冷却区2内，用5分钟的时间通过长度为100cm的螺旋状反应管4进行冷却，冷却温度为50~60摄氏度。

[0031] 为了制作S（硫）前驱体，在注入口3计量注入了0.1mol/L的1-十八碳烯和S粉末，真空排气后转换为氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在120摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用5分30秒的时间通过内径1cm，长度为150cm的螺旋状反应管4，即能完成合成，完成合成的S前驱体在冷却区2内通过长度为100cm的螺纹管，在50~60摄氏度的冷却区2内用时为5分钟。

[0032] 为了制作Zn（锌）前驱体，在注入口3中计量注入摩尔浓度为0.5~1.5mol/L的1-油酸和十八烯以及氧化锌，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在300摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用5分30秒经过内径1cm、长度200cm的螺旋状反应管4，即可完成合成，完成合成的反应物通过注入到管内的氮气压力移送到冷却区2，冷却区2螺旋状反应管4的长度为100cm，Zn前驱体在100~120摄氏度的冷却区2内用时为5分钟通过，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度。在制作Zn前驱体时，冷却区2的温度为100~120摄氏度。

[0033] 为了制作Se（硒）前驱体，在注入口3计量注入摩尔浓度为0.7~1.5mol/L的三辛基膦和硒粉，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在50~60摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用10分30秒经过内径1cm

、长度430cm的螺旋状反应管4，即完成合成。在制作Se（硒）前驱体时，冷却区2的温度与加热区1的温度一致。

[0034] 根据前驱体种类液状加热装置的温度会有所不同，可以将温度控制到常温~300摄氏度，本发明的量子点前驱体合成装置结构简单可靠，通过螺旋状反应管4中设置的途径槽能够将反应物进行搅拌，针对不同种类的前驱体调整螺旋状反应管4的内径、长度，控制反应物在螺旋状反应管4内的通过时间，从而能获得优质的前驱体，高效稳定，为合成出提升了发光效率及鲜明度的量子点打下坚实基础。

发明实施例

本发明的实施方式

[0035] 实施例，参见图1，本实施例公开了一种量子点前驱体合成装置，其包括前驱体反应区，该前驱体反应区包括至少一个螺旋状反应管4，所述螺旋状反应管4内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述前驱体反应区的前段包覆有加热区1，所述前驱体反应区的后段包覆有冷却区2，于该前驱体反应区的前端设有注入口3，所述前驱体反应区的前端还连接有加压装置，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管进行混合、反应。

[0036] 所述加热区1、冷却区2分别包括缠绕于该螺旋状反应管4上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区1、冷却区2的温度控制管分别与加热装置5、外部冷却器6连接。

[0037] 所述前驱体反应区包括并列设置的四个螺旋状反应管4。

[0038] 所述螺旋状反应管4的后端连接有至少一根输送管道7。

[0039] 一种通过前述量子点前驱体合成装置实施的量子点前驱体合成方法，其包括以下步骤：将前驱体反应区的螺旋状反应管4进行真空排气后转换为氮气环境，将前驱体生成原料通过注入口3注入前驱体反应区的螺旋状反应管4，通过加热区1将螺旋状反应管4加热到设定温度，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，根据反应所需时间调整螺旋状反应管4的长度，根据搅拌所需时间调整螺旋状反应管4的内径或长度，反应完成后生产

的前驱体转移至冷却区2进行冷却，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度，从而制得量子点前驱体。

[0040] 所述加热区1、冷却区2分别包括缠绕于该螺旋状反应管4上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区1、冷却区2的温度控制管分别与加热装置5、外部冷却器6连接。

[0041] 为了制作Cd（镉）前驱体，于注入口3以0.05~1.0mol/L的摩尔浓度放入油酸（Oleic acid）和氧化镉（Cd oxide），真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在170摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，Cd前驱体合成所需内径为0.5~3cm，通过反应管反应的所需时间为3~7分钟，完成反应的Cd前驱体会转移到冷却区2内，用5分钟的时间通过长度为100cm的螺旋状反应管4进行冷却，冷却温度为50~60摄氏度。

[0042] 为了制作S（硫）前驱体，在注入口3计量注入了0.1mol/L的1-十八碳烯和S粉末，真空排气后转换为氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在120摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用5分30秒的时间通过内径1cm，长度为150cm的螺旋状反应管4，即能完成合成，完成合成的S前驱体在冷却区2内通过长度为100cm的螺纹管，在50~60摄氏度的冷却区2内用时为5分钟。

[0043] 为了制作Zn（锌）前驱体，在注入口3中计量注入摩尔浓度为0.5~1.5mol/L的1-油酸和十八烯以及氧化锌，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在300摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用5分30秒经过内径1cm、长度200cm的螺旋状反应管4，即可完成合成，完成合成的反应物通

过注入到管内的氮气压力移送到冷却区2，冷却区2螺旋状反应管4的长度为100 cm，Zn前驱体在100~120摄氏度的冷却区2内用时为5分钟通过，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度。在制作Zn前驱体时，冷却区2的温度为100~120摄氏度。

[0044] 为了制作Se（硒）前驱体，在注入口3计量注入摩尔浓度为0.7~1.5mol/L的三辛基磷和硒粉，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置5使加热区1的温度维持在50~60摄氏度，利用氮气压力使通过注入口3注入的原料经过螺旋状反应管4进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管4的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用10分30秒经过内径1cm、长度430cm的螺旋状反应管4，即完成合成。在制作Se（硒）前驱体时，冷却区2的温度与加热区1的温度一致。

工业实用性

[0045] 根据前驱体种类液状加热装置的温度会有所不同，可以将温度控制到常温~300摄氏度，本发明的量子点前驱体合成装置结构简单可靠，通过螺旋状反应管中设有的途径槽能够将反应物进行搅拌，针对不同种类的前驱体调整螺旋状反应管的内径、长度，控制反应物在螺旋状反应管内的通过时间，从而能获得优质的前驱体，高效稳定，为合成出提升了发光效率及鲜明度的量子点打下坚实基础。

权利要求书

- [权利要求 1] 一种量子点前驱体合成装置，其特征在于：其包括前驱体反应区，该前驱体反应区包括至少一个螺旋状反应管，所述螺旋状反应管内壁上设有与该螺旋状相反方向的使注入反应管中的反应物因摩擦产生冒泡效应的途径槽，所述前驱体反应区的前段包覆有加热区，所述前驱体反应区的后段包覆有冷却区，于该前驱体反应区的前端设有注入口，所述前驱体反应区的前端还连接有加压装置；利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管进行混合、反应；所述加热区、冷却区分别包括缠绕于该螺旋状反应管上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区、冷却区的温度控制管分别与加热装置、外部冷却器连接；所述前驱体反应区包括并列设置的四个螺旋状反应管。
- [权利要求 2] 根据权利要求1所述的量子点前驱体合成装置，其特征在于，所述螺旋状反应管的后端连接有至少一根输送管道。
- [权利要求 3] 一种通过权利要求1所述量子点前驱体合成装置实施的量子点前驱体合成方法，其特征在于，其包括以下步骤：将前驱体反应区的螺旋状反应管进行真空排气后转换为氮气环境，将前驱体生成原料通过注入口注入前驱体反应区的螺旋状反应管，通过螺旋状反应管中设有的途径槽能够将反应物进行搅拌，通过加热区将螺旋状反应管加热到设定温度，利用加压装置通过氮气压力将前驱体生成原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，根据反应所需时间调整螺旋状反应管的长度，根据搅拌所需时间调整螺旋状反应管的内径或长度，反应完成后生产的前驱体转移至冷却区进行冷却，由于Cd、S、Zn的前驱体在常温冷却时，会出现凝固、凝胶状或固体化，所以为了顺畅的进行反应，应保持一定温度，从而制得量子点前驱体。
- [权利要求 4] 根据权利要求3所述的量子点前驱体合成方法，其特征在于，所述加热区、冷却区分别包括缠绕于该螺旋状反应管上的温度控制管，所述温度控制管中填充满用于控制温度的液态水或油，该加热区、冷却区

的温度控制管分别与加热装置、外部冷却器连接。

- [权利要求 5] 根据权利要求4所述的量子点前驱体合成方法，其特征在于，为了制作Cd前驱体，于注入口以0.05~1.0mol/L的摩尔浓度放入油酸和氧化镉，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在170摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，Cd前驱体合成所需内径为0.5~3cm，通过反应管反应的所需时间为3~7分钟，完成反应的Cd前驱体会转移到冷却区内，用5分钟的时间通过长度为100cm的螺旋状反应管进行冷却，冷却温度为50~60摄氏度。
- [权利要求 6] 根据权利要求4所述的量子点前驱体合成方法，其特征在于，为了制作S前驱体，在注入口计量注入了0.1mol/L的1-十八碳烯和S粉末，真空排气后转换为氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在120摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，原料用5分30秒的时间通过内径1cm，长度为150cm的螺旋状反应管，即能完成合成，完成合成的S前驱体在冷却区内通过长度为100cm的螺纹管，在50~60摄氏度的冷却区内用时为5分钟。
- [权利要求 7] 根据权利要求4所述的量子点前驱体合成方法，其特征在于，为了制作Zn前驱体，在注入口中计量注入摩尔浓度为0.5~1.5mol/L的1-油酸和十八烯以及氧化锌，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在300摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺旋状反应管进行混合、反应，原料用5分30秒经过内径1cm、长度200cm的螺旋状反应管，即可完成合成，完成合成的反应物通过注入到管内的氮气压力移送到冷却区，冷却区螺旋状反应管的长度为100cm，Zn前驱体在100~120摄氏度的冷却区内用时为5分钟通过。
- [权利要求 8] 根据权利要求4所述的量子点前驱体合成方法，其特征在于，为了制作Se前驱体，在注入口计量注入摩尔浓度为0.7~1.5mol/L的三辛基膦和硒粉，真空排气后转换成氮气环境，通过加热装置使加热区的温度维持在50~60摄氏度，利用氮气压力使通过注入口注入的原料经过螺

旋状反应管进行混合、反应，反应所需的时间根据螺旋状反应管的长度决定，搅拌时间可根据螺旋式管内径的变化和长度的变化进行调节，原料用10分30秒经过内径1cm、长度430cm的螺旋状反应管，即完成合成。

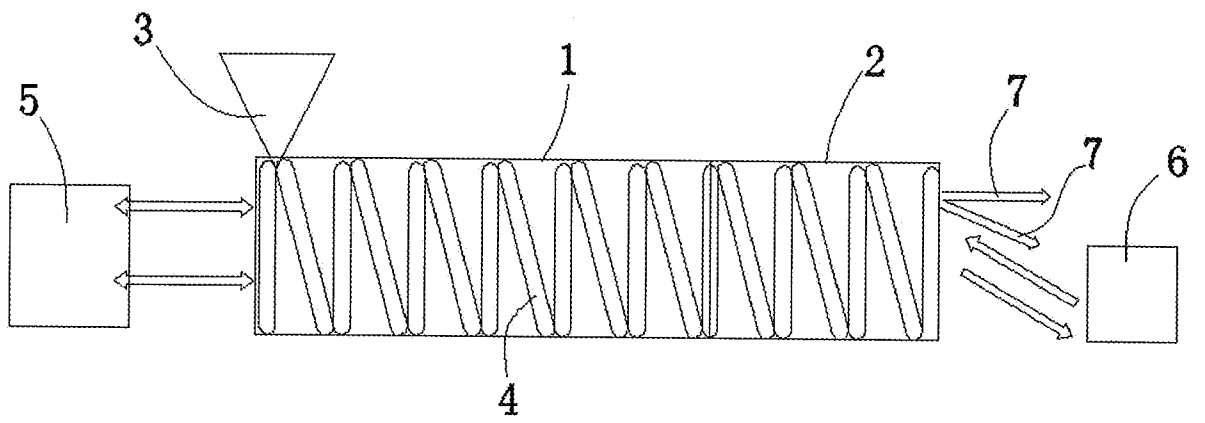


图 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2018/083632

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K 11/54 (2006.01) i; C09K 11/56 (2006.01) i; C09K 11/88 (2006.01) i; B01J 19/24 (2006.01) i; B01J 4/00 (2006.01) i; B82Y 30/00 (2011.01) i; B82Y 40/00 (2011.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K 11/-; B01J 19/-; B01J 4/-; B82Y 30/-; B82Y 40/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNXTX, CNABS, CNKI, VEN, STN(CAplus), ISI: 睿泰涂布, 陈绍凯, 量子点, 纳米, 前驱体, 前体, 螺旋, 旋转, 槽, 沟, 管, 摩擦, 冒泡, 加热, 冷却, 压力, 加压, quantum dots, QDs, nano, core, screw, helix, whirl, spiral, slot, pipe, tube, heat, hot, cool, refrigerate, float, impurities, pressure

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 206823798 U (DONGGUAN RETECK COATING TECHNOLOGY CO., LTD.) 02 January 2018 (02.01.2018), description, paragraphs [0010]-[0020], and figure 1	1-8
PX	CN 206828440 U (DONGGUAN RETECK COATING TECHNOLOGY CO., LTD.) 02 January 2018 (02.01.2018), description, paragraphs [0009]-[0020] and [0024], and figure 2	1-8
X	CN 105080448 A (GUANGZHOU INSTITUTE OF ENERGY CONVERSION, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES; GUANGDONG UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 25 November 2015 (25.11.2015), embodiment 1, figure 2, and description, paragraph [0013]	1, 2
Y	CN 105080448 A (GUANGZHOU INSTITUTE OF ENERGY CONVERSION, CHINESE ACADEMY OF SCIENCES; GUANGDONG UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 25 November 2015 (25.11.2015), embodiment 1, figure 2, and description, paragraph [0013]	3-8

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&”document member of the same patent family</p>
---	--

<p>Date of the actual completion of the international search</p> <p style="text-align: center;">29 June 2018</p>	<p>Date of mailing of the international search report</p> <p style="text-align: center;">24 July 2018</p>
<p>Name and mailing address of the ISA</p> <p>State Intellectual Property Office of the P. R. China</p> <p>No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao</p> <p>Haidian District, Beijing 100088, China</p> <p>Facsimile No. (86-10) 62019451</p>	<p>Authorized officer</p> <p style="text-align: center;">CAO, Xuejiao</p> <p>Telephone No. (86-10) 62089657</p>

INTERNATIONAL SEARCH REPORTInternational application No.
PCT/CN2018/083632

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 101003732 A (SHANGHAI INSTITUTE OF TECHNICAL PHYSICS OF THE CHINESE ACADEMY OF SCIENCES) 25 July 2007 (25.07.2007), claim 1	3-8
A	CN 101565175 A (EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 28 October 2009 (28.10.2009), entire document	1-8
A	CN 102232056 A (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 02 November 2011 (02.11.2011), entire document	1-8
A	CN 102232057 A (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 02 November 2011 (02.11.2011), entire document	1-8
A	CN 106433636 A (SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 22 February 2017 (22.02.2017), entire document	1-8
A	US 2010031774 A1 (SAMSUNG ELECTRO-MECHANICS CO., LTD.) 11 February 2010 (11.02.2010), entire document	1-8
A	US 2002144644 A1 (QUANTUM DOT CORP.) 10 October 2002 (10.10.2002), entire document	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2018/083632

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 206823798 U	02 January 2018	None	
CN 206828440 U	02 January 2018	None	
CN 105080448 A	25 November 2015	CN 105080448 B	24 May 2017
CN 101003732 A	25 July 2007	CN 100497517 C	10 June 2009
CN 101565175 A	28 October 2009	None	
CN 102232056 A	02 November 2011	EP 2351702 A4	22 May 2013
		CN 102232056 B	25 December 2013
		WO 2010050727 A2	06 May 2010
		EP 2351702 B1	21 February 2018
		WO 2010050727 A3	29 July 2010
		TW I460324 B	11 November 2014
		US 2011223097 A1	15 September 2011
		KR 20100046508 A	07 May 2010
		US 8354090 B2	15 January 2013
		KR 101078050 B1	31 October 2011
		EP 2351702 A2	03 August 2011
		TW 201028504 A	01 August 2010
CN 102232057 A	02 November 2011	WO 2010050726 A2	06 May 2010
		EP 2351701 B1	21 February 2018
		WO 2010050726 A3	29 July 2010
		TW I491557 B	11 July 2015
		KR 101147840 B1	21 May 2012
		US 9085459 B2	21 July 2015
		TW 201029917 A	16 August 2010
		CN 102232057 B	25 June 2014
		EP 2351701 A2	03 August 2011
		EP 2351701 A4	29 May 2013
		KR 20100046507 A	07 May 2010

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2018/083632

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
		US 2011253032 A1	20 October 2011
CN 106433636 A	22 February 2017	None	
US 2010031774 A1	11 February 2010	KR 20080100935 A	21 November 2008
		JP 2008285749 A	27 November 2008
		US 7935169 B2	03 May 2011
		US 8388725 B2	05 March 2013
		KR 100877522 B1	09 January 2009
		US 2010319489 A1	23 December 2010
US 2002144644 A1	10 October 2002	US 6682596 B2	27 January 2004
		WO 02053810 A1	11 July 2002
		US 7144458 B2	05 December 2006
		US 2002083888 A1	04 July 2002
		US 2004247517 A1	09 December 2004

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/083632

<p>A. 主题的分类</p> <p>C09K 11/54(2006.01)i; C09K 11/56(2006.01)i; C09K 11/88(2006.01)i; B01J 19/24(2006.01)i; B01J 4/00(2006.01)i; B82Y 30/00(2011.01)i; B82Y 40/00(2011.01)i</p> <p>按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类</p>																							
<p>B. 检索领域</p> <p>检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)</p> <p>C09K11/-; B01J19/-; B01J4/-; B82Y30/-; B82Y40/-</p> <p>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献</p> <p>在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))</p> <p>CNXTX, CNABS, CNKI, VEN, STN(CAplus), ISI: 睿泰涂布, 陈绍凯, 量子点, 纳米, 前驱体, 前体, 螺旋, 旋转, 槽, 沟, 管, 摩擦, 冒泡, 加热, 冷却, 压力, 加压, quantum dots, QDs, nano, core, screw, helix, whirl, spiral, slot, pipe, tube, heat, hot, cool, refrigerate, float, impurities, pressure</p>																							
<p>C. 相关文件</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PX</td> <td>CN 206823798 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第10-20段, 图1</td> <td>1-8</td> </tr> <tr> <td>PX</td> <td>CN 206828440 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第9-20、24段, 图2</td> <td>1-8</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 实施例1, 图2, 说明书第13段</td> <td>1-2</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 实施例1, 图2, 说明书第13段</td> <td>3-8</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 101003732 A (中国科学院上海技术物理研究所) 2007年 7月 25日 (2007 - 07 - 25) 权利要求1</td> <td>3-8</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 101565175 A (华东理工大学) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文</td> <td>1-8</td> </tr> </tbody> </table>			类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	PX	CN 206823798 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第10-20段, 图1	1-8	PX	CN 206828440 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第9-20、24段, 图2	1-8	X	CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 实施例1, 图2, 说明书第13段	1-2	Y	CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 实施例1, 图2, 说明书第13段	3-8	Y	CN 101003732 A (中国科学院上海技术物理研究所) 2007年 7月 25日 (2007 - 07 - 25) 权利要求1	3-8	A	CN 101565175 A (华东理工大学) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文	1-8
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																					
PX	CN 206823798 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第10-20段, 图1	1-8																					
PX	CN 206828440 U (东莞市睿泰涂布科技有限公司) 2018年 1月 2日 (2018 - 01 - 02) 说明书第9-20、24段, 图2	1-8																					
X	CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 实施例1, 图2, 说明书第13段	1-2																					
Y	CN 105080448 A (中国科学院广州能源研究所 广东工业大学) 2015年 11月 25日 (2015 - 11 - 25) 实施例1, 图2, 说明书第13段	3-8																					
Y	CN 101003732 A (中国科学院上海技术物理研究所) 2007年 7月 25日 (2007 - 07 - 25) 权利要求1	3-8																					
A	CN 101565175 A (华东理工大学) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 全文	1-8																					
<p><input checked="" type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p>																							
<p>* 引用文件的具体类型:</p> <p>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件</p> <p>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利</p> <p>“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)</p> <p>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件</p> <p>“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件</p> <p>“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件</p> <p>“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性</p> <p>“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性</p> <p>“&” 同族专利的文件</p>																							
国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期																						
2018年 6月 29日	2018年 7月 24日																						
ISA/CN的名称和邮寄地址	受权官员																						
中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	曹雪娇																						
传真号 (86-10)62019451	电话号码 (86-10) 62089657																						

C. 相关文件

类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	CN 102232056 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文	1-8
A	CN 102232057 A (韩国机械研究院) 2011年 11月 2日 (2011 - 11 - 02) 全文	1-8
A	CN 106433636 A (华南理工大学) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 全文	1-8
A	US 2010031774 A1 (SAMSUNG ELECTRO MECH) 2010年 2月 11日 (2010 - 02 - 11) 全文	1-8
A	US 2002144644 A1 (QUANTUM DOT CORP) 2002年 10月 10日 (2002 - 10 - 10) 全文	1-8

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2018/083632

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	206823798	U	2018年 1月 2日	无			
CN	206828440	U	2018年 1月 2日	无			
CN	105080448	A	2015年 11月 25日	CN	105080448	B	2017年 5月 24日
CN	101003732	A	2007年 7月 25日	CN	100497517	C	2009年 6月 10日
CN	101565175	A	2009年 10月 28日	无			
CN	102232056	A	2011年 11月 2日	EP	2351702	A4	2013年 5月 22日
				CN	102232056	B	2013年 12月 25日
				WO	2010050727	A2	2010年 5月 6日
				EP	2351702	B1	2018年 2月 21日
				WO	2010050727	A3	2010年 7月 29日
				TW	I460324	B	2014年 11月 11日
				US	2011223097	A1	2011年 9月 15日
				KR	20100046508	A	2010年 5月 7日
				US	8354090	B2	2013年 1月 15日
				KR	101078050	B1	2011年 10月 31日
				EP	2351702	A2	2011年 8月 3日
				TW	201028504	A	2010年 8月 1日
CN	102232057	A	2011年 11月 2日	WO	2010050726	A2	2010年 5月 6日
				EP	2351701	B1	2018年 2月 21日
				WO	2010050726	A3	2010年 7月 29日
				TW	I491557	B	2015年 7月 11日
				KR	101147840	B1	2012年 5月 21日
				US	9085459	B2	2015年 7月 21日
				TW	201029917	A	2010年 8月 16日
				CN	102232057	B	2014年 6月 25日
				EP	2351701	A2	2011年 8月 3日
				EP	2351701	A4	2013年 5月 29日
				KR	20100046507	A	2010年 5月 7日
				US	2011253032	A1	2011年 10月 20日
CN	106433636	A	2017年 2月 22日	无			
US	2010031774	A1	2010年 2月 11日	KR	20080100935	A	2008年 11月 21日
				JP	2008285749	A	2008年 11月 27日
				US	7935169	B2	2011年 5月 3日
				US	8388725	B2	2013年 3月 5日
				KR	100877522	B1	2009年 1月 9日
				US	2010319489	A1	2010年 12月 23日
US	2002144644	A1	2002年 10月 10日	US	6682596	B2	2004年 1月 27日
				WO	02053810	A1	2002年 7月 11日
				US	7144458	B2	2006年 12月 5日
				US	2002083888	A1	2002年 7月 4日
				US	2004247517	A1	2004年 12月 9日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)