



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 111913329 A

(43) 申请公布日 2020. 11. 10

(21) 申请号 202010863622.2 *G03F 1/00* (2012.01)

(22) 申请日 2020.08.25 *G23C 14/08* (2006.01)

(71) 申请人 上海交通大学 *G23C 14/18* (2006.01)

地址 200240 上海市闵行区东川路800号 *G23C 14/58* (2006.01)

申请人 上海空间电源研究所 *G23C 14/35* (2006.01)

(72) 发明人 周涵 钱珍莉 唐道远 徐建明
刘向辉 范同祥

(74) 专利代理机构 上海汉声知识产权代理有限公司 31236

代理人 胡晶

(51) Int. Cl.

G02F 1/1524 (2019.01)

G02F 1/1506 (2019.01)

G02F 1/1523 (2019.01)

G02F 1/155 (2006.01)

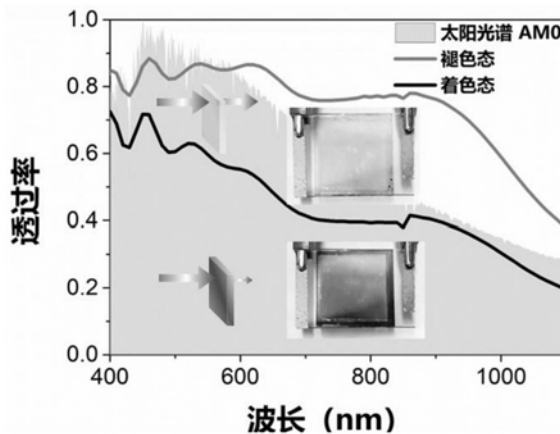
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件及制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件及其制备方法,该制备方法包括以下步骤:S1:选取基底,并对基底进行前处理;S2:在处理后的基底上制备高透过率导电层;S3:在所述高透过率导电层上沉积 WO_3 层作为变色层,然后在 WO_3 层上继续沉积 Ta_2O_5 作为电解质层,然后进行退火处理,得到晶态 WO_3 ;S4:继续沉积金属氧化物作为离子存储层,然后在金属氧化物的基础上重复步骤S2,得到电致变色薄膜器件;其中,若基底为透明导电材料,直接在处理后的基底上进行步骤S3。通过该方法得到的电致变色薄膜器件可以从可见至红外光调控光性能,而且可以针对不同的波段而设计组分得到各种各样不同的变色和热管理性能。



1. 一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1: 选取基底,并对基底进行前处理;

S2: 在处理后的基底上制备高透过率导电层;

S3: 在所述高透过率导电层上沉积 WO_3 层作为变色层,然后在 WO_3 层上继续沉积 Ta_2O_5 作为电解质层,然后进行退火处理,得到晶态 WO_3 ;

S4: 继续沉积金属氧化物作为离子存储层,然后在金属氧化物的基础上重复步骤S2,得到电致变色薄膜器件;

其中,若基底为导电材料,直接在处理后的基底上进行步骤S3。

2. 根据权利要求1所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,实施所述步骤S4之前,将未完成的器件通过电化学工作站,采用循环伏安法嵌入锂离子,干燥。

3. 根据权利要求1或2所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述步骤S2具体为:

采用气相沉积法在处理后的基底上沉积金属层,然后在金属层上涂覆 $2-3\mu m$ 的光刻胶,覆盖掩模板进行光刻,然后进行刻蚀,最后清洗残余光刻胶,得到所述的高透过率导电层。

4. 根据权利要求3所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述掩模板由稀疏分布的微纳米线条形成高透过率的图案制成的,所述图案为 $3-7\mu m$ 线宽的线条形成周期为百微米的阵列。

5. 根据权利要求3所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述金属层的材质为Au、Pt、Ag中的任意一种。

6. 根据权利要求3所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述金属层的厚度为 $40-65nm$ 。

7. 根据权利要求1或2所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述步骤S3具体包括:

S301: 采用气相沉积法在高透过率导电层上沉积 WO_3 层;

S302: 采用气相沉积法在 WO_3 层上沉积 Ta_2O_5 作为电解质层;

S303: 退火处理: 在惰性气体保护下,随炉升温至 $400-650^\circ C$,升温速率为 $1-5^\circ C/min$,保温时间为 $2-4h$,然后随炉冷却。

8. 根据权利要求7所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述步骤S301和步骤S302中:采用磁控溅射沉积 WO_3 和 Ta_2O_5 时,氩气流量与氧气流量为 $15-5:1$ 。

9. 根据权利要求1或7所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,在所述步骤S3中,所述 WO_3 层的厚度为 $150-500nm$,所述电解质层的厚度为 $75-150nm$ 。

10. 根据权利要求1所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述步骤S4中,所述金属氧化物为 WO_3 或 NiO 。

11. 根据权利要求1所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述步骤S4中,所述金属氧化物的厚度为 $100-250nm$ 。

12. 根据权利要求2所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述循环伏安法采用硫酸或锂酸电解液,对未完成的器件施加绝对值小于6V的正负电压。

13. 根据权利要求1所述的可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,其特征在于,所述基底的材质为CaF₂、BaF₂、NaCl、KBr、SiO₂或ITO玻璃。

14. 一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件,其特征在于,所述电致变色薄膜器件由权利要求1-13任一项所述的方法制备得到的。

可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件及制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于智能热控薄膜领域,尤其涉及一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件及其制备方法。

背景技术

[0002] 电致变色材料是可以通过外场的电压实行光性能实时调控的智能材料,在施加电压过程中,光性能会随着电压改变产生连续性变化,通常在可见波段低透明状态称为着色,高透明为褪色。电致变色材料大多由过渡金属氧化物为主,分为阴性和阳性,分别指通过负电压和正电压着色的材料。由于需要电场的供应,材料本身无法独立变色,单层的材料需要在电化学工作站中,通过施加电压和电解液提供离子才能变色。实际应用中,全固体的电致变色器件通常由5层薄膜组成,分别是:电极层,变色层,电解质层,离子存储层和电极层。其中电极是直接连接正负极的导电层,变色层是电致变色材料,电解质层提供离子传输通道,离子存储层则是在变色层褪色时,可以容纳离子的材料。本研究主要针对“多光谱复合调控智能热控薄膜制备技术、关键调控工艺”展开研究,是实现利用电场对智能热控薄膜在可见近红外和中红外波段光学性质调控的关键。

[0003] 经对现有技术的文献检索发现,围绕电致变色器件的制备方法,有不少文献报道,如2019年发表的中国专利CN201880027304.3,名称为:“电致变色装置”。该专利的技术特点在于发明了一种包括电极层、电致变色层和具有闭环形状的导电带的装置,合成的电致变色器件具有优异的颜色转换速度和电致变色均匀性,提升了目前大多电致变色器件变色相对长,大面积装置变色不均匀的困难。但是该技术仅能得到相对窄波段的性能提升,主要停留在可见波段的调控,不能调控红外或其它波段,限制了其在热管理等方面的性能及应用。美国Ashwin Ushas公司的专利申请号PCTUS201332320中,新型的电致变色材料的制备是通过改变聚苯胺分子结构,得到了一系列包含多杂环的聚苯胺衍生物,并通过新型的掺杂手段制备了针对特定波段调控性能优异的导电高分子材料。高分子材料有效提高电致变色器件的变色效率和缩短响应时间,但是基于是有机物材料,其稳定性和寿命仍有待优化。美国Eclipse Energy Systems公司在美国专利US7265890B1中研制了EclipseVED全无机固态5层薄膜结构 W_3O_3 基电致发射率薄膜器件,其能耗低、质量轻,并增加了红外透明保护膜,能够有效地调节物体表面的发射率。其专利得出的样品也顺利在外太空经过测验,具备高稳定性和变色性能。然而其变色波段仅限于红外辐射率,在可见波段器件呈不透明状态,限制了其在许多对可见有要求的应用,如屏幕、反光镜、智能窗户、太阳能电池等。

发明内容

[0004] 本发明提供一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件及其制备方法,该电致变色薄膜器件可以从可见至红外光调控光性能,而且可以针对不同的波段而设计组分得到各种各样不同的变色和热管理性能。

- [0005] 为实现上述目的,本发明的技术方案为:
- [0006] 一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法,包括以下步骤:
- [0007] S1:选取基底,并对基底进行前处理;
- [0008] S2:在处理后的基底上制备高透过率导电层;
- [0009] S3:在所述高透过率导电层上沉积 WO_3 作为变色层,然后在 WO_3 层上继续沉积 Ta_2O_5 作为电解质层,然后进行退火处理,得到晶态 WO_3 ;
- [0010] S4:继续沉积金属氧化物作为离子存储层,然后在金属氧化物的基础上重复步骤S2,得到电致变色薄膜器件;
- [0011] 其中,若基底为导电材料,直接在处理后的基底上进行步骤S3。
- [0012] 优选地,电解质层提供了离子传输通道,作为离子传输层,为保障足够数量的离子能够为了达到电荷平衡而进入变色层,以实现变色,向离子传输层注入锂离子,实施所述步骤S4之前,将未完成的器件通过电化学工作站,采用循环伏安法嵌入锂离子,干燥;
- [0013] 其中,所述循环伏安法采用硫酸或锂酸电解液,对未完成的器件施加绝对值小于6V的正负电压。
- [0014] 具体地,所述步骤S2具体为:
- [0015] 采用气相沉积法在处理后的基底上沉积金属层,然后在金属层上涂覆 2-3 μm 的光刻胶,覆盖掩模板进行光刻,然后进行电子束刻蚀,最后用丙酮清洗残余光刻胶,得到所述的高透过率导电层。
- [0016] 具体地,所述掩模板由稀疏分布的微纳米线条形成高透过率的图案制成的,所述图案为3-7 μm 线宽的线条形成周期为百微米的阵列,由此可以使可见与红外透过率达到92%以上,同时保障金属网格的导电性能。
- [0017] 优选地,所述金属层的材质采用不易氧化且导电性高的Au、Pt、Ag中的任意一种。
- [0018] 优选地,所述金属层的厚度为40-65nm,金属层经过后续的光刻成为导线层,若金属层厚度小于40nm,则会降低其导电性和寿命,若高于65nm,则会降低导电层的透过率。
- [0019] 具体地,所述步骤S3具体包括:
- [0020] S301:采用气相沉积法在高透过率导电层上沉积 WO_3 层;
- [0021] S302:采用气相沉积法在 WO_3 层上沉积 Ta_2O_5 作为电解质层;
- [0022] S303:对未完成的器件进行退火处理,得到晶态 WO_3 ,从而得到了有效红外光性能调控的材料,其中退火处理在惰性气体保护下,随炉升温至 400-650 $^{\circ}C$,升温速率为1-5 $^{\circ}C/min$,保温时间为2-4h,然后随炉冷却,将器件随炉升温,且升温速率控制在1-5 $^{\circ}C/min$,低速率的退火可以提高晶体质量,使晶粒变大并且缺陷变少,薄膜表面裂纹也相应变少,减少了被嵌入的离子困在缺陷中的概率,加快褪色的响应时间。
- [0023] 优选地,所述步骤S301和步骤S302中:采用磁控溅射沉积 WO_3 和 Ta_2O_5 时,氩气流量大于氧气流量,氩气流量与氧气流量为15-5:1,溅射气压越大,器件在电解液中变色效率越高。
- [0024] 优选地,在所述步骤S3中,所述 WO_3 层的厚度为150-500nm, WO_3 层经过退火后结晶,成为变色层,若厚度小于150nm,则红外吸收会大幅度降低,大于500nm红外反射会整体提高,影响热控性能;所述电解质层的厚度为75-150nm,若电解质层的厚度小于75nm,则会容

易造成器件短路,大于150nm容易导致开路。

[0025] 优选地,所述步骤S4中,所述金属氧化物为 WO_3 或NiO。

[0026] 优选地,所述步骤S4中,所述金属氧化物的厚度为100-250nm,金属氧化物的厚度大于250nm,则会影响器件整体的光性能,降低变色性能,若厚度小于100nm,则容易导致器件短路。

[0027] 优选地,所述基底的材质为可见或红外高透明的无机材料,如: CaF_2 、 BaF_2 、NaCl、KBr等(0.3-25 μm 透过率大于92%),或对于需求波段高透明的无机材料,如 SiO_2 或ITO玻璃;

[0028] 前处理的具体过程可根据具体材料具体确定,例如:

[0029] 对于NaCl、KBr等易潮解的盐类窗片,前处理优选为抛光和干燥处理,前处理全过程需要避免材料受潮而降低其透过率;

[0030] 对于二氧化硅、导电玻璃等不易潮解的耐腐蚀窗片,前处理优选分别在三种有机溶液中进行定时超声清洗,其顺序与特征是:在甲苯中清洗10-20分钟,在丙酮中10-15分钟,在乙醇中10-20分钟,最后在去离子水中20-30分钟。待用的基底可以在无水酒精保存(长时间存放用时再拿出来)。在基底上进行材料沉积之前需要将其吹干后进行5-15分钟的等离子表面处理。

[0031] 本发明采用的气相沉积是物理气相沉积或化学气相沉积,例如磁控溅射、电子束蒸发、热蒸镀、离子镀等沉积法。

[0032] 本发明还提供了一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件,其特征在于,所述电致变色薄膜器件由权利要求1-13任一项所述的方法制备得到的,包括基底,从基底到上依次有第一高透过率导电层、 WO_3 变色层、 Ta_2O_5 电解质层、离子存储层、第二高透过率导电层,其中第一、第二高透过率导电层可以是金属网格透明导电层或透明导电层。

[0033] 本发明由于采用以上技术方案,使其与现有技术相比具有以下优点和积极效果:

[0034] 本发明将电致变色材料 WO_3 作为变色层,可见与红外波段透明的电子绝缘材料 Ta_2O_5 作为电解层,将褪色态和着色态的 WO_3 以不同的光学常数分别和 Ta_2O_5 的阻抗匹配下,在其中的一个状态下(褪色态)对所需波段的光有特定的响应,如减少反射、增强吸收等;以此类推,不同的材料匹配可以设计在某一个变色状态下进行红外的辐射调控;另外,金属导电网络的设计中,基于面积占比和周期的尺寸设计可以使导电层减少反射,增强器件的光性能;最后,晶态的 WO_3 具备的晶格特征可以优化器件散热时的红外辐射率,优化其热控性能。本发明以多层的组分和结构设计,结合 WO_3 晶体的研究与优化,实现超宽波段的光性能和热控性能的调控与优化,得到宽波段调控的电致变色薄膜器件。该电致变色薄膜器件在可见光波段具有透明和散热的效果,在红外波段具有高辐射散热的效果,而在红外波段低辐射具有隐身保温的效果。

[0035] 本发明首次针对电致变色器件在可见波段和红外波段同时调控的设计制得可调控超宽波段的基于电致变色的热控薄膜器件。

[0036] 本发明提供的制备方法重复性高、原料选择范围广,方法简单。

附图说明

[0037] 图1为本发明实施例1中的器件在不同变色状态下呈现的可见光透过率变化对比

图；

[0038] 图2为本发明实施例中的器件在不同变色状态下呈现的红外辐射率变化对比图。

具体实施方式

[0039] 以下结合附图和具体实施例对本发明提出的一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件及其制备方法作进一步详细说明。根据下面说明和权利要求书，本发明的优点和特征将更清楚。

[0040] 一种可见至中红外波段可调控光性能的电致变色薄膜器件的制备方法，包括以下步骤：

[0041] S1：选取基底，基底的材质为可见或红外高透明的无机材料，如： CaF_2 、 BaF_2 、 NaCl 、 KBr 等（ $0.3\text{--}25\mu\text{m}$ 透过率大于92%），或对于需求波段高透明的无机材料，如 SiO_2 或ITO玻璃；并对基底进行前处理；

[0042] 前处理的具体过程可根据具体材料具体确定，例如：

[0043] 对于 NaCl 、 KBr 等易潮解的盐类窗片，前处理优选为抛光和干燥处理，前处理全过程需要避免材料受潮而降低其透过率；

[0044] 对于二氧化硅、导电玻璃等不易潮解的耐腐蚀窗片，前处理优选分别在三种有机溶液中进行定时超声清洗，其顺序与特征是：在甲苯中清洗10-20分钟，在丙酮中10-15分钟，在乙醇中10-20分钟，最后在去离子水中20-30分钟。待用的基底可以在无水酒精保存（长时间存放用时再拿出来），在基底上进行材料沉积之前需要将其吹干后进行5-15分钟的等离子表面处理；

[0045] S2：在处理后的基底上制备高透过率导电层；

[0046] 具体地，步骤S2具体为：

[0047] 采用气相沉积法在处理后的基底上沉积金属层，金属层的材质采用不易氧化且导电性高的 Au 、 Pt 、 Ag 中的任意一种，然后在金属层上涂覆 $2\text{--}3\mu\text{m}$ 的光刻胶，覆盖掩模板进行光刻，然后进行电子束刻蚀，最后用丙酮清洗残余光刻胶，得到所述的高透过率导电层；所述金属层的厚度为 $40\text{--}65\text{nm}$ ，金属层经过后续的光刻成为导线层，若金属层厚度小于 40nm ，则会降低其导电性和寿命，若高于 65nm ，则会降低导电层的透过率；

[0048] 具体地，所述掩模板由稀疏分布的微纳米线条形成高透过率的图案制成的，所述图案为 $3\text{--}7\mu\text{m}$ 线宽的线条形成周期为百微米的阵列，由此可以使可见与红外透过率达到92%以上，同时保障金属网格的导电性能；

[0049] 其中，若基底为透明导电材料，步骤S2可省略；

[0050] S3：在所述高透过率导电层上沉积 WO_3 ，然后在 WO_3 层上继续沉积 Ta_2O_5 作为电解质层，然后进行退火处理，得到晶态 WO_3 ；

[0051] 具体地，所述步骤S3具体包括：

[0052] S301：采用气相沉积法在高透过率导电层上沉积 WO_3 层作为变色层；

[0053] S302：采用气相沉积法在离子存储层上沉积 Ta_2O_5 作为电解质层；

[0054] S303：对未完成的器件进行退火处理，得到晶态 WO_3 ，从而得到了有效红外光性能调控的材料，其中退火处理在惰性气体保护下，随炉升温至 $400\text{--}650^\circ\text{C}$ ，升温速率为 $1\text{--}5^\circ\text{C}/$

min,保温时间为2-4h,然后随炉冷却,将器件随炉升温,且升温速率控制在1-5°C/min,低速率的退火可以提高晶体质量,使晶粒变大并且缺陷变少,薄膜表面裂纹也相应变少,减少了被嵌入的离子困在缺陷中的概率,加快褪色的响应时间;

[0055] 优选地,所述步骤S301和步骤S302中:采用磁控溅射沉积 W_3O_3 和 Ta_2O_5 时,氩气流量大于氧气流量,氩气流量与氧气流量为15-5:1,溅射气压越大,器件在电解液中变色效率越高;

[0056] 在所述步骤S3中,所述 W_3O_3 层的厚度为150-500nm, W_3O_3 层经过退火后结晶,成为变色层,若厚度小于150nm,则红外吸收会大幅度降低,大于500nm红外反射会整体提高,影响热控性能;所述电解质层的厚度为75-150nm,若电解质层的厚度小于75nm,则会容易造成器件短路,大于150nm容易导致开路。

[0057] S4:将未完成的器件通过电化学工作站,采用循环伏安法嵌入锂离子,然后干燥;

[0058] 其中,所述循环伏安法采用硫酸或锂酸电解液,对未完成的器件施加绝对值小于6V的正负电压;电解质层提供了离子传输通道,作为离子传输层,为保障足够数量的离子能够为了达到电荷平衡而进入变色层,以实现变色,因此通过电化学工作站向离子传输层注入锂离子;

[0059] S4:继续沉积金属氧化物作为离子存储层,金属氧化物可以与变色层是相同的材料 W_3O_3 或其他材料,如NiO,金属氧化物的厚度为100-250nm,金属氧化物的厚度大于250nm,则会影响器件整体的光性能,降低变色性能,若厚度小于100nm,则容易导致器件短路,然后在金属氧化物的基础上重复步骤S2,得到电致变色薄膜器件。

[0060] 本发明采用的气相沉积是物理气相沉积或化学气相沉积,例如磁控溅射、电子束蒸发、热蒸镀、离子镀等沉积法。

[0061] 本发明基于以下原理:多层结构中每一层的组分界面之间会产生反射,通过材料设计进行需求波段的阻抗匹配以减少反射,从而在电致变色器件中增大材料在红外辐射率的调控。如褪色态和着色态的 W_3O_3 以不同的光学常数分别和 Ta_2O_5 的阻抗匹配下,在其中的一个状态下(褪色态)对所需波段的光有特定的响应,如减少反射、增强吸收等;以此类推,不同的材料匹配可以设计在某一个变色状态下进行红外的辐射调控;另外,金属网格的设计中,基于面积占比和周期的尺寸设计可以使导电层减少反射,增强器件的光性能;最后,晶态的 W_3O_3 具备的晶格特征可以优化器件散热时的红外辐射率,优化其热控性能。本发明以多层的组分和结构设计,结合 W_3O_3 晶体的研究与优化,实现超宽波段的光性能和热控性能的调控与优化,得到宽波段调控的电致变色薄膜器件。

[0062] 宽波段的电致变色薄膜器件在不同应用下能够兼顾可见(颜色)和红外散热的不同需求。例如太阳能电池的热控涂层,在其工作状态下热控层需要在可见波段透明,以实现光电转换,而红外需要达到高辐射,以实现散热。在其不工作的状态下,可见波段可以不需要透明,而红外需要低辐射,已达到保温效果,并且可以因为其低辐射而有利于红外隐身的效果。智能显示屏,智能热控窗等也有类似的需求。

[0063] 实施例1

[0064] S1:选取厚度小于等于1毫米、面积小于6英寸的耐高温石英玻璃(二氧化硅片)作为基底材料;将二氧化硅片在甲苯中超声清洗20分钟,在丙酮中超声清洗15分钟,在乙醇中超声清洗20分钟,最后在去离子水中超声清洗20分钟,用流动的去离子水冲洗若干次,吹

干；

[0065] S2:将处理好的二氧化硅片进行10分钟的等离子表面处理,随即采用电子束蒸发先后沉积10nm的铬和60nm的金,其中铬的作用是增强沉积物在玻璃片上的附着力;在金属上旋涂3微米厚的正胶光刻胶,覆盖图案为100 微米边宽5微米线宽的方格阵列的掩模板,对样品进行10秒的紫外曝光和1 分钟的显影;对光刻好的样品进行4分钟的离子束刻蚀。将样品放置在丙酮中浸泡清洗15分钟去胶,再用去离子水清洗,吹干;

[0066] S3:在样品上分别磁控溅射沉积350nm的 W_3O_3 (氩氧比30:2)和100nm 的 Ta_2O_5 (氩氧比30:3),溅射功率为300W,然后进行退火处理,氩气气氛,随炉升温,升温速率为 $1^{\circ}C/min$,升温至 $550^{\circ}C$,保温3个小时,随炉冷却;

[0067] S4:将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入锂离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液,吹干后待用;

[0068] S5:磁控溅射沉积200nm的 W_3O_3 (氩氧比30:2),并按照步骤S2的方法制备一层金属网格透明导电层,完成器件制备。

[0069] 请参见图1和图2,其所示分别为器件在不同变色状态下呈现的可见光透过率和红外的辐射率变化对比图,其中三角形点代表着色状态下呈现的光性能,正方形点代表褪色状态下呈现的光性能。图中可见,本实例制备的变色器件具有从可见至中红外超宽波段的光性能调控,并且实现了在器件褪色(可见高透)状态下达到散热性能(红外高辐射)。因此可见,本实施例所得到的变色器件的在可见至红外具有良好光性能调控和热管理性能。

[0070] 实施例2

[0071] S1:选取厚度小于等于1毫米、面积小于6英寸的ITO导电玻璃作为基底材料,将ITO玻璃如上述实施例1步骤S1中的超声清洗步骤进行前处理;

[0072] S2:在两片ITO玻璃上同时磁控溅射沉积350nm的 W_3O_3 ,溅射功率为 300W,氩氧比30:2;

[0073] S3:在其中一片上再沉积100nm的 Ta_2O_5 ,溅射功率为300W,氩氧比 30:3,然后在沉积了 Ta_2O_5 的ITO玻璃进行退火处理,氩气气氛,随炉升温,升温速率为 $1^{\circ}C/min$,升温至 $550^{\circ}C$,保温3个小时,随炉冷却,并且将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液,吹干后待用;

[0074] S4:将两片样品的沉积物进行贴合,完成器件制备。

[0075] 这个实施例中所得器件与实施例1的结构相同,基底不同,而在最后贴合的步骤时,可以选择性在器件中加入电解液,更方便器件的测试。本实施例所得到的电致变色器件在可见至红外光谱范围内具有良好的光性能调控和热管理性能。

[0076] 实施例3

[0077] 选取双面抛光的KBr作为基底材料,清理方式为抛光和等离子表面处理;在处理过的基底上分别磁控溅射沉积30nm的ITO,350nm的 W_3O_3 (氩氧比 30:2)和100nm的 Ta_2O_5 (氩氧比30:3),溅射功率为300W;然后在氩气保护下在 $550^{\circ}C$ 下退火3个小时,升温速率为 $1^{\circ}C/min$;将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液;最后,磁控溅射沉积200nm的 W_3O_3 (氩氧比30:2)和30nm的 ITO,完成器件制备。本实施例所得到的电致变色器件在可见至红外光谱范围内具有良好的光性能调控和热管理性能。

[0078] 实施例4

[0079] 选取实施例1中描述的耐高温石英玻璃(二氧化硅片)作为基底材料,清理方式与实施例1相同;在基底上分别磁控溅射沉积350nm的 WO_3 和 100nm的 Ta_2O_5 (氩氧比30:3,溅射功率300W),其中, WO_3 制备过程中,氩氧比例为60:4,溅射功率为150W,然后在氩气保护下在550℃下退火3个小时,升温速率为1℃/min;将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液;最后,磁控溅射沉积200nm的 WO_3 ,氩氧比例为60:8,溅射功率为300W,完成器件制备。本实施例所得到的电致变色器件由于降低溅射沉积变色 WO_3 层的功率,使变色层 WO_3 得到更疏松的薄膜结构,褪色速率可以提升50%,而作为离子存储层,第二次溅射的 WO_3 由于氩氧比由60:4升高至60:8,其宽波透过率更高,着色不明显,可以更好的辅助变色层的性能不被其着色所影响,可见至红外光谱范围内具有良好的光性能调控和热管理性能。

[0080] 实施例5

[0081] 选取与实施例1相同的石英玻璃作为基底材料,前处理与实施例相同;在基底上分别磁控溅射沉积350nm的 WO_3 (氩氧比30:2)和100nm的 Ta_2O_5 (氩氧比30:3),溅射功率为300W;然后在氩气保护下在550℃下退火3个小时,其中升温速率调为2℃/min;将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液;最后,磁控溅射沉积200nm的 WO_3 (氩氧比30:2),完成器件制备。本实施例提高了退火升温速率,因此 WO_3 层的晶粒更小、薄膜空隙更多,可见波段着色更快并均匀度高,但是褪色速度会有所降低,可见至红外光谱范围内具有良好的光性能调控和热管理性能。

[0082] 实施例6

[0083] 选取与实施例2相同ITO玻璃作为基底材料,前处理与实施例2相同;在基底上分别磁控溅射沉积250nm的 WO_3 和150nm的 Ta_2O_5 ,其中, WO_3 制备过程中,溅射气压为150W,氩氧比例为60:4,而 Ta_2O_5 制备过程中,溅射气压为300W,氩氧比为30:3;在氩气保护下以1℃/min的升温速率升至550℃,然后保温3个小时;将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液;最后磁控溅射沉积300nm的 WO_3 (氩氧比30:2,溅射功率300W),完成器件制备。本实施例所得到的电致变色器件由于溅射功率相对前实施例1-3和5较低,使得溅射时间加长,相对实施例4更短,变色 WO_3 层的分子排布疏松,晶粒尺寸大、薄膜空隙均匀,而离子存储层排布紧密,可见着色和红外辐射率变化更均匀,加强光性能调控和热管理性能。

[0084] 实施例7

[0085] 选取双面抛光的NaCl作为基底材料,清理方式为抛光和等离子表面处理;在基底上分别磁控溅射沉积30nm的ITO,350nm的 WO_3 (氩氧比30:2)和100nm的 Ta_2O_5 (氩氧比30:3),溅射功率为300W,在氩气保护下在550℃下退火3个小时,升温速率为1℃/min;将样品通过三电极系统连接电化学工作站,用循环伏安法摄入离子若干次,电解液为高氯酸锂/碳酸丙烯酯溶液;最后,磁控溅射沉积200nm的 WO_3 (氩氧比30:2)和30nm的ITO,完成器件制备。本实施例由于NaCl可见至红外高透明度(全波段>92%),所以可以提高可见波段透明度和减少对器件红外波段的影响,以此优化红外调控,但是需要注意器件防潮处理。

[0086] 实施例8

[0087] 选取双面抛光的 CaF_2 作为基底材料,清理方式为有机液超声波清理处理;在基底

上分别磁控溅射沉积30nm的ITO, 350nm的WO₃ (氩氧比30:2) 和 100nm的Ta₂O₅ (氩氧比30:3), 溅射功率为300W, 然后在氩气保护下在550℃下退火3个小时, 升温速率为1℃/min; 将样品通过三电极系统连接电化学工作站, 用循环伏安法摄入离子若干次, 电解液为非水性溶液, 如高氯酸锂/ 碳酸丙烯酯溶液; 最后, 磁控溅射沉积200nm的WO₃ (氩氧比30:2) 和30nm 的ITO, 完成器件制备。此实施例由于应用的CaF₂作为红外窗片其可见透过率略低, 但是红外透过率高, 可以降低器件红外反射率优化其热辐射的调控, 加强光性能调控和热管理性能。

[0088] 上面结合附图对本发明的实施方式作了详细说明, 但是本发明并不限于上述实施方式。即使对本发明做出各种变化, 倘若这些变化属于本发明权利要求及其等同技术的范围之内, 则仍落入在本发明的保护范围之内。

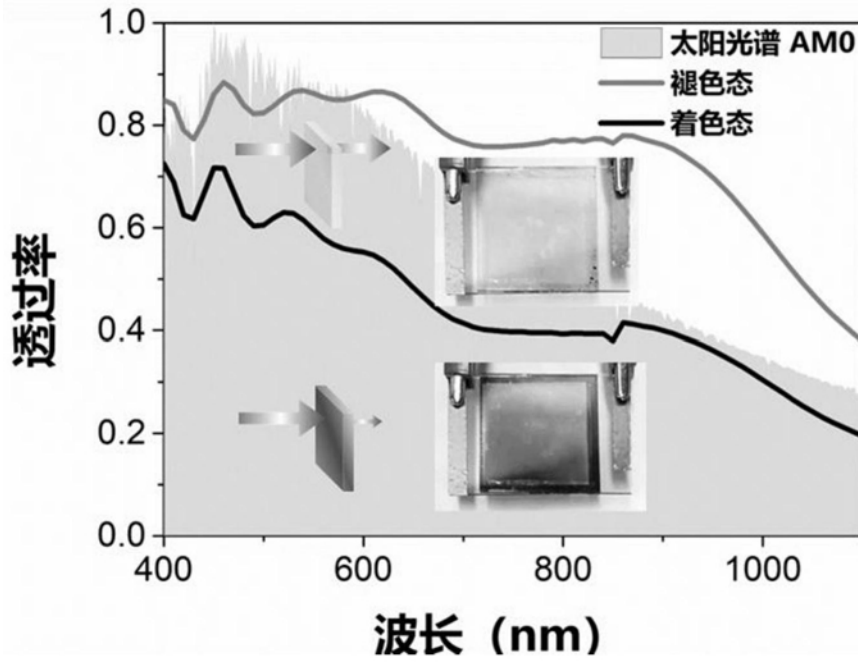


图1

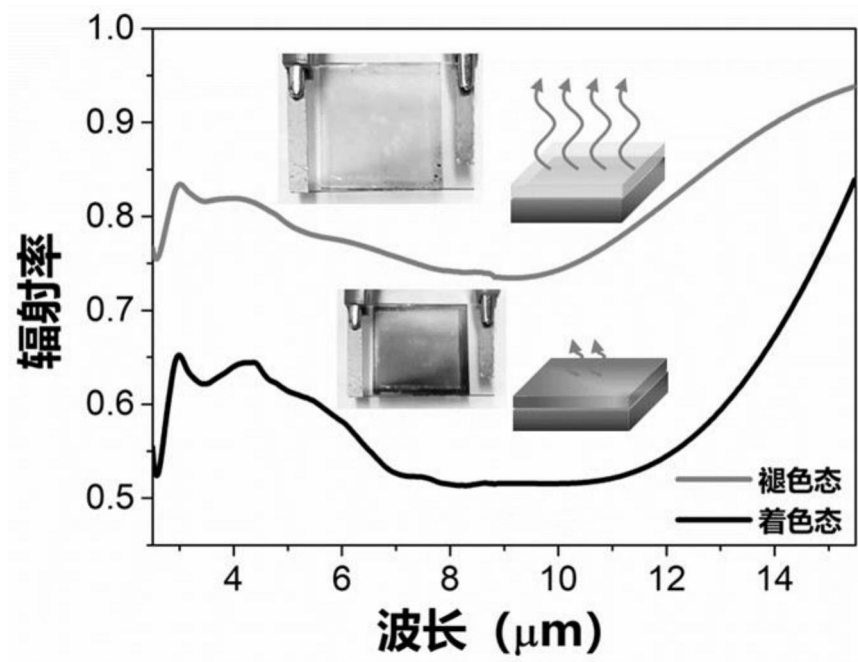


图2