



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104891426 B

(45) 授权公告日 2016.06.22

(21) 申请号 201510160856.X

(22) 申请日 2015.04.07

(73) 专利权人 哈尔滨工业大学

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西大直街 92 号

(72) 发明人 冷劲松 李文兵 刘彦菊

(74) 专利代理机构 哈尔滨市松花江专利商标事务所 23109

代理人 侯静

(51) Int. Cl.

B81C 1/00(2006.01)

审查员 李立彦

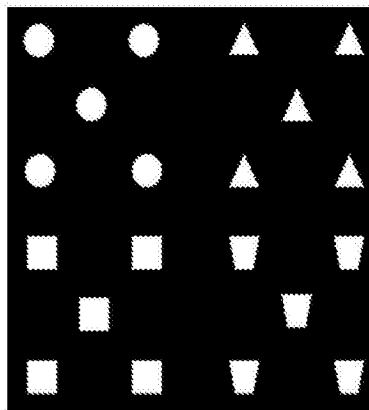
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法

(57) 摘要

一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,涉及一种具有刺激回复功能微图案薄膜的制备方法。本发明是要解决目前形状记忆微图案回复部位不可选择性,应用存在很大限制的技术问题。本发明:一、隔离硅片;二、滴加形状记忆聚合物,固化;三、剥离、压平。本发明的优点:本发明以粘稠态形状记忆聚合物为基体制备的具有选择性刺激回复功能的形状记忆微图案薄膜,具有多种刺激方法,并且在不同的刺激条件下只有相应部位的微图案才能回复的特点,并且通过本发明所设计的制备方法可以实现回复部位的可控性和可选择性,并且制备过程简单,可操作性强,有助于形状记忆聚合物材料在我国航空航天、光学变焦、密码传递和传感器等诸多领域的应用。



1. 一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法是按以下步骤进行的:

一、隔离硅片:将四块表面带有微图案的矩形硅片用502胶水水平粘在同一个玻璃片上并且四块表面带有微图案的硅片紧密相邻组成一个矩形I,然后用聚四氟乙烯薄膜将四块紧密相邻表面带有微图案的矩形硅片互相隔离开并且将矩形I的四周也包围,对矩形I中的四块表面带有微图案的矩形硅片按照顺时针方向分别设定为硅片A、硅片B、硅片C和硅片D;所述的四块表面带有微图案的矩形硅片的长 \times 宽 \times 厚=10mm \times 10mm \times 0.5mm;

二、将形状记忆聚合物与Fe₃O₄纳米颗粒均匀混合,超声分散10min,得到混合液I,将质量为1g的混合液I均匀滴加到步骤一所述的硅片A表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化0.5h;所述的Fe₃O₄纳米颗粒与形状记忆聚合物的质量比为1:20;

三、将硅片A和硅片B之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将质量为1g的形状记忆聚合物均匀滴加到硅片B的表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化0.5h;

四、将硅片B和硅片C之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将形状记忆聚合物与碳纳米管均匀混合,超声分散10min,得到混合液II,将质量为1g的混合液II均匀滴加到硅片C的表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化0.5h;所述的碳纳米管与形状记忆聚合物的质量比为1:20;

五、将硅片C和硅片D之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将形状记忆聚合物与螺吡喃均匀混合,超声分散10min,得到混合液III,将质量为1g的混合液III均匀滴加到硅片D的表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化24h,在矩形I的表面得到一层聚合物薄膜;所述的螺吡喃与形状记忆聚合物的质量比为1:33.3;

六、将步骤五中矩形I表面得到的聚合物薄膜从四块表面带有微图案的矩形硅片上剥离下来,用玻璃片压平,得到一层具有选择性刺激回复功能微图案薄膜。

2. 根据权利要求1所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于步骤二中所述的形状记忆聚合物为苯乙烯溶液或环氧树脂。

3. 根据权利要求2所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于苯乙烯溶液在室温下的粘度为583.3cP。

4. 根据权利要求2所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于环氧树脂在室温下的粘度为321.2cP。

5. 根据权利要求1所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于步骤二中将质量为1g的混合液I均匀滴加到步骤一所述的硅片A表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h。

6. 根据权利要求1所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于步骤三中将质量为1g的形状记忆聚合物均匀滴加到硅片B的表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h。

7. 根据权利要求1所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于步骤四中将质量为1g的混合液II均匀滴加到硅片C的表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h。

8. 根据权利要求1所述的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,其特征在于步骤五中将质量为1g的混合液III均匀滴加到硅片D的表面,然后在温度为75℃的条

件下固化24h。

一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种具有刺激回复功能微图案薄膜的制备方法。

背景技术

[0002] 微图案在一些领域有着广泛的应用,例如:电子学、生物传感器、物理等领域。而形状记忆微图案由于其拓扑结构的可回复性能引起了学者们的广泛关注,它具有形状可回复性、易于驱动等一系列优异的性能,是制备动态光栅结构和传感器等特种器件极为理想的材料。但是由于其形状回复部位的不可选择性,使得该类材料的应用存在很大的限制。所以制备具有多种刺激、选择性回复性能的形状记忆微图案是非常有意义的,并且选择性刺激回复功能的形状记忆微图案有着十分广泛的应用潜力,相比于传统的形状记忆微图案,选择性刺激回复功能的形状记忆微图案拥有优秀的回复可控能力。这使得该微图案可以应用在光学变焦和密码传递等领域。

发明内容

[0003] 本发明是要解决目前形状记忆微图案回复部位不可选择性,应用存在很大限制的技术问题,而提供一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法。

[0004] 本发明的一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法是按以下步骤进行的:

[0005] 一、隔离硅片:将四块表面带有微图案的矩形硅片用502胶水水平粘在同一个玻璃片上并且四块表面带有微图案的硅片紧密相邻组成一个矩形I,然后用聚四氟乙烯薄膜将四块紧密相邻表面带有微图案的矩形硅片互相隔离开并且将矩形I的四周也包围,对矩形I中的四块表面带有微图案的矩形硅片按照顺时针方向分别设定为硅片A、硅片B、硅片C和硅片D;所述的四块表面带有微图案的矩形硅片的长 \times 宽 \times 厚=10mm \times 10mm \times 0.5mm;

[0006] 二、将形状记忆聚合物与Fe₃O₄纳米颗粒均匀混合,超声分散10min,得到混合液I,将质量为1g的混合液I均匀滴加到步骤一所述的硅片A表面,然后在温度为70 $^{\circ}$ C \sim 80 $^{\circ}$ C的条件下固化0.5h;所述的Fe₃O₄纳米颗粒与形状记忆聚合物的质量比为1:20;

[0007] 三、将硅片A和硅片B之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将质量为1g的形状记忆聚合物均匀滴加到硅片B的表面,然后在温度为70 $^{\circ}$ C \sim 80 $^{\circ}$ C的条件下固化0.5h;

[0008] 四、将硅片B和硅片C之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将形状记忆聚合物与碳纳米管均匀混合,超声分散10min,得到混合液II,将质量为1g的混合液II均匀滴加到硅片C的表面,然后在温度为70 $^{\circ}$ C \sim 80 $^{\circ}$ C的条件下固化0.5h;所述的碳纳米管与形状记忆聚合物的质量比为1:20;

[0009] 五、将硅片C和硅片D之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将形状记忆聚合物与螺吡喃均匀混合,超声分散10min,得到混合液III,将质量为1g的混合液III均匀滴加到硅片D的表面,然后在温度为70 $^{\circ}$ C \sim 80 $^{\circ}$ C的条件下固化24h,在矩形I的表面得到一层聚合物薄膜;所述的螺吡喃与形状记忆聚合物的质量比为1:33.3;

[0010] 六、将步骤五中矩形I表面得到的聚合物薄膜从四块表面带有微图案的矩形硅片上剥离下来,用玻璃片压平,得到一层具有选择性刺激回复功能微图案薄膜;

[0011] 表面带有微图案的矩形硅片是用光刻技术在矩形硅片表面上刻有各种微图案的矩形硅片,纳米级和微米级均可。

[0012] 本发明的优点:

[0013] 本发明具有选择性刺激回复功能微图案薄膜是以苯乙烯粘稠态形状记忆聚合物为基体制备的具有选择性刺激回复功能的形状记忆微图案薄膜,具有多种刺激方法,并且在不同的刺激条件下只有相应部位的微图案才能回复的特点(交变磁场对应硅片A、射频对应硅片C、紫外光对应硅片D上、热刺激对应硅片B),并且通过本发明所设计的制备方法可以实现回复部位的可控性和可选择性,并且制备过程简单,可操作性强,有助于形状记忆聚合物材料在我国航空航天、光学变焦、密码传递和传感器等诸多领域的应用。

附图说明

[0014] 图1是试验一步骤一中硅片A、硅片B、硅片C和硅片D的示意图,区域A是硅片A,区域B是硅片B,区域C是硅片C,区域D是硅片D,1是聚四氟乙烯薄膜,○、△、▽和□分别是硅片A、硅片B、硅片C和硅片D的微图案;

[0015] 图2是试验一步骤六得到的具有选择性刺激回复功能微图案薄膜,○、△、▽和□均是微图案。

具体实施方式

[0016] 具体实施方式一:本实施方式为一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,具体是按以下步骤进行的:

[0017] 一、隔离硅片:将四块表面带有微图案的矩形硅片用502胶水水平粘在同一个玻璃片上并且四块表面带有微图案的硅片紧密相邻组成一个矩形I,然后用聚四氟乙烯薄膜将四块紧密相邻表面带有微图案的矩形硅片互相隔离并且将矩形I的四周也包围,对矩形I中的四块表面带有微图案的矩形硅片按照顺时针方向分别设定为硅片A、硅片B、硅片C和硅片D;所述的四块表面带有微图案的矩形硅片的长×宽×厚=10mm×10mm×0.5mm;

[0018] 二、将形状记忆聚合物与Fe₃O₄纳米颗粒均匀混合,超声分散10min,得到混合液I,将质量为1g的混合液I均匀滴加到步骤一所述的硅片A表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化0.5h;所述的Fe₃O₄纳米颗粒与形状记忆聚合物的质量比为1:20;

[0019] 三、将硅片A和硅片B之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将质量为1g的形状记忆聚合物均匀滴加到硅片B的表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化0.5h;

[0020] 四、将硅片B和硅片C之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将形状记忆聚合物与碳纳米管均匀混合,超声分散10min,得到混合液II,将质量为1g的混合液II均匀滴加到硅片C的表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化0.5h;所述的碳纳米管与形状记忆聚合物的质量比为1:20;

[0021] 五、将硅片C和硅片D之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将形状记忆聚合物与螺吡喃均匀混合,超声分散10min,得到混合液III,将质量为1g的混合液III均匀滴加到硅片D的表面,然后在温度为70℃~80℃的条件下固化24h,在矩形I的表面得到一层聚合物薄膜;所述的

螺吡喃与形状记忆聚合物的质量比为1:33.3;

[0022] 六、将步骤五中矩形I表面得到的聚合物薄膜从四块表面带有微图案的矩形硅片上剥离下来,用玻璃片压平,得到一层具有选择性刺激回复功能微图案薄膜;

[0023] 本实施方式的优点:

[0024] 本实施方式具有选择性刺激回复功能微图案薄膜是以苯乙烯粘稠态形状记忆聚合物为基体制备的具有选择性刺激回复功能的形状记忆微图案薄膜,具有多种刺激方法,并且在不同的刺激条件下只有相应部位的微图案才能回复的特点(交变磁场对应硅片A、射频对应硅片C、紫外光对应硅片D上、热刺激对应硅片B),并且通过本实施方式所设计的制备方法可以实现回复部位的可控性和可选择性,并且制备过程简单,可操作性强,有助于形状记忆聚合物材料在我国航空航天、光学变焦、密码传递和传感器等诸多领域的应用。

[0025] 具体实施方式二:本实施方式与具体实施方式一不同的是:步骤二中所述的形状记忆聚合物为苯乙烯溶液或环氧树脂。其它与具体实施方式一相同。

[0026] 具体实施方式三:本实施方式与具体实施方式二不同的是:苯乙烯溶液在室温下的粘度为583.3cP。其它与具体实施方式二相同。

[0027] 具体实施方式四:本实施方式与具体实施方式二不同的是:环氧树脂在室温下的粘度为321.2cP。其它与具体实施方式二相同。

[0028] 具体实施方式五:本实施方式与具体实施方式一不同的是:步骤二中将质量为1g的混合液I均匀滴加到步骤一所述的硅片A表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h。其它与具体实施方式一相同。

[0029] 具体实施方式六:本实施方式与具体实施方式一不同的是:步骤三中将质量为1g的形状记忆聚合物均匀滴加到硅片B的表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h。其它与具体实施方式一相同。

[0030] 具体实施方式七:本实施方式与具体实施方式一不同的是:步骤四中将质量为1g的混合液II均匀滴加到硅片C的表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h。其它与具体实施方式一相同。

[0031] 具体实施方式八:本实施方式与具体实施方式一不同的是:步骤五中将质量为1g的混合液III均匀滴加到硅片D的表面,然后在温度为75℃的条件下固化24h。其它与具体实施方式一相同。

[0032] 采用下述试验验证本发明效果:

[0033] 试验一:本试验为一种具有选择性刺激回复功能微图案薄膜的制备方法,具体是按以下步骤进行的:

[0034] 一、隔离硅片:将四块表面带有微图案的矩形硅片用502胶水水平粘在同一个玻璃片上并且四块表面带有微图案的硅片紧密相邻组成一个矩形I,然后用聚四氟乙烯薄膜将四块紧密相邻表面带有微图案的矩形硅片互相隔离并且将矩形I的四周也包围,对矩形I中的四块表面带有微图案的矩形硅片按照顺时针方向分别设定为硅片A、硅片B、硅片C和硅片D;所述的四块表面带有微图案的矩形硅片的长×宽×厚=10mm×10mm×0.5mm;

[0035] 二、将苯乙烯溶液与Fe₃O₄纳米颗粒均匀混合,超声分散10min,得到混合液I,将质量为1g的混合液I均匀滴加到步骤一所述的硅片A表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h;所述的Fe₃O₄纳米颗粒与苯乙烯溶液的质量比为1:20;

[0036] 三、将硅片A和硅片B之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将质量为1g的苯乙烯溶液均匀滴加到硅片B的表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h;

[0037] 四、将硅片B和硅片C之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将苯乙烯溶液与碳纳米管均匀混合,超声分散10min,得到混合液II,将质量为1g的混合液II均匀滴加到硅片C的表面,然后在温度为75℃的条件下固化0.5h;所述的碳纳米管与苯乙烯溶液的质量比为1:20;

[0038] 五、将硅片C和硅片D之间的聚四氟乙烯薄膜去掉,将苯乙烯溶液与螺吡喃均匀混合,超声分散10min,得到混合液III,将质量为1g的混合液III均匀滴加到硅片D的表面,然后在温度为75℃的条件下固化24h,在矩形I的表面得到一层聚合物薄膜;所述的螺吡喃与苯乙烯溶液的质量比为1:33.3;

[0039] 六、将步骤五中矩形I表面得到的聚合物薄膜从四块表面带有微图案的矩形硅片上剥离下来,用玻璃片压平,得到一层具有选择性刺激回复功能微图案薄膜;

[0040] 所述的苯乙烯溶液在室温下的粘度为583.3cP。

[0041] 步骤一所述的四块表面带有微图案的矩形硅片是用光刻技术在4块矩形硅片表面上分别刻圆形、三角形、倒梯形和矩形微图案的矩形硅片。

[0042] 图1是试验一步骤一中硅片A、硅片B、硅片C和硅片D的示意图,区域A是硅片A,区域B是硅片B,区域C是硅片C,区域D是硅片D,1是聚四氟乙烯薄膜,○、△、▽和□分别是硅片A、硅片B、硅片C和硅片D的微图案。

[0043] 图2是试验一步骤六得到的具有选择性刺激回复功能微图案薄膜,○、△、▽和□均是微图案。

[0044] 分别用交变磁场、射频对、紫外光和热刺激对试验一步骤六的具有选择性刺激回复功能微图案薄膜进行刺激,分别引起薄膜对应硅片A、C、D和B的微图案的回复。

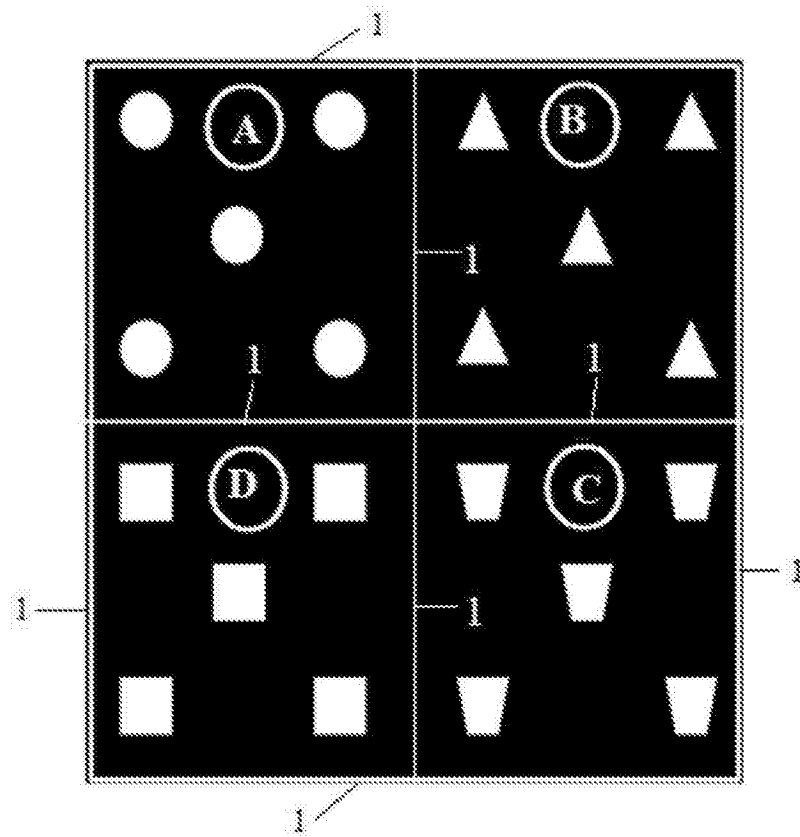


图1

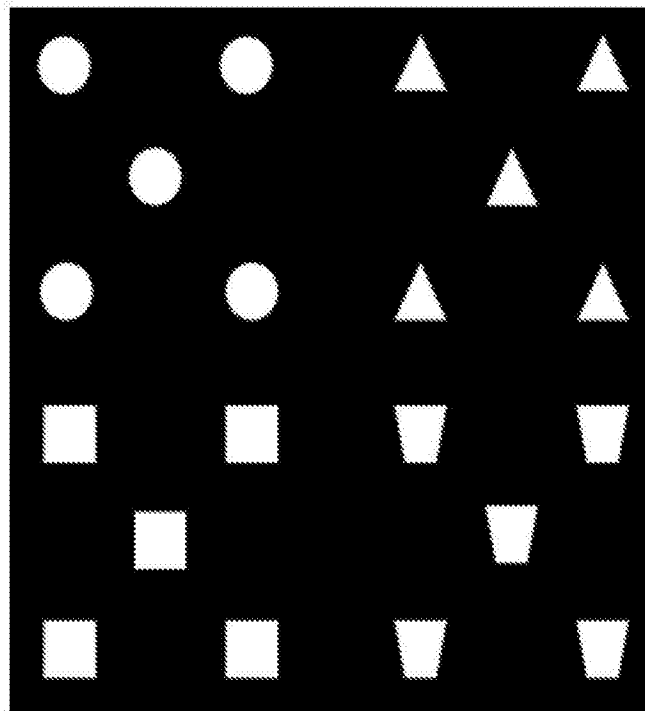


图2