



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113555162 A

(43) 申请公布日 2021.10.26

(21) 申请号 202110791926.7

(22) 申请日 2021.07.13

(71) 申请人 郑州大学

地址 450000 河南省郑州市高新技术开发
区科学大道100号

(72) 发明人 李庆涛 周兵 冯跃战 韩高杰
刘春太

(74) 专利代理机构 郑州知劲专利代理事务所
(普通合伙) 41193

代理人 黄龙

(51) Int. Cl.

H01B 13/00 (2006.01)

B05D 1/00 (2006.01)

B05B 12/12 (2006.01)

H01B 5/14 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的
制备方法

(57) 摘要

本发明属于光电材料制备技术领域,特别涉及一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法。所述制备方法,将作为基体的柔性膜负载或装配在可高速旋转的承载主体上,在承载主体旋转的过程中,将雾化后的一维导电纳米材料溶液均匀喷涂到柔性膜上。本发明方法构思巧妙,操作方便,作业高效且无污染,能够有效提高复合膜上一维导电纳米材料导电网络的有序排列分布,进而提高一维导电纳米复合膜的导电性能,同时可以有效分离一维导电纳米材料与溶剂,防止咖啡环现象的发生。

1. 一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,将作为基体的柔性膜负载或装配在可高速旋转的承载主体上,在承载主体旋转的过程中,将雾化后的一维导电纳米材料溶液均匀喷涂到柔性膜上。

2. 如权利要求1所述的高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,所述的承载主体为非变径圆柱体或圆筒。

3. 如权利要求2所述的高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,所述承载主体的转速为3000-8000rpm。

4. 如权利要求1所述的高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,所述一维导电纳米材料溶液的浓度为0.01-5mg/ml。

5. 如权利要求1所述的高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,雾化出口到承载主体的距离为30-150mm,雾化压力为0.4-0.7MPa。

6. 如权利要求5所述的高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,一维导电纳米材料溶液进入雾化设备的速度为0.1-10ml/min。

7. 如权利要求1-6任一所述的高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,其特征在于,所述制备方法通过下述装置实现:包括用于装配或负载柔性膜基体的承载主体,以及设置于承载主体一侧并用于对柔性膜基体喷淋一维纳米材料水溶液的雾化机构,所述承载主体与动力机构传动连接并于雾化机构的喷淋状态下作连续同向的均速旋转动作。

一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于光电材料制备技术领域,特别涉及一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法。

背景技术

[0002] 兼具优异的透明度和电导率的透明导电薄膜(TCF)是光电设备实现高性能的关键指标,实际上TCF作为柔性电极也确实引起了例如触摸屏面板、柔性有机太阳能电池和有机发光二极管等领域的极大关注。而一维导电填料(金属纳米线、碳纳米管等)拥有超高的导电性、透光性、柔韧性和大的长径比,因此通过对一维导电填料各种溶液基的旋涂、喷涂、真空过滤和棒涂,都有被广泛用于制造 TCF。

[0003] 但传统的制备工艺主要是将一维导电填料随机地分布在基体表面,从而不可避免地出现各式各样的问题,例如容易出现咖啡环现象,增大了表面粗糙度;需要借助高温辅助溶剂的挥发;随机分布的导电网络使得高透光性和导电性无法兼具,只能降低导电网络的阈渗值从而达到权衡透光性和导电性。当然,理论上TCF导电网络的有序排列分布是解决上述问题的最有效手段,相应的现有技术中也有基于溶液法的朗缪尔-布洛杰特技术、纳米沟槽预取向法、刮涂印刷技术、剪切诱导取向技术等来提高TCF导电网络的有序排列分布。但是这些方法也存在一些缺陷,例如制备手段要求精确度比较高而且制备过程复杂,需要借助额外的工艺手段如模板预制备、模板转移或导电填料的预生长等,溶剂的蒸发速度缓慢降低了制备效率,无法规模化制备等等。因此,研究开发一种能制备均匀的TCF的方法成为本行业研发的重要课题。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案如下:

一种高度取向的一维导电填料基TCF材料的制备方法,将作为基体的柔性膜负载或装配在可高速旋转的承载主体上,在承载主体旋转的过程中,将雾化后的一维导电纳米材料溶液均匀喷涂到柔性膜上。

[0006] 优选的,所述的承载主体为非变径圆柱体或圆筒。

[0007] 所述承载主体的转速优选为3000-8000rpm。

[0008] 所述一维导电纳米材料溶液的浓度可控制在0.01-5mg/ml,一般水溶液即可。

[0009] 一维导电纳米材料溶液进入雾化设备的速度为0.1-10ml/min,优选为1ml/min。

[0010] 雾化出口到承载主体的距离为30-150mm优选为50mm,雾化压力为0.4-0.7MPa。

[0011] 所述制备方法优选通过下述装置实现:包括用于装配或负载柔性膜基体的承载主体,以及设置于承载主体一侧并用于对柔性膜基体喷淋一维纳米材料溶液的雾化机构,所述承载主体与动力机构传动连接并于雾化机构的喷淋状态下作连续同向的均速旋转动作。

[0012] 所述承载主体可在电机作用下作周转运动。

[0013] 所述雾化机构的进液口可通过设有流量调控开关的管道连接盛放一维纳米材料溶液的容器,雾化机构的进气口通过设置压力调节开关的管道可连接高压气源。

[0014] 所述雾化机构可设置于承载主体正上方。

[0015] 所述雾化机构与设置于底座上的Y轴直线驱动机构的输出端连接,所述底座与设置于机架上的X轴直线驱动机构的输出端连接。

[0016] 所述驱动机构包括电缸、液压缸或气缸。

[0017] 本发明方法通过在承载主体旋转的过程中,将雾化后的一维导电纳米材料水溶液(可以理解为雾化单元)均匀喷涂到柔性膜上,承载主体可以带动柔性膜基体相对雾化单元做高速匀速转动,如此当一维导电纳米材料溶液喷淋至柔性膜基体上时,承载主体的高速周向运动配合外径一致的闭环表面可以给予均匀喷涂至柔性膜基体上的溶液中的一维导电纳米材料以一定的剪切力,溶液形成较为一致的取向结构,不仅可以离心掉多余的水分从而避免咖啡环现象的发生,同时一维导电纳米材料在顺着承载主体转动时形成相同的取向,进而有效改善一维导电纳米复合膜的导电网络的有序排列分布。

[0018] 工作时,可采用连接高压气源的雾化喷头作为雾化机构,将一维纳米材料的水分散液均匀喷涂至承载主体上的柔性薄膜基体上,承载主体由电机带动作匀速周转,同时雾化喷头可以根据承载主体的轴长而在X轴直线驱动机构的带动下进行同轴向的水平移速和位移的设定,进而确保溶液可以均匀喷涂至柔性薄膜基体上。喷淋前,雾化喷头可以在Y轴直线驱动机构的带动下调整其与柔性薄膜基体的间距。

[0019] 本发明与现有技术相比,具有如下优点:

本发明方法构思巧妙,操作方便,作业高效且无污染,能够有效提高复合膜上一维导电纳米材料导电网络的有序排列分布,进而提高一维导电纳米复合膜的导电性能,同时可以有效分离一维导电纳米材料与溶剂,防止咖啡环现象的发生。

附图说明

[0020] 图1为本发明实施例中制备高取向的一维导电纳米复合膜的制备装置的结构示意图;

图2为实施例1获得的复合膜的AFM照片;

图3为采用对比例的方式获得的复合膜的AFM照片;

图4为实施例2获得的复合膜的AFM照片;

图5中,图5a为实施例1获得的复合膜的实物图照片,图5b为对比例获得样品的实物图照片。

具体实施方式

[0021] 以下以具体实施例来说明本发明的技术方案,但本发明的保护范围不限于此:

以下实施例中所用复合膜的制备装置如图1所示,包括机架2、设置于机架2上的电机4以及由电机4输出端传动的承载主体3,承载主体3为非变径的圆柱结构,设置于承载主体3正上方的雾化喷头10其进液口通过设有流量调控开关的管道连接盛放一维纳米材料水分散剂的容器6,雾化喷头10的进气口通过设置压力调节开关5的管道连接空气压缩机1。雾化喷头10与设置于底座上的Y轴直线驱动机构7的输出端连接,所述底座与设置于机架上的

X轴直线驱动机构9的输出端连接。

[0022] 进行复合膜的制备时,先将柔性膜基体贴合承载主体外壁固定,然后通过Y轴直线驱动机构带动雾化喷头移动以调节其与柔性膜基体的间距。然后调节流量调控开关和压力调节开关,电机带动承载主体和柔性膜基体作高度周向转动,同时调节X轴直线驱动机构对雾化喷头的传动速率和范围进行调节,使得雾化喷头将一维纳米材料水分散剂均匀喷淋至柔性膜基体上。所述直线驱动机构为电缸,电缸、电机、流量调控开关、压力调节开关以及空气压缩机的控制均由PLC电控,同时相应数据可以通过显示器8显示。

[0023] 采用上述制备装置,且按照如下步骤制备获取一维导电填料基TCF材料:

- 1) 配制一维纳米材料水分散液,分散液浓度为0.01mg-5mg/ml;
- 2) 将分散液加入到雾化喷头中待用;
- 3) 调节和设置设备参数:
 - 1、调节喷头到旋转滚筒(承载主体)的距离,可设置范围:30-150mm;
 - 2、调节雾化器进气压力表定量调节雾化压力,压力调节范围0.4-0.7 MPa;
 - 3、调节分散液进雾化器速度0.1-10ml/min;
 - 4、设置滚筒电机转速,设置范围为3000-8000rpm;
 - 5、设置雾化器水平移动速度及范围,运动设置范围:0-300mm,速度设置范围:30-100mm/min;
 - 6、设置设备工作时间在0-20min;
- 4) 将柔性薄膜固定到旋转滚筒上均匀附着,保证旋转时不会发生移动或飞出;
- 5) 检查各工序完成情况,确认无问题,开启设备;
- 6) 设备运行结束,取下样品,关闭设备。

[0024] 实施例1

采用上述步骤和设备制备高度取向的一维导电填料基TCF材料,步骤3)中各参数如下:分散液给进雾化器速度1ml/min,分散液浓度0.3mg/ml;喷头到承载主体滚筒的距离50mm,雾化压力为0.5MPa;滚筒(电机)转速4000rpm;喷头运动范围及速度:范围:0-50mm;速度:40mm/min,运行时间5min。获得的高度取向的一维导电填料基TCF材料的AFM照片如图2所示。图中可以明显观察到一维碳纳米管取向排布,表明一维碳纳米管顺着滚筒旋转方向分布。

[0025] 实施例2

采用上述步骤和设备制备高度取向的一维导电填料基TCF材料,步骤3)中各参数如下:分散液给进雾化器速度3ml/min,分散液浓度0.1mg/ml;喷头到承载主体滚筒的距离10mm,雾化压力0.5MPa;滚筒(电机)转速3000rpm;喷头运动范围及速度:范围:0-50mm;速度:50mm/min,运行时间4min。获得的高度取向的一维导电填料基TCF材料的AFM照片如图4所示。

[0026] 对比例

采用上述步骤和设备制备一维导电填料基TCF材料,但是直接将喷头中的分散液喷涂至静止固定的柔性膜上。

[0027] 步骤3)中各参数如下:分散液给进雾化器速度1ml/min,分散液浓度0.3mg/ml;喷头到柔性膜的距离50mm,雾化压力0.5MPa;喷头运动范围及速度:范围:0-50mm;速度:40mm/

min,运行时间5min。获得一维导电纳米复合膜的AFM照片如图3所示。可以看出,一维碳纳米管随机分布,无取向分布。

此外,图5a为实施例1获得的复合膜的实物图照片,图5b为对比例获得样品的实物图照片。

[0028] 通过对比实施例和对比例获得样品的照片可知,本发明方法获得的样品表面填料分布均匀,无任何团聚或咖啡环现象,且一维碳纳米管顺着滚筒旋转方向取向分布。而对比例获得样品表面出现明显的咖啡环的痕迹,如箭头所示,且碳纳米管随机分布,并无取向。

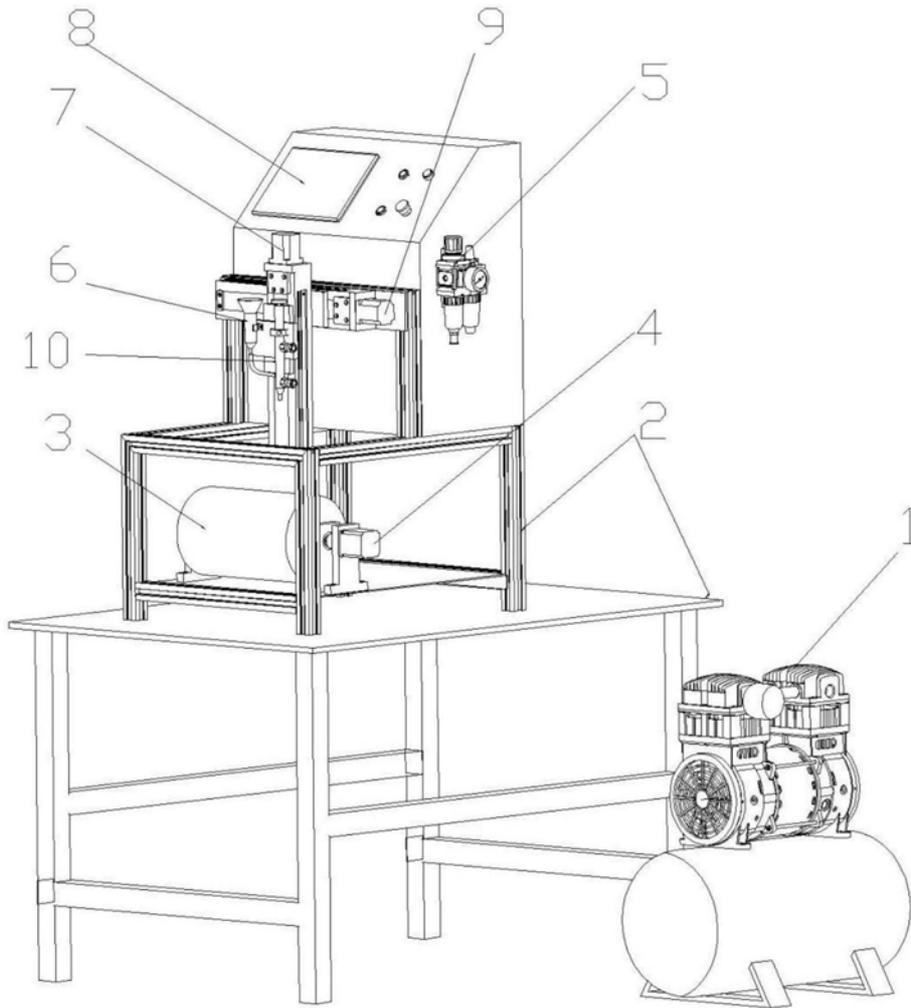


图1

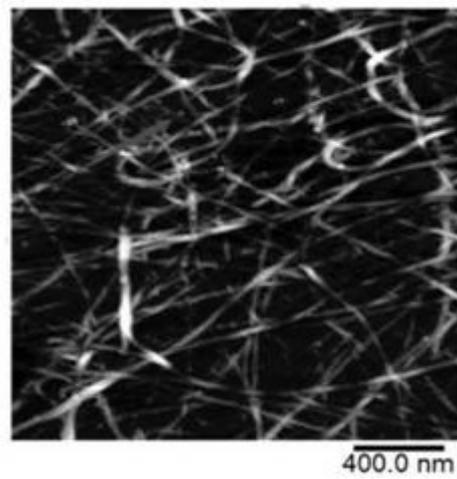


图2

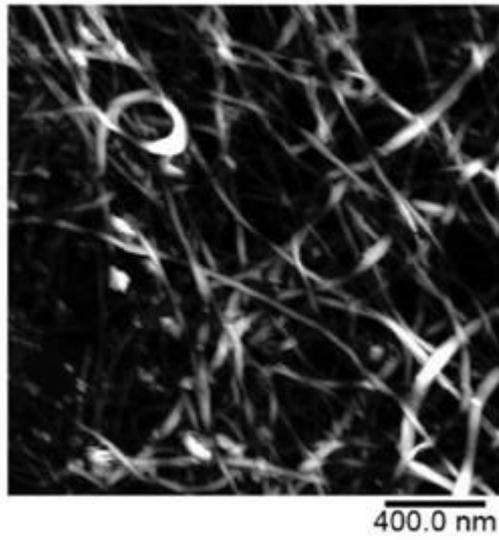


图3

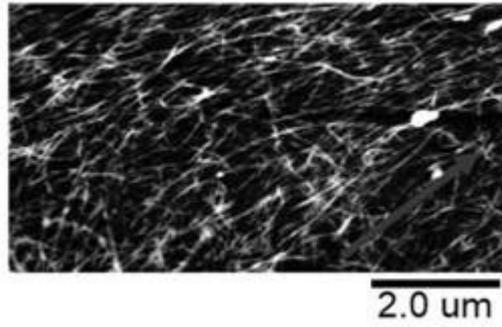


图4



图5