

# (12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织  
国际局

(43) 国际公布日  
2020 年 6 月 25 日 (25.06.2020)



(10) 国际公布号  
**WO 2020/125438 A1**

(51) 国际专利分类号:  
C23C 14/35 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2019/123443

(22) 国际申请日: 2019 年 12 月 5 日 (05.12.2019)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:  
201811549418.2 2018 年 12 月 18 日 (18.12.2018) CN

(71) 申请人: 深圳先进技术研究院 (SHENZHEN INSTITUTES OF ADVANCED TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国广东省深圳市南山区西丽大学城学苑大道 1068 号, Guangdong 518055 (CN)。

(72) 发明人: 鲁远甫 (LU, Yuanfu); 中国广东省深圳市南山区西丽大学城学苑大道 1068 号, Guangdong 518055 (CN)。李锐 (LI, Rui); 中国广东省深圳市南山区西丽大学城学苑大道 1068 号, Guangdong 518055 (CN)。李光元 (LI, Guangyuan); 中国广东省深圳市南山区西丽大学城学苑大道 1068 号, Guangdong 518055 (CN)。焦国华 (JIAO, Guohua); 中国广东省深圳市南山区西丽大学城学苑大道 1068 号, Guangdong 518055 (CN)。吕建成 (LV, Jiancheng); 中国广东省深圳市南山区西丽大学城学苑大道 1068 号, Guangdong 518055 (CN)。

(74) 代理人: 广州三环专利商标代理有限公司 (SCIHEAD IP LAW FIRM); 中国广东省广州市越秀区先烈中路 80 号汇华商贸大厦 1508 室, Guangdong 510070 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告 (条约第 21 条 (3))。

(54) Title: VANADIUM OXIDE COMPOSITE FILM AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: 一种氧化钒复合薄膜及其制备方法

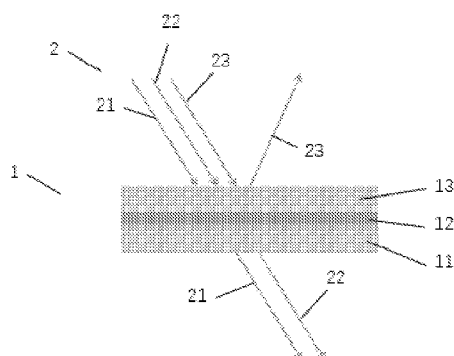


图 1

(57) Abstract: A vanadium oxide composite film (1), comprising a first flexible film (11), a vanadium oxide film (12) and a second flexible film (13), wherein the vanadium oxide film (12) is formed between the first flexible film (11) and the second flexible film (13); when the temperature of the vanadium oxide composite film (1) is lowered, the transmissivity of infrared light (21) in incident light (2) is increased by the vanadium oxide composite film (1); and when the temperature of the vanadium oxide composite film (1) is increased, the transmissivity of the infrared light (21) in the incident light (2) is lowered by the vanadium oxide composite film (1). The vanadium oxide composite film (1) employs a flexible material which is resistant to high temperature, is resistant to corrosion, is environmentally friendly, and has high transmissivity to serve as a substrate, and a laminated structure is formed in the middle by a layer of vanadium oxide film (12). The film is good in adaptability to rigid substrates such as glass and silicon wafers and has excellent characteristics such as flexibility, tortuosity, wide adaptability and being lightweight. Meanwhile, the film is convenient to disassemble, clean and assemble. Two-way temperature control may be realized, and the performance for modulating infrared light is good.

---

**(57) 摘要：**一种氧化钒复合薄膜（1），包括第一柔性薄膜（11），氧化钒薄膜（12），以及第二柔性薄膜（13）；其中，所述氧化钒薄膜（12）形成于第一柔性薄膜（11）和第二柔性薄膜（13）之间；当所述氧化钒复合薄膜（1）的温度降低时，所述氧化钒复合薄膜（1）对入射光（2）中的红外光（21）的透射率增加；当所述氧化钒复合薄膜（1）的温度升高时，所述氧化钒复合薄膜（1）对入射光（2）中的红外光（21）的透射率降低。上述氧化钒复合薄膜（1）使用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料作为基底，中间由一层氧化钒薄膜（12）组成层叠结构。这种薄膜与玻璃、硅片等刚性基底相适应性好，具备柔性、曲折性、适应性广、轻便等优良特性，同时便于拆卸、清洗和装配，还可双向控温，对红外光的调制性能好。

## 一种氧化钒复合薄膜及其制备方法

### 技术领域

5 本申请涉及一种智能温控薄膜，特别是一种氧化钒复合薄膜及其制备方法。

### 背景技术

10 全球经济的发展不断消耗着有限的不可再生能源，人类将面临着能源短缺的危机。在全世界日益增长的能源消耗中，无论是发达国家还是发展中国家，建筑能耗都是国家总能耗中比较重大的一项，发达国家的建筑能耗甚至占到全国总能耗的三分之一左右。

15 在各类能耗中，采暖和空调的能耗占建筑总能耗的55%左右，并且我国建筑单位面积能耗是发达国家的2至3倍，并呈逐年上升趋势，能源浪费极其严重。在现代建筑物中，窗户是建筑物不可缺少的重要组成部分，它使得建筑物的采光和通风都能大大改善，又能使得住宅有一定的敞开面积，扩大视野。随着建筑形式的现代化，外窗和玻璃幕墙等透光型围护结构占外表面面积的比例越来越高，太阳辐射的热能主要通过窗户进入室内。

20 据测算，通过普通玻璃窗进行的热交换损耗在冬夏季节分别占58%和73%，由此可见在建筑中的热量损耗的大部分都是通过玻璃窗的热交换而造成的，特别是夏季的损耗高达73%。这是由于太阳光能量约99%分布在波长为0.2 - 2.5 $\mu\text{m}$ 的范围内，其中0.2 ~ 0.38 $\mu\text{m}$ 的紫外光区占总能量的约8%，0.38 ~ 0.76 $\mu\text{m}$ 的可见光占约43%，0.76 ~ 2.5 $\mu\text{m}$ 的红外光占48%，而普通玻璃对不同波长的太阳光不具有调控能力，室外温度较高时，不能有效截止近红外太阳光，增加

了空调的制冷负荷，室外温度低时，室内热量又以热辐射的形式通过玻璃表面散失，增加了空调的保温负荷。在采用空调调节室内温度的情况下，据测量，制冷温度提高 $2^{\circ}\text{C}$ ，制冷负荷减少约20%；制热温度调低 $2^{\circ}\text{C}$ ，制热负荷减少约30%。由上述可知，改善窗玻璃绝热性能将是改善建筑能耗的关键所在。

5        现有建筑物主要使用普通玻璃与商业应用的被动调热型的低辐射率（Low-E）镀膜玻璃，可有效减少玻璃表面的辐射率，进而减少相应的辐射散热，提高了窗玻璃绝热的性能。但是，这些玻璃一旦在结构形成之后，其光学特性很难发生改变，不能随着季节变化进行双向调节，且难以重新组装、拆换。此外，中国已有的玻璃幕墙已占全球总量的85%。据不完全统计，在近20年  
10        的时间里，光玻璃幕墙在中国已突破5亿平方米。如此庞大的数量难以在短时间内更换新型的玻璃。另外，玻璃经常的清洗与更换，不仅增加了人工维护的成本，也增加了安全隐患。

现有技术“一种自动调温的智能玻璃”（CN204020142U）公开了一种由一层或多层透光材料层与至少一层二氧化钒薄膜组成的层叠结构的组合体，不过  
15        其透光率不明，性能不高，难以双向调节温度。此外，该方法得到的智能玻璃的清洗与更换不仅增加了人工维护的成本，也增加了安全隐患。

## **申请内容**

针对以上现有技术存在的技术问题，本申请提出一种氧化钒复合薄膜及其  
20        制备方法，使用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料作为基底，中间由一层氧化钒薄膜组成层叠结构。这种薄膜与玻璃、硅片等刚性基底相适应性好，具备柔性、曲折性、适应性广、轻便等优良特性，同时便于拆卸、清洗、装配，还可双向控温，对红外光的调制性能好。

本申请涉及一种氧化钒复合薄膜的制备方法，包括，步骤一，在衬底上形  
25        成耐高温的第一柔性材料薄膜，以形成基片；步骤二，在所述基片上的所述第

一柔性材料上形成氧化钒前驱体薄膜；步骤三，对形成有所述氧化钒前驱体薄膜的基片进行高温退火，形成具有氧化钒薄膜的复合薄膜；步骤四，在所述氧化钒薄膜上形成第二柔性材料薄膜。

5 优选为，在所述步骤一之前，还包括衬底准备步骤；其中，所述衬底为硅衬底。

优选为，所述衬底准备步骤进一步包括，在所述硅衬底上形成氮化硅层，以形成具有氮化硅层的硅衬底；步骤一中所述第一柔性材料薄膜形成于所述衬底上的所述氮化硅层上。

10 优选为，所述步骤三之后，还包括剥离步骤；其中，所述剥离步骤包括，将所述第一柔性材料薄膜、氧化钒薄膜和第二柔性材料薄膜从所述衬底上剥离，获得在所述第一柔性材料薄膜和所述第二柔性材料薄膜内形成有氧化钒薄膜的复合薄膜。

优选为，所述耐高温的第一柔性材料的热分解温度高于步骤三中高温退火的温度。

15 优选为，所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜由在可见、红外波段内均具有高透射性的透光材料形成。

优选为，所述第一柔性材料为耐高温树脂材料。

优选为，所述耐高温树脂材料为聚酰亚胺。

优选为，所述聚酰亚胺的热分解温度大于 400℃。

20 优选为，所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜由相同的材料构成。

优选为，步骤二中，通过磁控溅射方法在所述第一柔性材料上形成所述氧化钒前驱体薄膜。

优选为，所述磁控溅射的条件为：基片温度为 100-400℃，真空度低于  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa，靶材与基片距离为 80mm，氩气流量为 15-30sccm，氧气流量为 0.3-2.0sccm，氩氧比为 7.5:1-39:1，溅射工作气压为 0.3Pa，溅射功率为 150-200W，沉积时间为 60min。

优选为，步骤三中进行高温退火的条件为，在真空或惰性环境中对所述氧化钒前驱体薄膜进行退火。

优选为，步骤三中进行高温退火的温度在 420-480℃ 范围内。

10 优选为，所述退火的环境为，真空度为 0.1-0.3Pa 的氩气氛围。

优选为，所述步骤二还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述衬底上，在 25-60℃ 下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃ 下加热 8 小时进行退火，在硅基底上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成所述第一柔性材料薄膜。

15 优选为，所述步骤四还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述氧化钒薄膜上，在 25-60℃ 下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃ 下加热 8 小时进行退火，在所述氧化钒薄膜上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成所述第二柔性材料薄膜。

20 优选为，第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm，氧化钒薄膜的厚度小于 100nm，第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm。

本申请还涉及一种氧化钒复合薄膜的制备方法，包括，步骤一，准备衬底，

在硅基底上形成氮化硅层；步骤二，将所述衬底依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声清洗 10 分钟，并烘干；步骤三，准备基片，在所述衬底上形成第一聚酰亚胺薄膜；步骤四，将所述基片依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声清洗 10 分钟，并烘干；步骤五，将清洗好的基片置于真空度为  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa 的高真空射频磁控溅射设备里，在基片温度为 100-400℃、氩气流量为 15-30sccm、氧气流量为 0.3-2.0sccm、氩氧比为 7.5:1-39:1、溅射工作气压为 0.3Pa、溅射功率为 150-200W、靶材与基片距离为 80mm 的条件下，沉积 60min，以在所述基片上形成氧化钒前驱体薄膜；所述靶材为金属钒靶；步骤六，在 420-480℃退火 30min 以上，获得的氧化钒薄膜为层状多晶的薄膜；步骤七，在所述氧化钒薄膜上形成第二聚酰亚胺薄膜。

优选为，所述步骤七之后，还包括剥离步骤；其中，所述剥离步骤包括，将所述第一柔性材料薄膜、氧化钒薄膜和第二柔性材料薄膜从所述衬底上剥离，获得在所述第一柔性材料薄膜和所述第二柔性材料薄膜内形成有氧化钒薄膜的复合薄膜。优选为，所述步骤三还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述衬底上，在 25-60℃下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在硅基底上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成第一聚酰亚胺薄膜。

优选为，所述步骤七还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述氧化钒薄膜上，在 25-60℃下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在所述氧化钒薄膜上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成第二聚酰亚胺薄膜。

优选为，第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm，氧化钒薄膜的厚度小于

100nm，第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu$ m。

本申请还涉及一种氧化钒复合薄膜，包括第一柔性薄膜，氧化钒薄膜以及第二柔性薄膜；其中，所述氧化钒薄膜形成于第一柔性薄膜和第二柔性薄膜之间；当所述氧化钒复合薄膜的温度低于氧化钒的相变温度时，入射光中的红外光能够穿透所述氧化钒复合薄膜并透射至另一侧；当所述氧化钒复合薄膜的温度高于氧化钒的相变温度时，入射光中的红外光能够被所述氧化钒复合薄膜反射。

优选为，所述第一柔性薄膜和所述第二柔性薄膜由相同材料形成。

优选为，所述第一柔性薄膜和所述第二柔性薄膜均由聚酰亚胺材料形成。

优选为，所述复合薄膜对波长范围在 750-1700nm 内的红外光的透射率具有调制作用。

优选为，第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu$ m，氧化钒薄膜的厚度小于 100nm，第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu$ m。

优选为，所述氧化钒复合薄膜由前述各方法中任一项所述的方法制备形成。

与现有技术相比，本申请的有益效果在于，用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料聚酰亚胺作为两侧基底，在中间使用高温制备性能良好的氧化钒薄膜，使得整体薄膜对于红外光的调制幅度比较大，且本申请提出的薄膜与玻璃、硅片等刚性基底粘附性好，适用范围更广。

## 附图说明

附图 1：氧化钒复合薄膜低温环境下示意图；

附图 2：氧化钒复合薄膜高温环境下示意图；

附图 3：实施例 1 方法制备的氧化钒薄膜扫描电子显微镜图；

附图 4：实施例 1 方法制备的氧化钒复合薄膜对红外波段的调制作用。

## 具体实施方式

- 5       本实施方式涉及的一种氧化钒复合薄膜及其制备方法，使用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料作为基底，中间由一层氧化钒（ $\text{VO}_x$ ）薄膜组成层叠结构的组合体。这种薄膜与玻璃、硅片等刚性基底相适应性好，具备柔性、曲折性、适应性广，也具备与现实中已使用玻璃具有很好兼容的特性，便于拆卸、清洗、装配，该薄膜可双向控温，轻便，对红外光的调制性能好。
- 10       其中，所述氧化钒不仅限于 $\text{VO}_2$ 或 $\text{V}_2\text{O}_5$ ，即包括各种形式的钒的氧化物，即通常被本领域技术人员记做 $\text{VO}_x$ 。

制备方法主要包括，在衬底上形成耐高温的第一柔性材料薄膜，并以此形成基片，所述基片能够用于后续步骤中形成氧化钒薄膜；在所述基片上的所述第一柔性材料上形成氧化钒前驱体薄膜，然后进一步对形成有所述氧化钒前驱体薄膜的基片进行高温退火，以形成氧化钒薄膜的复合薄膜；进一步在所述氧化钒薄膜上形成第二柔性材料薄膜。

15

在一些实施例中，还包括准备衬底的步骤，通常选用硅衬底作为所述复合薄膜的衬底，以方便将所述复合薄膜直接与半导体器件制备工艺相结合。

在一些实施例中，准备衬底的步骤进一步包括，在所述硅衬底上形成氮化硅层，以形成具有氮化硅层的硅衬底；并进一步将所述第一柔性材料薄膜形成于所述衬底上的所述氮化硅层上。氮化硅层能够起到绝缘层的作用，使得整体更好的适用于器件加工中的MEMS工艺制备。在反应过程中，所述氮化硅层仅与硅片一同作为柔性薄膜的载体，不参与直接反应。

20

在一些实施例中，还包括剥离步骤；其中，所述剥离步骤包括，将所述第一柔性材料薄膜、氧化钒薄膜和第二柔性材料薄膜从所述衬底上剥离，获得在所述第一柔性材料薄膜和所述第二柔性材料薄膜内形成有氧化钒薄膜的复合薄膜。通过此步骤，可以单独获得柔性的氧化钒复合薄膜，能够适于在不同使用环境和条件下作为单独的柔性薄膜材料使用。

在一些实施例中，所述耐高温柔性材料优选为耐高温树脂材料，并进一步优选为聚酰亚胺树脂材料，且所述聚酰亚胺的热分解温度大于400℃。优选为，所述耐高温柔性材料的热分解温度高于高温退火的温度。由此使得形成在所述第一柔性材料薄膜表面的氧化钒薄膜能够在高温的条件下进行退火，并形成表面均匀、结构致密、成膜质量好、结晶良好，且氧化钒与聚酰亚胺结合紧密不易脱落的氧化钒复合薄膜。

在一些实施例中，所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜由在可见光和红外光波段内均具有高透射性的透光材料形成。由于所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜为透光材料形成，以使得柔性氧化钒复合薄膜能够适用于如窗户等需要透光的环境中。

在一些实施例中，所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜由相同的材料构成。由此可以降低柔性氧化钒复合薄膜在整个制备过程中的制备成本。

在一些实施例中，通过磁控溅射方法在所述第一柔性材料上形成所述氧化钒前驱体薄膜；且所述磁控溅射的条件优选为，基片温度为100-400℃，真空度低于 $5.0 \times 10^{-4}$ Pa，靶材与基片距离为80mm，氩气流量为15-30sccm，氧气流量为0.3-2.0sccm，氩氧比为7.5:1-39:1，溅射工作气压为0.3Pa，溅射功率为

150-200W，沉积时间为 60min；其中，所使用的所述靶材为金属钒靶，其质量纯度 $\geq 99.99\%$ ，氩气的纯度 $\geq 99.999\%$ ，氧气的纯度 $\geq 99.99\%$ 。以此获得表面均匀、结构致密、成膜质量好、结晶良好，且氧化钒与聚酰亚胺结合紧密不易脱落的氧化钒薄膜。

5 在一些实施例中，高温退火的条件为，在真空或惰性环境中对所述氧化钒前驱体薄膜进行退火；进一步优选为，在真空度为0.1-0.3Pa的氩气氛围中，在420-480℃退火30min以上，获得的氧化钒薄膜为层状多晶的薄膜。在真空或惰性条件下进行高温退火，有助于提高成膜质量，形成表面均匀、结构致密、结晶良好、不易脱落的氧化钒薄膜。

10 在一些实施例中，所述第一柔性材料薄膜的制备步骤为：将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述衬底上，在25-60℃下烘烤3小时，然后在300-400℃下加热8小时进行退火，在硅基底上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成所述第一柔性材料薄膜；所述第二柔性材料薄膜优选也使用相同的步骤形成在所述氧化钒薄膜上。由此可以形成耐高温的聚酰亚胺薄膜，使用相同的方法  
15 形成两个柔性材料薄膜，能够降低整体制备成本。优选为，所得的聚酰亚胺薄膜的介电常数为3.4，热分解温度为494℃。

在一些实施例中，所述第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu\text{m}$ ，所述氧化钒薄膜的厚度小于 100nm，所述第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu\text{m}$ 。由此形成的复合薄膜既能够保证足够的透光性和柔韧性，又能够起到足够的红外光调制  
20 效果。

在一些实施例中，具体的氧化钒薄膜制备方法包括，步骤一，准备衬底，在硅基底上形成氮化硅层；步骤二，将所述衬底依次放入去离子水、无水乙醇、

丙酮溶剂中分别超声清洗 10 分钟，并烘干；步骤三，准备基片，在所述衬底上形成第一聚酰亚胺薄膜；步骤四，将所述基片依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声清洗 10 分钟，并烘干；步骤五，将清洗好的基片置于真空度为  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa 的高真空射频磁控溅射设备里，在基片温度为 100-400℃、氩气流量为 15-30sccm、氧气流量为 0.3-2.0sccm、氩氧比为 7.5:1-39:1、溅射工作气压为 0.3Pa、溅射功率为 150-200W、靶材与基片距离为 80mm 的条件下，沉积 60min，以在所述基片上形成氧化钒前驱体薄膜；所述靶材为质量纯度  $\geq 99.99\%$  的金属钒靶；步骤六，在 420-480℃退火 30min 以上，获得的氧化钒薄膜为层状多晶的薄膜；步骤七，在所述氧化钒薄膜上形成第二聚酰亚胺薄膜。

10 以此获得表面均匀、结构致密、成膜质量好、结晶良好、且氧化钒与聚酰亚胺结合紧密不易脱落的氧化钒薄膜。

在一些实施例中，在所述步骤七之后，还包括剥离步骤；其中，所述剥离步骤包括，将所述第一柔性材料薄膜、氧化钒薄膜和第二柔性材料薄膜从所述衬底上剥离，获得在所述第一柔性材料薄膜和所述第二柔性材料薄膜内形成有氧化钒薄膜的复合薄膜。通过此步骤，可以单独获得柔性的氧化钒复合薄膜，能够适于在不同使用环境和使用条件下作为单独的柔性薄膜材料使用。

15

在一些实施例中，所述步骤三还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述衬底上，在 25-60℃下烘烤 3，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在硅基底上得到均匀的聚酰亚胺薄膜。通过此步骤，可以获得具有高热分解温度的聚酰亚胺薄膜，优选为，所述聚酰亚胺薄膜的热分解温度大于 400℃。优选为，所得的聚酰亚胺薄膜的介电常数为 3.4，热分解温度为 494℃。

20

通过以上制备方法制备获得的氧化钒复合薄膜，包括第一柔性薄膜，氧化

钒薄膜，以及第二柔性薄膜；其中，所述氧化钒薄膜形成于第一柔性薄膜和第二柔性薄膜之间；当所述氧化钒复合薄膜的温度低于氧化钒的相变温度时，入射光中的红外光能够穿透所述氧化钒复合薄膜并透射至另一侧；当所述氧化钒复合薄膜的温度高于氧化钒的相变温度时，入射光中的红外光能够被所述氧化钒复合薄膜反射。以此使得所述氧化钒复合薄膜的红外光透射率能够随着温度变化，对透射的红外光实现智能自动调节，以在一定程度上起到辅助调节室内温度的作用。当室外温度较高时，室内温度快速升高，在达到氧化钒相变温度后，使其由原来的单斜相转变为四方相，即由全波段透射红外光转变成全波段反射红外光，从而减少了占太阳光辐射能量48%的红外区的能量进入室内，减轻了空调的负担，节约了能源。当室外温度低于氧化钒相变温度时，此时氧化钒为半导体态的单斜相，全波段透射红外光，使得温暖的阳光透过窗玻璃进入室内，温度上升。而室内达到相变温度时氧化钒又发生相变成为金属态的四方相，全波段反射红外光。从而将室内的热辐射牢牢锁在室内，减少室内热量通过窗玻璃散失，进而减轻室内取暖的负荷，节约能耗。

此外，所述复合薄膜的层叠结构从上到下依次为上透光材料层、氧化钒膜、下透光材料层。这样的结构使得氧化钒薄膜夹在上下两层透光材料层中间，很好的保护了氧化钒薄膜不会接触其他杂质或尖锐物从而造成氧化钒薄膜的污染或破损，同时也避免了因为长期接触空气使得氧化钒薄膜被氧化而降低其对进入室内的太阳光能量的控制作用。

在一些实施例中，所述第一柔性薄膜和所述第二柔性薄膜由相同的材料形成，优选为所述第一柔性薄膜和所述第二柔性薄膜均由聚酰亚胺材料形成。因此使得所述氧化钒复合薄膜能够具有在可见光波段具有高透过率的同时反射

紫外光的效果，并且能够使得氧化钒复合薄膜整体具有柔性，且所述氧化钒薄膜能够稳固连接，不易脱落。

在一些实施例中，所述第一柔性材料薄膜的厚度为10-20 $\mu\text{m}$ ，所述氧化钒薄膜的厚度小于100nm，所述第二柔性材料薄膜的厚度为10-20 $\mu\text{m}$ 。由此形成的复合薄膜既能够保证足够的透光性和柔韧性，又能够起到足够的红外光调制效果。其中，本申请的复合薄膜的工作波长优选在750-1500nm的范围内。

### 实施例1

本实施例涉及的氧化钒复合薄膜的制备方法具体如下：

步骤一，准备衬底。提供硅基底，并在所述硅基底上通过等离子体增强化学气相沉积法形成氮化硅层。其中所用的硅基底尺寸为33mm $\times$ 33mm。氮化硅层能够起到绝缘层的作用，使得整体更好的适用于器件加工中的MEMS工艺制备。在反应过程中，所述氮化硅层仅与硅片一同作为柔性薄膜的载体，不参与直接反应。

步骤二，将所述衬底依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声清洗10分钟，并烘干。

步骤三，准备基片。将聚酰亚胺（PI）溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在清洗干净的所述衬底上，在25-60 $^{\circ}\text{C}$ 下烘烤3小时，除去聚酰亚胺中的有机成分，再在高温300-400 $^{\circ}\text{C}$ 下加热8小时，发生亚胺化反应，最终在所述衬底上得到均匀的第一聚酰亚胺薄膜。所得的聚酰亚胺介电常数为3.4，热分解温度为494 $^{\circ}\text{C}$ 。

步骤四，将所述基片依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声

清洗 10 分钟，并烘干。

步骤五，制备氧化钒前驱体薄膜。将清洗好的基片置于真空度为低于  $5.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$  的高真空射频磁控溅射设备里，以氧气与氩气的混合气体作为工作气体，溅射工作的真空度为  $2.5 \sim 4.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$ ，金属钒作为靶材，靶材与基片距离为 80mm，氩气流量为 30sccm，氧气流量为 0.83sccm，氩氧比为 36:1，溅射工作气压为 0.3Pa，溅射功率为 190W，生长时基片温度为  $400^\circ\text{C}$ ，沉积时间为 60min。其中，金属钒靶的质量纯度为 99.99%，氩气的纯度  $\geq 99.999\%$ ，氧气的纯度  $\geq 99.99\%$ 。所得的氧化钒 ( $\text{VO}_x$ ) 为层状非晶的  $\text{VO}_x$  薄膜。

步骤六，高温退火。优选在真空或氩气氛围中高温退火。将气体氛围调整到 0.1-0.3Pa 的氩气氛围，在  $480^\circ\text{C}$  左右退火 30min，获得的氧化钒 ( $\text{VO}_x$ ) 为层状多晶的薄膜。

步骤七，将聚酰亚胺 (PI) 溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在已制备的氧化钒薄膜上，以步骤三同样的方法制备得到均匀的第二聚酰亚胺薄膜，获得复合的氧化钒薄膜。

步骤八，将步骤三至步骤七形成的第一聚酰亚胺薄膜、氧化钒薄膜以及第二聚酰亚胺薄膜一同从所述衬底上剥离，以形成柔性的氧化钒复合薄膜。

参见附图1和2可知，由此方法获得的氧化钒复合薄膜1包括第一聚酰亚胺薄膜11、氧化钒薄膜12以及第二聚酰亚胺薄膜13，所述氧化钒薄膜12形成于所述第一聚酰亚胺薄膜11与所述第二聚酰亚胺薄膜13之间。其中，所述第一聚酰亚胺薄膜11的厚度为  $10\text{-}20\mu\text{m}$ ，所述氧化钒薄膜12的厚度小于  $100\text{nm}$ ，所述第二聚酰亚胺薄膜13的厚度为  $10\text{-}20\mu\text{m}$ 。所述氧化钒复合薄膜1使用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料聚酰亚胺薄膜作为基底，中间由一层氧

化钒薄膜组成层叠结构。这种复合薄膜与玻璃、硅片等刚性基底相适应性好，具备柔性、曲折性、适应性广、轻便等优良特性。

图 3 所示为，本实施例方法最终获得的柔性氧化钒复合薄膜中的氧化钒薄膜在 Carl Zeiss Corporation 公司产的 ZEISS SUPRA® 55 型号的扫描电镜下获得的标准的扫描电子显微镜图。从图中可以看出，所述氧化钒薄膜具备层状生长的特性，薄膜结构致密，且结晶效果好，薄膜的质量高。

图 4 所示为，本实施例方法获得的氧化钒复合薄膜 1 对红外波段的调制作用示意图。图中分别给出了 25℃ 和 80℃ 下所述氧化钒复合薄膜 1 对于红外波段不同波长的光的调制作用，在 80℃ 下明显表现出对于红外波段光的透射率逐渐降低。

如图 1 和 2 所示，所述氧化钒复合薄膜 1 对于来自太阳的自然光 2 中的可见光 22 具有较高的透射率，允许可见光 22 穿透所述氧化钒复合薄膜 1 并透射至另一侧；所述氧化钒复合薄膜 1 对于来自太阳的自然光 2 中的紫外光 23 具有较高的反射率，即自然光 2 中的紫外光 23 具有较低的透射率。随着所述氧化钒复合薄膜 1 的温度的降低，所述氧化钒复合薄膜 1 对于入射的自然光 2 中的红外光 21 的透射率逐渐增加，以至于表现出如图 1 所示的特性，即来自太阳的自然光 2 中的红外光 21 和可见光 22 能够穿透所述氧化钒复合薄膜 1 并透射到另一侧，而自然光 2 中的紫外光 23 的透射率较低、反射率较高。随着所述氧化钒复合薄膜 1 的温度的升高，所述氧化钒复合薄膜 1 对于入射的自然光 2 中的红外光 21 的透射率逐渐降低，以至于表现出如图 2 所示的特性，即来自太阳的自然光 2 中的可见光 22 能够穿透所述氧化钒复合薄膜 1 并透射到另一侧，而自然光 2 中的红外光 21 和紫外光 23 的透射率较低、反射率较高。

由于所述氧化钒复合薄膜 1 具有如此的特性,因此若将所述氧化钒复合薄膜 1 施加到现有的玻璃窗上,能够在如图 1 所示的相对低温环境下,以及如图 2 所示的相对高温环境下,对射入室内的红外光量进行自适应调节,能够对室内温度起到有效的辅助调节作用。

5 此外,所述氧化钒复合薄膜 1 用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料聚酰亚胺作为基底,在中间使用高温制备性能良好的氧化钒,使得整体薄膜对于红外光的调制幅度比较明显。由于所述氧化钒复合薄膜 1 为柔性复合薄膜,因此易于施加到玻璃、硅片等刚性基底上,并且具有良好的粘附性,在使用过程中,不仅易于安装,更易于维护和更换。

10 本申请提出一种柔性智能控温薄膜,使用耐高温、耐腐蚀、环境友好、透光率高的柔性材料作为基底,中间由一层氧化钒薄膜组成层叠结构。这种薄膜与玻璃、硅片等刚性基底相适应性好,具备柔性、曲折性、适应性广、轻便等优良特性,而且便于拆卸、清洗、装配,同时还可双向控温,对红外光的调制性能好。与现有技术相比,本申请的复合薄膜整体对于红外光的调制幅度比较大。

15 上面所述的只是说明本申请的一些实施方式,由于对相同技术领域的普通技术人员来说很容易在此基础上进行若干修改和改动,因此本说明书并非是要将本申请局限在所示和所述的具体结构、方法步骤、工艺流程、适用范围内,故凡是所有可能被利用的相应修改及等同物,均属于本申请所申请的专利范围。

20

## 权 利 要 求

1、一种氧化钒复合薄膜的制备方法，包括，

步骤一，在衬底上形成耐高温的第一柔性材料薄膜，以形成基片；

5 步骤二，在所述基片上的所述第一柔性材料上形成氧化钒前驱体薄膜；

步骤三，对形成有所述氧化钒前驱体薄膜的基片进行高温退火，形成具有氧化钒薄膜的复合薄膜；

步骤四，在所述氧化钒薄膜上形成第二柔性材料薄膜。

2、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤一之前，还包括  
10 衬底准备步骤；其中，所述衬底为硅衬底。

3、如权利要求 2 所述的方法，其特征在于，所述衬底准备步骤进一步包括，在所述硅衬底上形成氮化硅层，以形成具有氮化硅层的硅衬底；步骤一中所述第一柔性材料薄膜形成于所述衬底上的所述氮化硅层上。

4、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述步骤三之后，还包括剥  
15 离步骤；其中，所述剥离步骤包括，将所述第一柔性材料薄膜、氧化钒薄膜和第二柔性材料薄膜从所述衬底上剥离，获得在所述第一柔性材料薄膜和所述第二柔性材料薄膜内形成有氧化钒薄膜的复合薄膜。

5、如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述耐高温的第一柔性材料的热分解温度高于步骤三中高温退火的温度。

20 6、如权利要求 5 所述的方法，其特征在于，所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜由在可见光和红外光波段内均具有高透射性的透光材料

形成。

7、如权利要求 5 或 6 所述的方法，其特征在于，所述第一柔性材料为耐高温树脂材料。

8、如权利要求 7 所述的方法，其特征在于，所述耐高温树脂材料为聚酰  
5 亚胺。

9、如权利要求 8 所述的方法，其特征在于，所述聚酰亚胺的热分解温度大于 400℃。

10、如权利要求 1-9 中任一项所述的方法，其特征在于，所述第一柔性材料薄膜与所述第二柔性材料薄膜由相同的材料构成。

10 11、如权利要求 1-10 中任一项所述的方法，其特征在于，步骤二中，通过磁控溅射方法在所述第一柔性材料上形成所述氧化钒前驱体薄膜。

12、如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，所述磁控溅射的条件为：  
基片温度为 100-400℃，真空度低于  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa，靶材与基片距离为 80mm，氩  
气流量为 15-30sccm，氧气流量为 0.3-2.0sccm，氩氧比为 7.5:1-39:1，溅射工  
15 作气压为 0.3Pa，溅射功率为 150-200W，沉积时间为 60min。

13、如权利要求 1-12 中任一项所述的方法，其特征在于，步骤三中进行高温退火的条件为，在真空或惰性环境中对所述氧化钒前驱体薄膜进行退火。

14、如权利要求 1-13 中任一项所述的方法，其特征在于，步骤三中进行高温退火的温度在 420-480℃范围内。

20 15、如权利要求 13 或 14 所述的方法，其特征在于，所述退火的环境为，真空度为 0.1-0.3Pa 的氩气氛围。

16、如权利要求 1-15 中任一项所述的方法，其特征在于，所述步骤二还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述衬底上，在 25-60℃下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在硅基底上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成所述第一柔性材料薄膜。

5 17、如权利要求 1-16 中任一项所述的方法，其特征在于，所述步骤四还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述氧化钒薄膜上，在 25-60℃下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在所述氧化钒薄膜上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成所述第二柔性材料薄膜。

18、如权利要求 1-17 中任一项所述的方法，其特征在于，所述第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm；所述氧化钒薄膜的厚度小于 100nm；所述第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm。

19、一种氧化钒复合薄膜的制备方法，包括，

步骤一，准备衬底，在硅基底上形成氮化硅层；

15 步骤二，将所述衬底依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声清洗 10 分钟，并烘干；

步骤三，准备基片，在所述衬底上形成第一聚酰亚胺薄膜；

步骤四，将所述基片依次放入去离子水、无水乙醇、丙酮溶剂中分别超声清洗 10 分钟，并烘干；

20 步骤五，将清洗好的基片置于真空度为  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa 的高真空射频磁控溅射设备里，在基片温度为 100-400℃、氩气流量为 15-30sccm、氧气流量为 0.3-2.0sccm、氩氧比为 7.5:1-39:1、溅射工作气压为 0.3Pa、溅射功率为

150-200W、靶材与基片距离为 80mm 的条件下，沉积 60min，以在所述基片上形成氧化钒前驱体薄膜；所述靶材为金属钒靶；

步骤六，在 420-480℃退火 30min 以上，获得的氧化钒薄膜为层状多晶的薄膜；

5 步骤七，在所述氧化钒薄膜上形成第二聚酰亚胺薄膜。

20、如权利要求 19 所述的方法，其特征在于，所述步骤七之后，还包括剥离步骤；其中，所述剥离步骤包括，，将所述第一柔性材料薄膜、氧化钒薄膜和第二柔性材料薄膜从所述衬底上剥离，获得在所述第一柔性材料薄膜和所述第二柔性材料薄膜内形成有氧化钒薄膜的复合薄膜。

10 21、如权利要求 19 或 20 所述的方法，其特征在于，所述步骤三还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述衬底上，在 25-60℃下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在硅基底上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成第一聚酰亚胺薄膜。

15 22、如权利要求 19 或 21 所述的方法，其特征在于，所述步骤七还包括，将聚酰亚胺溶液用刮涂或旋涂的方法均匀涂抹在所述氧化钒薄膜上，在 25-60℃下烘烤 3 小时，然后在 300-400℃下加热 8 小时进行退火，在所述氧化钒薄膜上得到均匀的聚酰亚胺薄膜，以形成第二聚酰亚胺薄膜。

23、如权利要求 18-22 中任一项所述的方法，其特征在于，所述第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm；所述氧化钒薄膜的厚度小于 100nm；所述第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20μm。

24、一种氧化钒复合薄膜，包括第一柔性薄膜，氧化钒薄膜以及第二柔性

薄膜；其中，所述氧化钒薄膜形成于第一柔性薄膜和第二柔性薄膜之间；当所述氧化钒复合薄膜的温度低于氧化钒的相变温度时，入射光中的红外光能够穿透所述氧化钒复合薄膜并透射至另一侧；当所述氧化钒复合薄膜的温度高于氧化钒的相变温度时，入射光中的红外光能够被所述氧化钒复合薄膜反射。

5        25、如权利要求 24 所述的氧化钒复合薄膜，其特征在于，所述第一柔性薄膜和所述第二柔性薄膜由相同透明材料形成，所述透明材料为在可见光波段和红外光波段透明的材料。

26、如权利要求 25 所述的氧化钒复合薄膜，其特征在于，所述第一柔性薄膜和所述第二柔性薄膜均由聚酰亚胺材料形成。

10       27、如权利要求 24-26 中任一项所述的氧化钒复合薄膜，其特征在于，所述复合薄膜对波长范围在 750-1700nm 内的红外光的透射率具有调制作用。

28、如权利要求 24-27 中任一项所述的氧化钒复合薄膜，其特征在于，所述第一柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu\text{m}$ ；所述氧化钒薄膜的厚度小于 100nm；所述第二柔性材料薄膜的厚度为 10-20 $\mu\text{m}$ 。

15       29、如权利要求 24-28 中任一项所述的氧化钒复合薄膜，其特征在于，所述氧化钒复合薄膜由权利要求 1-23 中任一项所述的方法制备形成。

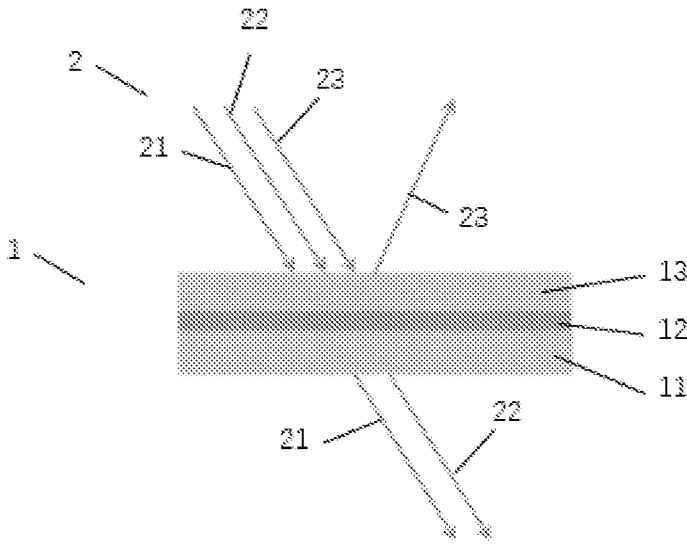


图 1

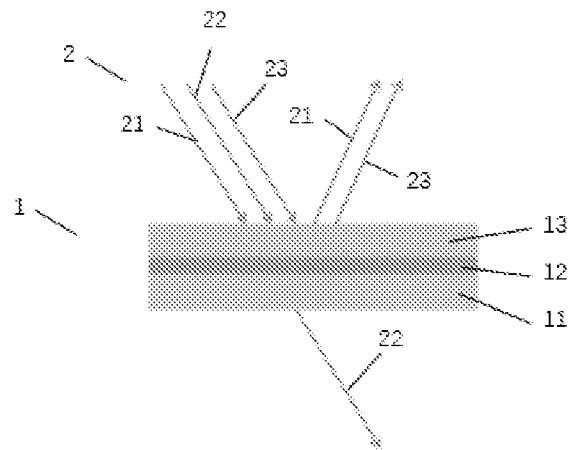


图 2

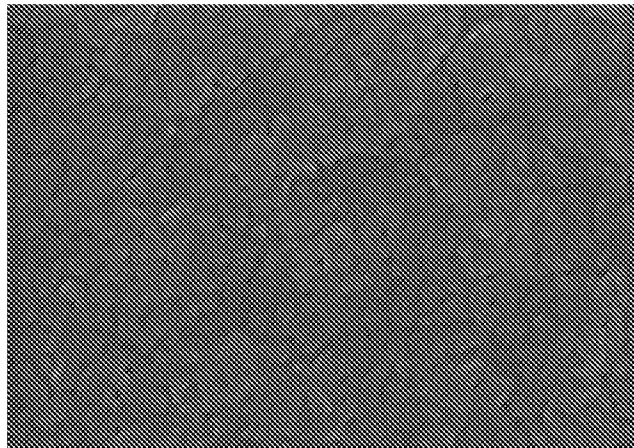


图 3

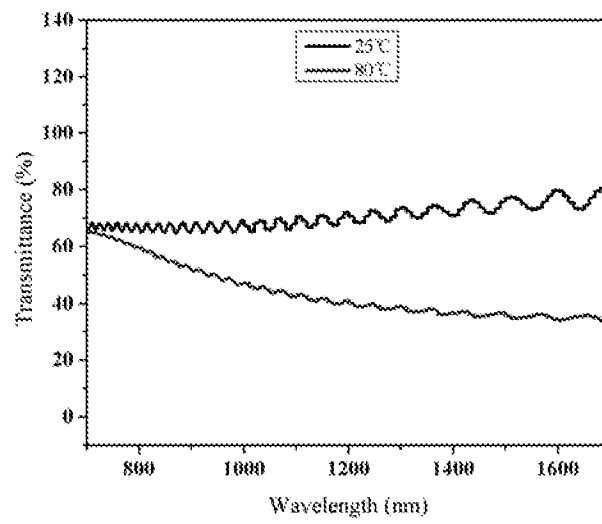


图 4

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2019/123443

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

C23C 14/35(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C 14/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

DWPI; CNABS; CNTXT; CNKI; SIPOABS: 剥离, 五氧化二钒, 聚酰亚胺, 柔性, 氧化钒, 薄膜, 层, 基底, 衬底, 基片, 磁控溅射, 溅射, 退火, V2O5, VO2, peel+, soft, vanadium oxide, film, polyimide, flexible, substrate, base

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                     | Relevant to claim No. |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| PX        | CN 109457228 A (SHENZHEN INSTITUTES OF ADVANCED TECHNOLOGY) 12 March 2019 (2019-03-12)<br>claims 1-29                                  | 1-29                  |
| Y         | CN 101174671 A (TIANJIN UNIVERSITY) 07 May 2008 (2008-05-07)<br>description, page 1, paragraph 3 to page 2, paragraph 5                | 1-23, 29              |
| Y         | CN 104143609 A (ZHANGJIAGANG KANGDEXIN OPTRONICS MATERIAL CO., LTD.)<br>12 November 2014 (2014-11-12)<br>description, paragraphs 6-20  | 1-23, 29              |
| X         | CN 104143609 A (ZHANGJIAGANG KANGDEXIN OPTRONICS MATERIAL CO., LTD.)<br>12 November 2014 (2014-11-12)<br>description, paragraphs 6-20  | 24-28                 |
| A         | CN 107219581 A (ZHANGJIAGANG KANGDEXIN OPTRONICS MATERIAL CO., LTD.)<br>29 September 2017 (2017-09-29)<br>description, paragraphs 6-18 | 1-29                  |
| A         | CN 204020142 U (NINGBO ZHETIE DAPHOON CHEMICAL CO., LTD.) 17 December 2014 (2014-12-17)<br>description, paragraphs 4-10                | 1-29                  |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 February 2020

Date of mailing of the international search report

06 March 2020

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration  
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing  
100088  
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/CN2019/123443**

### C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| A         | JP 2000273619 A (ASAHI GLASS CO., LTD.) 03 October 2000 (2000-10-03)<br>abstract   | 1-29                  |
| <hr/>     |                                                                                    |                       |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.

**PCT/CN2019/123443**

| Patent document<br>cited in search report |              |   | Publication date<br>(day/month/year) | Patent family member(s) | Publication date<br>(day/month/year) |
|-------------------------------------------|--------------|---|--------------------------------------|-------------------------|--------------------------------------|
| CN                                        | 109457228    | A | 12 March 2019                        | None                    |                                      |
| CN                                        | 101174671    | A | 07 May 2008                          | None                    |                                      |
| CN                                        | 104143609    | A | 12 November 2014                     | None                    |                                      |
| CN                                        | 107219581    | A | 29 September 2017                    | None                    |                                      |
| CN                                        | 204020142    | U | 17 December 2014                     | None                    |                                      |
| JP                                        | 特开2000273619 | A | 03 October 2000                      | JP 3947835 B2           | 25 July 2007                         |

## 国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2019/123443

## A. 主题的分类

C23C 14/35 (2006.01) i

按照国际专利分类 (IPC) 或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类

## B. 检索领域

检索的最低限度文献 (标明分类系统和分类号)

C23C 14/-

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库 (数据库的名称, 和使用的检索词 (如使用))

DWPI; CNABS; CNTXT; CNKI; SIPOABS: 剥离, 五氧化二钒, 聚酰亚胺, 柔性, 氧化钒, 薄膜, 层, 基底, 衬底, 基片, 磁控溅射, 溅射, 退火, V2O5, V02, peel+, soft, vanadium oxide, film, polyimide, flexible, substrate, base

## C. 相关文件

| 类 型* | 引用文件, 必要时, 指明相关段落                                                             | 相关的权利要求 |
|------|-------------------------------------------------------------------------------|---------|
| PX   | CN 109457228 A (深圳先进技术研究院) 2019年 3月 12日 (2019 - 03 - 12)<br>权利要求1-29          | 1-29    |
| Y    | CN 101174671 A (天津大学) 2008年 5月 7日 (2008 - 05 - 07)<br>说明书第1页第3段到第2页第5段        | 1-23、29 |
| Y    | CN 104143609 A (张家港康得新光电材料有限公司) 2014年 11月 12日 (2014 - 11 - 12)<br>说明书第6-20段   | 1-23、29 |
| X    | CN 104143609 A (张家港康得新光电材料有限公司) 2014年 11月 12日 (2014 - 11 - 12)<br>说明书第6-20段   | 24-28   |
| A    | CN 107219581 A (张家港康得新光电材料有限公司) 2017年 9月 29日 (2017 - 09 - 29)<br>说明书第6-18段    | 1-29    |
| A    | CN 204020142 U (宁波浙铁大风化工有限公司) 2014年 12月 17日 (2014 - 12 - 17)<br>说明书第4-10段     | 1-29    |
| A    | JP 特开2000273619 A (ASAHI GLASS CO., LTD.) 2000年 10月 3日 (2000 - 10 - 03)<br>摘要 | 1-29    |

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

\* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&amp;” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2020年 2月 24日

国际检索报告邮寄日期

2020年 3月 6日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局 (ISA/CN)

中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

授权官员

夏瑞临

电话号码 86-(10)-53962702

国际检索报告  
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2019/123443

| 检索报告引用的专利文件 |              |   | 公布日<br>(年/月/日) | 同族专利          | 公布日<br>(年/月/日) |
|-------------|--------------|---|----------------|---------------|----------------|
| CN          | 109457228    | A | 2019年 3月 12日   | 无             |                |
| CN          | 101174671    | A | 2008年 5月 7日    | 无             |                |
| CN          | 104143609    | A | 2014年 11月 12日  | 无             |                |
| CN          | 107219581    | A | 2017年 9月 29日   | 无             |                |
| CN          | 204020142    | U | 2014年 12月 17日  | 无             |                |
| JP          | 特开2000273619 | A | 2000年 10月 3日   | JP 3947835 B2 | 2007年 7月 25日   |