



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **173932**

(13) **B**

(51) Int Cl⁵ C 03 C 17/36, C 23 C 14/34

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	881120	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	14.03.88	søknadsnummer	
(24) Løpedag	14.03.88	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	27.09.88	(30) Prioritet	26.03.87, US, 31315
(44) Ulegningsdato	15.11.93		26.03.87, US, 31317
			26.03.87, US, 31319

(71) Patentsøker	PPG Industries Inc, One PPG Place, Pittsburgh, PA 15272, US
(72) Oppfinner	Frank Howard Gillery, Allison Park, PA, US
(74) Fullmektig	Jan Helgerud, Bryns Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse** **Frengangsmåte for fremstilling av en belagt gjenstand med sputrede titanoksynitridfilmer og anvendelse derav**

(56) **Anførte publikasjoner** EP A1 83043, DE B2 2851584.

(57) **Sammendrag**

For bruk i forbindelse med i særdeleshet bygnings-teknisk dekorative elementer beskrives en frengangsmåte for på disse elementer å oppnå en titanoksynitridfilm.

Videre beskrives belagte gjenstander omfattende dette titanoksynitrid i kombinasjon med andre metallholdige filmer og belegg.

Foreliggende oppfinnelse angår generelt sputring av metallholdige filmer på ikke-metalliske substrater og mer spesielt magnetisk sputring av flersjiktets metalledielektriske transparente filmer på glass.

5

Nærmere bestemt angår foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for fremstilling av en belagt gjenstand med sputrede titanoksynitridfilmer og anvendelse derav.

10

US-PS 3 990 784 beskriver et belagt arkitektglassystem omfattende et transparent substrat og et flersjiktetsbelegg som omfatter et første og andre metallsjikt med et dielektrisk sjikt derimellom, der disse sjikt har et tykkelsesforhold slik at transmisjonen av belegget kan endres uavhengig av

15 reflekasjonsegenskapene ved å variere tykkelsen av metallsjiktene mens man bibeholder forholdet konstant. Dette dielektrikum har en tykkelse slik at refleksjonen fra belegget ikke er sterkt farvet.

20

US-PS 4 022 947 beskriver en transparent plate i stand til å transmittere en ønsket andel av synlig stråling mens det reflekterer en stor andel innfallende solstråling, og det omfatter videre en fremgangsmåte for fremstilling derav ved sputring av en jern-, nikkel- og kromlegering for å oppnå en

25 transparent metallfilm, og reaktivt å sputre den eller en tilsvarende legering i nærvær av oksygen for derved å danne en oksydfilm. I en foretrukket utførelsesform ligger metallfilmen mellom substratet og metalloksydfilmen. I en annen foretrukket utførelsesform ligger metalloksydfilmen

30 mellom substratet og metallfilmen.

35

US-PS 4 534 842 beskriver solarkontrollvinduer fremstilt ved å påføre først et oksydsjikt med en optisk tykkelse på 20 til 280 nanometer, nm, på et transparent substrat ved katodisk fordamping og for det andre et kromnitridsjikt med en

geometrisk tykkelse på 10 til 40 nm. Et optisk tredje

dielektrikumsjikt kan påføres på det andre sjikt. Oksydsjiktet velges fra oksyder av tinn, titan og aluminium.

5 US-PS 4 535 000 beskriver å anbringe en tinnfilm av metallnitrid, for eksempel titannitrid, på et glasssubstrat ved å blande et metallhalogenid med en reduserende gass som ammoniakk ved 250 til 320°C og å omsette gassene på glassoverflaten, oppvarmet til 400 til 700°C, for å danne filmen på glasset.

10 US-PS 4 546 050 beskriver en glassplate med et flersjiktbelegg valgt blant kobber, rustfritt stål og titandioksyd; kobber, titan og titandioksyd; og kobber, titan og titannitrid.

15 Arkitektglassprodukter med metalliske og/eller metalloksydfilmer får stadig økende betydning etter hvert som energibehov for oppvarming og avkjøling blir mer kostbar. Belagte glassarkitektprodukter ligger generelt innen to kategorier, solarenergikontroll og belagte produkter med høy transmittans/lav emissivitet.

20 Solarenergikontrollprodukter er generelt glasssubstrater, ofte tonede, belagt med en lite synlig transmittansfilm av farvet type som reduserer solarenergitransmittansen gjennom vinduet inn i bygningens indre, noe som reduserer luftkondisjoneringsomkostningene. Disse produkter er mest effektive der det foreligger varme klimaforhold og de sees ofte i kommersielle konstruksjoner. I områder der oppvarmingsomkostningene betyr mer og spesielt i boligkonstruksjoner er høy transmittans/lav emissivitet ønskelig for å tillate høy transmittans og synlig lys til det indre, mens man reflekterer IR-stråling for å bibeholde varme inne i bygningen. Høy transmittans/lav emissivitet er typisk oppnådd ved flersjiktfilmer der et IR-reflekterende metall som sølv, gull eller kobber legges inn mellom antirefleksive metalloksydsjikt som vismut-, indium- eller tinnoksyder.

Solarenergikontrollfilmer er på den annen side karakteristiske av typen enkeltsjiktetsfilmer med ett eller flere av metallene eller metalloksydene slik som kobolt, jern, krom, nikkel, kobber, og så videre.

5 Våtkjemikaliemetoder for fremstilling av metalliske filmer for solarenergikontroll er velkjent fra US-PS 3 846 152; 4 091 172; 3 723 158 og 3 457 138. Pyrolytiske metoder for å fremstille metalloksydfilmer for solarenergikontroll er
10 velkjent fra US-PS 3 660 061; 3 658 568; 3 978 272 og 4 100 330.

Sputringsteknologier for fremstilling av høytransmittans/lav-emissivitetssjiktbelegg er beskrevet i US-PS 4 462 884 og
15 4 508 789. Sputringsteknikker for fremstilling av solar-kontrollfilmer er beskrevet i US-PS 4 512 863 og 4 594 137.

I henhold til dette tar foreliggende søknad sikte på å forbedre den kjente teknikk og angår således en fremgangsmåte for fremstilling av en belagt gjenstand ved å anbringe et
20 substrat i et belegningskammer, å evakuere kammeret og å tilveiebringe en nitrogenholdig reaktiv atmosfære med derav følgende avsetning av et belegg på overflaten av substratet ved sputring av en titankatode som vender mot overflaten av
25 substratet, og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at det tilveiebringes en atmosfære som videre omfatter oksygen i kammeret, og avsetning av et transparent titanoksynitridbelegg på overflaten av et transparent ikke-metallisk substrat.

30 Som nevnt innledningsvis angår oppfinnelsen også anvendelsen av den belagte gjenstand for refleksjon av solarenergi, for reflektans av solarenergi og som farvet, arkitektonisk produkt.

35 Ved hjelp av fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse oppnår man en ny og overlegen dielektrisk film for bruk i et

vidt antall flersjiktsarkitektbelegg på glass. Foreliggende oppfinnelse medfører sputring av en titankatode i en atmosfære som omfatter oksygen og nitrogen for derved å avsette et belegg omfattende titanoksynitrid. Titanoksynitridfilmen som oppnås ifølge oppfinnelsen kan avsettes i kombinasjon med en IR-reflekterende film som sølv for å gi en flersjikts lavemissivitetsfilm. Titanoksynitridfilmen kan også avsettes i kombinasjon med en metallegeringsfilm som en film av rustfritt stål eller "Inconel" for derved å gi et spektrum av fargede flersjiktsbelegg med relativt mettede farver. Titanoksynitridfilmen ifølge oppfinnelsen kan også avsettes i kombinasjon både med en infrarød reflekterende film slik som sølv og en metallfilm som reduserer den luminøse reflektans, spesielt en metallegeringsfilm som "Inconel", for derved å gi et flersjiktsbelegg som har en relativt mett farve og lav emissivitet.

De ledsagende figurer skal illustrere oppfinnelsen og:

Figur 1 viser transmittansen ved 550 nm av en titanoksynitridfilm på glass som en funksjon av filmtykkelsen, målt ved antall katodeoverføringer, ved forskjellige prosentandeler av oksygen i nitrogenet;

Figur 2 viser avsetningsgraden av titanoksynitrid i Å pr. katodeoverføring som funksjon av prosentandelen oksygen i atmosfæren i belegningskammeret;

Figur 3 viser absorpsjonen av en titanoksynitridfilm som er ca. 600 Å tykk som en funksjon av prosentandelen oksygen i atmosfæren i belegningskammeret; og

Figur 4 viser transmittansen ved 550 nm av en titanoksynitridfilm over en "Inconel"-film som en funksjon av filmtykkelsen ved forskjellige katodeenergivaler.

Et transparent, ikke-metallisk substrat, fortrinnsvis glass, beveges ved katodesputring og fortrinnsvis magnetronspu-
tring for derved å tilveiebringe et produkt som omfatter titanoksy-
nitrid med ønsket varighet og estetiske egenskaper.

I en konvensjonell magnetronspu-
tringsprosess blir et substrat
anbragt i et belegningskammer overfor en katode med en
måloverflate av materialet som skal sputres. Foretrukne
substrater er ifølge oppfinnelsen glass, keramer og plast-
materialer som ikke ugunstig påvirkes ved belegningspro-
sessens driftsbetingelser.

Katoden kan være av en hvilken som helst konvensjonell type
og fortrinnsvis av forlenget rektangulær konstruksjon,
forbundet med en kilde for elektrisk spenning, og fortrinns-
vis benyttet i kombinasjon med et magnetisk felt for å øke
spu-
tringsprosessen.

Minst en katodemåloverflate omfatter titan som sputres i en
reaktiv atmosfære for derved å gi titanoksynitridfilmer.
Anoden er fortrinnsvis symmetrisk konstruert og anordnet
som beskrevet i US-PS 4 478 702.

Titanoksynitridet ifølge oppfinnelsen avsettes ved spu-
tring av en titankatode i en atmosfære omfattende oksygen og
nitrogen. Sammensetningen i denne atmosfæren ligger for-
trinnsvis fra 10 til 50% oksygen og fra 90 til 50% nitrogen.
En atmosfære omfattende 10 til 25% oksygen og resten nitrogen
er spesielt foretrukket.

Figurene viser at egenskapene til titanoksynitridet gradvis
endres og kontinuerlig endres etter hvert som gassammenset-
ningen forandres. I motsetning til dette viser titanet som
sputres i en oksygen/argonatmosfære en brå endring fra oksyd
til metall. Tallene viser videre at det er mulig å velge
avsetningsbetingelser slik at titanoksynitridfilmen med
ønskede egenskaper og absorbanse kan sputres i ønsket mengde.

Visse ønskede belegningsfarver kan fremstilles for arkitektoniske formål ved å kombinere et farveløst dielektrisk materiale med indre og ytre farvede metallsjikt, eller ved å kombinere farvet metalloksyd med et reflekterende metall. I henhold til foreliggende oppfinnelse kan man oppnå ønskede metallfarver ved å kombinere titanoksynitrid med et sterkt infrarødt reflekterende metall som sølv for derved å fremstille intense farver med høy grad av metning så vel som lav emissivitet. Hvis den luminøse reflektans for et slikt belegg er høyere enn ønskelig, kan den reduseres uten å ofre farverenhets eller emissivitet, ved hjelp av et eventuelt belegg av et nøytralt metall som en legering av nikkel og jern, spesielt "Inconel" og rustfrie stål.

Foreliggende oppfinnelse gir muligheten for å fremstille en serie farvede belegg med et minimalt antall sjikt og minimal mengde materiale. Belegningssystemet ifølge oppfinnelsen har relativt lav refleksjon, høy farvemetning og monolitisk varighet.

Det er kjent at en farveserie kan fremstilles ved hjelp av et første og andre materiale der farven varieres ved å endre tykkelsen av det dielektriske sjikt. Imidlertid er det til nå ikke praktisert noe dielektrikum som har de ønskede egenskaper for hurtig sputring, høy refraktiv indeks og god varighet. Titanoksynitridet som benyttes ifølge oppfinnelsen har de ovenfor angitte egenskaper så vel som evnen til, i kombinasjon med en egnet metallfilm, å gi intenst farvede arkitektoniske belegg. For eksempel vil titanoksynitrid i kombinasjon med en nikkellegering kunne gi et spektrum attraktive farver med utmerket varighet.

Ved bruk av reflektanssirkeldiagrammer og datamaskinberegninger kan man bestemme at en tosjiktskombinasjon av metall og dielektrikum har en optimal tykkelse for begge sjikt som gir minimum reflektans og høyest farvemetning i

kombinasjon. Jo høyere den refraktive indeks i dielektrikumet er, jo lavere er transmisjonen for belegget ved optimum, og jo høyere er farvemetningen. Metaller med lav n og høy k der n og k er reelle og komplekse deler av den komplekse refraktive indeks som definerer propagering av den elektromagnetiske stråling i mediet, har en tendens til å gi den laveste transmisjon og høyeste metning.

Hvis tykkelsen i metallet økes i et forsøk på å redusere transmisjonen, blir reflektansen øket eller det oppnås en svak farve. Avsetning av et meget tynt metallsjikt før avsetning av dielektrikumsjiktet kan redusere reflektansen og gi en mer mettet farve. Hvis tykkelsen av primærmetallsjiktet økes i kombinasjon med avsetning av et meget tynt metallsjikt, kan lav transittering, lav reflektans eller et sterkt farvet belegg oppnås. Hvis to primærmetallsjikt benyttes, gir et lavrefraktivindeks-dielektrikum i kombinasjon med et lav n -, høy k -metall, det mest tiltalende utseende. Beregningene viser at med 20% lystransmisjon kan tilstrekkelig metning oppnås ved bruk av metall i kombinasjon med et dielektrikum med en refraksjonsindeks på 2,3. For lavere lystransmisjon er det foretrukket med et metall-dielektrikum-metallsystem.

Med titanoksynitridet som avsettes ifølge oppfinnelsen kan mange metall- eller metallegeringsfilmer benyttes for å tilveiebringe et flersjiktbelegg med gode egenskaper. Foretrukne filmer inkluderer metallet slik som titan og metallegeringer slik som nikkellegeringer og jernlegeringer. En nikkellegering er foretrukket fordi den er meget kjemisk resistent, nøytral i farve og lett å avsette.

Et rent glassubstrat anbringes i et belegningskammer som evakueres, fortrinnsvis til mindre enn 10^{-4} torr og fortrinnsvis mindre enn 2×10^{-5} torr. En utvalgt atmosfære av reaktive gasser og fortrinnsvis nitrogen og oksygen, opprettes i kammeret til et trykk mellom 5×10^{-4} og 10^{-2} torr. En katode med en måloverflate av titan beveges over

overflaten av substratet som skal belegges. Målmetallet sputres og reagerer med atmosfæren i kammeret for å avsette et titanoksynitridbelegg på glassoverflaten.

5 Etter at det første sjikt av titanoksynitrid er avsatt, blir belegningskammeret evakuert og en inert atmosfære som rent argon opprettes ved et trykk mellom ca. 5×10^{-4} og 10^{-2} torr. En katode med en måloverflate av metall eller metalllegering beveges over den titanoksynitridbelagte overflate.
10 Målet sputres for å avsette et metallisk sjikt på den titanoksynitridbelagte glassoverflate. Et foretrukket metall er titan. Foretrukne metallegeringer er "Inconel", en nikkellegering, og rustfritt stål, en jernlegering fortrinnsvis sputres ved et trykk på 4 til 6 millitorr i ren argon.

15 I enkelte foretrukne utførelsesformer av oppfinnelsen blir en metallfilm avsatt både under og over titanoksynitridfilmen. På samme måte som når det gjelder tosjiktsfilmen, er den dominerende bølgelengde for den reflekterende farve fra den ikke-belagte overflate så å si totalt avhengig av tykkelsen
20 av titanoksynitridsjiktet. Tykkelsen av toppmetallsjiktet varieres inntil transmisjonen har nådd noe nær den ønskede verdi, derefter varieres tykkelsen til de underliggende metallsjikt inntil den ønskede refleksjon fra den ubelagte side av gjenstanden oppnås. Den siste modifisering av
25 toppmetallfilmtykkelsen kan være nødvendig for å oppnå optimal sluttransmisjon. Innenfor tykkelsesområdet av interesse vil en økning av tykkelsen av toppmetallfilmen redusere transmisjonen og øke reflektansen fra den ikke-belagte side av den belagte gjenstand. En økning av tykkelsen
30 av bunnmetallfilmen reduserer transmisjonen og reduserer reflektansen fra den ikke-belagte side.

I en foretrukket utførelsesform av oppfinnelsen blir en
35 flersjiktsfilm avsatt ved katodesputring for derved å danne et belegg med høy transmittans og lav emissivitet. I tillegg til titanmålet omfatter minst en andre katodemåloverflate et

metall som skal sputres for å gi et infrarødt reflekterende metallsjikt. Et flersjiktsbelegg med et infrarødt reflekterende metallsjikt i kombinasjon med et antireflekterende titanoksynitridsjikt fremstilles som følger.

5 Et rent glassubstrat anbringes i et belegningskammer som evakueres, fortrinnsvis til mindre enn 10^{-4} torr og helst mindre enn 2×10^{-5} torr. En valgt atmosfære av reaktive gasser, fortrinnsvis nitrogen og oksygen, tildannes i
10 kammeret til et trykk mellom ca. 5×10^{-4} og 10^{-5} torr. En katode med en måloverflate av titan føres, fortrinnsvis ved et energinivå på 5 til 10 kW, over overflaten av substratet sm skal belegges. Målmaterialet sputres, reagerer med atmosfæren i kammeret og avsetter et titanoksynitridbelegnings-
15 sjikt på glassoverflaten.

Efter at det opprinnelige sjikt av titanoksynitrid er avsatt, blir belegningskammeret evakuert, det opprettes en inert atmosfære som for eksempel ren argon ved et trykk mellom ca.
20 5×10^{-4} og 10^{-2} torr. En katode med en måloverflate av sølv føres over den titanoksynitridbelagte overflate. Målmaterialet sputres og avsettes i et enhetlig, meget godt IR-reflekterende, konduktivt metallisk sjikt på den titanoksynitridbelagte glassoverflate. Et andre sjikt av titanoksynitrid
25 avsettes på sølvsjiktet under i det vesentlige de samme betingelser som benyttes for det første titanoksynitridsjikt.

Foreliggende oppfinnelse skal forklares nærmere og vil fremgå i større detalj fra de følgende eksempler.

30 EKSEMPEL I

Et titankatodemål med dimensjonene 12,7 cm x 43,2 cm drives ved 10 kW i et vakuumkammer inneholdende en atmosfære av 23% oksygen og 77% nitrogen ved et trykk på 4 millitorr. Katoden
35 er stasjonær mens et glassubstrat føres under sputringsmåloverflaten med en hastighet på ca. 3 m/min. Fire gjennom-

føringer avsetter en film omfattende titanoksynitrid på glassoverflaten til en luminøs transmittans på 75,7%.

EKSEMPEL II

5 Et glassubstrat belegges med et første sjikt omfattende titanoksynitrid som i eksempel 1. Den titanoksynitridbelagte overflate blir så belagt med et enhetlig sjikt av sølv ved sputring av et sølvkatodemål ved 0,27 kW i en argonatmosfære ved et trykk på 4 millitorr til en endelig luminøs transmittans på 68%. For å beskytte sølvet fra oksydasjon blir et
10 meget tynt beskyttende belegg av titan avsatt ved en gjennomføring av titankatoden ved 0,03 kW i argon ved 4 millitorr til en sluttluminøs transmittans på 67,5%.

EKSEMPEL III

15 Et glassubstrat belegges med titanoksynitrid og sølv som i de ovenfor angitte eksempler. Etter avsetning av det tynne, beskyttende sjikt av titan, blir et andre sjikt av titanoksynitrid avsatt til en sluttluminøs transmittans på 82,1% og gir derved en belagt gjenstand med høy transmittans og lav
20 emissivitet.

EKSEMPEL IV

25 Et titankatodemål med dimensjoner ca. 12,7 cm x 43,2 cm opereres ved 10 kW og 645 V i et vakuumkammer inneholdende en atmosfære inneholdende 23% oksygen og 77% nitrogen ved et trykk på 4 millitorr. Et glassubstrat passerer katoden en gang i en hastighet på ca. 2,74 m/min. og belegges med titanoksynitrid. Kammeret evakueres og det innføres en
30 atmosfære av ren argon under et trykk på 4 millitorr. En sølvkatode ved 441 V og 2,5 A for å sputre en sølvfilm over den titanoksynitridbelagte overflate ved en gjennomføring i en hastighet av ca. 3 m/min. For å beskytte sølvfilmen fra oksydasjon ble det avsatt et meget tynt sjikt av en nikkellegering over sølvet. Et mål av "Inconel 625" inneholdende
35 18,6% krom, 3% jern, 4% niob, 9% molybden og resten nikkel, ved 1 A og 352 V. Nikkellegeringen sputres i ren argon ved 4

millitorr, mens substratet føres forbi ved en hastighet av ca. 3 m/min. Den belagte gjenstand har en luminøs transmittans på 21,3% og en reflektans fra den ikke-belagte side på 54,6%. Farvekoordinatene fra den ikke-belagte side er $x = 0,35616$ og $y = 0,3805$. Den synlige farve er blekgul.

EKSEMPEL V

En titanoksynitridfilm i kombinasjon med en sølvfilm gir en tilstrekkelig reflektiv og en tilstrekkelig mettet gulifarvet film til å simulere utseende av en gullfilm. En titankatode ved 10 kW og 640 V sputres som i eksempel IV bortsett fra at atmosfæren ved 4 millitorr omfatter mindre oksygen. En gjennomføring ved ca. 3 m/min. med en noe oksygenfattig atmosfære gir en titanoksynitridfilm som er noe mer absorberende enn oksynitridfilmen i eksempel IV. En sølvkatode ved 441 V og 2,4 A sputres i ren argon ved 4 millitorr for derved å avsette en sølvfilm over den titanoksynitridbelagte overflate ved en gjennomføring ved 3 m/min. For å beskytte sølvfilmen fra oksydasjon sputrer man en meget tynn film av nikkellegering som i eksempel IV i argon ved 4 millitorr ved 3 m/min. ved hjelp av et katodemål av "Inconel 625", 356 V og 1 A. Den belagte gjenstand har omtrent den samme luminøse transmittans som gjenstanden fra eksempel IV, men reflektansen fra den ikke-belagte side er 40,2% og farvekoordinatene er $x = 0,3833$ og $y = 0,4093$. Den observerte farve er gullignende, en noe mer mettet farve enn den i eksempel IV. Denne film overlever termisk utprøving uten å bli uklar.

EKSEMPEL VI

Et flersjiktsbelegg av titanoksynitrid og nikkellegering avsettes på et glasssubstrat under følgende betingelser. Et rent glasssubstrat holdes i et vakuumkammer i en atmosfære av 15% oksygen og 85% nitrogen under et trykk på 6 millitorr. Når en titankatode ved 6,7 kW og en lineærhastighet på ca. 3 m/min. føres åtte ganger forbi, oppnår man et titanoksynitridbelegg med en tykkelse som har en første ordens

blåfarve. Den titanoksynitridbelagte glassoverflate føres så under et nikkellegeringsmål i ren argon. Nikkellegeringen i dette eksempel er "Inconel 625" som omfatter 18,6% krom, 3% jern, 4% niob, 9% molybden og resten nikkel. Et sjikt av nikkellegering sputres på til en tilstrekkelig tykkelse for å redusere transmittansen til 22%. Farvekoordinatene for dette belegg er $x = 0,3198$ og $y = 0,2863$ i reflektans fra den ikke-belagte glassoverflate. Den observerte farve er purpurrosa og den luminøse reflektans er 5,65% fra den ikke-belagte glassoverflate.

EKSEMPEL VII

Ved å benytte beleggssystemet titanoksynitrid-"Inconel" som i eksempel VI oppnår man et med ca. 20% luminøs transmittans og en attraktiv blåfarve, under de betingelser som er gitt i tabell I. Farvekontroll for tobeleggssjiktet er enkel. Tykkelsen av titanoksynitrid er avgjørende, hvis farven er for grønn, er sjiktet for tykt, hvis det er for rødt, er sjiktet for tynt. Tykkelsen av titanoksynitrid påvirker også transmisjonen eller reflektansen fordi rødaktig blåe belegg generelt har høyere transmisjon enn grønnaktig blåe belegg. Når imidlertid opplegget er fastlagt, kan transmisjonen eller reflektansen justeres ved å endre tykkelsen av "Inconel"-sjiktet. Slik man skulle kunne forvente, vil en økning av tykkelsen redusere transmittansen og øke reflektansen. Denne endring har en ubetydelig påvirkning på den dominerende bølgelengde. Virkningen av sjikttykkelsen forandres, uttrykt som prosentandel av beleggstykkelsen oppnådd ved de betingelser som er gitt i tabell I, på farven til fem tosjikts-belegg i dette eksempel slik disse vises i tabell II.

Tabell I

Typiske avsetningsbetingelser for tosjikts
blå belegg ved 20% transmittans

	<u>Betingelser</u>	<u>Første sjikt</u>	<u>Annet sjikt</u>
5	Filmsammensetning	Titanoksynitrid	Nikkellegering
	Målmetsall	Titan	"Inconel 625"
	Gassblanding (volum-%)	81 nitrogen 19 oksygen	100 argon
10	Trykk (millitorr)	4	4
	Effekt (kW)	10	1,53
	Volt	637	424
15	Målstørrelse (cm)	12,7 x 43,2	12,7 x 43,2
	m/min.	3	3
	Sluttransmisjon (% ved 500 nm)	71,6	19,4

20

Tabell II

Variasjon av farvekoordinatene ved endring
av sjikttykkelse, 2-sjiktsbelegg

		<u>Relativ sjikts- tykkelse</u>	<u>Reflektans fra den ikke-belagte overflate</u>			<u>Luminøs transmit- tans (%)</u>	
	<u>Prøve</u>	<u>Oksynitrid/ metall</u>	<u>y</u>	<u>x</u>	<u>y</u>		<u>Farve</u>
25							
30	2-1001	100/100	11,5	0,2284	0,2453	19,4	blå
	2-1002	120/100	11,12	0,2280	0,2442	18,3	blå
	2-1003	83/100	17,08	0,2459	0,2834	21,3	grønnak- tig blå
35	2-1005	100/83	9,93	0,2266	0,2430	23,2	blå
	2-1006	100/120	14,13	0,2345	0,2559	16,1	blå

EKSEMPEL VIII

Et glassubstrat sputterbelegges som i de tidligere eksempler med et første sjikt av "Inconel 625" til en luminøs transmittans på 60%. En titanoksynitridfilm sputres over nikkellegeringen som i de foregående eksempler. En andre nikkellegeringsfilm avsettes til en sluttluminøs transmittans på 22%. Farvekoordinatene for belegget er $x = 0,2644$ og $y = 0,2340$ fra glassoverflaten. Den observerte farve er fiolett og den luminøse reflektans er 8,9% fra den ubelagte glassoverflate.

EKSEMPEL IX

En serie på tresjiktsbelegg fremstilles ved å variere tykkelsen av de individuelle titanoksynitrid- og "Inconel"-sjikt. Resultatene for disse eksempler er angitt i tabell IV hvori tykkelsen uttrykkes som prosentandeler av den tykkelse som oppnås ved bruk av de betingelser som er angitt i tabell III.

Tabell III

Typiske avsetningsbetingelser for 3-sjikts-
blåbelegg ved 12% transmittans

<u>Betingelser</u>	<u>Første sjikt</u>	<u>Andre sjikt</u>	<u>Tredje sjikt</u>
Målmetsall	"Inconel 625"	Titan	"Inconel 625"
Gassblanding (volum-%)	100 argon	81 nitrogen 19 oksygen	100 argon
Trykk (millitorr)	4	4	4
Effekt (kW)	00,4	10	2,11
Volt	285	637	432
Målstørrelse (cm)	12,7 x 43,2	12,7 x 43,2	12,7 x 43,2
m/min.	3	3	3
Sluttransmisjon (% ved 500 nm)	72,8	62,9	12,3

Tabell IV

Variasjon i farvekoordinater ved endring
av sjikttykkelse - 3-sjiktsbelegg

5	Prøve	<u>Relativ beleggstykkelse</u>			<u>Reflektans fra ikke-belagt overflate</u>			Farve
		Bunn- metall	Oksy- nitrid	Topp- metall	y	x	y	
	2-933	100	100	133	17,48	0,2427	0,2527	blå
	2-928	100	100	117	15,69	0,2306	0,2661	grønnaktig/ blå
10	2-923	100	100	100	14,44	0,2237	0,2664	blå
	2-929	100	100	83	11,43	0,2234	0,2357	blå
	2-934	100	100	67	9,00	0,2206	0,2248	blå
15	2-926	100	117	100	22,16	0,2472	0,2853	grønnaktig/ blå
	2-923	100	100	100	14,44	0,2237	0,2444	blå
	2-927	100	83	100	7,46	0,2710	0,2436	fiolett
20	2-943	0	100	100	13,75	0,2367	0,2492	blå
	2-944	50	100	100	11,97	0,2386	0,2422	blå
	2-945	100	100	100	11,36	0,2252	0,2302	blå
	2-946	150	100	100	8,92	0,2143	0,2084	blå
25	2-946	200	100	100	8-49	0,2048	0,2013	blå

EKSEMPEL X

En titanoksynitridfilm avsettes på en glassoverflate som i eksempel VI. En film av rustfritt stål avsettes over titanoksynitridet. Farvekoordinatene for belegget er $x = 0,2466$ og $y = 0,2680$ fra glassoverflaten. Den observerte farve er grønnaktig/blå og den luminøse reflektans er 18,5% fra den ikke-belagte glassoverflate.

EKSEMPEL XI

En titanoksynitridfilm avsettes i åtte gjennomføringer på en glassoverflate som i de foregående eksempler. En titanmetallfilm avsettes ved sputring av en titankatode i argon. Farvekoordinatene for belegget er $x = 0,3317$ og $y = 0,3037$ fra glassoverflaten. Den observerte farve er purpurrosa og den luminøse reflektans er 5,17% fra den ubelagte glassoverflate.

EKSEMPEL XII

En titanoksynitridfilm avsettes ved ni gjennomføringer på en glassoverflate som i eksempel XI. En titanmetallfilm avsettes ved sputring av en titankatode i argon. Farvekoordinatene for belegget er $x = 0,2402$ og $y = 0,2265$ fra glassoverflaten. Den observerte farve er purpurblå og den luminøse reflektans er 5,32% fra den ikke-belagte glassoverflate.

De ovenfor angitte eksempler er gitt for å illustrere fordelene ved oppfinnelsen. Beleggene i tabell II og III blir ikke angrepet i løpet av 24 timer av 20 %-ig kald saltsyre eller 30 %-ig kald salpetersyre. I en 5-timersprøve ved 135°C er det en liten transmittansendring og en liten endring av reflektert farve. Dette er konsistent med en vekst av et beskyttende belegg på "Inconel"-overflaten, en prosess som er selvbegrensende.

I Cleveland-kondensasjonsprøven ved ca. 66°C ble det ikke observert noen endring i farven i løpet av 4 måneder. Beleggene påvirkes ikke av påvirkning av viskelær, heller ikke ved en børsteprøve som benyttes for belegg av indre monolitiske glass. Imidlertid ga gnidning med våte eller fuktige slipepulvere at beleggene ikke er så hårde som belegg som omfatter titannitrid.

Kombinasjonen av titanoksynitrid/metallegering i sjiktene kan kun gi få attraktive produkter. Imidlertid kan metall/-titanoksynitrid/metallsystemet i et meget bredere spektrum av

reflektansfarver og transmisjoner kun ved bruk av to materialer. Titanoksynitrid er transparent, kjemisk resistent, har en høy indeks for refleksjon og er like hurtig å avsette som oksyder av tinn og sink, som imidlertid har 5 dårligere egenskaper. Konsentrasjonen av oksygen i nitrogen er ikke mer vesentlig for prosessen enn det man skulle tenke seg hvis ikke avsetningshastigheten skruses opp til et absolutt maksimum. Dette tilkjenner den komplikasjon at in-line 10 monitorer kun er pålitelige i det transmisjonssystem som ikke kan skille mellom en reduksjon av transmisjonen på grunn av en økning i filmtykkelsen eller en reduksjon av transmisjonen på grunn av en økning av absorpsjonen. Således skulle en farvekontroll for tosjiktsbelegg ikke være vanskelig. Farvekontroll er noe mer komplisert for de tresjiktsbelegg 15 som for eksempel er for reflekterende, men kan gjennomføres ved å gjøre enten toppmetallsjiktet tynnere eller bunnmetallsjiktet tykkere.

20

25

30

35

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte for fremstilling av en belagt gjenstand ved å
anbringe et substrat i et belegningskammer, å evakuere
kammeret og å tilveiebringe en nitrogenholdig reaktiv
atmosfære med derav følgende avsetning av et belegg på
overflaten av substratet ved sputring av en titankatode som
vender mot overflaten av substratet, k a r a k t e r i -
10 s e r t v e d at det tilveiebringes en atmosfære som
videre omfatter oksygen i kammeret, og avsetning av et
transparent titanoksynitridbelegg på overflaten av et
transparent ikke-metallisk substrat.

15 2.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at substratet er glass, en keram eller plast, som
ikke ugunstig påvirkes av driftsbetingelsene.

20 3.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at man benytter en atmosfære inneholdende fra 10 til
50 % oksygen og fra 50 til 90 % nitrogen.

25 4.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at et andre sjikt av en sterkt IR-reflektiv metall-
film avsettes på en overflate av substratet.

30 5.

Fremgangsmåte ifølge krav 1 og 4, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at, som et ytterligere trinn, et tredje
sjikt avsettes på substratet, omfattende titanoksynitrid.

35 6.

Fremgangsmåte ifølge kravene 1, 4 og 5, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at et første sjikt av titanoksynitrid

avsettes på substratet, et sjikt av sterkt IR-reflektiv metallfilm avsettes over titanoksynitridet og et andre titanoksynitrid-sjikt avsettes over den sterkt IR-reflektive metallfilm.

5

7.

Fremgangsmåte ifølge krav 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at det som ytterligere trinn avsettes et tredje sjikt på substratet, omfattende en andre metallisk film.

10

8.

Fremgangsmåte ifølge krav 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at det som andre metalliske film benyttes en metall-legering valgt blant nikkel-legeringer og jern-legeringer, rustfritt stål og inkonell.

15

9.

Fremgangsmåte ifølge kravene 4 og 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at den sterkt IR-reflektive metallfilm er valgt blant kobber, sølv og gull.

20

10.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at et andre sjikt av metallfilm avsettes i en inert atmosfære på en overflate av substratet.

25

11.

Fremgangsmåte ifølge kravene 1 og 10, k a r a k t e r i s e r t v e d at et tredje sjikt av en metallfilm avsettes på substratet.

30

12.

Fremgangsmåte ifølge kravene 1, 10 og 11, k a r a k t e r i s e r t v e d at titanoksynitridfilmen avsettes mellom den første og andre metalliske film.

35

13.

Fremgangsmåte ifølge kravene 10, 11 og 12, k a r a k-
t e r i s e r t v e d at metallet velges blant nikkel-
legeringer, jernlegeringer, titan og blandinger derav.

5

14.

Fremgangsmåte ifølge krav 13, k a r a k t e r i s e r t
v e d at metall-legeringen velges blant rustfritt stål og
inkonell.

10

15.

Fremgangsmåte ifølge kravene 4 til 14, k a r a k t e r i-
s e r t v e d at de ytterligere sjikt avsettes ved
sputring.

15

16.

Anvendelse av den belagte gjenstand, fremstilt ifølge kravene
1 til 6 samt 9 og 15, for refleksjon av solar energi.

20

17.

Anvendelse av den belagte gjenstand som fremstilt ifølge
kravene 1 til 9 samt 15, for reflektans av solar energi.

18.

25

Anvendelse av den belagte gjenstand fremstilt ifølge kravene
1 til 3 samt 10 til 15, som farvet arkitektonisk produkt.

30

35

FIG. 1

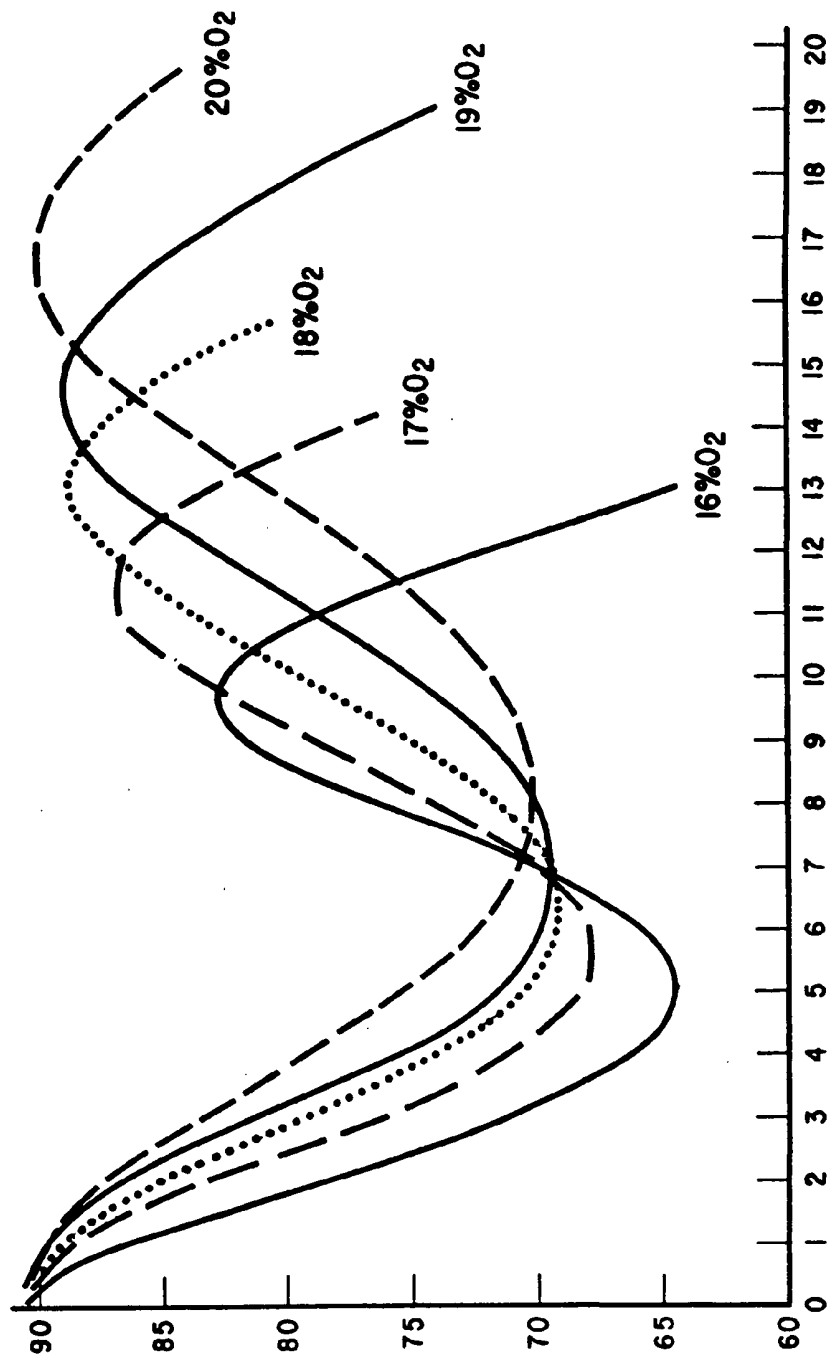


FIG.2

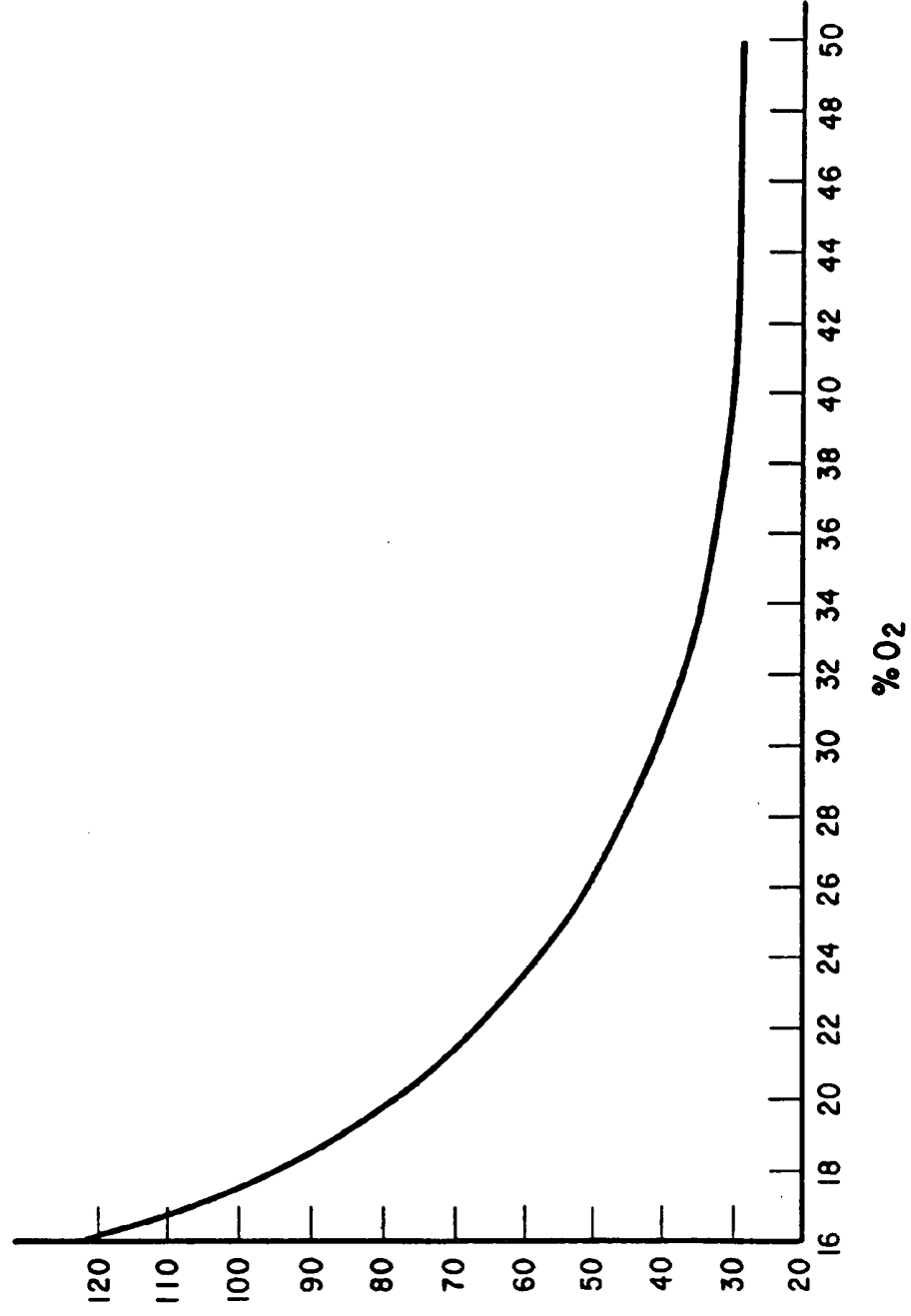


FIG.3

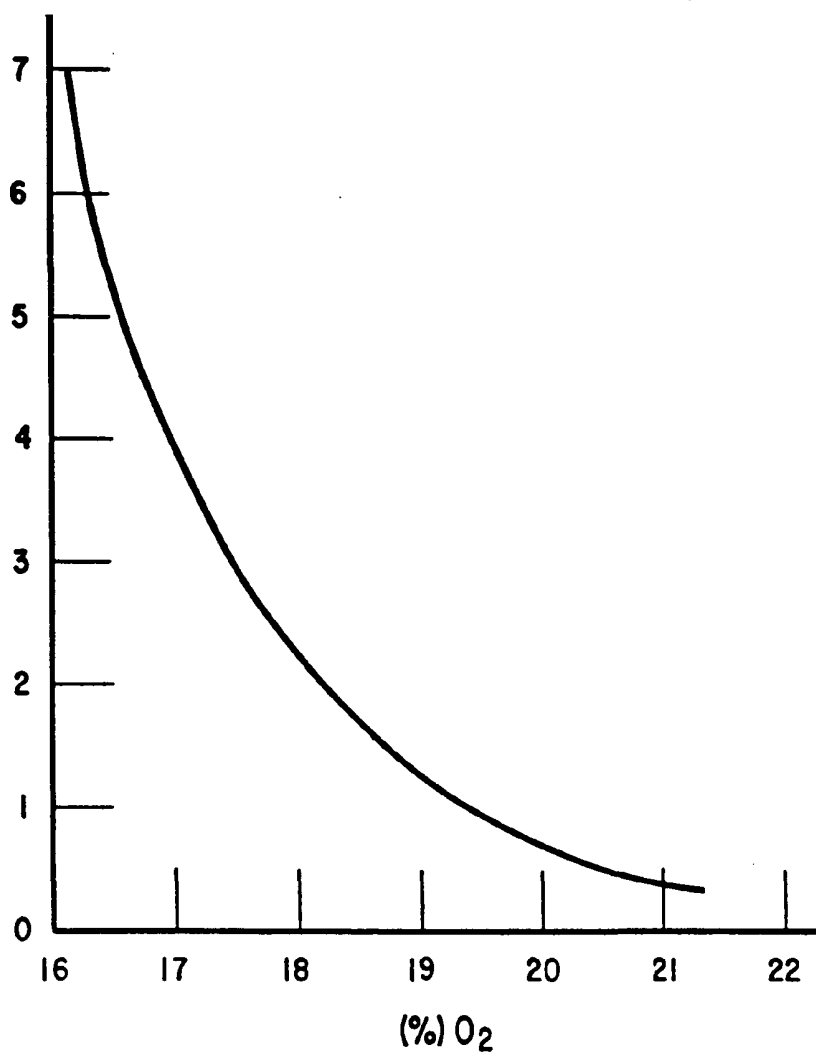


FIG. 4

