

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
13. Juni 2013 (13.06.2013)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2013/083827 A4

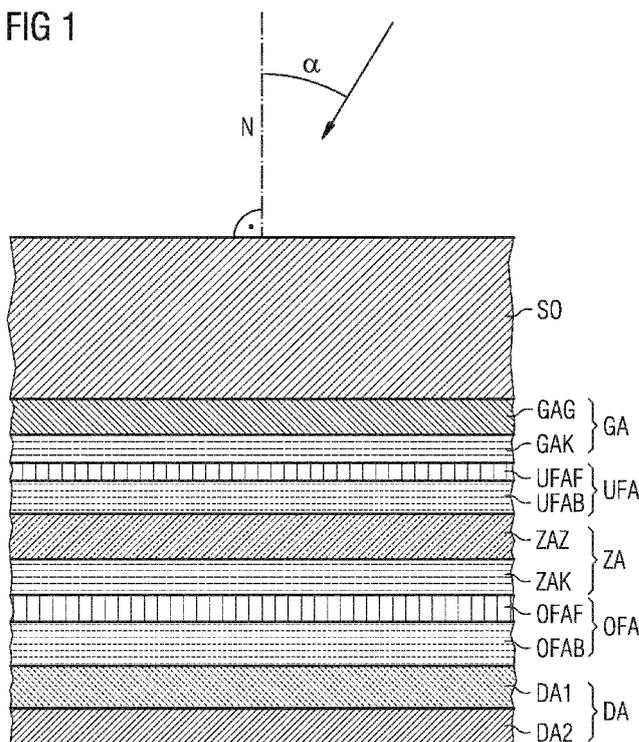
- (51) **Internationale Patentklassifikation:**
C03C 17/36 (2006.01)
- (21) **Internationales Aktenzeichen:** PCT/EP2012/074903
- (22) **Internationales Anmeldedatum:**
10. Dezember 2012 (10.12.2012)
- (25) **Einreichungssprache:** Deutsch
- (26) **Veröffentlichungssprache:** Deutsch
- (30) **Angaben zur Priorität:**
10 2011 087 967.6
8. Dezember 2011 (08.12.2011) DE
- (71) **Anmelder:** VON ARDENNE ANLAGENTECHNIK
GMBH [DE/DE]; Plattleite 19/29, 01324 Dresden (DE).
- (72) **Erfinder:** KÖCKERT, Christoph; Eduard-Bilz-Str. 55 b,
01445 Radebeul (DE).
- (74) **Anwalt:** ADLER, Peter; Lippert, Stachow & Partner,
Krenkelstraße 3, 01309 Dresden (DE).
- (81) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): 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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title:** COLOUR-STABLE, IR-REFLECTIVE AND TRANSPARENT LAYER SYSTEM AND METHOD FOR THE USE THEREOF, GLASS UNIT

(54) **Bezeichnung :** FARBSTABILES, IR- REFLEKTIERENDES UND TRANSPARENTES SCHICHTSYSTEM UND VERFAHREN ZU DESSEN HERSTELLUNG, GLASEINHEIT

FIG 1



(57) **Abstract:** The invention relates to an infra-red ray reflective transparent layer system on a transparent dielectric substrate S0, a method for the production thereof and a glass unit using such a layer system, said system comprising, considered upwards from the substrate S0, a base layer arrangement GA with a dielectric base layer GAG and a functional layer arrangement UFA lying thereon with a metallic functional layer UFAF and with a blocker layer UFAB, and a cover layer arrangement DA. In order to achieve the same colour appearance for such a layer system independently of the angle of observation, an intermediate layer arrangement ZA is deposited of such a thickness that, at an angle of observation in the range of 0 to $\pm 75^\circ$, in relation to the normal of the substrate surface, the a^* (Rg) - and b^* Rg colour values of the CIE $L^*a^*b^*$ colour system of the reflection on the substrate side lie in the range of ≤ 0 .

(57) **Zusammenfassung:**

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2013/083827 A4

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Rechenbericht (Artikel 21 Absatz 3)
- mit geänderten Ansprüchen gemäss Artikel 19 Absatz 1

Veröffentlichungsdatum der geänderten Ansprüche:

1. August 2013

Es wird ein Infrarotstrahlung reflektierendes transparentes Schichtsystem auf einem transparenten, dielektrischen Substrat S0, ein Verfahren zu dessen Herstellung und eine Glaseinheit unter Verwendung eines solchen Schichtsystems angegeben, welches vom Substrat S0 aufwärts betrachtet eine Grundsichtanordnung GA mit einer dielektrischen Grundsicht GAG, einer darüber liegenden Funktionsschichtanordnung UFA mit einer metallischen Funktionsschicht UFAF und einer Blockerschicht UFAB und eine Deckschichtanordnung DA umfasst. Um die gleiche Farberscheinung für ein solches Schichtsystem unabhängig vom Betrachtungswinkel zu erzielen, wird eine Zwischenschichtanordnung ZA mit einer solchen Dicke abgeschieden, dass bei einem Betrachtungswinkel im Bereich von 0 bis $\pm 75^\circ$, bezogen auf die Normale der Substratoberfläche, die a^* (Rg) - und b^* (Rg) -Farbwerte des CIE L*a*b*-Farbsystem der substratseitigen Reflexion im Bereich von ≤ 0 liegen.

GEÄNDERTE ANSPRÜCHE
beim Internationalen Büro am 31.Mai 2013 (31.05.2013) eingegangen

5

Patentansprüche

1. Infrarotstrahlung reflektierendes Schichtsystem auf einem transparenten Substrat (S0) mit folgenden transparenten Schichtenanordnungen, vom Substrat (S0) aufwärts betrachtet:
- 10 - eine Grundsichtanordnung (GA) mit einer dielektrischen Grundsicht (GAG) aus einem Nitrid, Oxid oder Oxinitrid eines Metalls, eines Halbleiters oder einer Halbleiterlegierung, zur Verminderung der Diffusionsvorgänge aus dem Substrat (S0) in eine darüber angeordnete Funktionsschichtanordnung (UFA, MFA, OFA),
 - 15 - eine untere Funktionsschichtanordnung (UFA) mit einer metallischen Funktionsschicht (UFAF) zur Reflexion von Infrarotstrahlung und mit zumindest einer Blockerschicht (UFAB) aus einem Metall, einer Metallmischung oder Metalllegierung oder aus einem unterstöchiometrischen oder stöchiometrischen Oxid, Nitrid oder Oxinitrid davon, zum Schutz der Funktionsschicht (UFAF) gegenüber Oxidations- und Diffusionsprozessen,
 - 20 - zumindest eine Zwischenschichtanordnung (ZA), welche eine weitere Funktionsschichtanordnung (MFA, OFA) von einer darunter liegenden Funktionsschichtanordnung (UFA, MFA) trennt und eine Zwischenschicht (ZAZ, ZAK) oder mehr umfasst,
 - 25 - zumindest eine weitere, über der unteren
- 30

Funktionsschichtanordnung (UFA) liegende
Funktionsschichtanordnung (MFA, OFA) mit einer
metallischen Funktionsschicht (MFAF, OFAF) zur
Reflexion von Infrarotstrahlung, mit zumindest einer
5 Blockerschicht (MFAB, OFAB) aus einem Metall, einer
Metallmischung oder Metalllegierung oder aus einem
unterstöchiometrischen oder stöchiometrischen Oxid,
Nitrid oder Oxinitrid davon, zum Schutz der weiteren
Funktionsschicht (MFAF, OFAF) gegenüber Oxidations- und
10 Diffusionsprozessen, und

- eine Deckschichtanordnung (DA) mit einer
dielektrischen, ein Nitrid, Oxid oder Oxinitrid eines
Metalls, eines Halbleiters oder einer
Halbleiterlegierung enthaltenden Deckschicht (DA1,
15 DA2),

dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine
Zwischenschichtanordnung (ZA) eine solche Dicke aufweist,
dass bei einem Betrachtungswinkel im Bereich von 0 bis \pm
75°, bezogen auf die Normale der Substratoberfläche, die
20 $a^*(Rg)$ - und $b^*(Rg)$ -Farbwerte des CIE $L^*a^*b^*$ -Farbsystem der
substratseitigen Reflexion im Bereich von ≤ 0 liegen.

2. Infrarotstrahlung reflektierendes Schichtsystem auf
einem transparenten Substrat (S0) mit folgenden
transparenten Schichtenanordnungen, vom Substrat (S0)
25 aufwärts betrachtet:

- eine Grundsichtanordnung (GA) mit einer
dielektrischen Grundsicht (GAG) mit einer Dicke im
Bereich von 10 - 40 nm, bevorzugt 15 - 35 nm,
enthaltend Siliziumnitrid oder Siliziumaluminiumnitrid
30 zur Verminderung der Diffusionsvorgänge aus dem
Substrat (S0) in eine darüber angeordnete
Funktionsschichtanordnung (UFA, MFA, OFA),

- eine untere Funktionsschichtanordnung (UFA) mit einer metallischen Funktionsschicht (UFAF), welche eine Dicke im Bereich von 5 - 15 nm, bevorzugt 7 - 13 nm, aufweist und aus Silber, Gold, einem anderen Edelmetall oder Legierungen davon, einem Halbedelmetall oder Tantal zur Reflexion von Infrarotstrahlung besteht, und mit
5 zumindest einer Blockerschicht (UFAB), welche eine Dicke von wenigen Nanometern, bevorzugt weniger als 5 nm, aufweist und aus Nickel-Chrom, Nickel-Chrom-Oxid,
10 Nickel-Chrom-Nitrid, Zirkonoxid verschiedener Stöchiometrie, Zinkoxid mit ca. 2 % Aluminium, Titanoxid TiO_x mit $x \leq 2$, unterstöchiometrisches Nioboxid Nb_xO_y mit $y/x < 2,5$, Chromnitrid, Molybdän enthaltendem Material oder Stainless-Steel-Nitrid SST_xN_y
15 zum Schutz der Funktionsschicht (UFAF) gegenüber Oxidations- und Diffusionsprozessen besteht,

- zumindest eine Zwischenschichtanordnung (ZA), welche eine weitere Funktionsschichtanordnung (MFA, OFA) von einer darunter liegenden Funktionsschichtanordnung
20 (UFA, MFA) trennt und eine Zwischenschicht ZAZ aus einem Zink-Stannat mit einer Dicke im Bereich von 50 - 85 nm, bevorzugt 60 - 75 nm, sowie eine Keimschicht ZAK der Zwischenschichtanordnung ZA mit einer Dicke ≤ 15 nm, bevorzugt ≤ 10 nm, aus einem Zinkaluminiumoxid umfasst,

- zumindest eine weitere, über der unteren Funktionsschichtanordnung (UFA) liegende Funktionsschichtanordnung (MFA, OFA) mit einer metallischen Funktionsschicht (MFAF, OFAF) mit einer Dicke im Bereich von 10 - 20 nm, bevorzugt 12 - 18 nm,
30 welche aus Silber, Gold, einem anderen Edelmetall oder Legierungen davon, einem Halbedelmetall oder Tantal zur Reflexion von Infrarotstrahlung besteht, und mit
 zumindest einer Blockerschicht (MFAB, OFAB), welche aus

Nickel-Chrom, Nickel-Chrom-Oxid, Nickel-Chrom-Nitrid, Zirkonoxid verschiedener Stöchiometrie, Zinkoxid mit ca. 2 % Aluminium, Titanoxid TiO_x mit $x \leq 2$, unterstöchiometrisches Nioboxid Nb_xO_y mit $y/x < 2,5$,
5 Chromnitrid, Molybdän enthaltendem Material oder Stainless-Steel-Nitrid SST_xN_y zum Schutz der weiteren Funktionsschicht (MFAF, OFAF) gegenüber Oxidations- und Diffusionsprozessen besteht, und

- eine Deckschichtanordnung (DA) mit einer
10 dielektrischen, ein Zink-Zinn-Mischoxid enthaltenden Deckschicht DA1 mit einer Dicke im Bereich von 10 - 20 nm, bevorzugt 12 - 18 nm, und einer Siliziumnitrid oder Siliziumaluminiumnitrid enthaltenden Deckschicht DA2 mit einer Dicke im Bereich 10 - 30 nm, bevorzugt 15 -
15 25 nm,

dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine Zwischenschichtanordnung (ZA) eine solche Dicke aufweist, dass bei einem Betrachtungswinkel im Bereich von 0 bis $\pm 75^\circ$, bezogen auf die Normale der Substratoberfläche, die
20 $a^*(Rg)$ - und $b^*(Rg)$ -Farbwerte des CIE $L^*a^*b^*$ -Farbsystem der substratseitigen Reflexion im Bereich von ≤ 0 liegen.

3. Schichtsystem nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass besagte $a^*(Rg)$ - und $b^*(Rg)$ -Farbwerte bei einem Betrachtungswinkel im Bereich von 0 bis
25 $\pm 90^\circ$, im Bereich von ≤ 0 liegen.

4. Schichtsystem nach einem der vorstehenden Ansprüche, welches zumindest drei Funktionsschichtanordnungen (UFA, MFA, OFA) mit jeweils dazwischen liegenden
Zwischenschichtanordnungen (ZA) umfasst, dadurch
30 gekennzeichnet, dass Summe der Dicken der Einzelschichten der substratnäheren Zwischenschichtanordnung (ZA) größer ist als die Summe der Dicken der Einzelschichten

zumindest einer substratferneren Zwischenschichtanordnung (ZA).

5. Schichtsystem nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine
5 Zwischenschicht (ZAZ, ZAK) und/oder zumindest eine Deckschicht (DA1, DA2) ein Zink-Zinn-Mischoxid enthält.

6. Schichtsystem nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine
10 Funktionsschichtanordnung (UFA, MFA, OFA) unter der Funktionsschicht (UFAF, MFAF, OFAF) keine Blockerschicht (UFAB, MFAB, OFAB) aufweist.

7. Schichtsystem nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die
15 Grundsichtanordnung (GA) und/oder zumindest eine Zwischenschichtanordnung (ZA) eine Keimschicht (GAK, ZAK) umfasst.

8. Schichtsystem nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine
20 Funktionsschichtanordnung (UFA, MFA, OFA) unter der Funktionsschicht (UFAF, MFAF, OFAF) eine Blockerschicht (UFAB, MFAB, OFAB) aufweist und die darunter liegende Grundsichtanordnung (GA) und/oder Zwischenschichtanordnung (ZA) keine Keimschicht (GAK, ZAK) umfasst.

9. Schichtsystem nach einem der vorstehenden Ansprüche,
25 dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine Blockerschicht (UFAB, MFAB, OFAB) unterstöchiometrisches Nioboxid enthält.

10. Schichtsystem nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass direkt unter
30 zumindest einer Funktionsschicht (UFAF, MFAF, OFAF) eine Keimschicht (UFAK, MFAK, OFAK) aus einem Metall oder aus

einem Oxid oder Nitrid eines Metalls oder einer Metallmischung oder Metall-Legierung zur Beeinflussung des Flächenwiderstandes der Funktionsschicht (UFAF, MFAF, OFAF) abgedeckt ist.

- 5 11. Verfahren zur Herstellung eines Infrarotstrahlung reflektierenden Schichtsystems nach einem der vorstehenden Ansprüche, indem auf einem transparenten Substrat (S0) nacheinander transparente Schichtanordnungen mit deren Schichten nach einem der Ansprüche 1 bis 10 mittels
10 Vakuumbeschichtung abgedeckt werden.
12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei ein Schichtsystem mit zumindest drei Funktionsschichtanordnungen (UFA, MFA, OFA) mit jeweils dazwischen liegenden Zwischenschichtanordnungen (ZA) abgedeckt wird,
15 dadurch gekennzeichnet, dass besagte Betrachtungswinkelabhängigkeit der $a^*(R_g)$ - und $b^*(R_g)$ -Farbwerte mittels der Summe der Dicken der Einzelschichten der substratnäheren Zwischenschichtanordnung (ZA) eingestellt werden.
- 20 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass die substratseitigen Farbreflexionswerte des CIE $L^*a^*b^*$ -Farbsystems oder eine im Verlauf der Herstellung des Schichtsystems auftretende Verschiebung dieser Werte mittels der Summe der Dicken der
25 Einzelschichten der Grundschichtanordnung (GA) und/oder der Deckschichtanordnung (DA) eingestellt oder korrigiert werden.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine
30 Blockerschicht (UFAB, MFAB, OFAB) von einem keramischen, unterstöchiometrisches Nioboxid enthaltendem Target mittels Sputtern in einer Arbeitsatmosphäre abgedeckt wird, der

kein Sauerstoff zugefügt wird.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die abzuscheidende Summe der Dicken der Einzelschichten der zumindest einen
5 Zwischenschichtanordnung (ZA) ermittelt wird, indem sie zunächst für einen gewünschten substratseitigen Reflexionswert im CIE L*a*b*-Farbsystem bei senkrechtem Betrachtungswinkel ermittelt und anschließend mit einer um 2 - 13 % höheren Schichtdicke abgedeckt wird.
- 10 16. Glaseinheit mit zumindest zwei Glassubstraten (S, S0), die mit oder ohne Abstand zueinander über Mittel zur Verbindung der Glassubstrate (S, S0) miteinander verbunden sind, dadurch gekennzeichnet, dass eines der Glassubstrate (S, S0) ein Schichtsystem nach einem der
15 Ansprüche 1 bis 10 aufweist.