



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108803183 A

(43)申请公布日 2018.11.13

(21)申请号 201810346457.6

(22)申请日 2018.04.18

(71)申请人 南通繁华新材料科技有限公司  
地址 226000 江苏省南通市海安经济技术  
开发区宁海南路188号

(72)发明人 刘江 王群华

(74)专利代理机构 北京一格知识产权代理事务  
所(普通合伙) 11316  
代理人 滑春生

(51)Int.Cl.  
G02F 1/15(2006.01)  
G02F 1/153(2006.01)

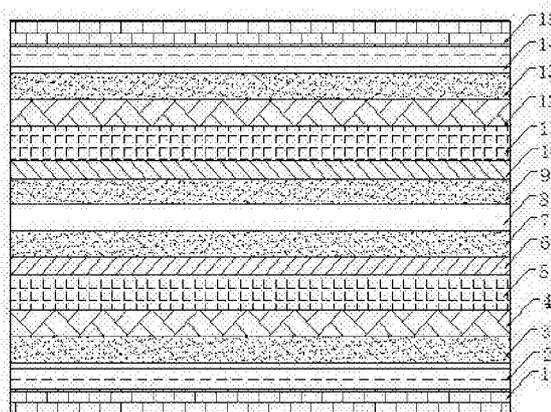
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种双层全无机电致变色器件及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种双层全无机电致变色器件及其制备方法,所述双层全无机电致变色器件包括自上而下依次设置的下隔离层、下离子阻挡层、下透明导电层B、下离子存储层、下离子层、下电致变色层、下透明导电层A、衬底、上透明导电层A、上电致变色层、上离子层、上离子存储层、上透明导电层B、上离子阻挡层和上隔离层;所述双层全无机电致变色器件通过双面磁控溅射镀膜工艺,可以在衬底两侧形成双层全无机电致变色器件。本发明的优点在于:本发明双层全无机电致变色器件,可以将可见光通过率调整为50%~0.01%,进而可以极大的降低着色态的透过率,达到不透光隐私的效果;本发明通过双面磁控溅射镀膜工艺,相比两次镀膜成本更低。



1. 一种双层全无机电致变色器件,其特征在于:所述双层全无机电致变色器件包括自上而下依次设置的下隔离层、下离子阻挡层、下透明导电层B、下离子存储层、下离子层、下电致变色层、下透明导电层A、衬底、上透明导电层A、上电致变色层、上离子层、上离子存储层、上透明导电层B、上离子阻挡层和上隔离层。

2. 一种权利要求1所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述制备方法包括如下步骤:

(1) 制备上透明导电层A和下透明导电层A:以清洁的高透明材料为衬底,并通过真空镀膜、蒸发镀膜或溶胶凝胶工艺在衬底的上、下表面分别形成一层厚度为20nm~100nm的高温透明导电薄膜,进而在衬底的上、下表面分别形成上透明导电层A和下透明导电层A;

(2) 制备上电致变色层和下电致变色层:以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为2%~50%或以氧化物的陶瓷为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上透明导电层A的上表面和下透明导电层A的下表面制备膜厚为200nm~600nm的上电致变色层和下电致变色层;

(3) 制备上离子层和下离子层:通过镀膜方式在上电致变色层的上表面和下电致变色层的下表面分别镀上一层膜厚为10nm~300nm的金属锂离子层,进而形成上离子层和下离子层;

(4) 制备上离子存储层和下离子存储层:以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为0.5%~20%或以氧化物的陶瓷为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上离子层的上表面和下离子层的下表面制备膜厚为150nm~650nm的上离子存储层和下离子存储层;

(5) 制备上透明导电层B和下透明导电层B:通过真空镀膜、蒸发镀膜或溶胶凝胶工艺在上离子存储层的上表面和下离子存储层的下表面分别形成一层厚度为200nm~400nm的高温透明导电薄膜,进而形成上透明导电层B和下透明导电层B;

(6) 制备上离子阻挡层和下离子阻挡层:以Si/SiAl为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上透明导电层B的上表面和下透明导电层B的下表面分别沉积一层厚度为20nm~80nm的上离子阻挡层和下离子阻挡层;

(7) 制备上隔离层和下隔离层:以Si、Ti、Al或B中的一种或几种为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上离子阻挡层的上表面和下离子阻挡层的下表面分别沉积一层厚度为100nm~1000nm的上隔离层和下隔离层。

3. 根据权利要求2所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中的透明导电薄膜选用方块电阻为5~15ohm,可见光平均透过率>83%的透明导电薄膜,且所述透明导电层的透明导电薄膜选用ITO或AZO中的一种或几种。

4. 根据权利要求2所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中上电致变色层和下电致变色层的电致变色薄膜选用 $WO_3$ 、 $MO_3$ 、 $Nb_2O_5$ 或 $TiO_2$ 中的一种或几种。

5. 根据权利要求2所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中的金属锂离子层里掺杂有钽、铌或钴材料中的一种或几种。

6. 根据权利要求2所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)中上离子存储层和下离子存储层的离子存储薄膜选用 $NiO_x$ 或 $IrO_2$ 中的一种或几种。

7. 根据权利要求2所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述步骤

(5)中的透明导电薄膜选用方块电阻为 $5\sim 15\Omega$ ,可见光平均透过率 $>80\%$ 的透明导电薄膜,且所述透明导电层的透明导电薄膜选用ITO或AZO中的一种或几种。

8.根据权利要求2所述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其特征在于:所述步骤(6)中上离子阻挡层和下离子阻挡层的离子阻挡薄膜选用 $\text{SiO}_x$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 或 $\text{SiAlO}_x$ 中的一种或几种。

## 一种双层全无机电致变色器件及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于电致变色器件领域,特别涉及一种双层全无机电致变色器件及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 电致变色是指光学属性(反射率、透过率、吸收率等)在外加电场的作用下发生稳定、可逆颜色变化的现象。电致变色技术发展已有四十余年,电致变色器件(Electrochromic Device, ECD)由于其具有对透射光强度的连续可调性、能量损耗低、具有开路记忆功能等特点,在智能窗、显示器、航天器温控调制、汽车无眩后视镜、武器装备隐身等领域具有广阔的应用前景。

[0003] 电致变色器件一般为5层结构:透明导电电极层、电致变色材料层、电解质层、离子存储层和另一导电电极层,如专利CN 107085339 A公开了一种全固态电致变色器件的制备方法,其中,提及到全固态电致变色器件,该器件依次由ITO玻璃衬底、电致变色层、电解质层、离子存储层和顶层ITO组成,即现有的全固态电致变色器件一般为单层全无机电子变色器件,其透过率在60%~1%,不是完全不透过光线的,在强光下不具备完全隐私的效果。

[0004] 因此,研发一种能够极大地降低着色态的透过率,且达到不透光隐私效果的双层全无机电致变色器件及其制备方法是非常有必要的。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是提供一种能够极大地降低着色态的透过率,且达到不透光隐私效果的双层全无机电致变色器件及其制备方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明的技术方案为:一种双层全无机电致变色器件,其创新点在于:所述双层全无机电致变色器件包括自上而下依次设置的下隔离层、下离子阻挡层、下透明导电层B、下离子存储层、下离子层、下电致变色层、下透明导电层A、衬底、上透明导电层A、上电致变色层、上离子层、上离子存储层、上透明导电层B、上离子阻挡层和上隔离层。

[0007] 一种上述的双层全无机电致变色器件的制备方法,其创新点在于:所述制备方法包括如下步骤:

(1) 制备上透明导电层A和下透明导电层A:以清洁的高透明材料为衬底,并通过真空镀膜、蒸发镀膜或溶胶凝胶工艺在衬底的上、下表面分别形成一层厚度为20nm~100nm的高温透明导电薄膜,进而在衬底的上、下表面分别形成上透明导电层A和下透明导电层A;

(2) 制备上电致变色层和下电致变色层:以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为2%~50%或以氧化物的陶瓷为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上透明导电层A的上表面和下透明导电层A的下表面制备膜厚为200nm~600nm的上电致变色层和下电致变色层;

(3) 制备上离子层和下离子层:通过镀膜方式在上电致变色层的上表面和下电致变色

层的下表面分别镀上一层膜厚为10nm~300nm的金属锂离子层,进而形成上离子层和下离子层;

(4)制备上离子存储层和下离子存储层:以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为0.5%~20%或以氧化物的陶瓷为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上离子层的上表面和下离子层的下表面制备膜厚为150nm~650nm的上离子存储层和下离子存储层;

(5)制备上透明导电层B和下透明导电层B:通过真空镀膜、蒸发镀膜或溶胶凝胶工艺在上离子存储层的上表面和下离子存储层的下表面分别形成一层厚度为200nm~400nm的高温透明导电薄膜,进而形成上透明导电层B和下透明导电层B;

(6)制备上离子阻挡层和下离子阻挡层:以Si/SiAl为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上透明导电层B的上表面和下透明导电层B的下表面分别沉积一层厚度为20nm~80nm的上离子阻挡层和下离子阻挡层;

(7)制备上隔离层和下隔离层:以Si、Ti、Al或B中的一种或几种为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上离子阻挡层的上表面和下离子阻挡层的下表面分别沉积一层厚度为100nm~1000nm的上隔离层和下隔离层。

[0008] 进一步地,所述步骤(1)中的透明导电薄膜选用方块电阻为5~15ohm,可见光平均透过率>83%的透明导电薄膜,且所述透明导电层的透明导电薄膜选用ITO或AZO中的一种或几种。

[0009] 进一步地,所述步骤(2)中上电致变色层和下电致变色层的电致变色薄膜选用 $WO_3$ 、 $MO_3$ 、 $Nb_2O_5$ 或 $TiO_2$ 中的一种或几种。

[0010] 进一步地,所述步骤(3)中的金属锂离子层里掺杂有钽、铌或钴材料中的一种或几种。

[0011] 进一步地,所述步骤(4)中上离子存储层和下离子存储层的离子存储薄膜选用 $NiO_x$ 或 $IrO_2$ 中的一种或几种。

[0012] 进一步地,所述步骤(5)中的透明导电薄膜选用方块电阻为5~15ohm,可见光平均透过率>80%的透明导电薄膜,且所述透明导电层的透明导电薄膜选用ITO或AZO中的一种或几种。

[0013] 进一步地,所述步骤(6)中上离子阻挡层和下离子阻挡层的离子阻挡薄膜选用 $SiO_x$ 、 $Nb_2O_5$ 、 $Ta_2O_5$ 或 $SiAlO_x$ 中的一种或几种。

[0014] 本发明的优点在于:

(1)本发明双层全无机电致变色器件,在衬底的两侧对称设置有透明导电层A、电致变色层、离子层、离子储存层、透明导电层B、离子阻挡层和隔离层,形成双层全无机电致变色器件,可以将可见光通过率调整为50%~0.01%,进而可以极大的降低着色态的透过率,达到不透光隐私的效果;

(2)本发明双层全无机电致变色器件的制备方法,通过双面磁控溅射镀膜工艺,可以在衬底两侧形成双层全无机电致变色器件,相比两次镀膜成本更低;此外,本发明的工艺路线可以很好的兼容平面、曲面、柔性等产品,实现产品的多元化;

(3)本发明双层全无机电致变色器件的制备方法,其中,电致变色层以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为2%~50%进行镀膜;离子存储层以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为0.5%~20%进行镀膜,可通过改变氧掺杂的比例来调制双层全无

机电致变色器件的光学透过率及电致变色性能；

(4) 本发明双层全无机电致变色器件的制备方法,其中,金属锂离子层里掺杂有钽、铌或钴材料中的一种或几种,能够有效提高离子层的特性。

## 附图说明

[0015] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明。

[0016] 图1为本发明双层全无机电致变色器件的结构示意图。

## 具体实施方式

[0017] 下面的实施例可以使本专业的技术人员更全面地理解本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。

## 实施例

[0018] 本实施例双层全无机电致变色器件,如图1所示,双层全无机电致变色器件包括自上而下依次设置的下隔离层1、下离子阻挡层2、下透明导电层B 3、下离子存储层4、下离子层5、下电致变色层6、下透明导电层A 7、衬底8、上透明导电层A 9、上电致变色层10、上离子层11、上离子存储层12、上透明导电层B 13、上离子阻挡层14和上隔离层15。

[0019] 本实施例双层全无机电致变色器件的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

(1) 制备上透明导电层A 9和下透明导电层A 7:以清洁的有机玻璃为衬底8,并通过真空镀膜、蒸发镀膜或溶胶凝胶工艺在衬底8的上、下表面分别形成一层厚度为20nm~100nm的方块电阻为5~15ohm,可见光平均透过率>83%的ITO透明导电薄膜,进而在衬底8的上、下表面分别形成上透明导电层A 9和下透明导电层A 7;

(2) 制备上电致变色层10和下电致变色层6:以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为2%~50%,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上透明导电层A 9的上表面和下透明导电层A 7的下表面制备膜厚为200nm~600nm的上电致变色层10和下电致变色层6,且上电致变色层10和下电致变色层6的电致变色薄膜选用 $WO_3$ ;

(3) 制备上离子层11和下离子层5:通过镀膜方式在上电致变色层10的上表面和下电致变色层6的下表面分别镀上一层膜厚为10nm~300nm的金属锂离子层,进而形成上离子层11和下离子层5;为了能够有效提高离子层的特性,在金属锂离子层里掺杂有钽、铌或钴材料中的一种或几种;

(4) 制备上离子存储层12和下离子存储层4:以金属钨为靶材,氧气为工作气体,氧气掺杂比例为0.5%~20%,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上离子层11的上表面和下离子层5的下表面制备膜厚为150nm~650nm的上离子存储层12和下离子存储层4,且上离子存储层12和下离子存储层4的离子存储膜选用 $NiO_x$ ;

(5) 制备上透明导电层13和下透明导电层3:通过真空镀膜、蒸发镀膜或溶胶凝胶工艺在上离子存储层12的上表面和下离子存储层4的下表面分别形成一层厚度为200nm~400nm的方块电阻为5~15ohm,可见光平均透过率>80%的ITO透明导电薄膜,进而形成上透明导电层B 13和下透明导电层B 3;

(6) 制备上离子阻挡层14和下离子阻挡层2:以Si/SiAl为靶材,采用双面磁控溅射镀膜

工艺在上透明导电层B 13的上表面和下透明导电层B 3的下表面分别沉积一层厚度为20nm~80nm的上离子阻挡层14和下离子阻挡层2,且上离子阻挡层14和下离子阻挡层2的离子阻挡膜选用SiO<sub>x</sub>;

(7)制备上隔离层15和下隔离层1:以Si、Ti、Al或B中的一种或几种为靶材,采用双面磁控溅射镀膜工艺在上离子阻挡层的上表面和下离子阻挡层的下表面分别沉积一层厚度为100nm~1000nm的上隔离层15和下隔离层1。

[0020] 本实施例中的衬底8除选用有机玻璃外,还可选用任意一高透明材料为衬底8;实施例中的透明导电薄膜也可选用AZO或ITO与AZO的混合;实施例中的上电致变色层10和下电致变色层6的电致变色薄膜也可选用MO<sub>3</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、TiO<sub>2</sub>中的一种,或WO<sub>3</sub>、MO<sub>3</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、TiO<sub>2</sub>中的几种;实施例中的上离子存储层12和下离子存储层4的离子存储膜也可选用IrO<sub>2</sub>或NiO<sub>x</sub>与IrO<sub>2</sub>的混合;实施例中的上离子阻挡层14和下离子阻挡层2的离子阻挡膜也可选用Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、SiAlO<sub>x</sub>中的一种或SiO<sub>x</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、与SiAlO<sub>x</sub>中的几种。

[0021] 通过本实施例制备出的双层全无机电致变色器件,可见光通过率为50%~0.01%,进而可以极大的降低着色态的透过率,达到不透光隐私的效果。

[0022] 以上显示和描述了本发明的基本原理和主要特征以及本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

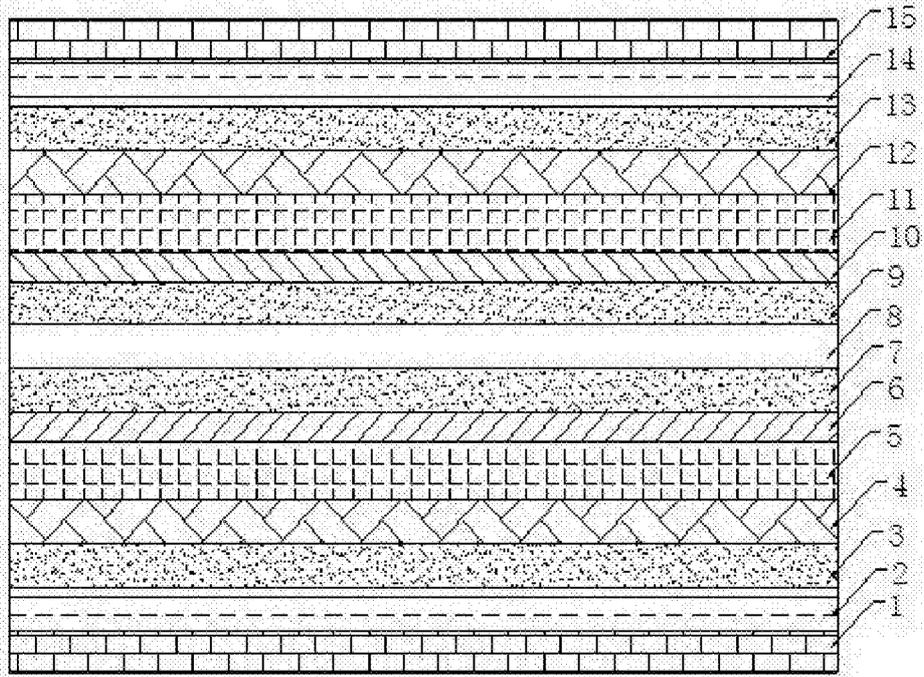


图1