



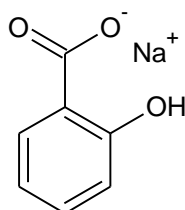
Praktikum Funktionsmaterialien Versuch V2

Herstellung eines Formkörpers aus einem Polymerleuchtstoffkomposit

Version 12/2016

Chemikalien

Natriumsalicylat $M = 160.11 \text{ g/mol}$



$\text{TbCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ $M = 373.29 \text{ g/mol}$

Ethanol $M = 46.07 \text{ g/mol}$

NaOH $M = 40.00 \text{ g/mol}$

$[\text{Tb}(\text{sal})_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ $M = 588.29 \text{ g/mol}$

Trioctylphosphinoxid $M = 386.63 \text{ g/mol}$

DMF $M = 73.10 \text{ g/mol}$

Silikonherstellung

Silikonkomponente A (VT3602KK)

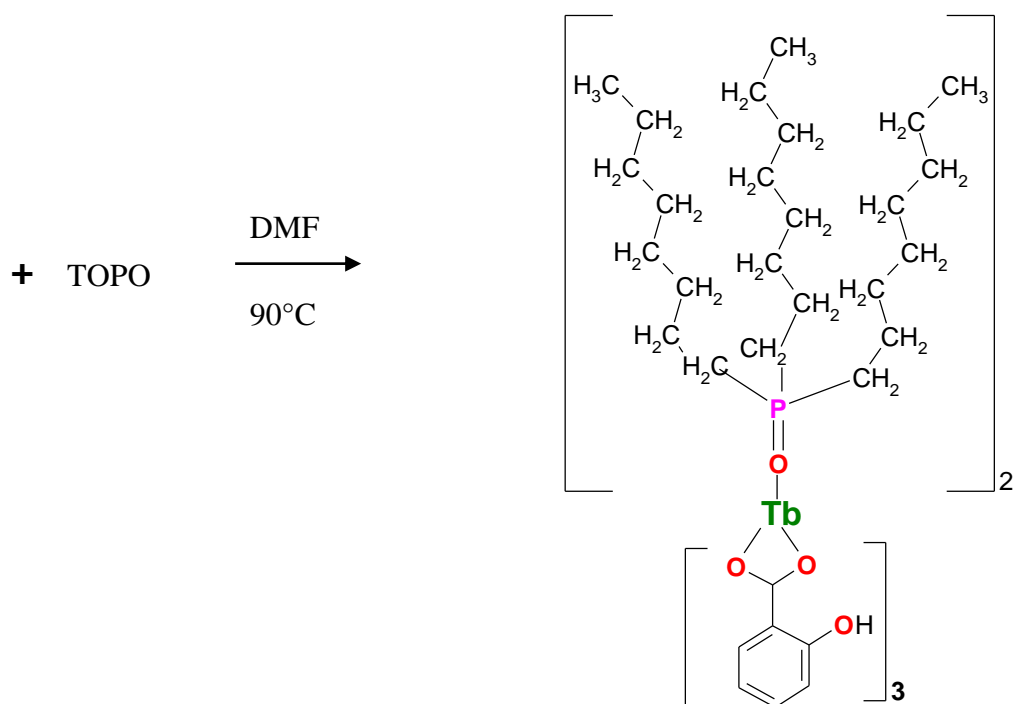
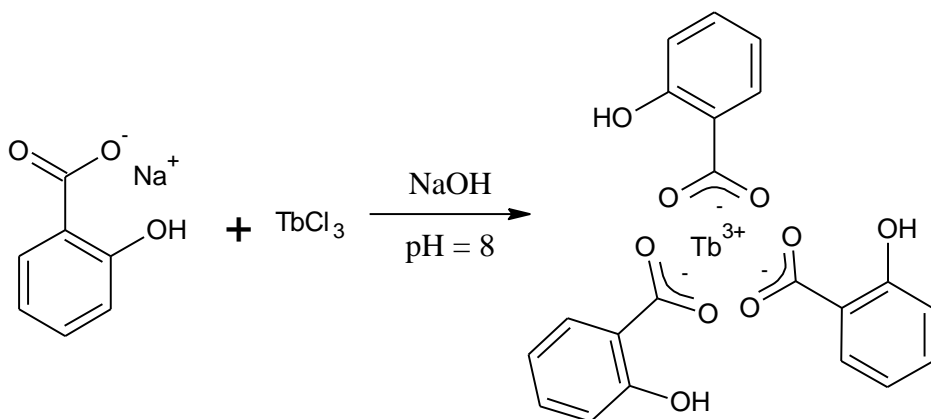
Härterkomponente B (H47)

n-Hexan

Geräte

Bechergläser
Eppendorf Pipetten
pH-Meter
Porzellannutsche
Filter 597
Vakuumtrockenschrank
100 ml Rundkolben mit Schliff
Rückflusskühler
Magnetheizrührer und Rührfisch
Rotationsverdampfer
Zentrifuge + Gläser
Kleine Petrischalen

Reaktionsgleichungen



Arbeitsbeschreibung zur Synthese des grün emittierenden [Tb(sal)₃]*H₂O

Es werden 9 mmol Natriumsalicylat in 30 ml Ethanol in der Wärme und kräftigem Rühren gelöst. Zu dieser Lösung tropft man langsam 6-8 ml einer Lsg., die 3 mmol Tb³⁺ enthält. Währenddessen muss der pH-Wert durch Zugabe von 1 mol/L NaOH auf 6,5-6,8 gehalten werden. Der Niederschlag wird in der Lösung offen auf ca. 70°C erwärmt (pH erneut prüfen) und so lange gerührt, bis das Volumen um ca. 1/4 reduziert wurde. Dabei sollte eine deutliche Zunahme der Niederschlagsmenge beobachtet werden. Nach dem Abkühlen erfolgt Abnutschen und Waschen mit H₂O und dann mit Ethanol. Trocknung im Trockenschrank bei 80°C. Von dem Komplex wird ein IR-Spektrum (Drift-Methode) und zunächst das Anregungsspektrum zwischen 230 und 400 nm für die 545 nm Emissionslinie des Tb³⁺ aufgenommen. Danach wird das Emissionsspektrum im Bereich zwischen 400 und 800 nm bei der Anregungswellenlänge aufgenommen, bei der im Anregungsspektrum das Intensitätsmaximum lag. An Hand des Emissionsspektrums soll der Farbort nach CIE 1931 und das Lumenäquivalent berechnet werden.

Arbeitsbeschreibung zur Synthese des Komplexes [Tb(sal)₃(TOPO)₂]

1 mmol des hergestellten Komplexes wird im 100 ml Rundkolben in 20 ml DMF in der Wärme unter Rühren gelöst. Dazu gibt man 2 mmol TOPO gelöst in 10 ml DMF (+ 10ml zum Ausspülen) und kocht bei 90°C 2h unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen wird das DMF am Rotationsverdampfer entfernt. Ist der Rückstand trüb oder lässt sich der entstandene Komplex nicht vollständig in Hexan lösen, so zentrifugiert man den Niederschlag ab und entfernt erneut das Lösungsmittel.

Arbeitsbeschreibung zur Herstellung des Silikon-Formkörpers

Es werden 40 mg des TOPO-Komplexes in 5 ml Hexan gelöst. Davon entnimmt man 0,5 ml, gibt diese zu 1,0 g der Silikonkomponente A (VT3602KK) im Schnappdeckelglas und rührt 30 min. offen, bevor man 1,0 g der Härterkomponente B (H47) zufügt und weitere 15 min. kräftig rührt.

Die Mischung wird in eine kleine Petrischale gegossen, so dass der Boden gut bedeckt ist. Entstandene Luftbläschen und auch überschüssiges Lösungsmittel entfernt man mindestens 30 min. lang in einem kleinen Vakuum-Exsikkator. Die Aushärtung erfolgt über Nacht bei 60°C. Erstellen Sie ein Anregungsspektrum und vergleichen Sie Intensität und die Lage der Anregungsbande mit dem Tbsal-Komplex. Um festzustellen, bei welcher Wellenlänge die Silikonmatrix absorbiert, wird pro Block ein Silikonformkörper ohne Komplex hergestellt.

Charakterisierung Zusammenfassung

1. Anregungs- und Emissionsspektrum $\text{Tb}(\text{sal})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
2. Anregungsspektrum $\text{Tb}(\text{sal})_3(\text{TOPO})_2$ unter gleichen Geräteeinstellungen
3. Absorptionsmessung Silikon ohne Komplex
4. Diskussion des Vergleichs der Anregung hinsichtlich Lage und Intensität
5. IR-Spektrum $\text{Tb}(\text{sal})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ mit Bandenauswertung
6. Berechnung Lumenäquivalent aus dem Emissionsspektrum mit Erläuterung des Begriffes
7. Bestimmung des Farbortes

Weitere Informationen

Die Synthese neuer (Funktions-)Materialien mit bislang unbekanntem Eigenschaften ist eine Schlüsseltechnologie des 21. Jahrhunderts. Neben der Synthese neuer Materialien konzentriert sich die materialwissenschaftliche Forschung auch auf die Verknüpfung unterschiedlicher Materialien oder chemischer Verbindungen, um die Palette der Werkstoffe, um neuartige Kompositmaterialien zu bereichern. Komposite werden schon seit geraumer Zeit u.a. als Füllstoffe in der zahnärztlichen Behandlung eingesetzt. Diese Komposite bestehen aus einer organischen Polymermatrix, die mit anorganischen Füllkörpern versetzt ist, um die mechanischen Eigenschaften zu optimieren.

Rezent sind dagegen optisch funktionalisierte Komposite, die für farbige oder leuchtende Beschichtungen, den Produktschutz, biochemische oder sicherheitstechnische Anwendungen von Interesse sind. Hierbei werden entweder lumineszierende Koordinationsverbindungen, z.B. Tb^{3+} - oder Eu^{3+} -Komplexe, oder Nanopartikel, z.B. $\text{ZnS}:\text{Ag}$, mit Polymervorstufen vermischt, wobei durch die anschließende Polymerisationsreaktion leuchtende Schichten oder Formkörper erhalten werden können. Als Polymere eignen sich insbesondere PMMA, PEMA, PU, oder Polycarbonat, da sich diese durch hohe Transparenz und Polarität auszeichnen.

Literatur

- [1] Saechtling Kunststoff Taschenbuch, 30. Auflage, Hanser-Verlag, ISBN 3-446-22670-2
- [2] Hong-Guo Liu, Fei Xiao, Wan-Song Zhang, Younghua Chung, Hyo-Jin Seo, Kiwan Jang, Yong-Il Lee, Journal of Luminescence 114 (2005) 187–196