



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I616708 B

(45)公告日：中華民國 107 (2018) 年 03 月 01 日

(21)申請案號：106105284

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 02 月 17 日

(51)Int. Cl. : G02F1/19 (2006.01)

(30)優先權：2016/03/25 日本

2016-061263

(71)申請人：斯庫林集團股份有限公司(日本) SCREEN HOLDINGS CO., LTD. (JP)

日本

國立研究開發法人產業技術綜合研究所(日本) NATIONAL INSTITUTE OF
ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (JP)

日本

(72)發明人：尾崎一人 OZAKI, KAZUTO (JP)；吉村和記 YOSHIMURA, KAZUKI (JP)；山田保
誠 YAMADA, YASUSEI (JP)

(74)代理人：陳家輝

(56)參考文獻：

TW 201029838A

TW 201439371A

TW 201546235A

CN 102193129A

CN 103842900A

JP 2014-026262A

審查人員：陳憶緣

申請專利範圍項數：5 項 圖式數：8 共 28 頁

(54)名稱

積層體的製造方法

METHOD OF MANUFACTURING LAMINATED BODY

(57)摘要

一種積層體的製造方法，其能夠抑制調光層之氧化。

在透明的基材之一方向側積層複數個層以製造積層體時，執行如下：在基材之一方向側，形成使狀態在藉由氫化所致使的透明狀態與藉由去氫化所致使的反射狀態之間可逆地變化的調光層的步驟；藉由氫化使調光層成為透明狀態的步驟；以及在氫化後的調光層之一方向側形成能夠使氫沿著厚度方向穿透的反射防止層的步驟。形成反射防止層的步驟係包含：在調光層之一方向側形成金屬膜的步驟；以及之後在該金屬膜之一方向側形成金屬氧化膜的步驟。金屬膜係含有與金屬氧化膜同一金屬。

指定代表圖：

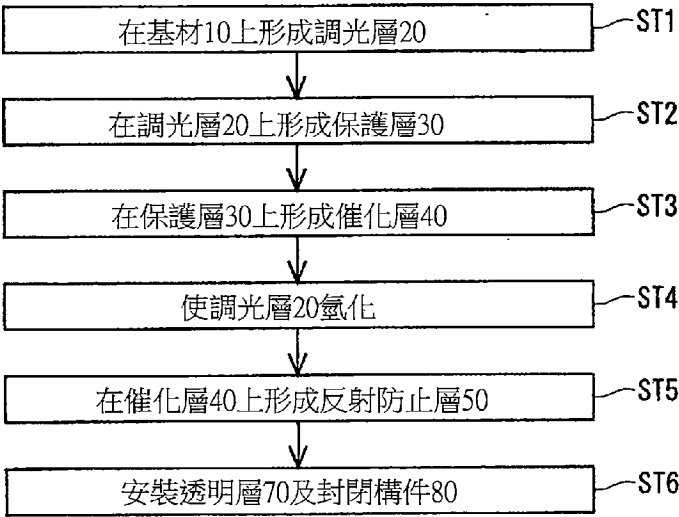


圖2

發明專利說明書

【發明名稱】

積層體的製造方法

METHOD OF MANUFACTURING LAMINATED BODY

【技術領域】

[0001]

本發明係關於一種包含調光層的積層體的製造方法。

【先前技術】

[0002]

已有開發出一種具有能夠控制光或熱之流入及流出的調光層的積層體。作為調光層所用的材料，例如有藉由電流及電壓之施加來使光穿透率可逆地變化的電致變色(electrochromic)材料、藉由溫度來使光穿透率變化的熱致變色(thermochromic)材料、藉由氛圍氣體之控制來使光穿透率變化的氣致變色(gaschromic)材料等。即便在此中，使用氣致變色材料的積層體係比較簡易的構造，且被期待作為能夠以低成本製造的積層體。

[0003]

在專利文獻 1 中，係已揭示一種在對向的二片玻璃板之內側具有調光層和空隙層的積層體，作為使用氣致材料的積層體。在該積層體中，係當含氫氣體被導入空隙層時就成為調光層之光穿透率較高的透明狀態，而當從空隙層除去含氫氣體時就成為調光層之反射率較高的反射狀態。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[0004]

專利文獻 1：日本特開 2014-26262 號公報。

【發明內容】

(發明所欲解決之課題)

[0005]

在此種的積層體中，雖然被要求在將含氫氣體導入空隙層時調光層之光穿透率要充分變高，但是如專利文獻 1 所記載，已知當調光層氧化時其光穿透率就不易變高。

[0006]

本發明係有鑑於如此的課題而開發完成，其目的在於提供一種能夠抑制調光層之氧化的積層體的製造方法。

(用以解決課題之手段)

[0007]

為了解決上述課題，第一態樣之積層體的製造方法係在透明的基材之一方向側積層複數個層以製造積層體的方法，該積層體的製造方法係具有：在前述基材之前述一方向側，形成使狀態在藉由氫化所致使的透明狀態與藉由去氫化所致使的反射狀態之間可逆地變化的調光層的步驟；藉由氫化使前述調光層成為透明狀態的步驟；以及在氫化後的前述調光層之前述一方向側，形成能夠使氫沿著厚度方向穿透的反射防止層；形成前述反射防止層的步驟係包含：在前述調光層之前述一方向側形成金屬膜的步驟；以及之後

在該金屬膜之前述一方向側形成金屬氧化膜的步驟；前述金屬膜係含有與前述金屬氧化膜同一金屬。

[0008]

第 2 態樣之積層體的製造方法係如第 1 態樣之積層體的製造方法，其中形成前述金屬膜的步驟係包含：藉由在處理室內所進行的濺鍍處理來形成前述金屬膜的步驟；形成前述金屬氧化膜的步驟係包含：使用氧作為反應性氣體並藉由在前述處理室內所進行的反應性濺鍍處理來形成前述金屬氧化膜的步驟。

[0009]

第 3 態樣之積層體的製造方法係如第 1 態樣之積層體的製造方法，其中更進一步具有：在形成前述調光層的步驟與形成前述反射防止層的步驟之間的時序中，在前述調光層之前述一方向側，形成能夠使氫沿著厚度方向穿透且保護前述調光層的保護層的步驟。

[0010]

第 4 態樣之積層體的製造方法係如第 3 態樣之積層體的製造方法，其中更進一步具有：在形成前述保護層的步驟與形成前述反射防止層的步驟之間的時序中，在前述保護層之前述一方向側，形成能夠使氫沿著厚度方向穿透且促進前述調光層中的氫化或去氫化之至少一方的催化層的步驟。

[0011]

第 5 態樣之積層體的製造方法係如第 1 態樣至第 4 態樣中之任一態樣之積層體的製造方法，其中更進一步具有：在前述反射防止層之前述一方向側，透過能夠導入含氫之氣體的空隙層而形成透明層的步驟。

(發明功效)

[0012]

依據第 1 態樣至第 7 態樣中之任一態樣的積層體的製造方法，藉由調光層事先被氫化就能使調光層不易氧化。又，藉由形成有反射防止層，就能確保積層體之光穿透率。又，在形成反射防止層的步驟中，係使在形成金屬氧化膜時被供給至處理室內的氧，事先作用於已成膜的金屬膜上。因此，該氧不易到達調光層，而能抑制調光層劣化。

【圖式簡單說明】

[0013]

圖 1 係顯示積層體 100 之構成例的示意圖。

圖 2 係顯示積層體 100 之製造過程之一例的示意圖。

圖 3 係顯示積層體 100 之製造過程中的層狀體之構成例的示意圖。

圖 4 係顯示積層體 100 之製造過程中的層狀體之構成例的示意圖。

圖 5 係顯示積層體 100 之製造過程中的層狀體之構成例的示意圖。

圖 6 係顯示積層體 100 之製造過程中的層狀體之構成例的示意圖。

圖 7 係顯示積層體 100 之製造過程中的層狀體之構成例的示意圖。

圖 8 係比較作為積層體之製造處理例的處理例 1 至處理例 9 的圖。

【實施方式】

[0014]

以下，一邊參照圖式一邊就實施形態加以說明。在圖式中具有同樣之構成及功能的部分係附記相同的符號，且省略重複說明。再者，以下之實施形態係將本發明具體化的一例，而非為限定本發明之技術範圍的事例。又，在圖式中，係有為了說明方向而附記 XYZ 正交座標軸的情況。座標軸上的+Z 方向係鉛直上方向，XY 平面係水平面。

[0015]

<1 實施形態>

<1.1 積層體 100 之構成例>

圖 1 係顯示積層體 100 之構成例的示意圖。積層體 100 係在透明的基材之一方向側(在圖之例中為上側)積層複數個層所製造。具體而言，積層體 100 係依順序積層有基材 10、調光層 20、保護層 30、催化層 40、反射防止層 50、空隙層 60 及透明層 70。

[0016]

基材 10 及透明層 70 例如是由透明的玻璃板所構成。在此情況下，積層體 100 係成為在對向的二片玻璃板之間具有複數個功能層的多層玻璃。如此的多層玻璃，例如是

能利用於住宅中的窗戶。

[0017]

調光層 20 係具有使狀態在藉由氫化所致使的透明狀態與藉由去氫化所致使的反射狀態(金屬狀態)之間可逆地變化的氣致變色特性。亦即，調光層 20 係具有調節可見光域之光穿透率的功能。

[0018]

調光層 20 係只要具備具有藉由氫化或去氫化所致使之氣致變色特性的材料即可，有關其具體的材料並非被限定。作為其材料，例如可列舉釔(yttrium)及鎂(magnesium)、鐳(lanthanum)及鎂、釓(gadolinium)及鎂、或是釷(samarium)及鎂等的稀土類及鎂合金，或鎂及鎳(nickel)、鎂及錳(mangan)、鎂及鈷(cobalt)、或是鎂及鐵等的鎂及遷移金屬合金，或包含選自第二族元素的至少一種之元素，和選自第三族元素及稀土類元素的二種以上之元素的合金，及/或具有上面所述的合金之氫化物的物質。

[0019]

此等的合金係藉由吸收氫而成為無色的透明狀態，且藉由釋出氫而成為銀色的反射狀態。再者，即便是在使用此等的合金之其中任一個作為調光層 20 之材料的情況下，仍亦可在調光層 20 中含有微量成分(不可避成分)之上述合金以外的元素。以下，係針對釔及鎂合金被使用作為調光層 20 之材料的情況來加以說明。在此情況下，在藉由氫化所致使的透明狀態中，釔及鎂合金之主成分係成為 Mg-YH_3 。

又，在剛藉由蒸鍍等而將鈮及鎂合金予以成膜之後的反射狀態下，鈮及鎂合金之主成分係成為 Mg-Y。又，在從透明狀態藉由去氫化而恢復原狀時的反射狀態下，鈮及鎂合金之主成分係成為 Mg-YH₂。

[0020]

調光層 20 之層的厚度係考慮光穿透率或耐久性等所選擇，而非被特別限定。調光層 20 之厚度，例如是設為 10nm 以上 200nm 以下。此是因當厚度未滿 10nm 時就有反射狀態中的光反射率不充分的情況，另一方面，當厚度比 200nm 還大時就有透明狀態中的光穿透率不充分的情況所致。

[0021]

保護層 30 係能夠使氫沿著厚度方向穿透(例如，多孔質)，且保護調光層 20。作為保護層 30，例如是可以使用鈦(titanium)、鈮(niobium)、鉭(tantal)、或釩(vanadium)的金屬薄膜。以下，係針對使用鉭作為保護層 30 的情況加以說明。

[0022]

藉由在調光層 20 與催化層 40 之間形成有保護層 30，就能防止催化層 40 之成分擴散至調光層 20 而使調光層 20 劣化、或氧從一方向側到達調光層 20 而使調光層 20 劣化。

[0023]

催化層 40 係能夠使氫沿著厚度方向穿透(例如，多孔質)，且促進調光層 20 中的氫化或去氫化之至少一方。作

為催化層 40，例如較佳是鈀(palladium)及/或鉑之薄膜。

[0024]

藉由形成有催化層 40，調光層 20 之氫化或去氫化之至少一方的反應速度就會提前，且改善透明狀態和反射狀態之切換(switching)性能。又，在催化層 40 具有氧不穿透性的情況下，係與保護層 30 具有氧不穿透性的情況同樣，能抑制調光層 20 之劣化。

[0025]

保護層 30 及催化層 40 之厚度，並非被特別限定，而是能按照構成的材料之種類、或所用的用途、所要求的耐久性等來選擇。但是，從確保調光層 20 為透明狀態之情況的積層體 100 之光穿透率的觀點來看，保護層 30 及催化層 40 之厚度，例如是分別被設為 20nm 以下。

[0026]

反射防止層 50 係能夠使氫沿著厚度方向穿透(例如，多孔質)，且使積層體 100 之可見光域的光穿透率增加。反射防止層 50 之材料並非被特別限定。反射防止層 50，例如是含有金屬氧化膜及/或聚合物(polymer)所構成。作為該金屬氧化膜，例如是從氧化鈾(cerium)、氧化鈦(hafnium)、五氧化鈮、五氧化鉭、二氧化鈦、氧化鎢(tungsten)、氧化釷、氧化鋅、氧化鋯(zirconium)中選擇。又，作為上述聚合物，例如能選擇氟樹脂。在此情況下，由於氟樹脂不僅具有反射防止性還具有撥水性，所以能抑制從外部朝向調光層 20 的水之穿透，進而能抑制調光層 20 之劣化。

[0027]

反射防止層 50 之折射率及厚度，係能藉由調光層 20、保護層 30、催化層 40 的折射率及厚度等來適當選擇，且非為被限定。為了將可見光域之每一波長的光穿透率保持更均一，反射防止層 50 之折射率，例如是在波長 550nm 中被設為 1.9 以上 2.2 以下。又，為了更提高可見光穿透率，反射防止層 50 之膜厚，例如是被設為 25nm 以上 125nm 以下。

[0028]

反射防止層 50 既可由一層所構成，又可由多層所構成。有關反射防止層 50 之構成將於後述。

[0029]

積層體 100 係除了上面所述的各層以外，還具有用以封閉各層之周圍的封閉構件 80(例如，窗框)。然後，由反射防止層 50、透明層 70 及封閉構件 80 所包圍的區域係具有作為空隙層 60 的功能。又，在空隙層 60 中最初封入有氬氣(argon gas)。

[0030]

在積層體 100 之外部係設置有能夠控制空隙層 60 內之氛圍的氛圍控制器 200。氛圍控制器 200 係具備：供氣部 201，用以將氣體送入空隙層 60 內；以及排氣部 202，用以將空隙層 60 內之氛圍朝向其外部排出。又，供給部 201 及排氣部 202 係分別具有用以開閉氣體之流路的閥(valve)。因此，藉由一邊控制二個閥之開閉一邊用供氣部 201 來控

制水之電解，就可以切換在空隙層 60 內部氫較多的狀態和用空氣充滿空隙層 60 內部的狀態。

[0031]

當在空隙層 60 內部氫較多的狀態維持一定時間時，氫就會穿透保護層 30、催化層 40 及反射防止層 50 而到達調光層 20，且調光層 20 會成為透明狀態。藉此，提高積層體 100 整體中的光穿透率。另一方面，當用空氣充滿空隙層 60 內部的狀態維持一定時間時，調光層 20 就會去氫化，並使積層體 100 整體中的光穿透率降低。

[0032]

如此，藉由氛圍控制器 200 控制空隙層 60 之氛圍，就能使調光層 20 之狀態在透明狀態與反射狀態之間可逆地變化。又，當在某狀態下中斷供排氣時，就能保持原狀態。藉此，能獲得能夠以氣致變色方式來調光的積層體 100(多層玻璃)。

[0033]

<1.2 積層體 100 之製造過程之一例>

圖 2 係顯示積層體 100 之製造過程之一例的示意圖。圖 3 至圖 7 係顯示積層體 100 之製造過程中的層狀體(以下，稱為中間體)之構成例的示意圖。以下，係一邊參照圖 2 至圖 7 一邊針對積層體 100 之製造過程之一例加以說明。

[0034]

首先，調光層 20 形成於基材 10 之一方向側(步驟 ST1、圖 3)。調光層 20 之形成方法，並未被特別限定，例如，能

使用濺鍍(sputtering)法、真空蒸鍍法、電子束蒸鍍法、化學氣相沉積法等。又，有關形成保護層 30、催化層 40、反射防止層 50 的情況，亦能同樣使用各種的層形成手法。

[0035]

其次，保護層 30 形成於調光層 20 之一方向側(步驟 ST2、圖 4)。

[0036]

其次，催化層 40 形成於保護層 30 之一方向側(步驟 ST3、圖 5)。在步驟 ST3 中使用濺鍍法的情況下，構成催化層 40 的金屬材料(例如，鈦)之粒子會從一方向側朝向中間體撞擊。然而，在本實施形態中，係在步驟 ST1 與步驟 ST3 之間的時序中，進行步驟 ST2。因此，即便上述粒子已撞擊中間體，仍能藉由位於中間體內之一方向側的保護層 30 之存在，來抑制對調光層 20 之損傷。

[0037]

其次，對於在步驟 ST1 至 ST3 之製造過程中所獲得的中間體，進行氫暴露處理。更具體而言，在密閉空間內配設有中間體，並在該密閉空間內使氫比普通的空氣更多的狀態維持一定時間。結果，中間體中的調光層 20 會被氫化並成為透明狀態(步驟 ST4、圖 6)。此時，至少從一方向側(亦即，至少圖 6 中之箭頭的方向)對中間體供給氫。藉此，不僅對調光層 20 添加氫，還對保護層 30 及催化層 40 添加氫。

[0038]

其次，反射防止層 50 形成於氫暴露處理後的催化層 40 之一方向側(步驟 ST5、圖 7)。在步驟 ST5 中，首先是在催化層 40 之一方向側形成金屬膜(鈦層)之後，在該金屬膜之一方向側形成金屬氧化膜(二氧化鈦層)。更具體而言，例如是在藉由在某一處理室內所進行的濺鍍處理而形成鈦層之後，使用氧作為反應性氣體，並藉由在相同的處理室內所進行的反應性濺鍍處理而在鈦層之一方向側形成二氧化鈦層。

[0039]

如此，在一邊控制氧之供給時序一邊在相同的處理室內進行二層之成膜處理的態樣中，係比在不同的處理室內進行鈦層之成膜處理和二氧化鈦層之成膜處理的態樣，還能縮短步驟 ST5 所需的時間。

[0040]

又，藉由在形成金屬氧化膜的第二處理之前先行進行事先形成含有與該金屬氧化膜同一金屬的金屬膜的第一處理，則在第二處理時供給至處理室內的氧就會作用於在第一處理時已成膜的金屬膜上。結果，能抑制該氧到達調光層 20 而使調光層 20 劣化。

[0041]

又，在步驟 ST5 中使用濺鍍法的情況下，構成反射防止層 50 的金屬材料(例如，鈦)之粒子會從一方向側朝向中間體撞擊。然而，在本實施形態中，係在步驟 ST2 與步驟 ST5 之間的時序中，進行步驟 ST3。因此，即便上述粒子

撞擊到中間體，仍能藉由位於中間體內之一方向側的保護層 30 及催化層 40 之存在，來抑制對調光層 20 的損傷。

[0042]

以下，說明步驟 ST5 中之詳細的處理例。

[0043]

在步驟 ST5 中，首先腔室內之壓力被真空抽吸至 3.0×10^{-4} Pa 為止，之後導入氬氣 200sccm，並使處理室內的壓力調整至 13.3Pa。

[0044]

在成膜用擋門(shutter)被閉合之後，對鈦靶(titanium target)上之水平磁通為 60mT 的磁控管陰極(magnetron cathode)施加脈衝頻率 50kHz 且工作比(duty ratio)80%的偏功率(bias power)400W 並進行 3 分鐘的預濺鍍(pre-sputtering)。藉此，能一邊從鈦靶表面除去氧化皮膜等的雜質一邊使磁控管陰極安定化。在此期間中，藉由成膜用擋門被閉合，鈦層就不會在中間體成膜。

[0045]

在該預濺鍍之後，成膜用擋門被開啟，並朝向中間體的催化層 40 之一方向側實施 5 秒的鈦濺鍍。在鈦層成膜 0.4nm 的膜厚之後，成膜用擋門被閉合並結束鈦成膜。再者，該較薄的鈦層係在進行下一個氧反應性濺鍍時藉由氧電漿(plasma)中的氧離子或氧自由基(radical)而被氧化，並朝向二氧化鈦層變化。

[0046]

其次，供給氬氣 196.5sccm 至處理室內，供給氧氣 3.5sccm 至處理室內，並使成膜室之壓力調整至 13.3Pa。之後，對鈦靶上之水平磁通為 60mT 的磁控管陰極施加脈衝頻率 50kHz 且工作比 80% 的偏功率 400W，並以氧反應性鈦濺鍍狀態進行 4 分鐘的預濺鍍。藉此，使磁控管陰極安定化。在此期間中，藉由成膜用擋門被閉合，二氧化鈦層就不會在中間體成膜。

[0047]

在該預濺鍍之後，成膜用擋門被開啟，並朝向中間體的鈦層之一方向側實施 17 秒的氧反應性鈦濺鍍。在二氧化鈦層形成 60nm 的膜厚之後，成膜用擋門被閉合並結束二氧化鈦成膜。如上面所述般，事先成膜後的鈦層亦在該時序中朝向二氧化鈦層變化。從而，在步驟 ST5 中，最終僅形成有二氧化鈦層作為反射防止層 50。在此，所謂二氧化鈦，並非被限定於嚴格意義下的 TiO_2 ，亦可一邊以 TiO_2 為主一邊僅含有微量成分(不可避成分)的 TiO_x 。

[0048]

在所形成的反射防止層 50 中，係在波長 550nm 中，折射率成為 2.06，消光係數(extinction coefficient)成為 0.00，藉由 XRR 測定所得的膜密度成為 2.94g/cm^3 。如此的成膜方法係形成由能夠使氬沿著厚度方向穿透之多孔質所構成的反射防止層 50 之一例，亦可用成膜條件與此不同的方法來形成反射防止層 50。再者，上述折射率係用光譜式橢圓偏光技術(Spectroscopic Ellipsometry)之測定方法來測定。又，

上述消光係數係用輕量化多入射角高速光譜式橢圓偏光儀(spectroscopic ellipsometer)(具體而言，J.A.Woollam 公司之 Flying MASE 的測定裝置)所測定。

[0049]

然後，在反射防止層 50 之一方向側，透過能夠導入含有氬之氣體的空隙層 60 而形成有透明層 70。又，安裝有用以封閉各層之周圍的封閉構件 80，以獲得積層體 100(步驟 ST6)。例如，在利用積層體 100 作為多層玻璃之窗戶的情況下，透明層 70 係與基材 10 同樣的玻璃，且封閉構件 80 為窗框。藉由對如此所製造的積層體 100 安裝氛圍控制器 200，就能獲得能夠用氣致變色方式來調光的窗戶(圖 1)。

[0050]

<1.3 製造處理例之比較>

圖 8 係比較作為積層體之製造處理例的處理例 1 至處理例 9 的圖。再者，上面所述的<1.2 積層體 100 之製造過程之一例>係相當於處理例 9。

[0051]

在各處理例中處理條件不同的部分，係指「步驟 ST4 之處理時間(分)」及「鈦層之厚度(nm)」的二個部分。又，在各處理例中，會起因於如此的處理條件之差異，而在「反射防止層 50 之透明度」及「氣致變色反應之速度及範圍」上發生差異。

[0052]

所謂「反射防止層 50 之透明度」的指標係將從一方向側對反射防止層 50 照射雷射光且在反射防止層 50 之另一方向側檢測出該雷射光的結果作為基礎所導出。「反射防止層 50 之透明度」係比較上述檢測結果和預定之臨限值所獲得，且符合「透明」、「半透明」、或「不透明」之其中任一個。再者，照射於反射防止層 50 的光之光源，並不限於雷射光源，亦可使用包含可見光區域之波長的燈泡(例如，氙燈(xenon lamp))。

[0053]

又，所謂「氣致變色反應之速度及範圍」的指標，係將一邊對空隙層供給氫氣，一邊在積層體之面內的複數個部位，從一方向側對積層體照射雷射光且在該積層體之另一方向側檢測出該雷射光的結果作為基礎所導出。「氣致變色反應之速度及範圍」係比較上述檢測結果和預定之臨限值所獲得，且符合「高速下整體反應」、「低速下整體反應」、「低速下局部反應」、或「無反應」之其中任一個。在此，所謂「反應」，例如是指藉由氫供給而使積層體之雷射光穿透率成為 70%以上。又，所謂「低速」，例如是指從氫供給開始直至積層體反應為止的期間為 1 分鐘至 5 分鐘，所謂「高速」，例如是指從氫供給開始直至積層體反應為止的期間未滿 1 分鐘。再者，照射於積層體的光之光源，並不限於雷射光源，亦可使用包含可見光區域之波長的燈泡(例如，氙燈)。

[0054]

如處理例 6 至處理例 9，可謂只要「氣致變色反應之速度」符合「高速下整體反應」或「低速下整體反應」，其積層體就能夠用氣致變色方式來調光。在此，處理例 6 至處理例 9 皆是在步驟 ST5 之前先行執行步驟 ST4。

[0055]

藉由執行步驟 ST4 而能改善氣致變色反應之反應性的理由係可推測如下。在藉由執行步驟 ST4 而形成有反射防止層 50 的時序中，係成為在構成中間體的至少一個層添加有氫的狀態。因此，即便是在形成反射防止層 50 時使用氧，仍能使添加於上述至少一個層的氫和該氧發生氧化還原反應。結果，可推測與不執行步驟 ST4 的情況相較，還能抑制調光層 20 之氧化。在此，所謂在至少一個層添加有氫的狀態，例如是指對調光層 20 中之鈮添加氫，且調光層 20 含有鈮之二氫化物 YH_2 及三氫化物 YH_3 的狀態。

[0056]

當比較處理例 7 和處理例 9 時，處理條件之差異係僅在於「步驟 ST4 之處理時間(分)」。然後，在步驟 ST4 之處理時間為 2 分鐘之較長的處理例 9 中，係比處理例 7 還能獲得氣致變色反應速度較快的積層體。根據此亦能肯定上述推測。

[0057]

又，在步驟 ST4 中調光層 20 被氫化並成為透明狀態之後，當經過一定時間時，調光層 20 就會去氫化並恢復到反射狀態。即便已對包含恢復到該反射狀態之後的調光層 20

的中間體執行步驟 ST5，仍能在所獲得的積層體中改善氣致變色反應之反應性。根據此可考慮以下的二個可能性。其一、在步驟 ST4 中所添加的氫不僅是作用於調光層 20，亦可能作用於保護層 30 或催化層 40。其二、即便調光層 20 藉由去氫化而移行至反射狀態，調光層 20 仍可能維持含有鈦之二氫化物 YH_2 的狀態。無論是哪一種情況，都能藉由添加於中間體的氫來抑制最終所獲得的積層體中之氧化。

[0058]

從確保積層體之光穿透率的觀點來看，「反射防止層 50 之透明度」係以較高者為佳。在處理例 1 至處理例 4 中僅有處理條件中的「鈦層之厚度(nm)」有所不同，僅有「鈦層之厚度(nm)」最厚的處理 2 中的「反射防止層 50 之透明度」成為半透明。因此，鈦層之厚度，例如較佳是設為 1.4nm 以上。

[0059]

然而，在作為鈦層之厚度 0nm 的處理例 1 及處理例 5 中，係成為無氣致變色反應。可考慮此是因在形成反射防止層 50 時不形成鈦層而是形成二氧化鈦層，藉此在形成二氧化鈦層時所用的氧會使調光層 20 氧化所致。從而，如本實施形態般，在反射防止層 50 包含金屬氧化膜的情況下，在金屬氧化膜之成膜前較佳是形成有同一金屬的金屬膜。

[0060]

如以上所說明般，在本實施形態中，係對在步驟 ST1

至 ST3 之製造過程中所獲得的中間體進行氫暴露處理(步驟 ST4)。然後，在催化層 40 之一方向側形成金屬膜(鈦層)之後，在該金屬膜之一方向側形成金屬氧化膜(二氧化鈦層)，藉此形成反射防止膜 50(步驟 ST5)。藉此，可以一邊抑制調光層 20 之氧化一邊製造積層體 100。

[0061]

<2 變化例>

以上，雖然已針對本發明之實施形態加以說明，但是本發明只要未脫離其趣旨下仍能夠進行除了上述以外的各種變更。

[0062]

在上述實施形態中，雖然已針對積層體 100 為具備有二片玻璃板的多層玻璃之態樣加以說明，但是並非被限定於此。積層體 100 中的玻璃板之片數並非被限定於二片，亦可包含更多的玻璃板。又，亦可玻璃板為一片，且在該玻璃板(基材 10)上積層調光層 20、保護層 30、催化層 40 及反射防止層 50 來構成積層體。

[0063]

又，基材 10 及透明層 70，亦可為玻璃以外的素材(例如，塑膠)，又可具有可撓性(flexible)。

[0064]

又，在上述實施形態中，雖然已針對具有保護層 30 的積層體 100 加以說明，但是亦可省略保護層 30。

[0065]

又，有關封閉構件 80 之具體的構成及氛圍控制器 200 的具體構成係可以任意地設計。

[0066]

又，在上述實施形態中，雖然已針對利用積層體 100 作為窗戶的態樣來加以說明，但是並非被限定於此。積層體 100 係能夠應用於以保護隱私(privacy)為目的的遮蔽物、利用反射狀態與透明狀態之切換(switching)的裝飾物、附加有反射型調光功能的玩具等之各種的物品中。

[0067]

又，上述實施形態中所說明的各層之形成方法係為例示，其能夠應用其他各種的形成方法。

[0068]

以上，雖然已針對實施形態及其變化例之積層體的製造方法來加以說明，但是此等為本發明較佳的實施形態之例，而並非限定本發明之實施範圍。本發明係能夠在其發明之範圍內進行各實施形態的自由組合、或是各實施形態的任意構成要素之變化，或是在各實施形態中進行任意構成要素之增減。

【符號說明】

[0069]

- 10 基材
- 20 調光層
- 30 保護層
- 40 催化層

50	反射防止層
60	空隙層
70	透明層
80	封閉構件
100	積層體
200	氛圍控制器
201	供氣部
202	排氣部

發明摘要

※ 申請案號： 106105284

※ 申請日： 106/02/17

※IPC 分類： **G02F 1/19** (2006.01)

【發明名稱】

積層體的製造方法

METHOD OF MANUFACTURING LAMINATED BODY

【中文】

一種積層體的製造方法，其能夠抑制調光層之氧化。

在透明的基材之一方向側積層複數個層以製造積層體時，執行如下：在基材之一方向側，形成使狀態在藉由氫化所致使的透明狀態與藉由去氫化所致使的反射狀態之間可逆地變化的調光層的步驟；藉由氫化使調光層成為透明狀態的步驟；以及在氫化後的調光層之一方向側形成能夠使氫沿著厚度方向穿透的反射防止層的步驟。形成反射防止層的步驟係包含：在調光層之一方向側形成金屬膜的步驟；以及之後在該金屬膜之一方向側形成金屬氧化膜的步驟。金屬膜係含有與金屬氧化膜同一金屬。

【英文】

申請專利範圍

1. 一種積層體的製造方法，係在透明的基材之一方向側積層複數個層以製造積層體的方法，該積層體的製造方法係具有：

在前述基材之前述一方向側，形成使狀態在藉由氫化所致使的透明狀態與藉由去氫化所致使的反射狀態之間可逆地變化的調光層的步驟；

藉由氫化使前述調光層成為透明狀態的步驟；以及

在氫化後的前述調光層之前述一方向側，形成能夠使氫沿著厚度方向穿透的反射防止層；

形成前述反射防止層的步驟係包含：在前述調光層之前述一方向側形成金屬膜的步驟；以及之後在該金屬膜之前述一方向側形成金屬氧化膜的步驟；

前述金屬膜係含有與前述金屬氧化膜同一金屬。

2. 如請求項 1 所記載之積層體的製造方法，其中形成前述金屬膜的步驟係包含：藉由在處理室內所進行的濺鍍處理來形成前述金屬膜的步驟；

形成前述金屬氧化膜的步驟係包含：使用氧作為反應性氣體並藉由在前述處理室內所進行的反應性濺鍍處理來形成前述金屬氧化膜的步驟。

3. 如請求項 1 所記載之積層體的製造方法，其中更進一步具有：在形成前述調光層的步驟與形成前述反射防

止層的步驟之間的時序中，在前述調光層之前述一方向側，形成能夠使氫沿著厚度方向穿透且保護前述調光層的保護層的步驟。

4. 如請求項 3 所記載之積層體的製造方法，其中更進一步具有：在形成前述保護層的步驟與形成前述反射防止層的步驟之間的時序中，在前述保護層之前述一方向側，形成能夠使氫沿著厚度方向穿透且促進前述調光層中的氫化或去氫化之至少一方的催化層的步驟。
5. 如請求項 1 至 4 中任一項所記載之積層體的製造方法，其中更進一步具有：在前述反射防止層之前述一方向側，透過能夠導入含氫之氣體的空隙層而形成透明層的步驟。

圖式

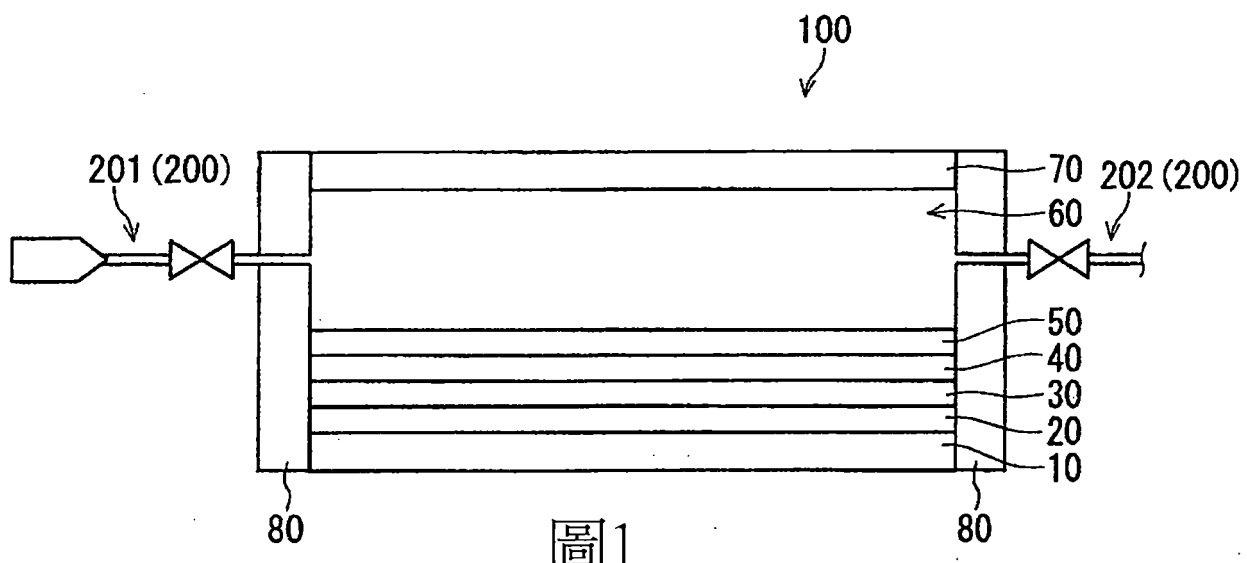


圖1

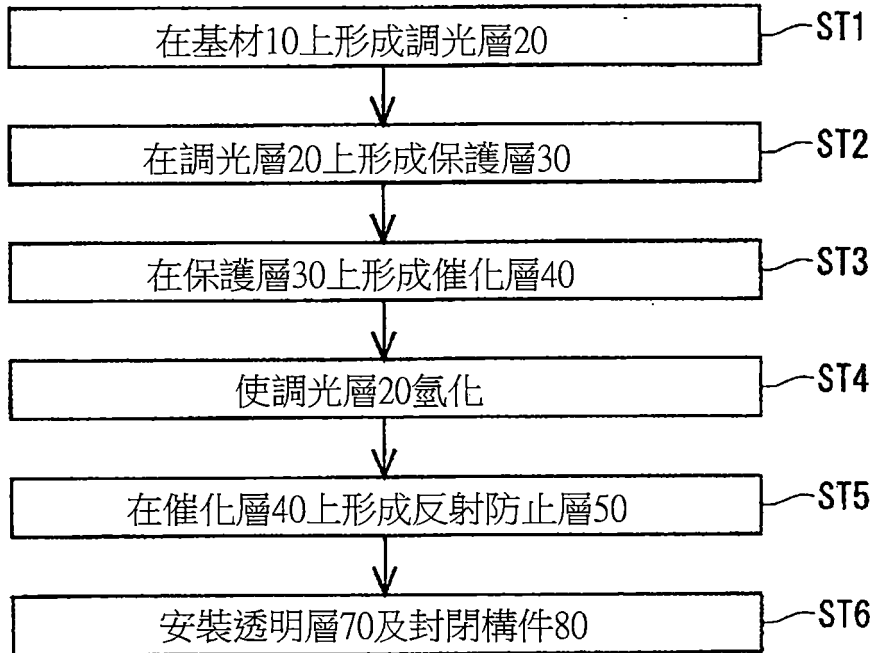


圖2

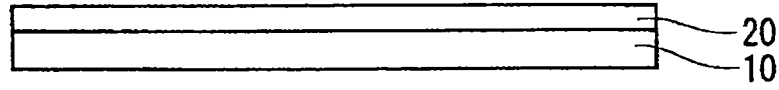


圖3

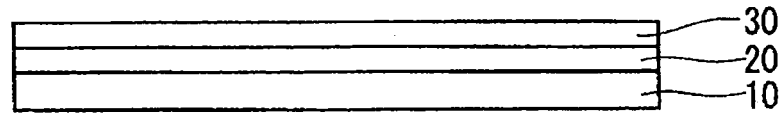


圖4

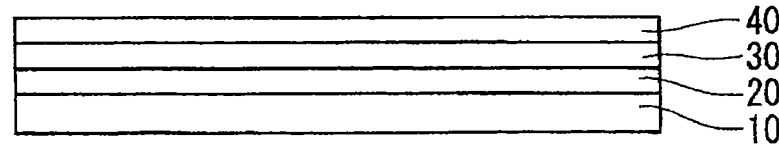


圖5

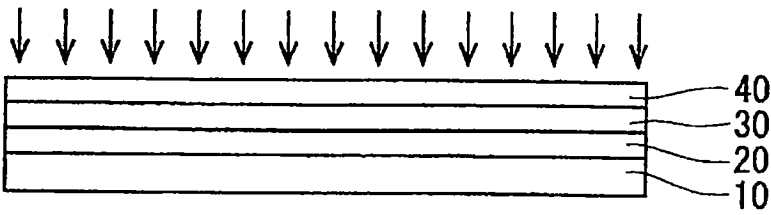


圖6

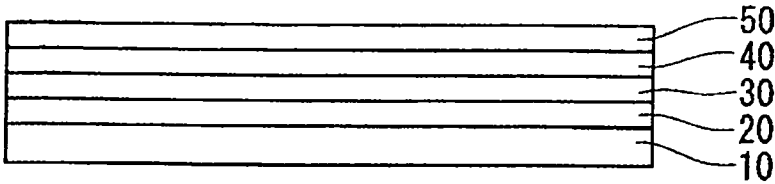


圖7

	步驟 ST4 之處理時間(分)	鈦層之厚度(nm)	反射防止層50之透明度	氣致變色反應之速度及範圍
處理例 1	0	0	透明	無反應
處理例 2	0	2.7	半透明	無反應
處理例 3	0	1.4	透明	低速下局部反應
處理例 4	0	0.4	透明	低速下局部反應
處理例 5	1	0	透明	無反應
處理例 6	1	0.8	透明	低速下整體反應
處理例 7	1	0.4	透明	低速下整體反應
處理例 8	1	0.15	透明	低速下整體反應
處理例 9	3	0.4	透明	高速下整體反應

圖8

【代表圖】

【本案指定代表圖】：圖 2。

【本代表圖之符號簡單說明】：無。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無。