



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104178074 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201410415955. 3

C08G 73/06(2006. 01)

(22) 申请日 2014. 08. 21

C08G 61/12(2006. 01)

C08K 3/04(2006. 01)

(73) 专利权人 深圳市华星光电技术有限公司

地址 518132 广东省深圳市光明新区塘明大道9—2号

(56) 对比文件

CN 102862976 A, 2013. 01. 09, 全文.

CN 102433098 A, 2012. 05. 02, 全文.

CN 103194165 A, 2013. 07. 10, 全文.

KR 10-2013-0086902 A, 2013. 08. 05, 全文.

US 2012/0211160 A1, 2012. 08. 23, 全文.

(72) 发明人 张霞 李泳锐 陈雅惠

(74) 专利代理机构 深圳市德力知识产权代理事务所 44265

代理人 林才桂

审查员 毕晓博

(51) Int. Cl.

C09J 163/00(2006. 01)

C09J 179/02(2006. 01)

C09J 179/06(2006. 01)

C09J 161/12(2006. 01)

C09J 9/02(2006. 01)

C08G 73/02(2006. 01)

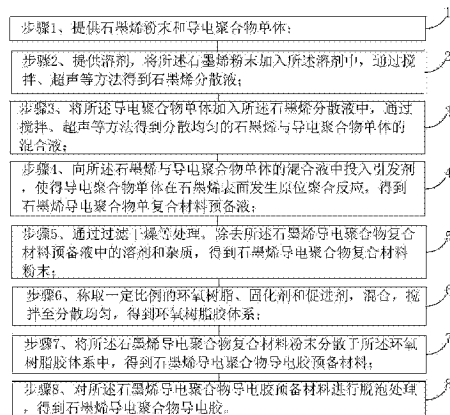
权利要求书2页 说明书7页 附图4页

(54) 发明名称

石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法及该石墨烯导电聚合物导电胶

(57) 摘要

本发明提供一种石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法及该石墨烯导电聚合物导电胶,该方法采用石墨烯导电聚合物作为导电填料,解决了传统导电胶中导电填料的含量过高、价格昂贵、制备工艺复杂、对环境污染性高等缺点。所述石墨烯导电聚合物的制备采用了原位聚合的方法,使得导电聚合物与石墨烯的分散更为均匀,制得石墨烯导电聚合物的稳定性高,电导率得到保证。本发明还可以在石墨烯导电聚合物的制备过程中,通过对石墨烯与导电聚合物单体的原料配比的调整,实现对石墨烯导电聚合物的尺寸的控制。本发明制得的石墨烯导电聚合物导电胶具有电导率高、环境友好等优点,可用于薄膜晶体管液晶显示器中取代导电金胶或导电银胶,也可应用于超细电路连接中。



1. 一种石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤 1、提供石墨烯粉末和导电聚合物单体;

步骤 2、提供溶剂,将所述石墨烯粉末加入所述溶剂中,通过搅拌和超声处理得到石墨烯分散液;

步骤 3、将所述导电聚合物单体加入所述石墨烯分散液中,通过搅拌和超声处理得到分散均匀的石墨烯与导电聚合物单体的混合液;所述石墨烯与导电聚合物单体的混合液中,石墨烯与导电聚合物单体的质量比为 1:30 ~ 10:1;

步骤 4、向所述石墨烯与导电聚合物单体的混合液中投入引发剂,使得导电聚合物单体在石墨烯表面发生原位聚合反应,得到石墨烯导电聚合物复合材料预备液;

步骤 5、通过过滤和干燥处理,除去所述石墨烯导电聚合物复合材料预备液中的溶剂和杂质,得到石墨烯导电聚合物复合材料粉末;

步骤 6、称取一定比例的环氧树脂、固化剂和促进剂,混合,搅拌至分散均匀,得到环氧树脂胶体系;

步骤 7、将所述石墨烯导电聚合物复合材料粉末分散于所述环氧树脂胶体系中,得到石墨烯导电聚合物导电胶预备材料;所述环氧树脂体系与石墨烯导电聚合物复合材料的质量比为 100 :2 ~ 30;

步骤 8、对所述石墨烯导电聚合物导电胶预备材料进行脱泡处理,得到石墨烯导电聚合物导电胶。

2. 如权利要求 1 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,所述步骤 1 中,所述石墨烯粉末的层数小于 10,尺寸为 1 ~ 10 μ m,电导率大于 1000S/m,所述导电聚合物单体是苯胺、吡咯或噻吩。

3. 如权利要求 2 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,当所述步骤 1 中的导电聚合物单体为吡咯时,所述步骤 4 中的引发剂为氯化铁,所述氯化铁与吡咯单体的摩尔比为 2:1 ~ 1:3。

4. 如权利要求 2 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,当所述步骤 1 中的导电聚合物单体为苯胺或噻吩时,所述步骤 4 中的引发剂为过硫酸铵,所述过硫酸铵与苯胺或噻吩单体的摩尔比为 1:1 ~ 4:1。

5. 如权利要求 1 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,所述步骤 2 中,所述溶剂为水、乙醇、乙二醇、丙酮、氯仿、N- 甲基吡咯烷酮、四氢呋喃、二甲基甲酰胺或甲苯中的一种或多种的混合物;所述石墨烯分散液的浓度为 0.01mg/mL ~ 3mg/mL。

6. 如权利要求 1 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,所述步骤 4 中,所述原位聚合反应在 -15 ~ 5 $^{\circ}$ C 下进行,反应时间为 1 ~ 24h。

7. 如权利要求 1 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,所述步骤 5 中,所述过滤处理采用普通过滤或减压抽滤,在过滤过程中使用乙醇和水反复交替洗涤,以去除预备液中的杂质;所述干燥处理使用冷冻干燥或在 20 ~ 100 $^{\circ}$ C 下干燥。

8. 如权利要求 1 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,其特征在于,所述步骤 6 中,所述环氧树脂的用量占所述环氧树脂胶体系的 80wt% ~ 95wt%,所述固化剂的用量占所述环氧树脂胶体系的 1wt% ~ 12wt%,所述促进剂的用量占所述环氧树脂胶体系的 0.3wt% ~ 5wt%;

所述环氧树脂为双酚 A 型环氧树脂 E44、双酚 A 型环氧树脂 E51、双酚 A 型环氧树脂 E54、双酚 A 型环氧树脂 EPON826 或双酚 A 型环氧树脂 EPON828；所述固化剂为六氢邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐、丁二酸酐、己二酸酐、双氰胺或对苯二胺；所述促进剂为二 - 乙基 - 四甲基咪唑、咪唑、二甲基咪唑或三乙胺。

9. 一种采用如权利要求 1 所述的石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法制备的石墨烯导电聚合物导电胶。

石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法及其石墨烯导电聚合物导电胶

技术领域

[0001] 本发明涉及液晶显示技术领域,尤其涉及一种石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法及其石墨烯导电聚合物导电胶。

背景技术

[0002] 导电胶是实现微细电路连接的一个重要桥梁,主要由导电材料、树脂基体、分散剂、固化剂、促进剂等组成,目前常用的填料包括:银、金球,但导电银胶价格昂贵,而且导电胶中银粒子易被氧化,因而逐渐被金球替代,但工业上采用化学镀方法制备导电金球的工艺复杂,镀金过程中使用的金盐大多是氰化物,毒性非常大。因而价格低廉的新型导电填料成为研究热点。

[0003] 石墨烯是一种新型的碳纳米材料,具有优异的导电、导热性能。将其作为导电胶中的导电填料,将为导电胶提供优异的导电性。而且,由于石墨烯是片状结构,与球状的导电粒子之间通过点接触形成导电通道相比,石墨烯之间形成的面接触更多,形成的导电通道的概率更高。石墨烯具有良好的导热性,通过石墨烯片层在导电胶中的均匀分散,保证了该导电胶的散热性能,利用这种优异的导热性,有利于导电胶在实际应用中及时将电流的欧姆效应产生的热量散去,降低导电胶温度,防止导电胶失效。

[0004] 石墨烯本身具有优异的机械强度和延展性。因此,使用该导电胶用于粘结物体时,当粘结处受到较大外力破坏时,石墨烯的片状结构和延展性保证粘结和导电性的稳定。在粘结基体中还能起到补强作用,改善导电胶的粘结强度。

[0005] 中国专利 CN102382606 以结构独特、导电性能优异的石墨烯为导电填料,制得高性能导电胶,但单纯以石墨烯为导电填料,石墨烯片层之间会发生堆叠,不能充分发挥石墨烯高导电性的优势,而且为增加石墨烯在导电胶中的分散程度而用表面活性剂对石墨烯进行表面改性,会一定程度影响石墨烯的导电性。除此之外,还存在填料含量过高、成本较高的问题。

[0006] 目前,将石墨烯作为导电填料用在导电胶和其它复合材料中的研究已广泛报道。

[0007] 中国专利 CN102643625 以包覆了聚苯胺的微粒为导电填料,制得一种导电胶,并将其应用于液晶显示器中。结果显示,包覆了聚苯胺的微粒本身有传导电荷的作用,可有效维持盒厚,也可有效节省成本。但单独使用聚苯胺聚合物为导电填料,所制得的导电胶与导电金球导电胶的导电性能相比仍有较大的差距。

发明内容

[0008] 本发明的目的在于提供一种石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,以石墨烯和导电聚合物单体为原料进行原位聚合,制得石墨烯导电聚合物复合材料,将该石墨烯导电聚合物复合材料作为导电填料,与环氧树脂、固化剂、促进剂混合,制得一种新型石墨烯导电聚合物导电胶,克服了传统导电胶中导电填料价格昂贵、制备工艺复杂、对环境污染性高等

缺点。

[0009] 本发明的另一目的在于提供一种石墨烯导电聚合物导电胶,以石墨烯导电聚合物复合材料作为导电填料,能够较好克服石墨烯片层之间重新堆叠的现象,同时该导电胶的导电性能够得到较大提高,且由于导电填料的结构特殊、尺寸可控,因此该导电胶在超细电路连接中有着巨大的应用前景。

[0010] 为实现上述目的,本发明提供一种石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法,包括如下步骤:

[0011] 步骤 1、提供石墨烯粉末和导电聚合物单体;

[0012] 步骤 2、提供溶剂,将所述石墨烯粉末加入所述溶剂中,通过搅拌和超声处理得到石墨烯分散液;

[0013] 步骤 3、将所述导电聚合物单体加入所述石墨烯分散液中,通过搅拌和超声处理得到分散均匀的石墨烯与导电聚合物单体的混合液;

[0014] 步骤 4、向所述石墨烯与导电聚合物单体的混合液中投入引发剂,使得导电聚合物单体在石墨烯表面发生原位聚合反应,得到石墨烯导电聚合物复合材料预备液;

[0015] 步骤 5、通过过滤和干燥处理,除去所述石墨烯导电聚合物复合材料预备液中的溶剂和杂质,得到石墨烯导电聚合物复合材料粉末;

[0016] 步骤 6、称取一定比例的环氧树脂、固化剂和促进剂,混合,搅拌至分散均匀,得到环氧树脂胶体系;

[0017] 步骤 7、将所述石墨烯导电聚合物复合材料粉末分散于所述环氧树脂胶体系中,得到石墨烯导电聚合物导电胶预备材料;

[0018] 步骤 8、对所述石墨烯导电聚合物导电胶预备材料进行脱泡处理,得到石墨烯导电聚合物导电胶。

[0019] 所述步骤 1 中,所述石墨烯粉末的层数小于 10,尺寸为 1 ~ 10 μm ,电导率大于 1000S/m,所述导电聚合物单体是苯胺、吡咯或噻吩。

[0020] 当所述步骤 1 中的导电聚合物单体为吡咯时,所述步骤 4 中的引发剂为氯化铁,所述氯化铁与吡咯单体的摩尔比为 2:1 ~ 1:3。

[0021] 当所述步骤 1 中的导电聚合物单体为苯胺或噻吩时,所述步骤 4 中的引发剂为过硫酸铵,所述过硫酸铵与苯胺或噻吩单体的摩尔比为 1:1 ~ 4:1。

[0022] 所述步骤 2 中,所述溶剂为水、乙醇、乙二醇、丙酮、氯仿、N-甲基吡咯烷酮、四氢呋喃、二甲基甲酰胺或甲苯中的一种或多种的混合物;所述石墨烯分散液的浓度为 0.01mg/mL ~ 3mg/mL。

[0023] 所述步骤 3 中,所述石墨烯与导电聚合物单体的混合液中,石墨烯与导电聚合物单体的质量比为 1:30 ~ 10:1;

[0024] 所述步骤 4 中,所述原位聚合反应在 -15 ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ 下进行,反应时间为 1 ~ 24h。

[0025] 所述步骤 5 中,所述过滤处理采用普通过滤或减压抽滤,在过滤过程中使用乙醇和水反复交替洗涤,以去除预备液中的杂质;所述干燥处理使用冷冻干燥或在 20 ~ 100 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥。

[0026] 所述步骤 6 中,所述环氧树脂的用量占所述环氧树脂胶体系的 80wt% ~ 95wt%,所述固化剂的用量占所述环氧树脂胶体系的 1wt% ~ 12wt%,所述促进剂的用量占所述环

氧树脂胶体系的 0.3wt%~5wt%；

[0027] 所述环氧树脂为双酚 A 型环氧树脂 E44、双酚 A 型环氧树脂 E51、双酚 A 型环氧树脂 E54、双酚 A 型环氧树脂 EPON826 或双酚 A 型环氧树脂 EPON828；所述固化剂为六氢邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐、丁二酸酐、己二酸酐、双氰胺或对苯二胺；所述促进剂为二-乙基-四甲基咪唑、咪唑、二甲基咪唑或三乙胺。

[0028] 所述步骤 7 中，所述环氧树脂体系与石墨烯导电聚合物复合材料的质量比为 100：2~30。

[0029] 本发明还提供一种采用所述石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法制备的石墨烯导电聚合物导电胶。

[0030] 本发明的有益效果：本发明石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法及石墨烯导电聚合物导电胶，采用石墨烯导电聚合物作为导电填料，解决了传统导电胶中导电填料的含量过高、价格昂贵、制备工艺复杂、对环境污染性高等缺点。所述石墨烯导电聚合物的制备采用了原位聚合的方法，使得导电聚合物与石墨烯的分散更为均匀，制得石墨烯导电聚合物的稳定性高，电导率得到保证。本发明还可以在所述石墨烯导电聚合物的制备过程中，通过对石墨烯与导电聚合物单体的原料配比的调整，实现对石墨烯导电聚合物的尺寸的控制。本发明制得的石墨烯导电聚合物导电胶具有电导率高、环境友好等优点，可用于薄膜晶体管-液晶显示器中取代导电金胶或导电银胶，也可应用于超细电路连接中。本发明制得的石墨烯导电聚合物分散于一定溶剂后，还可以制成导电油墨，在柔性电路领域有着潜在的商业价值。

[0031] 为了能更进一步了解本发明的特征以及技术内容，请参阅以下有关本发明的详细说明与附图，然而附图仅提供参考与说明用，并非用来对本发明加以限制。

附图说明

[0032] 下面结合附图，通过对本发明的具体实施方式详细描述，将使本发明的技术方案及其他有益效果显而易见。

[0033] 附图中，

[0034] 图 1 为本发明石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法的示意图；

[0035] 图 2 为本发明制得的石墨烯导电聚合物复合材料的微观结构示意图；

[0036] 图 3 为本发明石墨烯导电聚合物导电胶应用于薄膜晶体管-液晶显示器的结构示意图；

[0037] 图 4 为本发明石墨烯导电聚合物导电胶应用于薄膜晶体管-液晶显示器的结构示意图；

[0038] 图 5 为本发明石墨烯导电聚合物导电胶应用于薄膜晶体管-液晶显示器的结构示意图。

具体实施方式

[0039] 为更进一步阐述本发明所采取的技术手段及其效果，以下结合本发明的优选实施例及其附图进行详细描述。

[0040] 请参阅图 1，本发明提供一种石墨烯导电聚合物导电胶制备方法，其包括以下步

骤：

[0041] 步骤 1、提供石墨烯粉末和导电聚合物单体；

[0042] 步骤 2、提供溶剂，将所述石墨烯粉末加入所述溶剂中，通过搅拌、超声等方法得到石墨烯分散液；

[0043] 步骤 3、将所述导电聚合物单体加入所述石墨烯分散液中，通过搅拌、超声等方法得到分散均匀的石墨烯与导电聚合物单体的混合液；

[0044] 步骤 4、向所述石墨烯与导电聚合物单体的混合液中投入引发剂，使得导电聚合物单体在石墨烯表面发生原位聚合反应，得到石墨烯导电聚合物复合材料预备液；

[0045] 步骤 5、通过过滤、干燥等处理，除去所述石墨烯导电聚合物复合材料预备液中的溶剂和杂质，得到石墨烯导电聚合物复合材料粉末；

[0046] 步骤 6、称取一定比例的环氧树脂、固化剂和促进剂，混合，搅拌至分散均匀，得到环氧树脂胶体系；

[0047] 步骤 7、将所述石墨烯导电聚合物复合材料粉末分散于所述环氧树脂胶体系中，得到石墨烯导电聚合物导电胶预备材料；

[0048] 步骤 8、对所述石墨烯导电聚合物导电胶预备材料进行脱泡处理，得到石墨烯导电聚合物导电胶。

[0049] 所述步骤 1 中，所述石墨烯粉末的层数小于 10，尺寸为 1 ~ 10 μ m，电导率大于 1000S/m，所述导电聚合物单体是苯胺、吡咯或噻吩。

[0050] 当所述步骤 1 中的导电聚合物单体为吡咯时，所述步骤 4 中的引发剂为氯化铁，所述氯化铁与吡咯单体的摩尔比为 2:1 ~ 1:3。

[0051] 当所述步骤 1 中的导电聚合物单体为苯胺或噻吩时，所述步骤 4 中的引发剂为过硫酸铵，所述过硫酸铵与苯胺或噻吩单体的摩尔比为 1:1 ~ 4:1。

[0052] 所述步骤 2 中，所述溶剂为水、乙醇、乙二醇、丙酮、氯仿、N-甲基吡咯烷酮、四氢呋喃、二甲基甲酰胺或甲苯中的一种或多种的混合物；所述石墨烯分散液的浓度为 0.01mg/mL ~ 3mg/mL。

[0053] 所述步骤 3 中，所述石墨烯与导电聚合物单体的混合液中，石墨烯与导电聚合物单体的质量比为 1:30 ~ 10:1；

[0054] 通过对石墨烯与导电聚合物单体的配比的调整，可实现石墨烯导电聚合物的尺寸的控制。

[0055] 所述步骤 4 中，所述原位聚合反应在 -15 ~ 5 $^{\circ}$ C 下进行，反应时间为 1 ~ 24h。

[0056] 所述步骤 5 中，所述过滤处理采用普通过滤或减压抽滤，在过滤过程中使用乙醇和水反复交替洗涤，以去除预备液中的杂质；所述干燥处理使用冷冻干燥或在 20 ~ 100 $^{\circ}$ C 下干燥。

[0057] 所述步骤 6 中，所述环氧树脂的用量占所述环氧树脂胶体系的 80wt% ~ 95wt%，所述固化剂的用量占所述环氧树脂胶体系的 1wt% ~ 12wt%，所述促进剂的用量占所述环氧树脂胶体系的 0.3wt% ~ 5wt%；

[0058] 所述环氧树脂为双酚 A 型环氧树脂 E44、双酚 A 型环氧树脂 E51、双酚 A 型环氧树脂 E54、双酚 A 型环氧树脂 EPON826 或双酚 A 型环氧树脂 EPON828；所述固化剂为六氢邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐、丁二酸酐、己二酸酐、双氰胺或对苯二胺；所述促进剂为

二-乙基-四甲基咪唑、咪唑、二甲基咪唑或三乙胺。

[0059] 所述步骤 7 中,所述环氧树脂体系与石墨烯导电聚合物复合材料的质量比为 100 : 2 ~ 30。

[0060] 如图 2 所示,本发明制备的石墨烯导电聚合物复合材料粉末的微观结构显示为:导电聚合物 100 分散于石墨烯 200 表面或被石墨烯 200 所包裹,二者之间具有一定键连作用,整体上呈现三维网络结构。

[0061] 除应用于制备导电胶之外,还可以将该石墨烯导电聚合物分散于一定溶剂中,制成导电油墨,在柔性电路领域有着潜在的商业价值。

[0062] 本发明的石墨烯导电聚合物导电胶制备方法可进一步通过以下 3 个实施例进行描述。

[0063] 本发明石墨烯导电聚合物导电胶制备方法的第一实施例,包括如下步骤:

[0064] 步骤 1、提供石墨烯粉末和导电聚合物单体。

[0065] 所述石墨烯粉末的层数小于 10,尺寸为 1 ~ 10um,电导率大于 1000S/m。所述导电聚合物单体选用苯胺单体。

[0066] 步骤 2、将石墨烯粉末分散于体积比为 1 : 1 的乙醇与水的混合溶液中,并通过搅拌、超声等方法得到 0.1mg/mL 的石墨烯分散液。

[0067] 步骤 3、将苯胺单体加入所述石墨烯分散液中,并通过搅拌、超声等方法得到分散均匀的石墨烯与苯胺单体的混合液。优选的,石墨烯与苯胺单体的质量比为 1 : 30。

[0068] 步骤 4、配置 1mol/L HCl 溶解的过硫酸铵溶液作为引发剂,并在 -15℃ 下,将 HCl 溶解的过硫酸铵溶液逐滴滴入石墨烯与苯胺的混合液中,搅拌 24h,使得苯胺单体在石墨烯表面发生原位聚合,得到石墨烯聚苯胺复合材料预备液。优选的,过硫酸铵与苯胺单体的摩尔比为 1 : 1。

[0069] 步骤 5、将石墨烯聚苯胺复合材料预备液通过 0.2um 的微孔滤膜进行抽滤,抽滤过程使用 90mL 乙醇和 500mL 去离子水各自分三次洗涤,所述乙醇洗涤与去离子水洗涤交替进行,得到滤饼,将滤饼从微孔滤膜上揭下并放入小烧杯中,加入适量的水没过滤饼,在 0℃ 下冷冻后,再放入冷冻干燥箱中冷冻 12h,得到石墨烯聚苯胺复合材料粉末。

[0070] 步骤 6、将各组分按照如下质量比进行称量:双酚 A 型环氧树脂 E44 (93%)、六氢邻苯二甲酸酐 (6%)、二-乙基-四甲基咪唑 (1%),混合,搅拌至分散均匀,获得环氧树脂胶体系。

[0071] 步骤 7、将石墨烯聚苯胺复合材料粉末加入到环氧树脂体系中。优选的,环氧树脂体系与石墨烯聚苯胺复合材料粉末的质量比为 10 : 1。混合搅拌至分散均匀,获得石墨烯聚苯胺导电胶预备材料。

[0072] 步骤 8、将制得的石墨烯聚苯胺导电胶预备材料加入脱泡机,在 0.7KPa 真空度,500rpm 转速下,脱泡处理 30min,最终得到石墨烯聚苯胺导电胶。

[0073] 本发明石墨烯导电聚合物导电胶制备方法的第二实施例,包括如下步骤:

[0074] 步骤 1、提供石墨烯粉末和导电聚合物单体。

[0075] 所述石墨烯粉末的层数小于 10,尺寸为 1 ~ 10um,电导率大于 1000S/m。所述导电聚合物单体选择吡咯单体。

[0076] 步骤 2、将石墨烯粉末分散于异丙醇中,并通过搅拌、超声等方法得到 0.1mg/mL 石

墨烯分散液。

[0077] 步骤 3、将吡咯单体加入所述石墨烯分散液中,并通过搅拌、超声等方法得到分散均匀的石墨烯与吡咯单体的混合液。优选的,石墨烯与吡咯单体的质量比为 1:1。

[0078] 步骤 4、配置 0.4mol/L 氯化铁醇溶液作为引发剂,并在 -10℃ 下,将氯化铁醇溶液逐滴滴入石墨烯与吡咯的混合液中,搅拌 24h,使得吡咯单体在石墨烯表面发生原位聚合,得到石墨烯聚吡咯复合材料预备液。优选的,氯化铁与吡咯单体的摩尔比为 2:1。

[0079] 步骤 5、将石墨烯聚吡咯复合材料预备液通过 0.2um 的微孔滤膜进行抽滤,抽滤过程使用 90mL 乙醇和 500mL 去离子水各自分三次洗涤,所述乙醇洗涤与去离子水洗涤交替进行,得到滤饼,将滤饼从微孔滤膜上揭下并放入真空干燥箱中,在 100℃ 下干燥 12h,得到石墨烯聚吡咯复合材料。

[0080] 步骤 6、将各组分按照如下质量比进行称量:双酚 A 型环氧树脂 E51 (91%)、四氢邻苯二甲酸酐 (7%)、二甲基咪唑 (2%),混合,搅拌至分散均匀,获得环氧树脂胶体系。

[0081] 步骤 7、将石墨烯聚吡咯复合材料加入到环氧树脂体系中。优选的,环氧树脂体系与石墨烯聚吡咯复合材料的质量比为 12:1。混合搅拌至分散均匀,获得石墨烯聚吡咯导电胶预备材料。

[0082] 步骤 8、将制得的石墨烯聚吡咯导电胶预备材料加入脱泡机,在 0.7KPa 真空度,500rpm 转速下,脱泡处理 30min,最终得到石墨烯聚吡咯导电胶。

[0083] 本发明石墨烯导电聚合物导电胶制备方法的第三实施例,包括如下步骤:

[0084] 步骤 1、提供石墨烯粉末和导电聚合物单体。

[0085] 所述石墨烯粉末的层数小于 10,尺寸为 1~10um,电导率大于 1000S/m。所述导电聚合物单体选择噻吩单体。

[0086] 步骤 2、将石墨烯粉末分散于 N-甲基吡咯烷酮 (NMP) 中,并通过搅拌、超声等方法得到 0.1mg/mL 的石墨烯分散液。

[0087] 步骤 3、将噻吩单体加入所述石墨烯分散液中,并通过搅拌、超声等方法得到分散均匀的石墨烯与噻吩单体的混合液。优选的,石墨烯与噻吩单体的质量比为 10:1。

[0088] 步骤 4、配置 1mol/L HCl 溶解的过硫酸铵溶液作为引发剂,并在 0℃ 下,将 HCl 溶解的过硫酸铵溶液逐滴滴入石墨烯与噻吩的混合液中,搅拌 24h,使得噻吩单体在石墨烯表面发生原位聚合,得到石墨烯聚噻吩复合材料预备液。优选的,过硫酸铵与噻吩单体的摩尔比为 3:1。

[0089] 步骤 5、将石墨烯聚噻吩复合材料预备液通过 0.2um 的微孔滤膜进行抽滤,抽滤过程使用 90mL 乙醇和 500mL 去离子水各自分三次洗涤,所述乙醇洗涤与去离子水洗涤交替进行,得到滤饼,将滤饼从微孔滤膜上揭下并放入真空干燥箱中,在 80℃ 下干燥 12h,得到石墨烯聚噻吩复合材料。

[0090] 步骤 6、将各组分按照如下质量比进行称量:双酚 A 型环氧树脂 EPON826 (88%)、六氢邻苯二甲酸酐 (9%)、三乙胺 (3%),混合,搅拌至分散均匀,获得环氧树脂胶体系。

[0091] 步骤 7、将石墨烯聚噻吩复合材料加入到环氧树脂体系中。优选的,环氧树脂体系与石墨烯聚噻吩复合材料的质量比为 8:1。混合搅拌至分散均匀,获得石墨烯聚噻吩导电胶预备材料。

[0092] 步骤 8、将制得的石墨烯聚噻吩导电胶预备材料加入脱泡机,在 0.7KPa 真空度,

500rpm 转速下,脱泡处理 30min,最终得到石墨烯聚噻吩导电胶。

[0093] 以上所述实施例仅为本发明的几种实施方式,本发明还可通过配比、组分等条件的变形和改进得到类似的石墨烯导电聚合物导电胶,在不脱离本发明构思的前提下,这些改变和变形都属于本发明后附的权利要求的保护范围。

[0094] 本发明制得的石墨烯导电聚合物导电胶可用于薄膜晶体管-液晶显示器(TFT-LCD)中取代导电金胶或导电银胶,在超细电路连接中也有着巨大的应用前景。

[0095] 如图 3 所示,本发明制备的石墨烯导电聚合物导电胶可代替导电金胶或导电银胶应用于薄膜晶体管-液晶显示器中,TFT(Thin Film Transistor,薄膜晶体管)基板 1 及与其相对设置的 CF(Color Filter,彩色滤光片)基板 2 的内表面均形成有 ITO 电极 3,TFT 基板 1 与 CF 基板 2 之间通过框胶 5 贴合,所述石墨烯导电聚合物导电胶 4 应用在 TFT 基板 1 与 CF 基板 2 之间以代替导电金胶或导电银胶。

[0096] 如图 4 所示,本发明制备的石墨烯导电聚合物导电胶可应用于薄膜晶体管-液晶显示器中实现微细电路的连接,TFT 基板 1 及与其相对设置的 CF 基板 2 的内表面均形成有 ITO 电极 3,TFT 基板 1 与 CF 基板 2 之间通过框胶 5 贴合,IC(Integrated circuit,集成电路)芯片 6 与 ITO(Indium tin oxide,氧化铟锡)电极 3 之间采用石墨烯导电聚合物导电胶 4 连接。

[0097] 如图 5 所示,本发明制备的石墨烯导电聚合物导电胶可应用于薄膜晶体管-液晶显示器中微细电路的连接,TFT 基板 1 及与其相对设置的 CF 基板 2 的内表面均形成有 ITO 电极 3,TFT 基板 1 与 CF 基板 2 之间通过框胶 5 贴合,通过石墨烯导电聚合物导电胶 4 将 IC 芯片 6 及电子元件 8 直接搭载在挠性印制线路板 7 上的铜箔 9 上,实现 IC 芯片 6 与 ITO 电极 3 的连接。

[0098] 综上所述,本发明石墨烯导电聚合物导电胶的制备方法及该石墨烯导电聚合物导电胶,采用石墨烯导电聚合物作为导电填料,解决了传统导电胶中导电填料的含量过高、价格昂贵、制备工艺复杂、对环境污染性高等缺点。所述石墨烯导电聚合物的制备采用了原位聚合的方法,使得导电聚合物与石墨烯的分散更为均匀,制得石墨烯导电聚合物的稳定性高,电导率得到保证。本发明还可以在所述石墨烯导电聚合物的制备过程中,通过对石墨烯与导电聚合物单体的原料配比的调整,实现对石墨烯导电聚合物的尺寸的控制。本发明制得的石墨烯导电聚合物导电胶具有电导率高、环境友好等优点,可用于薄膜晶体管-液晶显示器中取代导电金胶或导电银胶,也可应用于超细电路连接中。本发明制得的石墨烯导电聚合物分散于一定溶剂后,还可以制成导电油墨,在柔性电路领域有着潜在的商业价值。

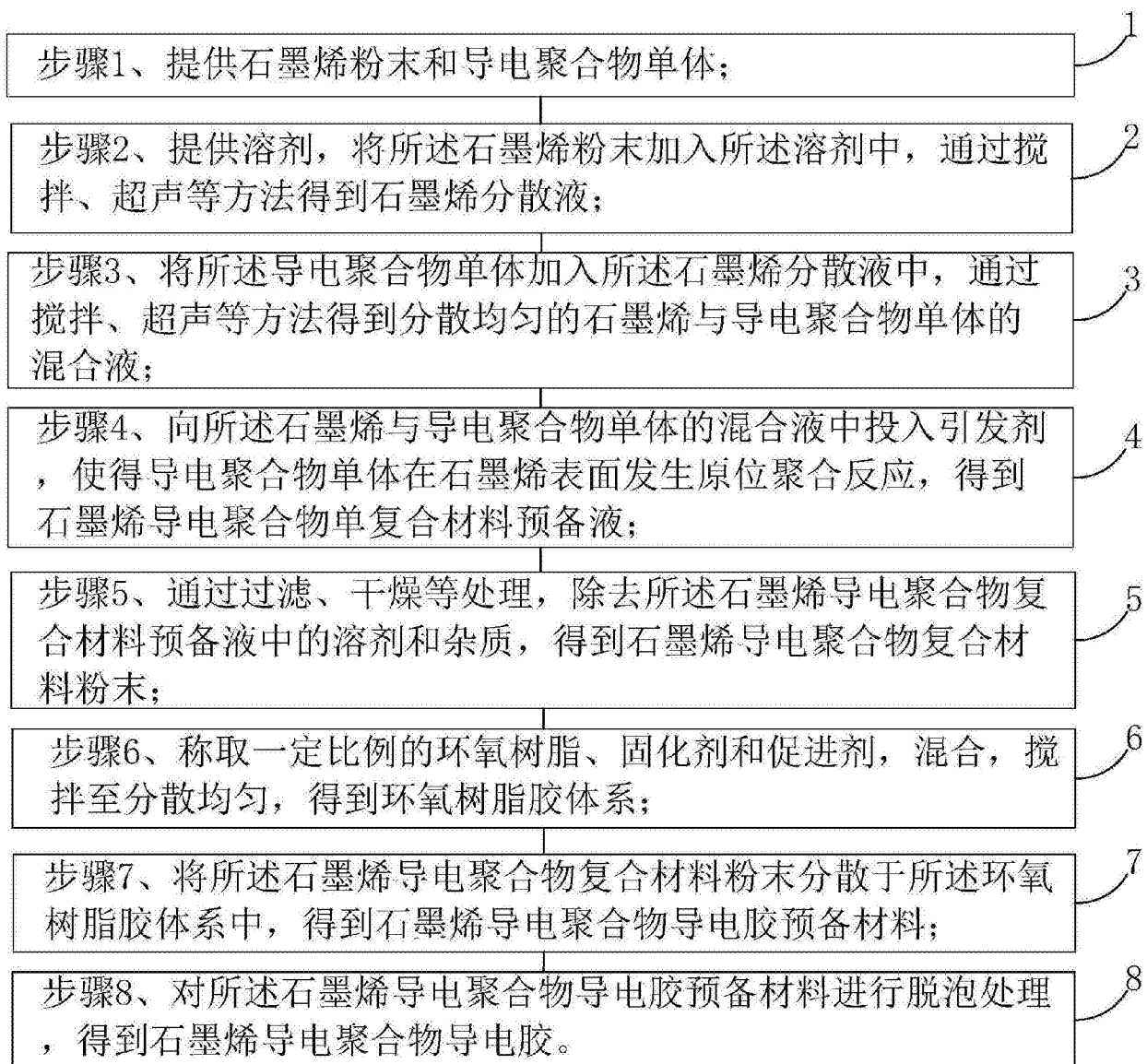


图 1

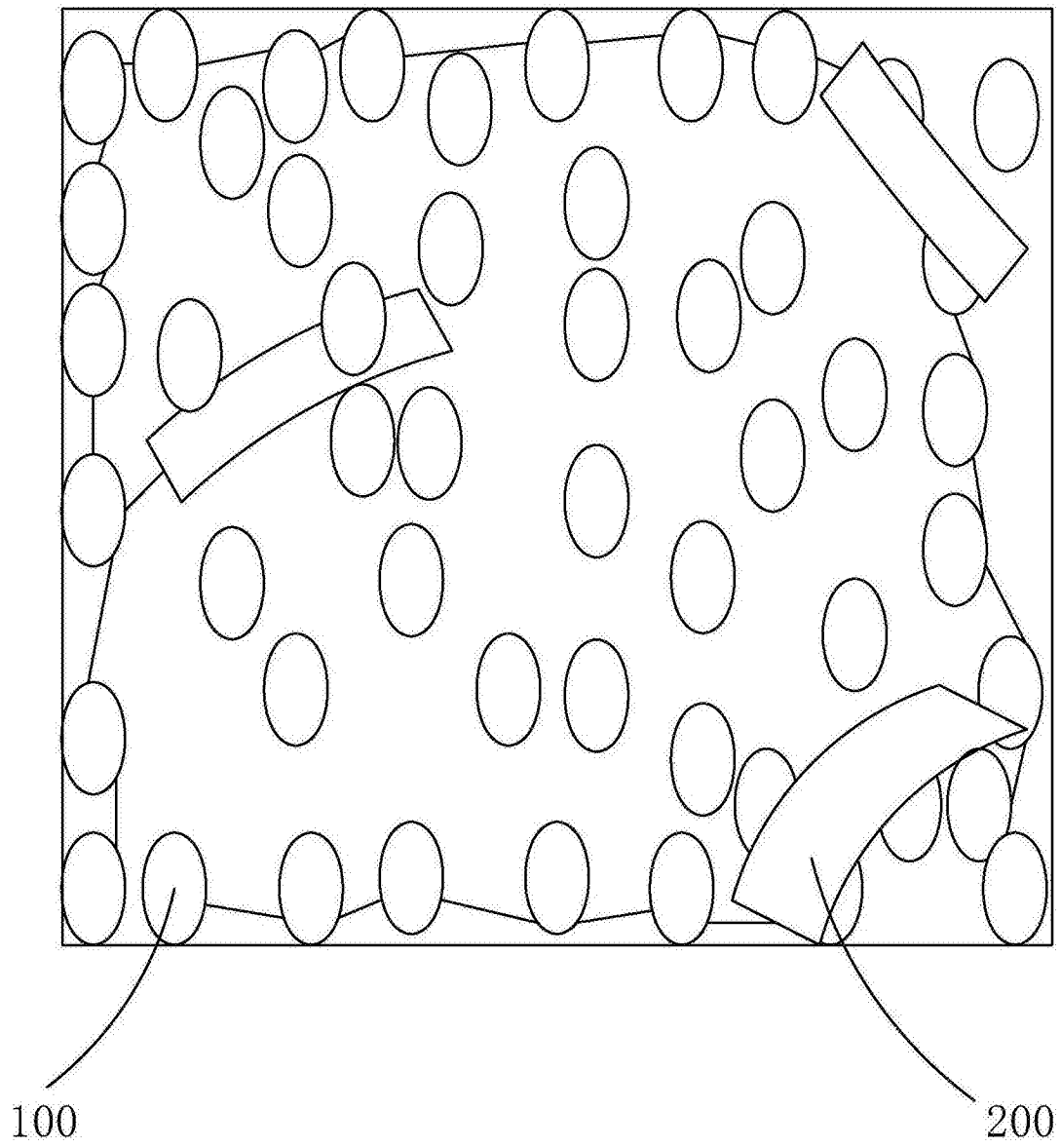


图 2

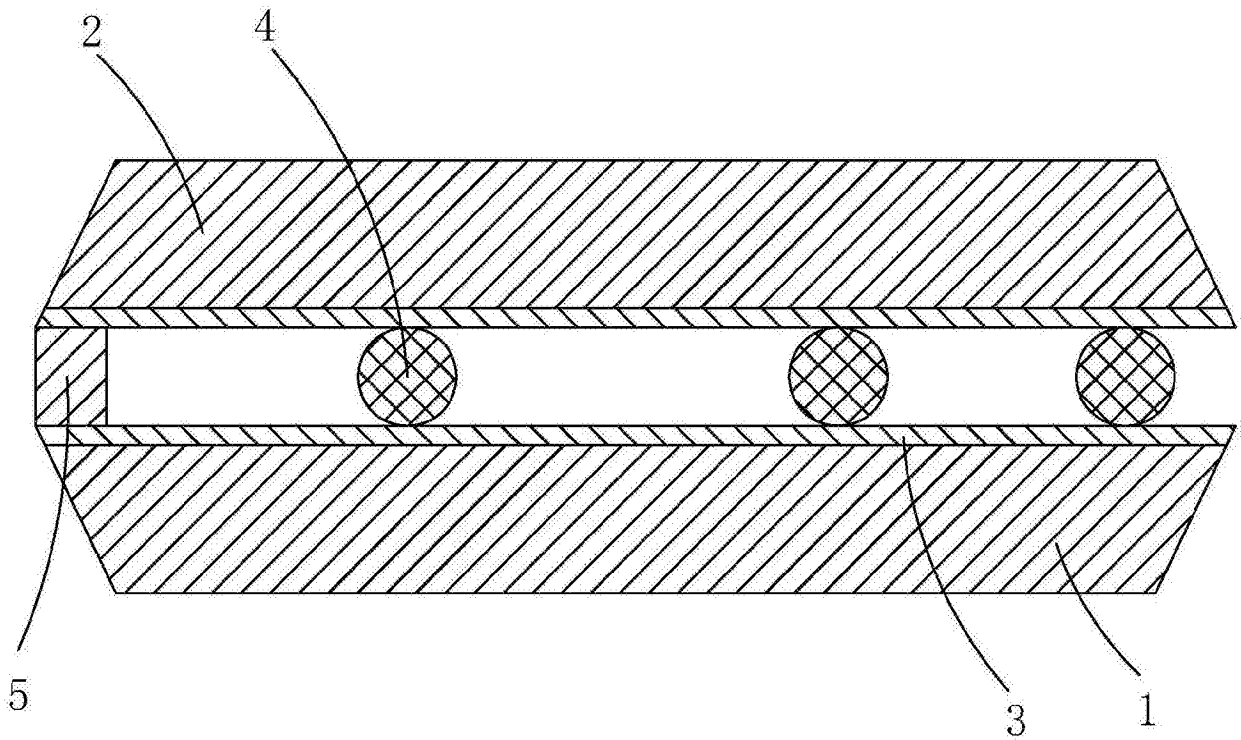


图 3

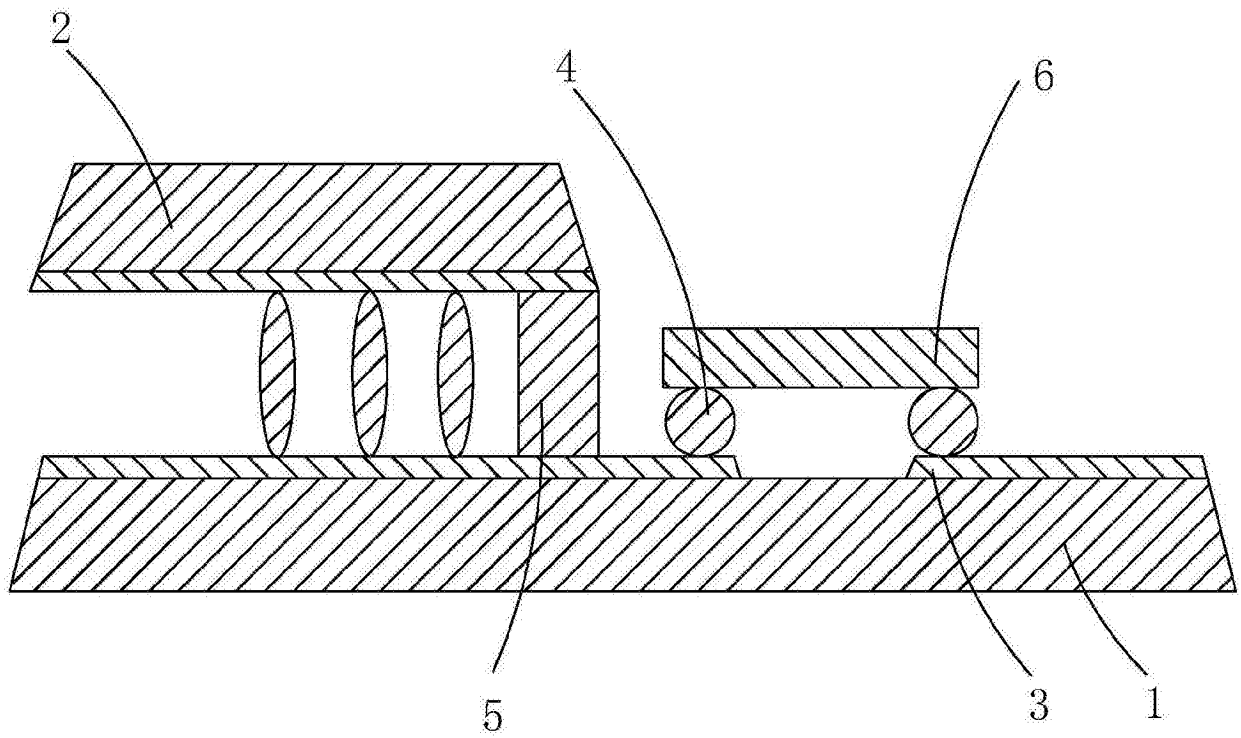


图 4

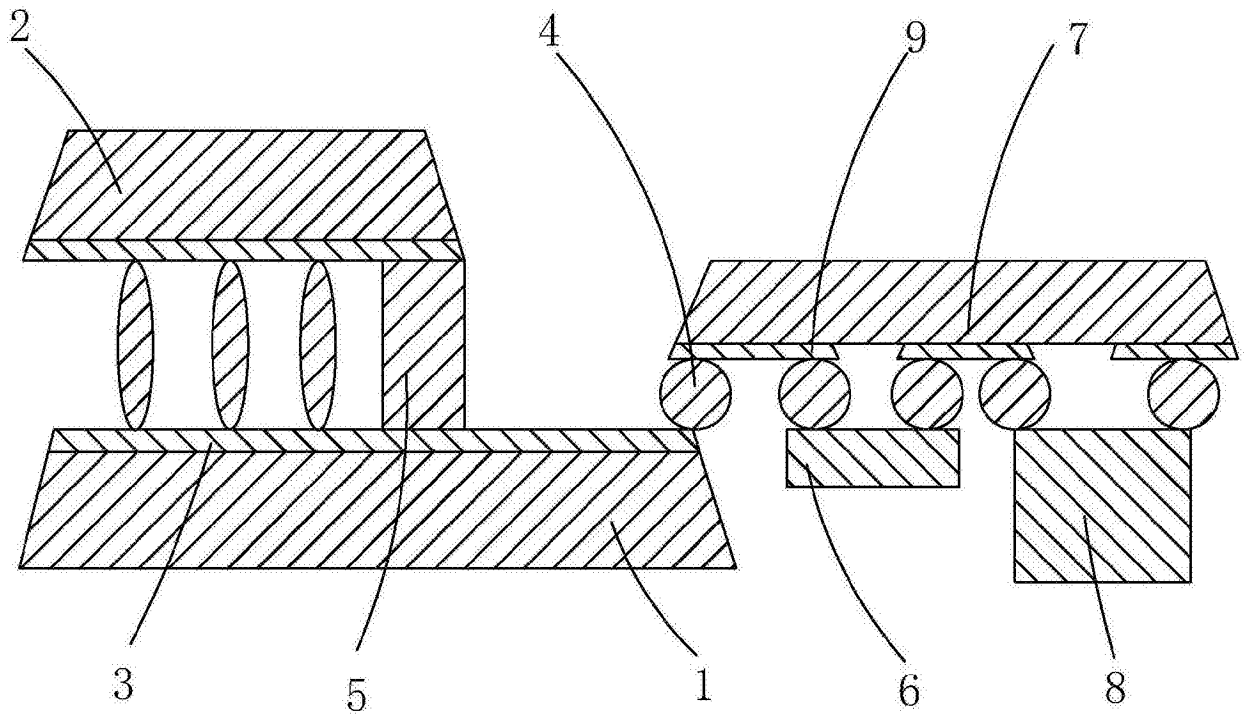


图 5