



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112135372 A

(43) 申请公布日 2020.12.25

(21) 申请号 202010937390.0

(22) 申请日 2020.09.08

(71) 申请人 大连理工大学

地址 116024 辽宁省大连市高新园区凌工  
路2号

(72) 发明人 牛文斌 程洁 张淑芬

(74) 专利代理机构 大连东方专利代理有限责任  
公司 21212

代理人 周媛媛 李馨

(51) Int. Cl.

H05B 3/14 (2006.01)

G23C 14/02 (2006.01)

G23C 14/08 (2006.01)

G23C 14/10 (2006.01)

G23C 14/35 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页 附图5页

(54) 发明名称

一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理  
器件及制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件及制备方法,属于彩色热管理器件领域。所述结构色碳纤维材料由碳纤维材料作为内芯以及包裹在碳纤维材料表面的具有梯度结构的一维光子晶体薄膜组成。本发明通过控制溅射薄膜层的厚度,得到蓝色、绿色、橙色、紫红色等不同颜色的结构色碳纤维布。碳纤维材料本身的柱状结构和溅射在碳纤维曲面上定向沉积的性质产生了光子结构的周期性梯度,从而提供了梯度变化的结构色。碳纤维材料良好的导电导热性,赋予其具有低电压驱动电加热特性,在2.5V低电压下,加热器温度就能达到52℃左右,且具有良好的循环热稳定性。因此,本发明可以在彩色柔性织物热管理领域有很大应用。

1. 一种具有结构色梯度的彩色碳纤维材料,其特征在于,所述具有结构色梯度的彩色碳纤维材料包括若干碳纤维纵横交错形成的平织结构,以及以单根碳纤维作为内芯并在碳纤维表面包裹具有梯度厚度的一维光子晶体薄膜,所述梯度厚度为在同一平面内的单根碳纤维表面上包裹的一维光子晶体薄膜的厚度沿轴向由中间向两边逐渐减小。

2. 根据权利要求1所示的具有结构色梯度的彩色碳纤维材料,其特征在于,所述具有梯度厚度的一维光子晶体薄膜由低折射率的金属氧化物和高折射率的金属氧化物由内到外层交替堆叠形成的周期性分布的微结构组成,所述高折射率指折射率 $\geq 1.8$ ,所述低折射率指折射率 $\leq 1.8$ 。

3. 根据权利要求1所述的具有结构色梯度的彩色碳纤维材料,其特征在于,所述碳纤维材料包括碳纤维布,所述周期为2-5个周期。

4. 根据权利要求2所述的具有结构色梯度的彩色碳纤维材料,其特征在于,所述的高折射率的金属氧化物为 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 中的一种,低折射率的金属氧化物为 $\text{MgO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 中的一种。

5. 根据权利要求2所述的具有结构色梯度的彩色碳纤维材料,其特征在于,高折射率的金属氧化物的厚度为50-120nm,低折射率的金属氧化物的厚度为50-80nm。

6. 权利要求1-5中任一项所述的具有结构色梯度的彩色碳纤维材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 将碳纤维材料依次放入丙酮、乙醇中分别进行超声清洗,而后进行干燥;

(2) 将经步骤(1)处理过的碳纤维材料放入浓硝酸中进行表面改性处理;

(3) 将经步骤(2)处理过的碳纤维材料放入磁控溅射仪器的腔室中,进行低折射率的金属氧化物的溅射;

(4) 在步骤(3)的基础上继续溅射高折射率的金属氧化物;

(5) 步骤(3)-(4)为一个完整的周期,按照步骤(3)-(4)继续溅射2-5个周期,得到结构色梯度的彩色碳纤维材料。

7. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,步骤(2)所述浓硝酸的浓度为60%-70%,进行表面改性处理的温度为60-70 $^{\circ}\text{C}$ ,时间为2h。

8. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)所述进行低折射率的金属氧化物的溅射的方法为:将磁控溅射腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-3}\text{Pa}$ - $6 \times 10^{-4}\text{Pa}$ ,以99.99%的高纯氩气为工作气体,气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;低折射率的金属氧化物的陶瓷靶材与碳纤维材料之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射低折射率的金属氧化物的陶瓷靶材,溅射功率为80-100W,溅射时间80min,在碳纤维材料表面沉积一层低折射率氧化物薄膜,所述低折射率的金属氧化物的厚度为50-80nm。

9. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,步骤(4)所述溅射高折射率的金属氧化物的方法为:将磁控溅射腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-3}\text{Pa}$ - $6 \times 10^{-4}\text{Pa}$ ,以99.99%的高纯氩为工作气体,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;高折射率的金属氧化物的陶瓷靶材与碳纤维材料之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射高折射率的金属氧化物的陶瓷靶材,溅射功率为80-100W,溅射时间30-72min,在碳纤维材料表面沉积一层高折射率氧化物薄膜,所述高折射率的金属氧化物的厚度为50-120nm。

10. 一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件,其特征在于,包括权利要求1-5中

任一项所述的具有结构色梯度的彩色碳纤维材料、蓝牙模块、单片机控制模块、温度传感模块和液晶显示模块集成,可以通过智能手机无线控制热管理器件的温度。

## 一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于彩色热管理器件领域,涉及一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件及制备方法,具体涉及一种结构色梯度的彩色碳纤维材料、基于彩色碳纤维热管理器件及制备方法。

### 背景技术

[0002] 近年来,柔性电驱动热管理器因其在可穿戴加热设备领域有着巨大应用潜力而受到广泛的关注。与化学能热管理器相比,电驱动热管理器具有长期焦耳加热稳定性和可回收性等优点。因此,许多不同的导电材料已被广泛用于柔性可穿戴热管理器件,包括金属纳米线及其混合纳米复合材料、石墨薄膜等,这些材料制备的柔性热管理器已经实现高温、快速热响应和均匀加热区域的优点,但是通常电阻很高,需要很高的驱动电压才能达到目标温度,这对人体是很危险的。因此,柔性可穿戴电热管理设备需要同时具有低驱动电压和良好的稳定性能。Jeong等报道了通过将纤维素纸浸入水碳纳米管中分散的加热器,该加热器在仅4v电压下达到68℃,但是填料层-基体界面附着力弱,限制了其实际应用(Journal of materials chemistry.A. 2013-01-01;1(13):4177.)。Zhang等人在碳化后的织物表面用Ecoflex混合液封装,制备出了柔性低驱动电压的可穿戴热管理器件,在3.5V的低电压可以驱动加热器达到140℃(Adv Electron Mater.2017-01-01;3(9):1700193.)。Jiuk Jang利用静电纺丝制备银纳米线作为加热电极,再将银纳米线喷涂在PET薄膜上,制备出透明柔性可穿戴热管理器(Npg Asia Mater.2017-01-01;9(9):e432.)。但是,这些报道制备的电驱动热管理器颜色单一,基本都是黑色和无色,容易产生视觉疲劳,无法满足人类的需求,因此如何制备颜色稳定、靓丽的柔性低驱动电压的可穿戴热管理器件是个很大的挑战。

### 发明内容

[0003] 为了解决可穿戴热管理器件的颜色单调、匮乏的问题,本发明提供了一种颜色靓丽具有结构色梯度的彩色碳纤维柔性热管理器件及其制备方法。本发明通过磁控溅射技术制备出颜色靓丽的结构色梯度碳纤维材料,将结构色梯度碳纤维材料、蓝牙模块、单片机控制芯片、温度传感器和液晶显示屏集成,制备出了可以通过手机无线控制温度的低电压驱动的可穿戴的具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件。

[0004] 本发明提供了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维材料,所述具有结构色梯度的彩色碳纤维材料包括若干碳纤维横纵交错形成的平织结构,以及以单根碳纤维作为内芯并在碳纤维表面包裹具有梯度厚度的一维光子晶体薄膜,所述梯度厚度为在同一平面内的单根碳纤维表面上包裹的一维光子晶体薄膜的厚度沿轴向由中间向两边逐渐减小。

[0005] 进一步地,上述技术方案中,所述具有梯度厚度的一维光子晶体薄膜由低折射率的金属氧化物和高折射率的金属氧化物由内到外层交替堆叠形成的周期性分布的微结构组成,所述高折射率指折射率 $\geq 1.8$ ,所述低折射率指折射率 $\leq 1.8$ 。

[0006] 进一步地,上述技术方案中,所述碳纤维材料包括碳纤维布。

[0007] 进一步地,上述技术方案中,所述周期为2-5个周期,优选为3个周期。

[0008] 进一步地,上述技术方案中,所述的高折射率的金属氧化物为 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 中的一种,优选为 $\text{TiO}_2$ ;低折射率的金属氧化物为 $\text{MgO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 中的一种,优选为 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。

[0009] 进一步地,上述技术方案中,高折射率的金属氧化物的厚度为50-120nm,低折射率的金属氧化物的厚度为50-80nm。

[0010] 本发明还提供了所述结构色碳纤维材料的制备方法,包括如下步骤:

[0011] (1) 将碳纤维材料依次放入丙酮、乙醇中分别进行超声清洗,将清洗后的碳纤维材料进行干燥处理;

[0012] (2) 将经步骤(1)处理过的碳纤维材料放入浓硝酸中进行表面改性处理,在纤维表面引入 $-\text{COOH}$ 、 $-\text{OH}$ 等含氧基团;

[0013] (3) 将经步骤(2)处理过的碳纤维材料放入磁控溅射仪器的腔室中,进行低折射率的金属氧化物的溅射;

[0014] (4) 在步骤(3)的基础上继续溅射高折射率的金属氧化物;

[0015] (5) 步骤(3)-(4)为一个完整的周期,按照步骤(3)-(4)继续溅射2-5个周期,得到结构色梯度的彩色碳纤维材料。

[0016] 进一步地,上述技术方案中,步骤(1)所述超声清洗的时间为5min,清洗后采用烘箱进行干燥处理。

[0017] 进一步地,上述技术方案中,步骤(2)所述浓硝酸的浓度为60-70%,优选为65%,进行表面改性处理的温度为60-70 $^{\circ}\text{C}$ ,优选为65 $^{\circ}\text{C}$ ,时间为2h。

[0018] 进一步地,上述技术方案中,步骤(3)所述进行低折射率的金属氧化物的溅射的方法为:将磁控溅射腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-3}$ - $6 \times 10^{-4}$ Pa,以99.99%的高纯氩气为工作气体,气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;低折射率的金属氧化物的陶瓷靶材与碳纤维材料之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射低折射率的金属氧化物的陶瓷靶材,溅射功率为80-100W,溅射时间80min,在碳纤维材料表面沉积一层低折射率氧化物薄膜,所述低折射率的金属氧化物的厚度为50-80nm。

[0019] 进一步地,上述技术方案中,步骤(4)所述溅射高折射率的金属氧化物的方法为:将磁控溅射腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-3}$ Pa- $6 \times 10^{-4}$ Pa,以99.99%的高纯氩为工作气体,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;高折射率的金属氧化物的陶瓷靶材与碳纤维材料之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射高折射率的金属氧化物的陶瓷靶材,溅射功率为80-100W,溅射时间30-72min,在碳纤维材料表面沉积一层高折射率氧化物薄膜,所述高折射率的金属氧化物的厚度为50-120nm。

[0020] 本发明还提供了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件,包括具有结构色梯度的彩色碳纤维材料、蓝牙模块、单片机控制模块、温度传感模块和液晶显示模块集成,可以通过智能手机无线控制热管理器件的温度。

[0021] 根据上文的技术方案,优选的情况下,所选用的低折射率靶材为 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷靶材,高折射率靶材为 $\text{TiO}_2$ 陶瓷靶材,纯度均为99.99%。

[0022] 本发明所述的结构色碳纤维材料颜色靓丽、色彩饱和度高,且机械性能稳定。碳纤维本身的柱状结构和磁控溅射技术在碳纤维材料曲面上定向沉积的性质产生了光子结构的周期性梯度,从而提供了结构色的梯度变化。

[0023] 本发明通过磁控溅射技术制备出颜色靓丽、稳定的具有结构色梯度的彩色碳纤维，将制备的彩色碳纤维材料与蓝牙模块、单片机控制、温度传感和液晶显示集成，制备出了可以通过手机无线控制温度、低电压驱动的可穿戴热管理器件。上述的彩色碳纤维材料是采用磁控溅射技术在其表面交替溅射具有不同折射率的金属氧化物薄膜制备得到具有梯度结构的一维光子晶体薄膜，从而使碳纤维材料呈现出颜色靓丽、稳定的结构色。通过控制溅射薄膜层的厚度，可以依次得到蓝色、绿色、橙色、紫红色等不同颜色的结构色碳纤维布。碳纤维材料本身的柱状结构和溅射在碳纤维曲面上定向沉积的性质产生了光子结构的周期性梯度，从而提供了梯度变化的结构色。碳纤维材料良好的导电导热性，赋予其具有低电压驱动电加热特性，在2.5V低电压下，加热器温度就能达到52℃左右，且具有良好的循环热稳定性。因此，本发明可以在彩色柔性织物热管理领域有很大应用。

[0024] 发明有益效果

[0025] (1) 本发明中利用碳纤维材料高导电、导热性，从而提供了碳纤维快速响应的低电压驱动加热特性。

[0026] (2) 本发明将彩色电加热碳纤维布、蓝牙模块、单片机、温度传感和液晶显示集成，展示了通过智能手机无线控制温度的便携式结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件。

[0027] (3) 本发明可通过控制溅射的时间从而精确控制高折射率材料TiO<sub>2</sub>薄膜的厚度，制备出蓝色、绿色、橙色、紫红色的彩色碳纤维材料。

[0028] (4) 本发明由于碳纤维材料本身的柱状结构和溅射的高方向性产生了光子结构的周期性梯度，从而提供了碳纤维材料结构色的梯度变化。制备过程操作简单、工艺可重复、溅射速率快，适合大面积制备。

[0029] (5) 本发明中无化学染料的参与，因此不会对环境造成污染，且制备的结构色机械性能稳定。

## 附图说明

[0030] 图1是具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件通过智能手机无线控制温度的集成电路图。

[0031] 图2是具有结构色梯度的碳纤维材料的结构示意图。

[0032] 图3是实施例1中结构色碳纤维材料的数码照片图和反射光谱图，其中，a是实施例1的数码照片图，b是图a对应的反射光谱图。

[0033] 图4是实施例3中具有结构色梯度的碳纤维材料和同一实验条件下硅片的截面扫描电镜图，其中，a是具有结构色梯度的碳纤维材料的截面扫描电镜，b是同一实验条件下硅片的截面扫描电镜图。

[0034] 图5是实施例3中具有结构色梯度的碳纤维材料和同样溅射条件下在硅片表面溅射光子晶体薄膜的截面扫描电镜图。

[0035] 图6是实施例1、2中具有结构色梯度的碳纤维材料经过摩擦、水洗前后的反射光谱图，其中，a是实施例2制备的结构色碳纤维材料水洗前、后反射光谱；b是实施例1制备的结构色碳纤维材料经过水洗前、后的反射光谱。

[0036] 图7是具有结构色梯度碳纤维布测逆反射角分辨光谱的方法示意图。

[0037] 图8是实施例2制备的具有结构色梯度的碳纤维材料逆反射下的角分辨反射光谱

图。

[0038] 图9a是实施例4制备的具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件在施加不同电压下的温度变化曲线图;b是具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件的循环热稳定测试图。

### 具体实施方式

[0039] 下面结合具体实施例,进一步详细阐述本发明,应当理解,实施例仅用于更好的解释本发明而不用来限制本发明。

[0040] 本发明的一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件,所述的结构色碳纤维材料由两部分构成,即由碳纤维材料本身作为内芯和包裹在纤维材料表面的具有梯度结构的一维光子晶体薄膜组成,其中具有梯度结构的一维光子晶体薄膜是由高折射率和低折射率的材料层层交替堆叠形成的周期性分布的微结构;本发明所述碳纤维材料为碳纤维布。所述低折射率材料是 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷靶溅射的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜,高折射率材料是 $\text{TiO}_2$ 陶瓷靶材溅射的 $\text{TiO}_2$ 薄膜,以此为一个完整的周期,所述周期为3。低折射率材料 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的厚度为50-80nm,高折射率材料 $\text{TiO}_2$ 的厚度在50-120nm,制备的一系列不同厚度的结构色碳纤维材料在垂直角度观察下,分别呈现出从蓝色、绿色、橙色、紫红色、到红的颜色变化,且制备的碳纤维材料颜色靓丽、机械性能稳定。碳纤维材料本身的纤维形状和磁控溅射在曲面上定向沉积的性质产生了光子结构的周期性梯度,即碳纤维表面光子晶体薄膜的厚度沿着纤维顶端向两边减小,从而提供了结构色的梯度变化。再将上述具有结构色梯度的彩色碳纤维材料和蓝牙模块、单片机控制芯片、温度传感器、液晶显示屏集成,制备了可以通过智能手机无线控制加热器温度的柔性低电压驱动且具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件。

[0041] 实施例1

[0042] 本实施例公开了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件的制备方法,具体如下:

[0043] 将碳纤维布放入先放入丙酮、再放入乙醇中分别超声清洗5min,以除去碳纤维材料表面的油污等杂质,再将清洗好的碳纤维材料放入烘箱中烘干;接着将处理过的碳纤维布放入65%的浓硝酸中65℃下加热处理2h,以此在碳纤维表面引入 $-\text{COOH}$ 、 $-\text{OH}$ 等含氧基团;然后以上活化处理过的碳纤维布放入磁控溅射仪器的反应腔室中,将磁控溅射仪器反应腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}$ Pa,氩气为工作气体,纯度为99.99%,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;靶材与织物基材之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射低折射率 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的陶瓷靶材,溅射功率为100W,溅射时间80min,在碳纤维布表面沉积了一层具有梯度结构的低折射率 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜;在溅射 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜基础上继续溅射,将本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}$ Pa,99.99%的高纯氩为工作气体,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;采用射频电源溅射高折射率 $\text{TiO}_2$ 陶瓷靶材,溅射功率为100W,溅射时间30min,在碳纤维材料表面沉积了一层具有梯度结构的高折射率 $\text{TiO}_2$ 薄膜;以上为一个完整的周期,按照以上步骤继续重复溅射2个周期,得到3周期的具有结构色梯度的光子晶体碳纤维材料,制备出的具有结构色梯度的碳纤维材料,标记为CF-3(80+30)。图2是具有结构色梯度的碳纤维材料的结构示意图,内芯是碳纤维材料本身,外芯是包裹在纤维材料表面的具有梯度结构的一维光子晶体薄膜,其中具有梯度结构的一维光子晶体薄膜是由高折射率和低折射率的材料层层交替堆叠形成的周期性分布的微结构。所述具有结构色梯度的碳纤维材料中 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜的厚度

约60nm, TiO<sub>2</sub>薄膜的厚度约50nm, 呈现蓝色。根据布拉格衍射公式 $m\lambda = 2nds\sin\theta$ , 计算得到 $\lambda = 448\text{nm}$ , 如图3b所示, 光谱图中的反射峰位置大约在450nm左右, 二者基本一致, 在可见光范围内呈现蓝色, 与数码照片(图3a)中的颜色一致。再将上述制备的蓝色碳纤维材料和蓝牙模块、单片机控制芯片、温度传感器、液晶显示屏集成, 即可制备出可以通过智能手机无线控制热管理器件的温度、低电压驱动的具有结构色梯度的蓝色碳纤维热管理器件。

#### [0044] 实施例2

[0045] 本实施例公开了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件的制备方法, 具体如下:

[0046] 将碳纤维布放入先放入丙酮、再放入乙醇中分别超声清洗5min, 以除去碳纤维材料表面的油污等杂质, 再将清洗好的碳纤维材料放入烘箱中烘干; 接着将处理过的碳纤维布放入65%的浓硝酸中65℃下加热处理2h, 以此在碳纤维表面引入-COOH、-OH等含氧基团; 然后以上活化处理过的碳纤维布放入磁控溅射仪器反应腔室中, 将磁控溅射仪器反应腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}\text{Pa}$ , 氩气为工作气体, 纯度为99.99%, Ar气流量为20sccm, 工作气压为0.5Pa; 靶材与织物基材之间的距离为10cm, 样品架转速5r/min; 采用射频电源溅射低折射率Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的陶瓷靶材, 溅射功率为100W, 溅射时间80min, 在碳纤维布表面沉积了一层具有梯度结构的低折射率Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜; 在Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜基础上继续溅射, 将本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}\text{Pa}$ , 99.99%的高纯氩为工作气体, Ar气流量为20sccm, 工作气压为0.5Pa; 采用射频电源溅射高折射率TiO<sub>2</sub>陶瓷靶材, 溅射功率为100W, 溅射时间45min, 在碳纤维材料表面沉积了一层具有梯度结构的高折射率TiO<sub>2</sub>薄膜; 以上为一个完整的周期, 按照以上步骤继续重复溅射2个周期, 得到3周期的具有结构色梯度的光子晶体碳纤维材料, 制备出的具有结构色梯度的碳纤维材料, 标记为CF-3(80+45)。所述具有结构色梯度的碳纤维材料中Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜的厚度约60nm, TiO<sub>2</sub>薄膜的厚度约72nm, 呈现绿色。根据布拉格衍射公式 $m\lambda = 2nds\sin\theta$ , 计算得到 $\lambda = 558\text{nm}$ , 光谱图中的反射峰位置大约在560nm左右, 二者基本一致, 在可见光范围内呈现绿色, 与数码照片中的颜色一致。再将制备的绿色碳纤维材料和蓝牙模块、单片机控制芯片、温度传感器、液晶显示屏集成, 即可制备出可以通过智能手机无线控制热管理器件的温度、低电压驱动的具有结构色梯度的绿色碳纤维热管理器件。

[0047] 如图6所示为是实施例1和实施例2制备的具有结构色梯度的碳纤维材料经过摩擦、水洗前后的反射光谱图以及数码照片图, 图6a是实施例2结构色碳纤维材料水洗前后反射光谱, 从反射光谱中可以发现主峰位置没有任何变化, 保持在560nm左右; 图6b是实施例1结构色碳纤维材料经过水洗前后的反射光谱, 从反射光谱中可以发现反射峰位置保持在450nm附近, 没有变化。以上两项测试表明制备的结构色碳纤维材料颜色牢固, 不易掉色, 具有优异的机械性能。

[0048] 如图8是实施例2中具有结构色梯度的碳纤维材料逆反射下的角分辨反射光谱图(参照图7所示方法测试: 将结构色碳纤维材料倾斜不同角度, 用光纤光谱仪测试不同角度下的反射光谱), 从图中可以发现随着角度的增大, 反射峰位置从560nm逐渐开始蓝移到440nm左右, 蓝移量达到120nm, 角度依存性大。

#### [0049] 实施例3

[0050] 本实施例公开了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件的制备方法, 具体如下:



[0051] 将碳纤维布放入先放入丙酮、再放入乙醇中分别超声清洗5min,以除去碳纤维材料表面的油污等杂质,再将清洗好的碳纤维材料放入烘箱中烘干;接着将处理过的碳纤维布放入65%的浓硝酸中65℃下加热处理2h,以此在碳纤维表面引入-COOH、-OH等含氧基团;然后以上活化处理过的碳纤维布放入磁控溅射腔室中,将磁控溅射腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}$ Pa,氩气为工作气体,纯度为99.99%,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;靶材与织物基材之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射低折射率 $Al_2O_3$ 的陶瓷靶材,溅射功率为100W,溅射时间80min,在碳纤维布表面沉积了一层具有梯度结构的低折射率 $Al_2O_3$ 薄膜;在溅射 $Al_2O_3$ 薄膜基础上继续溅射,将本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}$ Pa,99.99%的高纯氩为工作气体,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;采用射频电源溅射高折射率 $TiO_2$ 陶瓷靶材,溅射功率为100W,溅射时间60min,在碳纤维材料表面沉积了一层具有梯度结构的高折射率 $TiO_2$ 薄膜;以上为一个完整的周期,按照以上步骤继续重复溅射2个周期,得到3周期具有结构色梯度的光子晶体碳纤维材料,制备出的具有结构色梯度的碳纤维材料,标记为CF-3(80+60),其中 $Al_2O_3$ 薄膜的厚度约60nm, $TiO_2$ 薄膜的厚度约90nm,呈现橙色。据布拉格衍射公式 $m\lambda = 2nds \sin\theta$ ,计算得到 $\lambda = 648nm$ ,光谱图中的反射峰位置大约在650nm左右,二者基本一致,在可见光范围内呈现橙色,与数码照片中的颜色一致。再将制备的橙色碳纤维材料和蓝牙模块、单片机控制芯片、温度传感器、液晶显示屏集成,即可制备出可以通过智能手机无线控制热管理器件的温度、低电压驱动的具有结构色梯度的橙色碳纤维热管理器件。

[0052] 如图4所示,为本实施例制备的碳纤维材料,分析其形貌,其中暗色的是 $Al_2O_3$ 层,浅色的是 $TiO_2$ 层,高、低折射率的薄膜呈柱状周期性包覆在碳纤维材料表面。

[0053] 如图5所示,可以看出碳纤维材料上光子晶体薄膜的厚度呈现一定的梯度变化,而硅片上的光子晶体薄膜的厚度均匀一致,因此本发明制备的彩色碳纤维材料具有结构色的梯度变化。

[0054] 实施例4

[0055] 本实施例公开了一种具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件的制备方法,具体如下:

[0056] 将碳纤维布放入先放入丙酮、再放入乙醇中分别超声清洗5min,以除去碳纤维材料表面的油污等杂质,再将清洗好的碳纤维材料放入烘箱中烘干;接着将处理过的碳纤维布放入65%的浓硝酸中65℃下加热处理2h,以此在碳纤维表面引入-COOH、-OH等含氧基团;然后以上活化处理过的碳纤维布放入磁控溅射腔室中,将磁控溅射腔室本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}$ Pa,氩气为工作气体,纯度为99.99%,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;靶材与织物基材之间的距离为10cm,样品架转速5r/min;采用射频电源溅射低折射率 $Al_2O_3$ 的陶瓷靶材,溅射功率为100W,溅射时间80min,在碳纤维布表面沉积了一层具有梯度结构的低折射率 $Al_2O_3$ 薄膜;在溅射 $Al_2O_3$ 薄膜基础上继续溅射,将本底真空抽至 $6 \times 10^{-4}$ Pa,99.99%的高纯氩为工作气体,Ar气流量为20sccm,工作气压为0.5Pa;采用射频电源溅射高折射率 $TiO_2$ 陶瓷靶材,溅射功率为100W,溅射时间72min,在碳纤维材料表面沉积了一层具有梯度结构的高折射率 $TiO_2$ 薄膜;以上为一个完整的周期,按照以上步骤继续重复溅射2个周期,得到3周期具有结构色梯度的光子晶体碳纤维材料,制备出的具有结构色梯度的碳纤维材料,标记为CF-3(80+72),其中 $Al_2O_3$ 薄膜的厚度约60nm, $TiO_2$ 薄膜的厚度约115nm,呈现紫红色。据

布拉格衍射公式 $m\lambda=2nd\sin\theta$ ,计算得到 $\lambda_1=773\text{nm}$ , $\lambda_2=385.5\text{nm}$ ,光谱图中的一级反射峰位置大约在750nm左右,二级峰大致在394nm左右,二者基本一致,在可见光范围内呈现紫红色,与数码照片中的颜色一致。再将制备的紫红色碳纤维材料和蓝牙模块、单片机控制芯片、温度传感器、液晶显示屏集成,制备出可以通过智能手机无线控制热管理器件的温度的低电压驱动、具有结构色梯度的紫红色碳纤维热管理器件。

[0057] 如图9a所示,为本实施例制备的具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件在施加不同电压下的温度变化曲线图,从图中可以发现随着电压的增大,碳纤维材料的温度逐渐升高。图9b为具有结构色梯度的彩色碳纤维热管理器件的循环热稳定测试图,从中可以发现热管理器件在室温和50℃左右保持良好的循环稳定性。

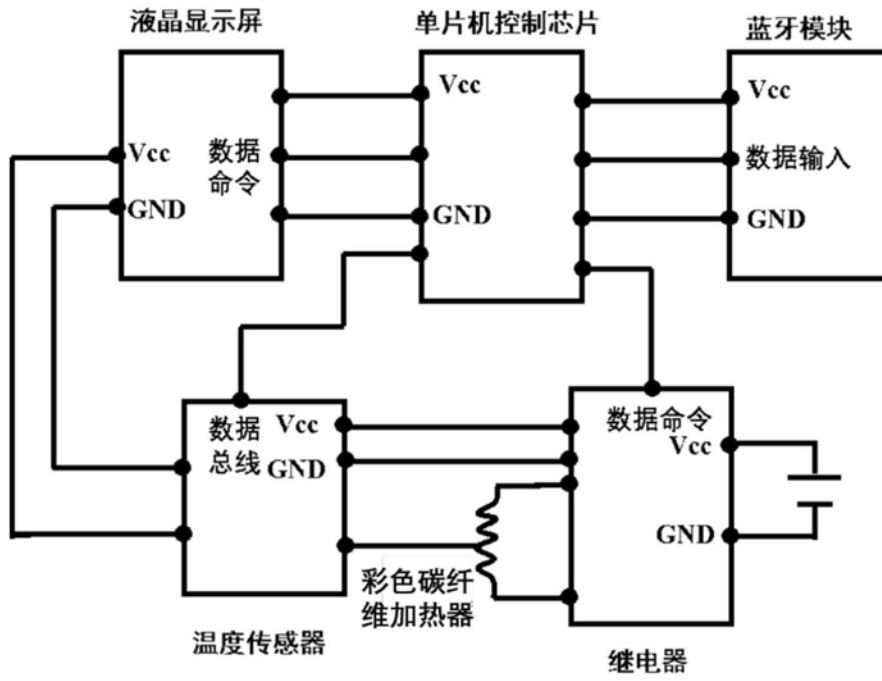


图1

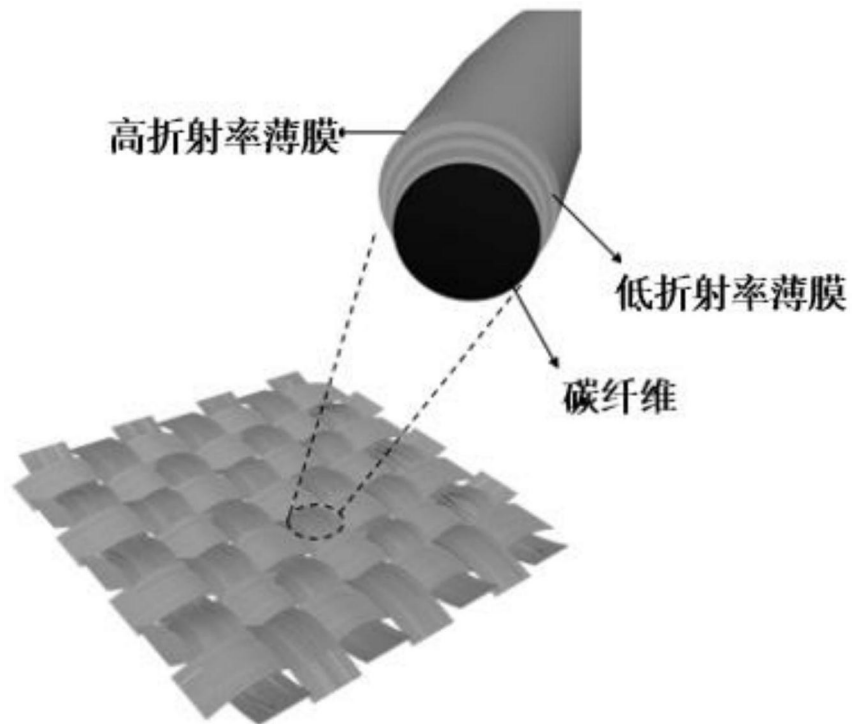


图2

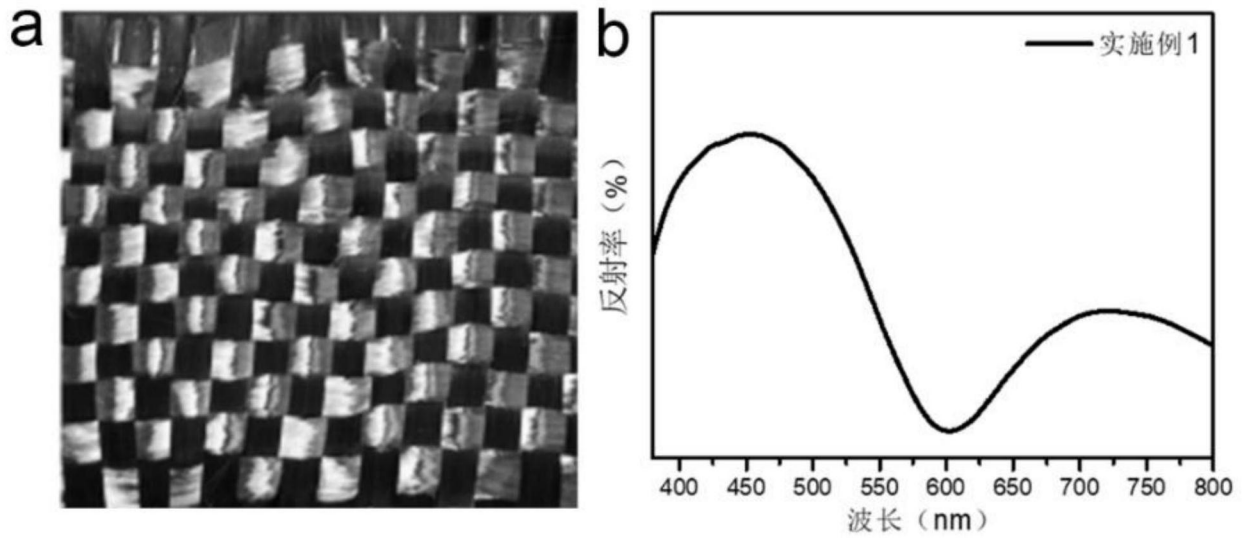


图3

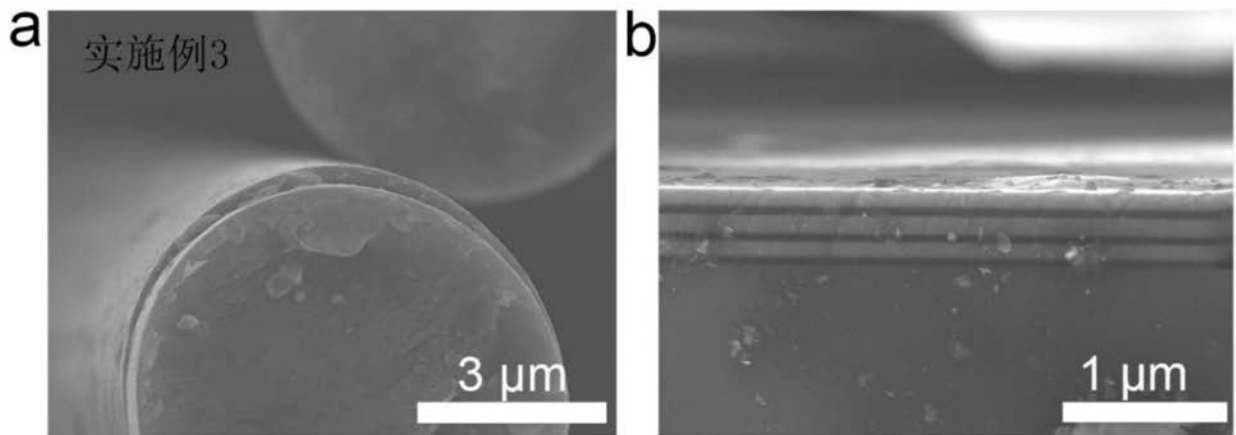


图4

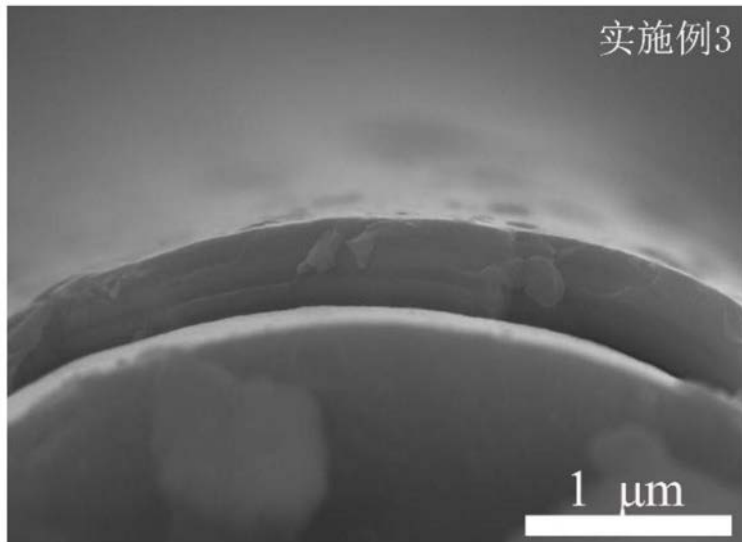


图5

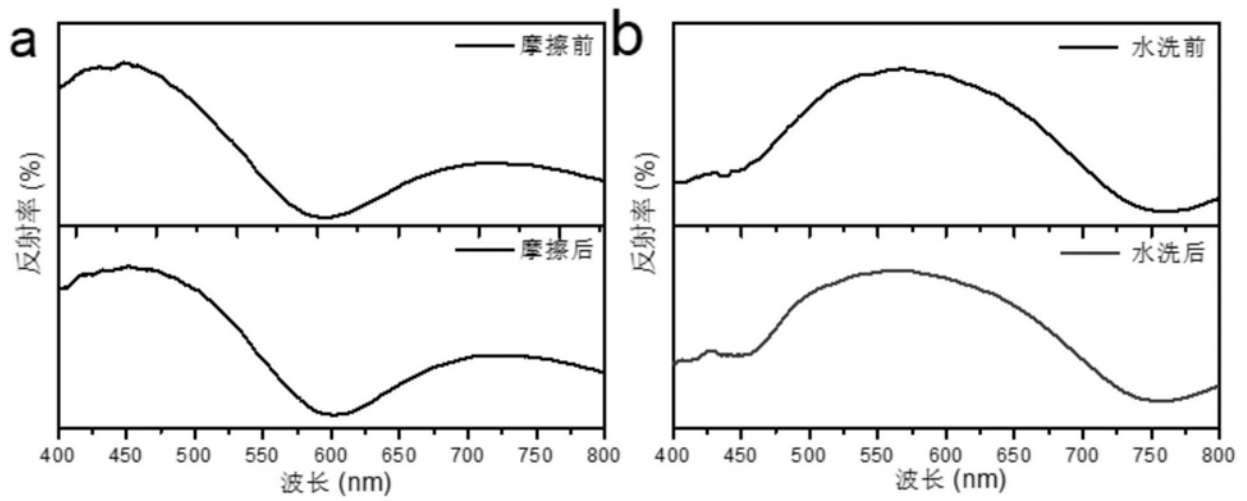


图6

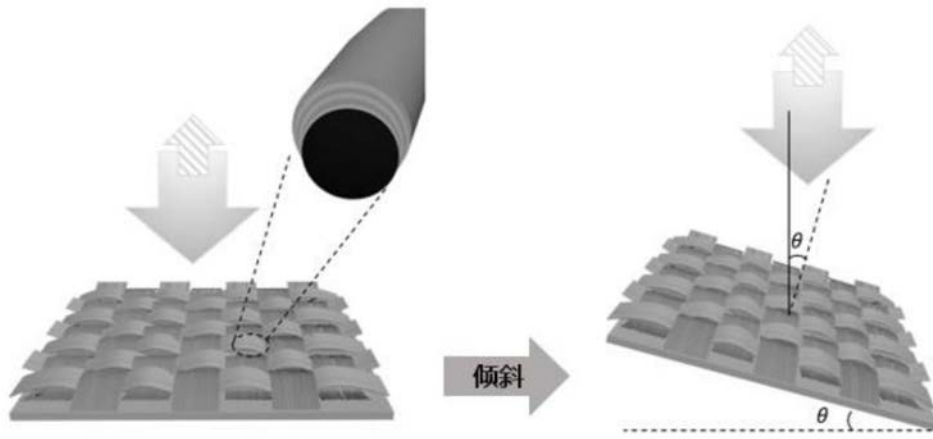


图7

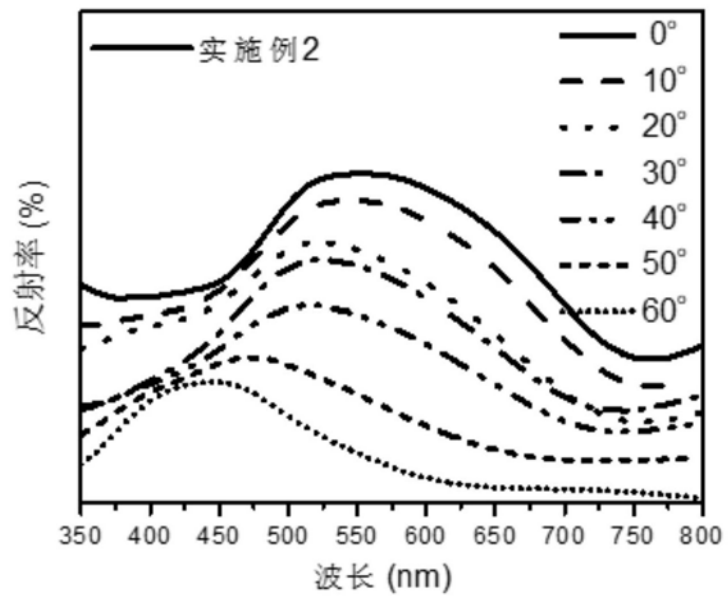


图8

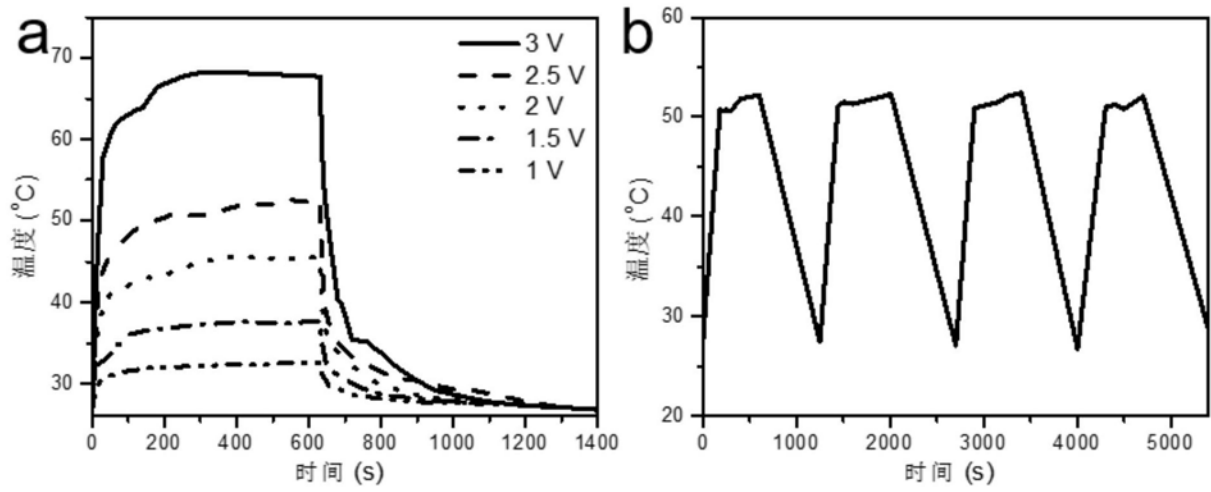


图9