

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

204 693

Int.Cl.³

3(51) C 03 C 17/34

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 03 C/ 2351 827

(22) 27.11.81

(44) 07.12.83

(71) siehe (72)

(72) BOLLINGER, HELMUT; GRIGULL, PETER, DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.;
LUNK, ACHIM, DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.; SCHEIBNER, HELMAR, DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.; DD;
SCHRÄDE, FRANK, DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.; WILBERG, RÜDIGER, DIPL.-ING.; DD;

(73) siehe (72)

(74) VEB HOCHVAKUUM DRESDEN VEB KOMBINAT MIKRO-ELEKTRONIK BFS 8020 DRESDEN GRUNAER
WEG 26

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG WÄRMEREFLIEKTIERENDER SCHEIBEN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung wärmereflektierender, mit transparenten Filmen beschichteter Scheiben, die gegen chemische und mechanische Einflüsse außerordentlich resistent sind. Es sind mit transparenten Filmen versehene Glasscheiben bekannt geworden, die sowohl die Wärmestrahlung der Sonne weitgehendst reflektieren wie auch die Reflexion des sichtbaren Lichtes verhindern. Diese Filme sind jedoch vorwiegend in einem aus mehreren Schutzschichten bestehendem Schichtsystem eingelagert, wodurch die Transmission im Bereich des sichtbaren Lichtes wesentlich verringert wird. Die bisher besten Ergebnisse konnten bei der Verwendung von Edelmetallen als Zwischenschicht erzielt werden, was jedoch die Herstellung der Scheiben verteuerte. Die Aufgabe der Erfindung bestand in der Schaffung einer Beschichtung, die den metallischen Gold-, Silber- oder Kupferbeschichtungen gleichwertig ist und eine höhere Haftfestigkeit zum Schichtträger aufweist. Gelöst wurde die Aufgabe durch aufgetragene Schichten aus Metallnitrid der Metalle Titanium, Zirkonium, Hafnium oder Tantalum bestimmter Dicke, deren Haftfestigkeit zum Schichtträger es gestattet, sie an den Außenseiten der Fenster anzubringen. Fig. 1

Verfahren zur Herstellung wärmerespektierender Scheiben

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer wärmerespektierenden, mit transparenten Filmen beschichteten Scheibe, die gegen chemische und mechanische Einwirkungen
5 außerordentlich resistent ist.
- Es sind mit transparenten Schichten versehene Glasscheiben bekanntgeworden, die sowohl die Wärmestrahlen der Sonne weitgehendst reflektieren wie auch die Reflexion des sichtbaren Lichtes verhindern.
- 10 Die dabei aufgetretenen Schwierigkeiten in bezug auf Gleichmäßigkeit der Schichtdicken und der Farbigeit engten die Verwendbarkeit für optische bzw. architektonische Zwecke stark ein. Hinzu kamen weitere Schwierigkeiten hinsichtlich der Haftfestigkeiten der Schichten sowie der Abrieb- und
15 Kratzfestigkeit, d. h., der Beständigkeit gegen chemische und mechanische Einflüsse.
- Diese Nachteile suchte man zu beseitigen, indem die entsprechenden Schichten beidseitig von Glasscheiben oder anderen transparenten Schichtträgern einschloß oder die Schichten auf den Innenseiten der Scheiben anordnete.
20
- Auch sind wärmerespektierende Scheiben bekanntgeworden, bei denen die eigentlichen Entspiegelungs- bzw. Reflexions-schichten in einem aus mehreren Schutzschichten bestehendem Schichtsystem eingelagert werden. Das führte jedoch dazu,
25 daß die Transparenz im Bereich des sichtbaren Lichtes wesentlich verringert wurde, die Widerstandsfähigkeit der Schichten gegen chemische und mechanische Einflüsse aber nicht we-

sentlich verbessert werden konnte.

Die bisher besten Ergebnisse konnten dabei jeweils bei der Verwendung von Gold-, Silber-, Kupfer- oder Platinschichten als wärmerreflektierende Zwischenschicht erzielt werden.

- 5 Das hat aber zur Folge, daß durch die Verwendung der Edelmetalle als Schichtmaterial die Herstellung der Scheiben unverhältnismäßig teuer wird.

Ziel der Erfindung

- Das Ziel der Erfindung besteht darin, einen Schichtaufbau
10 vorzuschlagen, der sich bei Beibehaltung der positiven Eigenschaften bisher erzielter Ergebnisse in bezug auf Transparenz und Reflexionsvermögen durch hohe mechanische und chemische Beständigkeit auszeichnet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

- 15 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, um eine wärmerreflektierende Beschichtung zu schaffen, die den metallischen Gold-, Silber- oder Kupferbeschichtungen gleichwertig ist bezüglich der optischen Eigenschaften, die jedoch eine höhere Haftfestigkeit zum
20 transparenten Schichtträger aufweist sowie mechanisch stabil und chemisch beständig ist und somit die Anbringung an Außenseiten von Fenstern ermöglicht.

- Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß auf einen sorgfältig gereinigten transparenten Schichtträger
25 vorwiegend unter Anwendung ionengestützter Verfahren eine Metallnitridschicht aus den Metallen Titanium, Zirkonium, Hafnium oder Tantalum derart abgeschieden wird, daß eine Reflexion der Wärmestrahlung zwischen 40 und 90 % bei einer Transmission des sichtbaren Lichtes zwischen 80 und 20 % erreicht wird. Das ist im allgemeinen der Fall, wenn die

Dicke der Metallnitridschicht zwischen 3 und 50 nm und der Stickstoffgehalt der Verbindung zwischen 65 und 100 % des stöchiometrischen Wertes des verwendeten Metallnitrids liegen. Der Druck in der Anlage liegt zwischen 10^{-2} Pa und 10 Pa. Diese durch die Verfahren der ionengestützten Vakuumbeschichtung zu ermöglichende Verbindungsbildung hat für die Ausbildung optimaler wärmereflektierender Eigenschaften wesentliche Bedeutung.

Die Metallnitridschicht der erfindungsgemäßen Lösung stellt eine chemisch und mechanisch sehr beständige Verbindung dar. Bei Anbringung an den Wetterseiten von Fenstern ist eine lange Haltbarkeit gegen Witterungseinflüsse und mechanische Beanspruchungen wie Kratzer o. ä. gegeben.

Zur besseren Wirkung kann die wärmereflektierende Metallnitridschicht mit einer oder mehreren dielektrischen Entspiegelungsschichten, deren Brechzahl $> 1,7$ ist, kombiniert werden (ZnS, SiO_x, TiO_x u. a. m.) und damit bezüglich der Farbneutralität in der Durchsicht und der Ansicht im reflektierten Licht aufgewertet werden.

20 Ausführungsbeispiel

Nachstehend soll die Erfindung an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Die Vorreinigung der transparenten Schichtträger erfolgt durch kurzzeitiges Lagern in Chromschwefelsäure, Spülen mit destilliertem Wasser und Trocknen mit Äthanol. Vor dem Bedampfen werden die Plättchen für 5 min. einer Glimmentladung im Rezipienten ausgesetzt.

Das Einstellen der jeweils gewünschten Schichtdicke erfolgt durch Variation der Bedampfungszeit. Die Schichtdicken werden auf optischem Wege bestimmt.

Der Stickstoffgehalt der Schichten wird mittels Auger-Spektrometrie bestimmt. Er entspricht im Rahmen der Fehlergrenze dem stöchiometrischen Wert.

Als Grundgas dient strömendes Argon, dem als Reaktionsgas

Stickstoff zugemischt wird. Die entsprechenden Einlaßpartialdrücke betragen 0,33 bzw. 0,11 Pa. Bei einer Entladungsleistung von 3 kW beträgt die Aufdampftrate 4 Å/s.

Die Beschichtung wird mit einem Hohlkatodenbogen-Verdampfer
5 durchgeführt, in dem durch reaktives ionengestütztes Vakuumbedampfen Titannitridschichten jeweils unterschiedlicher Dicke abgeschieden werden.

Die erzeugten Schichten sind wisch- und kratzfest und besitzen die für massives Titannitrid bekannte chemische Beständigkeit. Sie erscheinen im reflektierten Licht von der
10 Schichtseite her goldgelb und zeigen in der Durchsicht eine schwache Blautönung. Die spektralen Verläufe des Reflexionsvermögens R und der Transmission T im sichtbaren und nahen infraroten Bereich sind jeweils für optisch effektive
15 Schichtdicken $d = 11$ nm und $d = 17$ nm in den Kurven 1 der Fig. 1 bzw. Fig. 2 angegeben. Die Kurven 1 und 2 in Fig. 3 zeigen die entsprechenden Schichtdickenabhängigkeiten für die ausgewählten Wellenlängen 550 bzw. 1500 nm. Da die angeführten Metallnitride metallische Leitfähigkeit besitzen,
20 ist im hier nicht erfaßten fernen IR-Bereich ohnehin starke Reflexion zu erwarten.

Wie bereits beschrieben, läßt sich durch Kombination der wärmereflektierenden Metallnitridschicht mit mindestens einer hochbrechenden dielektrischen Schicht eine Verbesserung der Scheibe bezüglich der Farbneutralität erreichen.
25 Die Wirkung einer dielektrischen Schicht der Brechzahl 2, die sich zwischen dem Glasträger und der Titannitridschicht befindet, zeigen die Kurven 2 in Fig. 1 und 2. Im Beispiel der Fig. 1 beträgt die Dicke der Zwischenschicht 25 nm, in
30 dem der Fig. 2 50 nm. Diese Werte stellen bei dieser Brechzahl bezüglich der erreichbaren Farbneutralität in der Durchsicht etwa das Optimum dar.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung wärereflektierender Scheiben,
dadurch gekennzeichnet, daß auf einem transparentem
Schichtträger mittels ionengestützter Vakuumbeschichtung
5 bei einem Druck von 10^{-2} Pa bis 10 Pa eine Metallnitrid-
schicht aus den Metallen Titanium, Zirkonium, Hafnium
oder Tantalum aufgebracht wird, die eine Reflexion der
Wärmestrahlung zwischen 40 % und 90 % bei einer Trans-
mission des sichtbaren Lichtes von 80 % bis 20 % be-
10 sitzt und daß die Dicke der Nitridschicht zwischen 3 nm
und 50 nm beträgt.
2. Verfahren zur Herstellung wärereflektierender Scheiben
nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Stick-
stoffgehalt der Verbindung zwischen 65 % und 110 % des
15 stöchiometrischen Wertes des verwendeten Metallnitrids
liegt.
3. Verfahren zur Herstellung wärereflektierender Scheiben
nach Punkt 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Me-
tallnitridschicht mit dielektrischen Entspiegelungs-
20 schichten, deren Brechzahl $> 1,7$ ist, kombiniert ist.

Hierzu 3 Seiten Zeichnungen

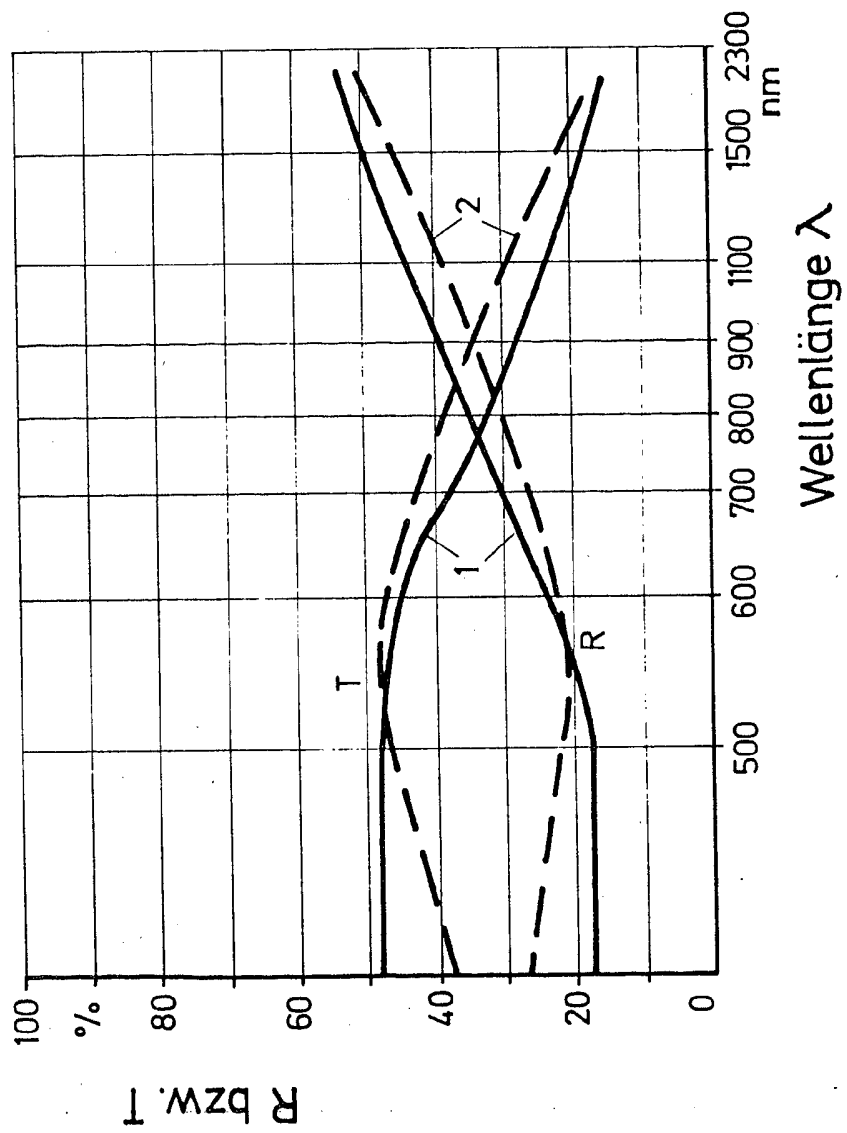


Fig. 1

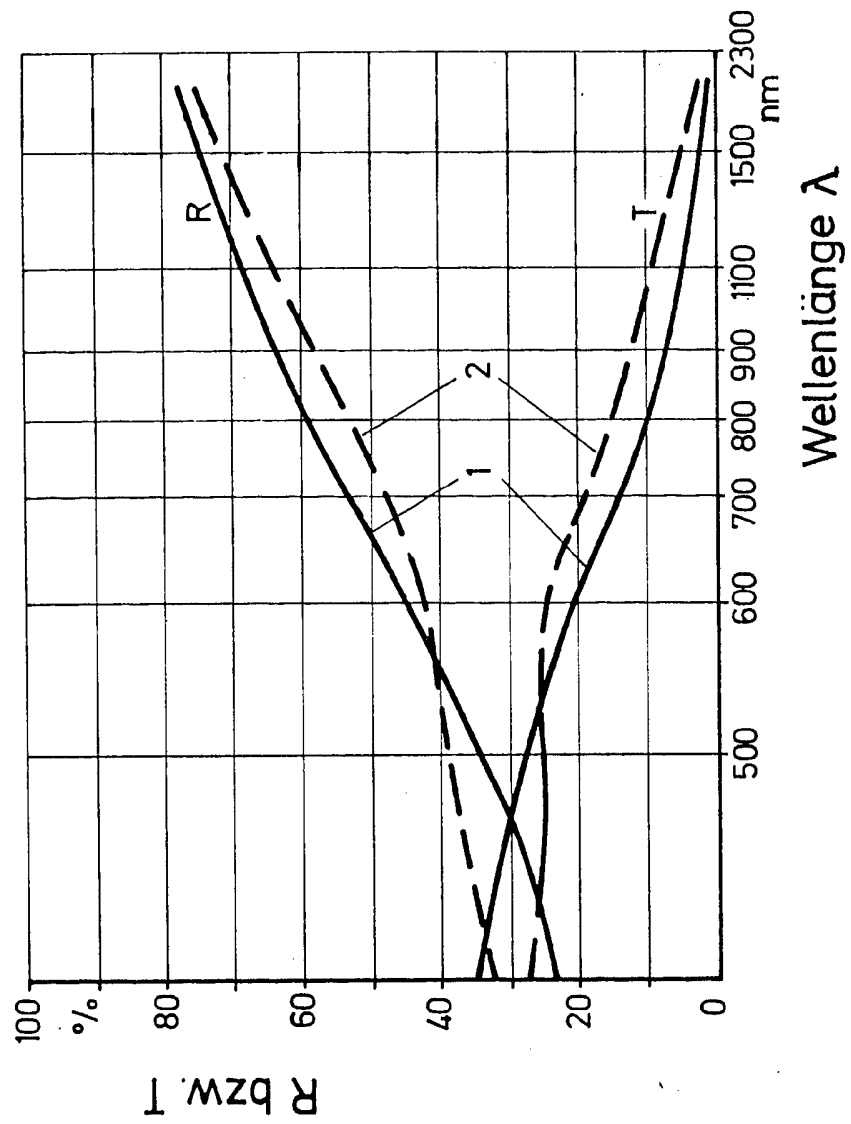


Fig. 2

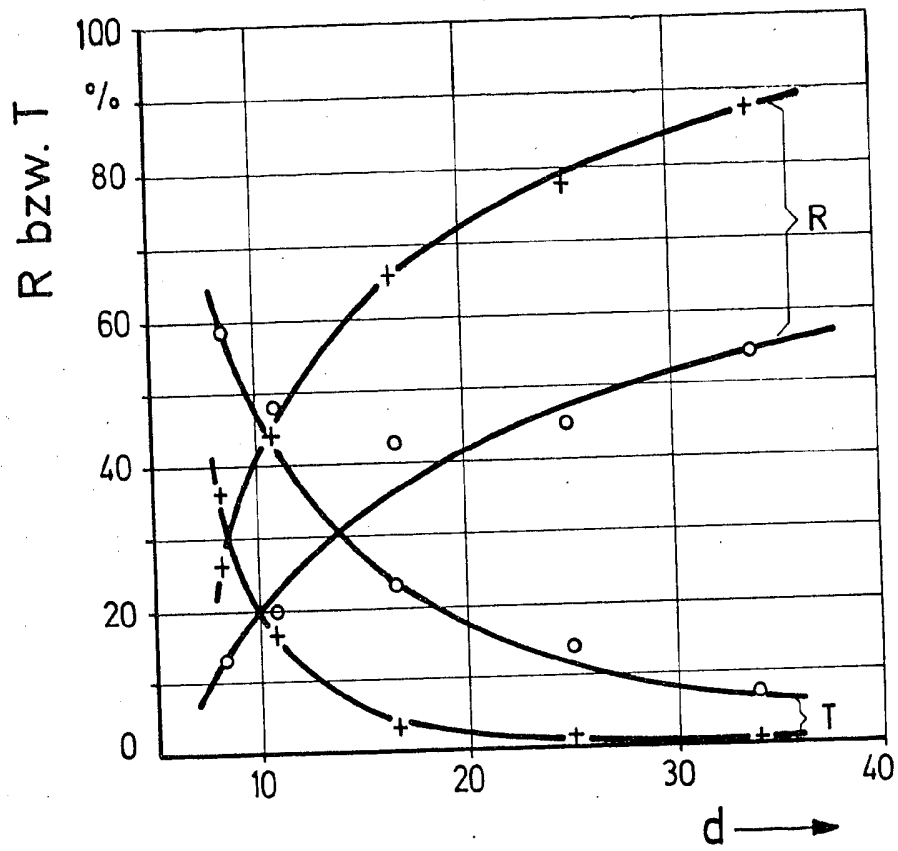


Fig. 3