

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

G01B 11/06

# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 93117694.8

[45]授权公告日 2000年2月2日

[11]授权公告号 CN 1049045C

[22]申请日 1993.9.14 [24]颁证日 1999.11.13

[21]申请号 93117694.8

[30]优先权

[32]1992.9.15 [33]GB [31]9219450.5

[73]专利权人 格拉沃贝尔公司

地址 比利时布鲁塞尔

[72]发明人 M·汉诺逊奥 G·列纳德 R·特努

[56]参考文献

US4,743,775 1988. 5.10 G01N21/86

US4,748,329 1988. 5.31 G01N21/86

US4,957,370 1990. 9.18 G01B11/02

审查员 毕 因

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

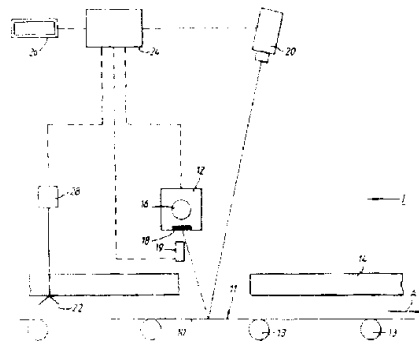
代理人 董嘉扬

权利要求书 4 页 说明书 19 页 附图页数 5 页

[54]发明名称 监测薄膜厚度的方法和设备

[57]摘要

本发明涉及一种监测涂敷在板形基材上的透明涂层的厚度和均匀性的方法。该方法包括将多色光在多处照射在涂层上和测量从所述的涂层反射的光强度。在每一处,至少在两个分离的监测波长下测量反射光的强度,并处理所述的测量值以产生电信号,该信号可与一个或多个预定的阈值比较并与其他处产生的电信号比较,得到该涂层的厚度和均匀性是否在预定的允许值范围内的显示。监测结果可用来调整涂覆工艺。



ISSN 1008-4274

# 权 利 要 求 书

---

1.一种监测涂敷在板形基材上的透明涂层的厚度和厚度均匀性的方法，所述的方法包括把多色光照射在涂层上多处，并测量从它们反射的光强度，其中至少在两个分离的监测波长下测量每处的反射光的强度，并处理所述的测量值以产生电信号，该信号可与一个或多个预定的阈值比较并与其他处产生的这种电信号比较，得到涂层的厚度是否在预定的允许值范围内的显示。

2.按照权利要求1的方法，其中所述的至少两个分离的监测波长都在400 - 750纳诺米范围内并且至少间隔50纳诺米。

3.按照权利要求2的方法，其中第一个分离的监测波长在400 - 480纳诺米（兰色）范围内，而第二个分离的监测波长在580 - 750纳诺米（红色）范围内。

4.按照前面任何一项权利要求的方法，其中在两个波长下取测量值。

5.按照权利要求1 - 3中任何一项的方法，其中在三个波长下取测量值。

6.按照权利要求5的方法，其中所述的三个测量值被处理以便产生涂层折射率的电信号显示。

7.按照权利要求5的方法，其中第一个分离的监测波长在400 - 480纳诺米（兰色）范围内，第二个分离的监测波长在580 - 750纳诺米（红色）范围内和第三个分离的监测波长在480 - 580纳诺米（灰色）范围内。

8.按照权利要求1的方法,其中用不同的光敏元件对每一分离的监测波长测量反射光的强度。

9.按照权利要求1的方法,其中用电荷耦合器件 CCD 测量反射光。

10.按照权利要求9的方法,其中电荷耦合器件是线性 CCD 彩色像机。

11.按照权利要求1的方法,其中所述的多处间距不超过 50 纳诺米。

12.按照权利要求11的方法,其中所述的多处间距不超过 10 纳诺米。

13.按照权利要求12的方法,其中所述的多处间距不超过 5 纳诺米。

14.按照权利要求1的方法,其中基本上在基材的整个宽度上取测量值。

15.按照权利要求1的方法,其中控制照射在涂层上的多色光的强度。

16.按照权利要求1的方法,其中所述的测量值被处理以便计算在两个所述的分离监测波长下反射光强度之间的差值。

17.按照权利要求1的方法,其中在移动的基材上进行测量。

18.一种把透明涂层涂敷在板形基材上的方法,所述的方法包括以下步骤:

(a)将涂料涂敷在基材上;

(b)监测涂层的厚度和厚度均匀性,方法是把多色光照射在涂层上多处,至少在两个分离的监测波长下在所述的每一照射处测

量由它反射的光强度，处理所述的测量值以产生电信号，该信号与一个或多个预定的阈值比较并与其他处产生的这种电信号比较，得到涂层厚度是否在预定的允许值范围内的显示，

(c)如果必要的话，根据所述的电信号调节涂敷参数。

19.按照权利要求 18 的方法，其中在移动的基材上进行测量。

20.按照权利要求 19 的方法，其中基材是玻璃，测量是在沿连续生产涂敷的玻璃带或板的生产线的位置上，对移动的玻璃带或板进行的。

21.按照权利要求 19 的方法，其中在退火炉内，在“浮动”法制得的玻璃带上进行测量。

22.按照权利要求 19 的方法，其中用热解法形成涂层，在离玻璃涂敷工位下游端 20 米内，优选的是 10 米内取测量值。

23.一种监测涂敷在基材上的透明涂层的厚度和厚度均匀性的设备，所述的设备包括：

(i)用于把多色光照射在涂层上多处的光源；

(ii)至少在两个分离的监测波长下测量从所述的涂层每一处反射的光强度的设备；

(iii)处理所述的测量值以产生电信号的设备，所述的电信号与一个或多个预定的阈值比较并与在其他处产生的这种电信号比较，得到涂层的厚度是否在预定的允许值范围内的显示。

24.按照权利要求 23 的设备，其中测量从所述的涂层反射的光强度的所述设备包括线性 CCD 彩色像机。

25.按照权利要求 23 或 24 的设备，其中处理测量值的所述设备包括微处理机。

26.按照权利要求 23 或 24 的设备, 其中所述的光源是长度至少等于涂层宽度的长形光源。

27.按照权利要求 23 或 24 的设备, 其中还包括控制照射在涂层上的多色光强度的设备, 所述的设备包括至少一个光电探测器。

# 说明书

---

## 监测薄膜厚度的方法和设备

本发明涉及一种监测基材上薄膜厚度的方法，特别是监测涂敷在基材上的透明涂层，例如在玻璃上的涂层的方法。

涂敷到玻璃板的，特别是新形成的玻璃带的涂层的厚度以及折射率的控制是重要的。正如本专业所熟悉的，为了多种目的，一种或多种涂层被涂敷到玻璃板上。这些涂层常常很薄，例如小于 100 纳米，这样厚度的薄膜的测量存在许多困难，特别是希望在大面积的玻璃上进行快速而连续的测量以及在沿玻璃带或板和横跨玻璃带或板测定厚度的变化的场合下。

在控制由所涂敷的玻璃板制成的窗用玻璃的质量方面，这些涂层的厚度是很重要的要素。玻璃窗的物理和光学性质与涂层厚度有密切关系。涂层的几何厚度和折射率在涂覆板的干涉性质中起主要作用。

如果人们证实样品厚度的测量值超出允许值，那么当时所涂敷的玻璃板就报废。当时所涂敷的玻璃板是否已经接受进一步涂敷或已制成窗用玻璃板是一个特殊的问题。

所以，希望在工业生产线中涂层沉积后尽可能快地监测涂层的厚度。

英国专利说明书 BG-2069130 (RCA) 描述了一种通过把多色光照射在样品上，接着照射在有已知厚度涂层的对比样品上，同时改变比较涂层的厚度一直到反射光谱一致来监测涂层的厚度方法。该方法适用于 150—3000 纳诺米的涂层光学厚度。该方法还需要准确地校准比较涂层。

GB2069130 描述的这一方法不能对薄于约 75 纳诺米（给出接近 2 的涂层折射率）的几何厚度进行对比。另外，所描述的方法不涉及涂层厚度的连续控制，在这里测量值落在阈值以外，也不可能用所描述的设备监测涂层厚度的均匀性。而且，GB2069130 所描述的设备直接随涂层定位也是困难的。

根据本发明，提供了一种监测涂敷到板形基材上透明涂层的厚度和均匀性的方法，该方法包括把多色光照射在涂层上多处并测量从它们反射的光强度，其中至少在两个分离的监测波长下测量每处的反射光的强度，并处理所述的测量值产生电信号，该电信号可与一个或多个预定的阈值比较并与其他处产生的这种电信号比较，得到涂层的厚度是否在预定的允许值范围内的显示。

本发明还提供一种监测涂敷在基材上的透明涂层的厚度和厚度均匀性的设备，该设备包括：

(i) 用于把多色光照射在涂层上多处的光源；

(ii)至少在两个分离的监测波长下测量从所述的涂层每处反射的光强度的设备;以及

(iii)处理该测量值产生电信号的设备,该电信号可与一个或多个预定的阈值比较并与在其他处产生的这种电信号比较,得到涂层的厚度是否在预定的允许值范围内的显示。

按照本发明的方法和设备能在预定的允许值范围内很容易地监测涂层的厚度、厚度均匀性和可选择地监测折射率。本发明还能以简单的方式在涂层形成后迅速进行这一监测。

所谓“分离”的监测波长,我们指的是彼此分开至少 50 纳诺米的波长。两个分离的监测长最好都在可见光谱范围内,即在 380—780 纳诺米范围内。最优选的分离监测波长在 400—480 纳诺米(蓝色)和 580—750 纳诺米(红色)范围内。这是由于发现对于许多商业涂层来说,在这两个分离的监测波长下得到的测量值之间的差值随涂层厚度显著变化。

已知光从已涂敷的基材的反射率尤其与反射光的波长、涂层厚度和基材、涂层和空气的折射率有关。直接从两个分离的监测波长的反射率测量值导出能够计算涂层厚度的所有必要参数是复杂的,实际上,例如从载有已知厚度的涂层的样品的反射率测量值确定允许值更为方便。

反射光测量值的输出最好送到微处理机,在那里处理这些信号(正如下面进一步说明的那样),产生涂层厚度的显示。在取决于涂层

的光学厚度的某些波长下，发生造成该光学厚度的反射光谱特征的干涉。对于具有给定厚度的给定涂层来说，发生相长干涉的主波长通常在可见光谱内，正是这个主波长决定已涂敷的基材的外观。

我们发现，对于很小的厚度和接近主波长的分离监测波长，在两个波长下的反射率之间的差值正比于涂层的光学厚度，因此在涂层的折数率不变的情况下正比于涂层的几何厚度。

但是，在不同波长下的反射率之间的准确关系是复杂的。本发明包括确定每类涂层的允许极限值，而不是测量绝对厚度。这些允许极限值用试凑法确定。

当在两个分离的监测波长下的测量值不足以提供涂层厚度的准确显示时，例如分离的监测波长未靠近主波长时，应该在至少三个波长下取测量值，第三个分离的监测波长最好是在 480—580 纳诺米（灰色）范围内。然后可从所取的三个测量值中，选取最适合的测量值对，产生涂层厚度的显示。三个测量值的平均值提供有关光反射率的更准确的信息，该信息可在某些最佳实施例中用作折射率的显示。

在反射率随厚度变化靠近最大值的的地方，反射率随涂层厚度变化很小，以致该反射率更直接取决于折射率，正如菲涅耳方程预测的那样。通过适当的校准，人们因此可以很容易测定涂层的折射率。

在基材上的涂层厚度均匀性通过在涂层某一处产生的电信号与在另一处产生的电信号之间的比较来显示。这些位置的相对间隔决定如此产生的均匀性数据的可靠性。视已涂敷的基材想要的质量及

其最终的用途而定,我们建议在多处监测涂层的厚度,多处彼此之间的间隔不超过 200 纳诺米,更优选地不超过 100 纳诺米,例如间隔不超过 50 纳诺米,理想地不超过 10 纳诺米,最理想地 超过 5 纳诺米。

进行这一监测的适用设备以某种方式操作,借以通过用于每一分离的监测波长的不同的光敏元件测量反射光的强度。这些光敏元件可为例如装在光电二极管阵列中的光敏二极管。电荷耦合器件 (CCD),尤其线性彩色 CCD 像机是优选使用的。也可使用至少两台单色 CCD 线性像机,每一台都装有适合的滤光器。然而对三种波长敏感的彩色像机的使用有这一优点,即三个信号更容易比较,因为它们用相同的设备在相同条件下得到。而且,当这样的像机对“原”色兰、绿和红色敏感时,从像机的输出信号更真正清晰,表示已涂敷的基材在人眼前呈现的形象。该像机可装有红外滤光器,以防止它暴露在高温环境中产生过热,并且视光源的性质而定可装有校正白光平衡的宽频带滤光器。

基材一般呈刚性透明板的形式。基材的折射率可小于或大于涂层的折射率。基材一般是透明材料如玻璃,折射率一般为 1.52(钠玻璃),但本发明的方法同样可用于监测在其他基材如塑料上的涂层厚度。

涂层可用各种方法涂敷到基材上,包括阴极真空溅散(在环境温度下进行)、热解(在高温下进行)和 CVD(化学气相淀积)。为了各种目的 可使用本技术领域各种涂层材料。涂层材料通常选自金属、

金属氧化物、金属氮化物及其混合物。涂层材料的例子包括金属如银和硅，氧化物如氧化铝(折射率约 1.7)、氧化锡(当用热解法沉积时折射率约 1.9)、氧化锆(当用 CVD 法沉积时折射率约 2.0)和氧化硅(当用 CVD 法沉积时折射率约 1.4)和氮化物如氮化钛、氮化硅和氮化铝。光透射应是非散射的,优选的是至少 10%,最优选的是至少 20%。

多色光源可仅仅是两种或两种以上对其进行测量的波长的光源,但单纯使用白光光源更方便。优选的是,基本上在基材的整个宽度范围进行测量。所以理想的是,该光源是一长形光源,长度至少等于涂层的宽度。

该设备可安装在移动的经涂敷的玻璃带上方,它包括使从安装的长形光源产生的狭缝形式的光在经涂敷的玻璃带掠过时横跨经涂敷的玻璃带的整个宽度照射。该光源可有热致发光荧光灯管。最好是控制来自光源的照度,也就是照射在涂层上的多色光的强度,实现该控制的设备可包括至少一个光电探测器。借助于光电探测器,通过测量分布在基材整个宽度上许多选择的点上的照度来校准光源(例如分布在通常宽为 3.2 米的玻璃带整个宽度上的一打点)。测量的照度被存储。在涂敷过程中,测量所选点的照度。如果与存储值有偏差出现,按出现的偏差成比例的修正量可自动地对它进行补偿。

如像探照灯之类的对温度不敏感的替代光源可用来代替荧光灯管,例如聚光灯。

例如,使用三个探照灯、三个光电探测器组成的光源,对于这一控制来说足够了。

为了提供更加均匀的照度,可在光源和涂层之间设置毛玻璃滤光器。

对于在传送带上的在线涂敷,应该在玻璃涂敷工位的下游端附近,在涂敷步骤后立即取反射光强度的测量值。

可通过测量未涂敷的基材的反射并把涂层厚度的指示值设定为零来实现像机的校准。

借助于所用的校准和预定的阈值,我们发现本发明能很容易在制造过程中监测涂层的厚度和均匀性。该方法可在涂料沉积后实时地即刻给出信息。如果人们预先确定了极限值,当这些极限值被超过时可以产生警告信号和/或可以触发一个反馈环路来调整涂敷条件以便修正错误。

可通过测量具有在想要的制造公差的两端处的已知涂层厚度的样品的反射光强度有效地获得阈值。

因此,根据本发明的最佳实施例,它提供了将透明涂层涂敷在板形基材上的方法,该方法包括以下步骤:

(a)将涂层涂敷在基材上;

(b)监测涂层的厚度和厚度均匀性,办法是将多色光照射在涂层多处,至少在两个分离的监测波长下在所述的每一照射处测量由该涂层反射的光强度,处理所述的测量值产生电信号,与一个或多个预

定的阈值比较并与其他照射处产生的这种电信号比较，得到涂层厚度是否在预定的允许值范围内的显示；

(c)如果必要的话，根据所述的电信号调整涂敷条件。

已知测量薄涂层的厚度是困难的，令人吃惊的是，人们可在制造过程中通过简单地分析在不同波长下产生的两种电信号，特别是在涂敷过程后即刻的热环境中监测厚度而又不妨碍制造。

在基材上有两层或多层按顺序沉积的薄涂层的场合，在每一涂敷步骤后和/或所有的涂层沉积立即实施本发明的方法是可能的。

在它的制造过程中在一定时间间隔下取经涂敷的基材样品并在生产线以外，例如在实验室用本发明的方法检测这些样品也是可能的。

本发明特别适用于在移动的基材上进行量的场合，例如基材是玻璃，而且在沿连续生产涂敷玻璃板的生产线的位置上，在移动的玻璃带或移动的玻璃板上进行测量的场合，如像在阴极真空溅散设备中或在用“浮动”法生产的玻璃带的退火炉中。这一方法特别适用于用热解法形成的涂层，可在玻璃温度约为 $150^{\circ}\text{C}$ 下进行测量，最好在离玻璃涂敷工位下游端20米内进行测量。例如，可当玻璃在约 $500$ 至 $600^{\circ}\text{C}$ 下时进行测量。光源和像机最好安装在退火炉的拱顶壁上，拱顶壁的狭缝使玻璃带暴露在光源和像机下。为了进一步使光源和像机不受从退火炉中逸出的热量（包括通过拱顶壁的狭缝的热量）的影响，光源和/或像机可封在例如用冷空气、空气流或水冷却的致

冷空间内。

按照电信号调整涂料在基材上的涂敷可根据所用的涂敷工艺通过各种方法来实现，例如通过改变涂敷材料在涂敷工位的供料速度、通过改变移动喷头的速度和/或通过改变涂敷工位的环境条件，如温度，以便按所希望的方式影响涂敷工艺。

虽然正如上述，本发明的方法可包括根据所述的电信号调整涂敷参数的附加步骤，但这不是必需的。用电信号把经涂敷的基材样品例如按不同的用途规定的不同质量分成几批也是可能的。而且，电信号还可用于决定经涂敷的基材后加工的特性。

现在参考附图更详细地描述本发明，单纯是作为例子，附图中：

图 1A 示意地表示适用于实现本发明的方法的设备的配置的侧视图；

图 1B 是沿图 1A 中“1”方向所取的视图；

图 1C 示意地表示适用于图 1A 和 1B 所示设备的电路布置图；

图 2 表示不同折射率的氧化铝涂层主取射波长与 65—105 纳诺米涂层厚度之间的关系；

图 3 表示不同折射率的氧化铝涂层折射率与 65—105 纳诺米涂层厚度之间的关系。

参见图 1A、1B 和 1C，位于退火炉内紧接涂料涂敷到玻璃带 10 之后的就是横跨退火炉延伸的灯光箱 12。灯光箱设在拱顶壁 14 上方例如约 50 厘米处，也就是说在玻璃带 10 上方约 1 米处。玻璃带 10

支撑在传送辊 13 上。从灯光箱出来的光束入射在玻璃带 10 的上涂敷面 11, 与该面接近成直角(为了清楚在图 1A 中被夸张), 反射光束射到沿带宽居中布置在玻璃带 10 上方大约 3—4 米处的 CCD 线性彩色像机 20。该灯光箱 12 装有用 20000 赫芝电源驱动的热致发光荧光管 16。确保光源照度沿灯光箱长度尽可能均匀是重要的。为了有助于达到这一目的, 一块毛玻璃窗 18 盖在灯光箱 12 的光出口上。作为一替代方法, 可用三个探照灯代替热致发光荧光管 16 照射毛玻璃窗 18。

可用横跨玻璃带 10 宽度分布在基材整个宽度上的许多选择点的光电探测器 19 来控制从灯光箱 12 出来的照度。光源 12 可通过测量它在每一光电探测器 19 的照度进行校准。测得的照度被储存在微处理机 24 的存储器内。在涂敷过程中, 测量所选点的照度。如果出现偏离储存值的偏差, 通过微处理机 24 自动产生对与偏差成比例的修正值, 由与观测已测出偏差的光电探测器 19 的相邻区域的 CCD 像机 20 的象素得到的电信号加给该微处理机。在用探照灯来代替荧光管 16 的场合, 由微处理机产生的修正可直接施加到光源 12 上。

玻璃带 10 沿箭头 A 的方向移动, 掠过涂敷工位的往复运动的喷头 22。控制设备 28 调节涂料通过喷头 22 的流量和/或喷头的往复运动速度。从像机 20 得到的测量值送到微处理机 24, 在那里进行必要的计算, 正如参见图 1C 更详细说明的那样。显示设备 26 显示微处理机 24 可按程度计算的涂层厚度或诸如此类的其他参数。微处

理机 24 和控制设备 28 之间的连接使涂层厚度的自动控制成为可能。

适用的像机是 PULMNIX 公司的 TL-2600 RGB Co lour Line Can Camera. 该像机装有 50 毫米焦距的物镜和红外滤光器, 以减少对像机热损害的危险。从灯光箱 12 出来的光束宽度大于玻璃带 10 的宽度, 以确保该像机接收来自经涂敷的玻璃带整个宽度的反射光, 考虑到灯光箱和玻璃之间的距离和玻璃与像机物镜之间的距离。

TL-2600RGB Co lour Line Can Camera 20 由 3 线 864 个活动象素构成, 对于约 3.2 米的带宽, 它有约 4 毫米的分辨率, 对于本用途来说是足够高的分辨率。每一个象素都是一个有  $14 \times 14$  微米大小的微观光电探测器。光学通频带滤光器置于三线象素每一线的前面, 分别对应于红光、绿光和兰光波长。一个红外截止滤光器和 2 个光学通频带滤光器置于像机 20 的物镜前面, 它们的频率特性供均衡调整在红光、绿光和兰光波长下的照度用。

具体参见图 1C, 积累在每一象素上的电荷的积分时间是可调的。因此, 考虑到在反射 10% 光线的层与反射 50% 光线的层之间射在像机 20 上的光线水平有重大差别这一事实, 对于每类涂层可调整记录灵敏度。这一调整决定像机 20 在线路 30 上的输出的信号平。从时钟信号发生器 29 沿线路 31 向像机 20 提供同步脉冲, 该脉冲控制电荷从每一象素向相邻象素的转移。积分时间必须大于像机 20

的象素数目乘以两个同步脉冲的间隔时间  $T$ 。在本情况中,为了计及“黑”象素,积分时间大于  $2700 \times T$ 。

由像机产生的电信号表示已涂敷的表面对三种颜色红、绿和兰(分别大约 580—700 纳诺米、515 纳诺米和 420—450 纳诺米)的反射率。这些信号在这里称为“[R]”、“[G]”和“[B]”,它们被送入微处理机 24,在那里它们被用来推断涂层的厚度和可选择地推断折射率。

由象素的三线产生的、且幅度与每一象素记录的光量成比例地模拟电信号 [R]、[G] 和 [B] 通过象素多路传输:首先是三线中每一线的第一象素的 [R]、[G] 和 [B] 信号,然后是三线中每一线的第二象素的 [R]、[G] 和 [B] 信号等等。这些多路传输的信号被送到 8 位模拟数字转换器 32,也从时钟信号发生器 29 沿线路 33 向该转换器提供同步脉冲。来自时钟信号发生器 29 的同步脉冲还送到彩色识别信号发生器 42。然后来自模拟数字转换器 32 的数字信号输出通过线 34,同时来自信号发生器 42 来的 3 位彩色识别信号通过线 43 都送到微处理机 24 用于数据处理。

微处理机 24 进行信号处理并控制系统的参数。对每种颜色逐个象素进行计算。得到的数值可以作图。

微处理机 24 计算信号 [R]、[G] 和 [B] 的平均值,即  $([R] + [G] + [B])/3$ , 表示涂层的反射率。微处理机 24 还计算两个信号之间的差值,即  $[R] - [B]$ 、 $[R] - [G]$  或  $[G] - [B]$  表示在不变的折射率下

涂层的厚度。

微处理机 24 还能使  $[R]$ 、 $[G]$  和  $[B]$  曲线平滑,也就是说,如果希望的话,在每一  $[R]$ 、 $[G]$  和  $[B]$  波长下通过计算可调整的一定数目的相同颜色的象素如 3 或 5 个相邻象素的平均值,建立平滑的反射曲线。如果希望的话,这就减少了一个象素和相邻象素之间例如由于热空气在风道中运动(它改变 3 层的照射条件)或由于灰尘等造成的局部信号值的差别。

如果希望的话,微处理机 24 可按程序产生反馈环路指令信号,通过线 36 送到控制设备 28,以调整涂敷沉积工艺的各种参数。

也可能对每一  $[R]$ 、 $[G]$  和  $[B]$  信号计算并运用修正系数,以便使它们对应于归一化的比色值(三原色 CIE 坐标系或 Hunter 坐标系,  $L, a, b$ )。在这种情况下,还有必要考虑基材(透明玻璃、古铜色玻璃、灰色玻璃等)及其厚度。在这种情况下,测量值不再是相对值,而是绝对值。

为了以图形的形式显示经处理的数据信号,来自微处理机 24 的经处理的信号可通过线 37 送到显示屏 26a 和/或通过线 39 送到打印机或绘图机 26b。

用在本身由实验室设备控制的参考对比样所取的测量值来确定对应于可接受的制造公差的上下限。这些极限值也可显示在显示屏 26a 和/或来自打印机或绘图机 26b 的打印图上,例如以两条水平工艺品虚线表示。这就很容易使操作人员看出厚度(和折射率,如果

有这一数据的话)是否超过公差极限值,以及这种超限发生在玻璃基材宽度的哪一区域。

该设备可通过测量未涂敷的玻璃带的反射并把涂层厚度的指示值设定为零进行校准。在玻璃带整个宽度上任何不均匀的照射、由于像机光学系统的缺陷产生的任何误差和像机 20 象素灵敏度的任何差异都可通过参照涂层涂敷前的玻璃而得到补偿。这一校准导致把修正系数用于每一象素的信号值,以便得到 3 条平坦的特性曲线。这一校准可在紧临涂层沉积开始前进行,并且应在每一沉积涂层的操作前进行。

例如,这样确定校准系数,以致对于所选的像机 20,未涂敷的玻璃的输出信号放大后都处于可能的输出范围的中心,也就是在最大幅度的 50% 处。但是,随着涂层类型不同,即根据光反射程度不同,对于未涂敷的玻璃的这一 50% 的选择可能变化。

对于三种颜色中每一个的每一象素来说,于是人们可储存这一系数以便运用于这一象素所提供的信号值,以致此数值对应着所选的 50%。然后将这一系数运用于来自此象素的所有后续信号。

为了减小由玻璃带在传送机上的起伏(来自不必均匀的不同点光原反射)引起的误差或由退火炉内部热空气的扰动(在退火炉内部空气的折射率的波动)引起的误差,考虑整组  $[R]$ 、 $[G]$  和  $[B]$  值的可调整的一定数目的采集并计算对应于玻璃提前量的平均值。

对应于大约 6 米长的玻璃带,最好取大约 90 个读数的平均值。

这一平均值与预定的上下限值比较,能使操作人员看出在横跨玻璃带宽度的任何一点上是否超过公差。

功能参数(积分时间、在进行平均前的给定系列数据的采集数目、校准系数等)的输入及功能和想要的输出的选择都可借助与微处理机 24 配套的键盘 41 来进行。

微处理机 24 将所需的像机指令信号通过线 44 送到时钟信号发生器 29,从那里通过线 31 送到像机 20。

### 实施例 1

一种含铝化合物的溶液通过往复运动的喷头喷涂在移动的处于超过 550°C 的温度下的热玻璃带上。这一氧化铝底涂层的目的在于,当涂敷氧化锡“面涂层”时,底涂层的光学厚度足以减少由于面涂层引起的反射可见光干涉效应。为了达到这一目的,氧化铝涂层的厚度范围是很窄的。视随后涂敷的  $\text{SnO}_2$  层的厚度而定,氧化铝涂层的厚度在 75—100 纳诺米范围内,公差例如为  $\pm 3$  纳诺米,而折射率在 1.68 与  $1.73 \pm 0.01$  之间。

对于这一预期的厚度和折射率的涂层,主反射波长在 480—575 纳诺米范围内,即在兰色至黄色的范围内。随着厚度增加,反射色从兰色(厚度为 75—80 纳诺米)向浅黄色(厚度为 100 纳诺米)变化。这一点示于图 2,图中针对具有从 1.60 变到 1.72 的折射率的涂层画出主反射波长  $\lambda_0$  对涂层厚度  $t$  的关系曲线。我们已发现,在目标厚度下,从红色像机象素(主要对 580—700 纳诺米敏感)得到的反射

率信号和从兰色像机象素(主要对 420—450 纳诺米敏感)得到的反射率信号之间的差值是涂层厚度的显示,即:

$$t=f([R]-[B])$$

涂层的折射率与玻璃的组成, 温度和环境温度有一些关系。在涂层厚度为 75—80 纳诺米时, 反射率随厚度的变化接近最大值, 所以厚度的变化只引起反射率很小的变化。但是, 反射率随涂层的折射率  $n_c$  显著变化, 所以人们可建立反射率和折射率之间的关系。这一关系示于图 3, 图中针对折射率从 1.60 变到 1.71 的涂层画出在三个分离的监测波长下测得的平均反射率  $R$  对涂层厚度  $t$  关系曲线。因此

$$n_c=f\{([R]+[G]+[B])/3\}$$

所以, 总之在三个分离的监测波长下产生的信号的平均值提供了正比于涂层的折射率的信息, 而在兰色和红色波长下产生的信号之间的差值给出了正比于涂层厚度的信息。

当显示涂层厚度的信息产生的电信号落在预定的阈值范围之外时, 微处理机可按程序产生警告信号和/或在这种条件下自动调节涂敷工艺, 例如改变喷头的往复运动速度。同样, 当显示涂层的折射率的信息产生的电信号落在预定的阈值范围之外时, 微处理机可按程序产生警告信号和/或在这种条件下自动调节涂敷工艺, 例如改变涂敷工位的温度。

## 实施例 2

在由乙酰丙酮盐热解生成防阳光吸收涂层,涂层含有 62%  $\text{CoO}$ 、26%  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  和 12%  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,厚度在 40—50 纳诺米之间的情况下,主反射色是黄色。由兰色和红色波长下产生的电信号之间的差值得到涂层光厚度的显示。但是,在这种情况下,发现一旦涂层材料的组成固定时折射率几乎不变,以致几何厚度很容易控制。

### 实施例 3

在热解生成的微吸收防阳光涂层,涂层含  $\text{TiO}_2$ ,厚度约 50 纳诺米 $\pm$ 3 纳诺米的情况下,主反射色为灰兰色。在红色和兰色波长下产生的信号之间的差值能监测这一涂层的光学厚度。

### 实施例 4

在含  $\text{SiO}_2$  或  $\text{SiO}_x$  的底涂层,厚度约为 90 纳诺米的情况下,主反射色为灰色。这样的涂层可用化学气相淀积法,也可用溅散法特别是射频溅散法制备。随着涂层厚度的变化,反射的颜色向浅兰色或浅黄色变化,但是这些变化用肉眼难以检测出来。这这一实施例中,最好是比较在绿色和兰色波长下产生的信号来监测这一涂层的外观。

### 实施例 5

在面涂层含  $\text{SnO}_2$ ,厚度约 300 纳诺米的情况下,涂敷在厚度为 75 纳诺米的氧化铝的底涂层上并如实例 1 中所示涂敷。无主反射色。如果涂层太薄,可得到玫瑰紫反射色。如果涂层太厚,可得到暗绿色。在绿色和红色波长下得到的信号之间的差值可监测这一涂层。

若涂层的厚度明显变化,在绿色和兰色波长下(或在红色和兰色波长下)得到的信号之间的差值能区分两种绿色(或有关的两种红色)的干涉级,例如第3和第4干涉级。

#### 实例6

玻璃基材上有用化学气相淀积法沉积的25纳诺米厚金属硅层。正常的颜色是金属灰色。当涂厚度太大时,颜色变黄(然后变红)。光反射率为50%左右。光透射率约为33%。

涂层的厚度可通过计算[R]和[B]信号之间的差值来监测。

#### 实施例7

用磁控管沉积法生产多层涂敷的基材玻璃/TiN/SnO<sub>2</sub>(光透射率 $T_L=35\%$ )。用本发明的设备,通过从玻璃侧反射,检验该产品。反射的颜色是兰色。在不变的TiN层厚度下,在兰色和绿色波长下的信号之间的差值可用来控制上层SnO<sub>2</sub>层的厚度及厚度的均匀性,以便确保从玻璃侧观看时产品均匀的外观。TiN涂层的厚度可按照本发明预先控制,用设置在沉积设备中TiN沉积后和SnO<sub>2</sub>沉积前的像机。

#### 实施例8

用磁控管沉积法生产高度反射的多层涂敷的基材玻璃/不锈钢/TiN(光透射率 $T_L=8\%$ )。用本发明的设备,通过从玻璃侧的反射,检验该产品。反射的颜色是金属银色和光亮的。在不变的不锈钢层厚度下,在兰色和红色波长下的信号之间的差值可用来控制上层

TiN 层的厚度和厚度均匀性，以确保从玻璃侧看时产品的均匀外观。不锈钢涂层的厚度可按照本发明预先控制，用设置在沉积设备中不锈钢沉积后和 TiN 沉积前的像机。

说 明 书 附 图

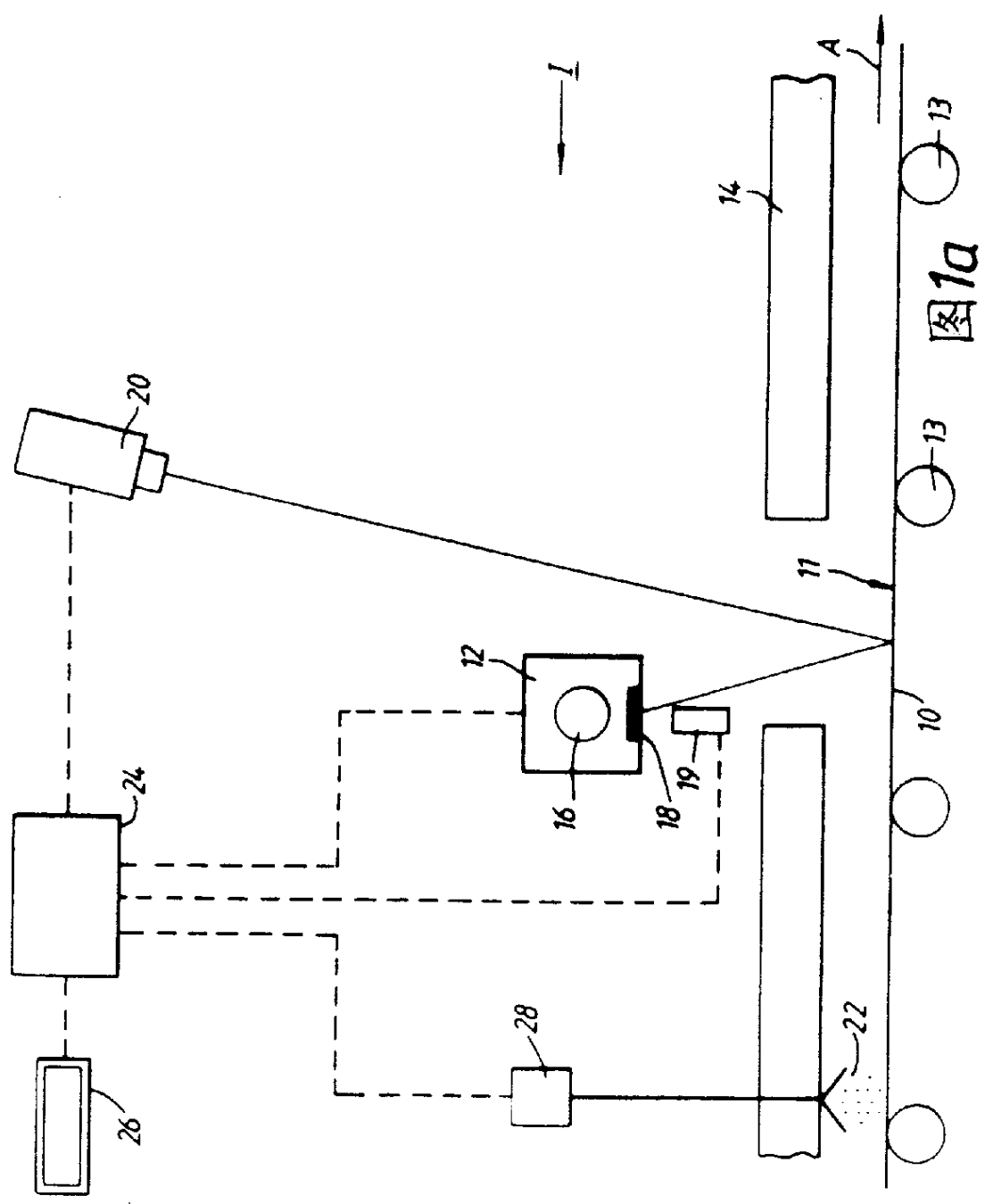


图 1a

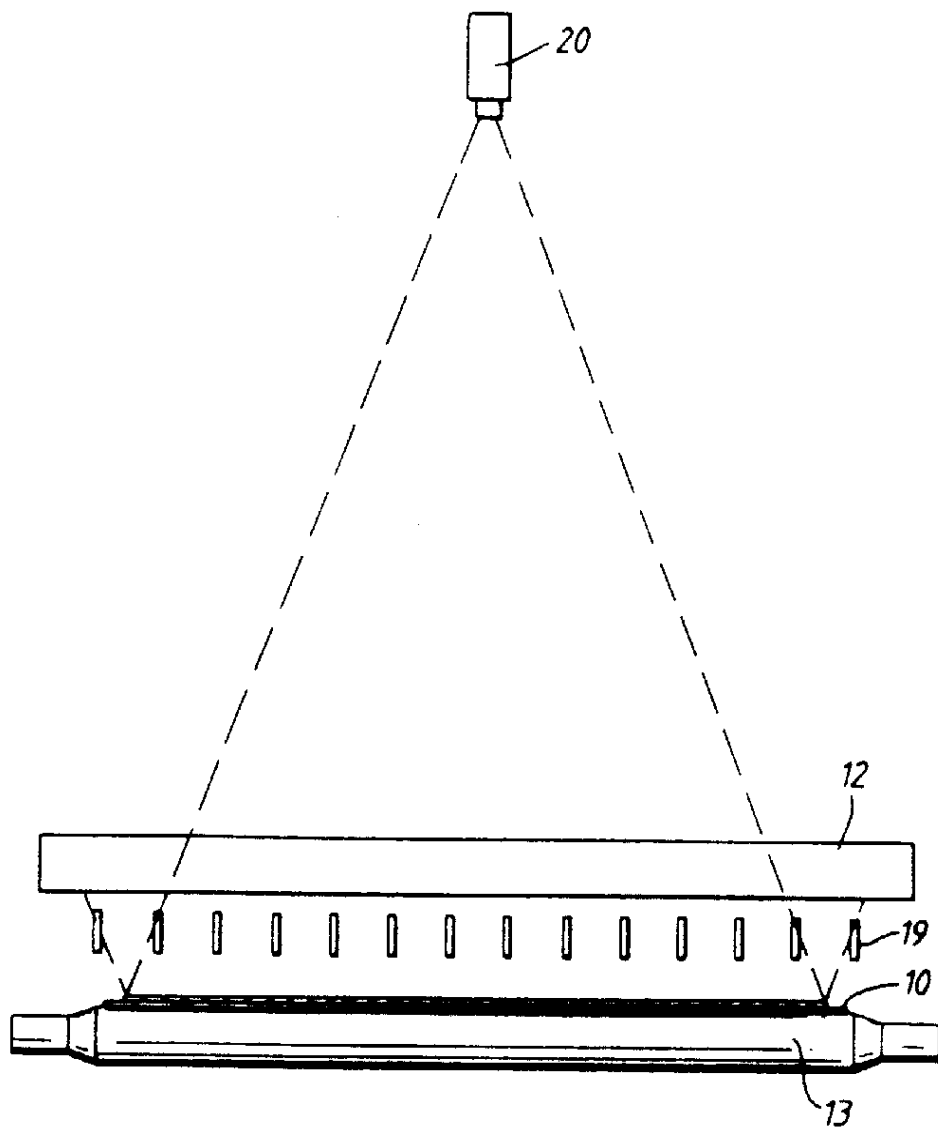


图1b

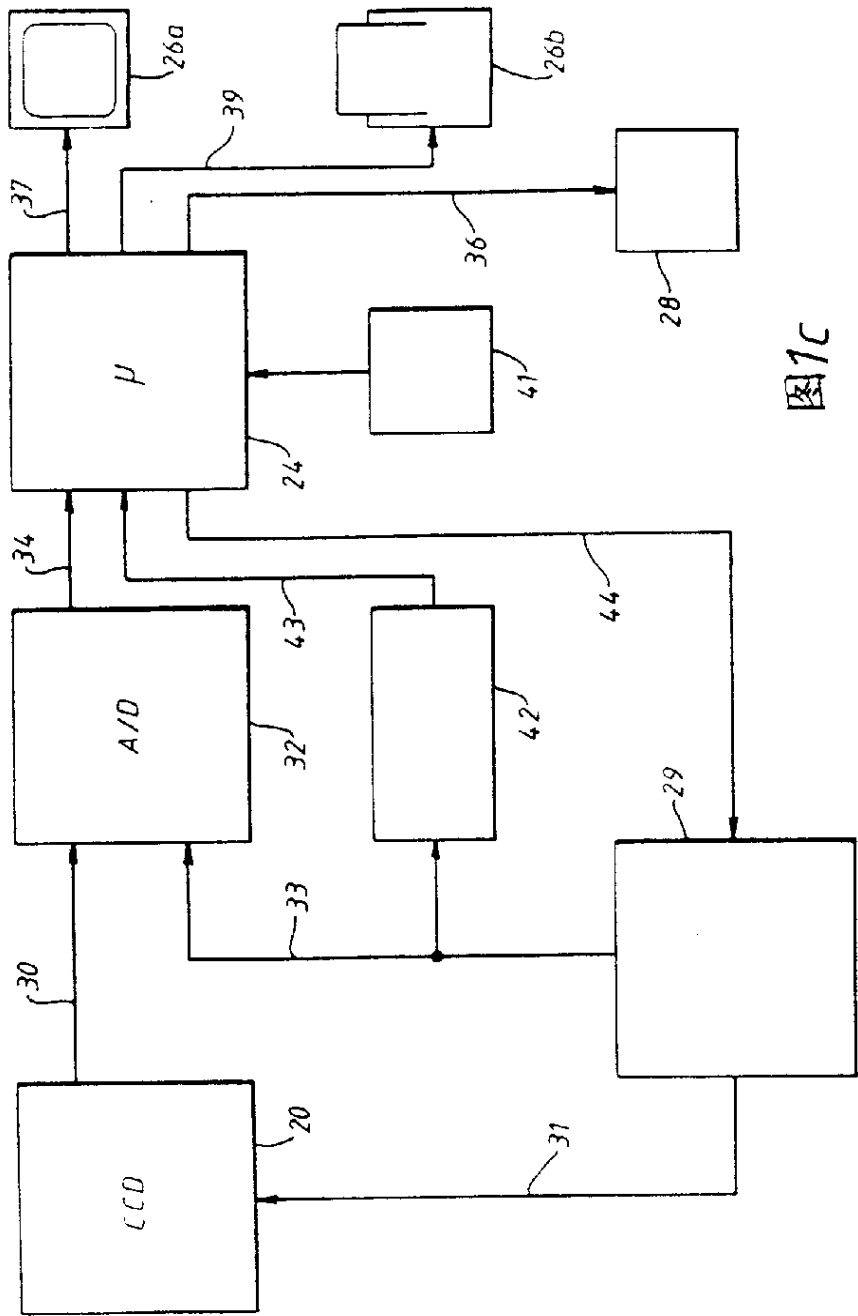


图1c

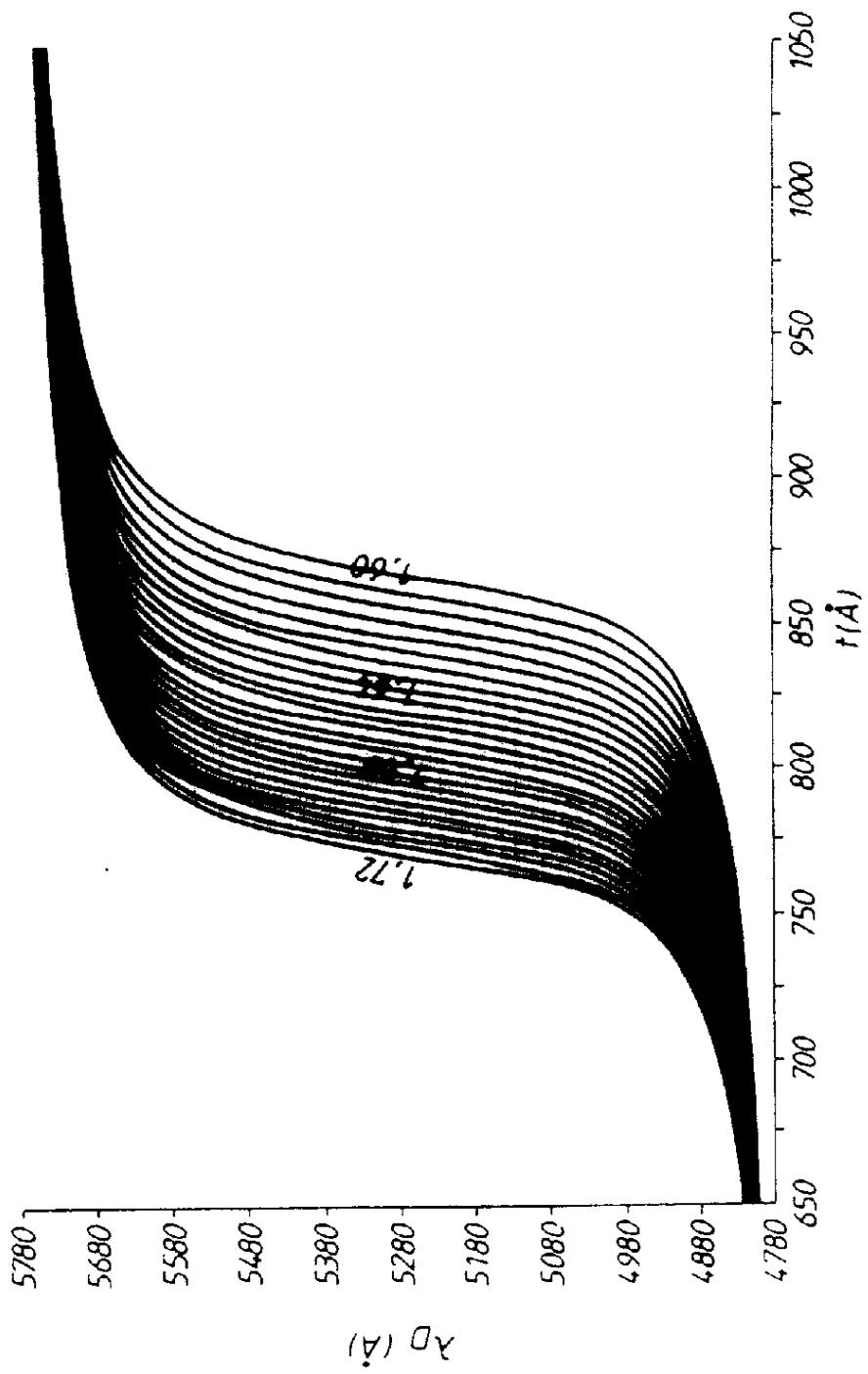


图2

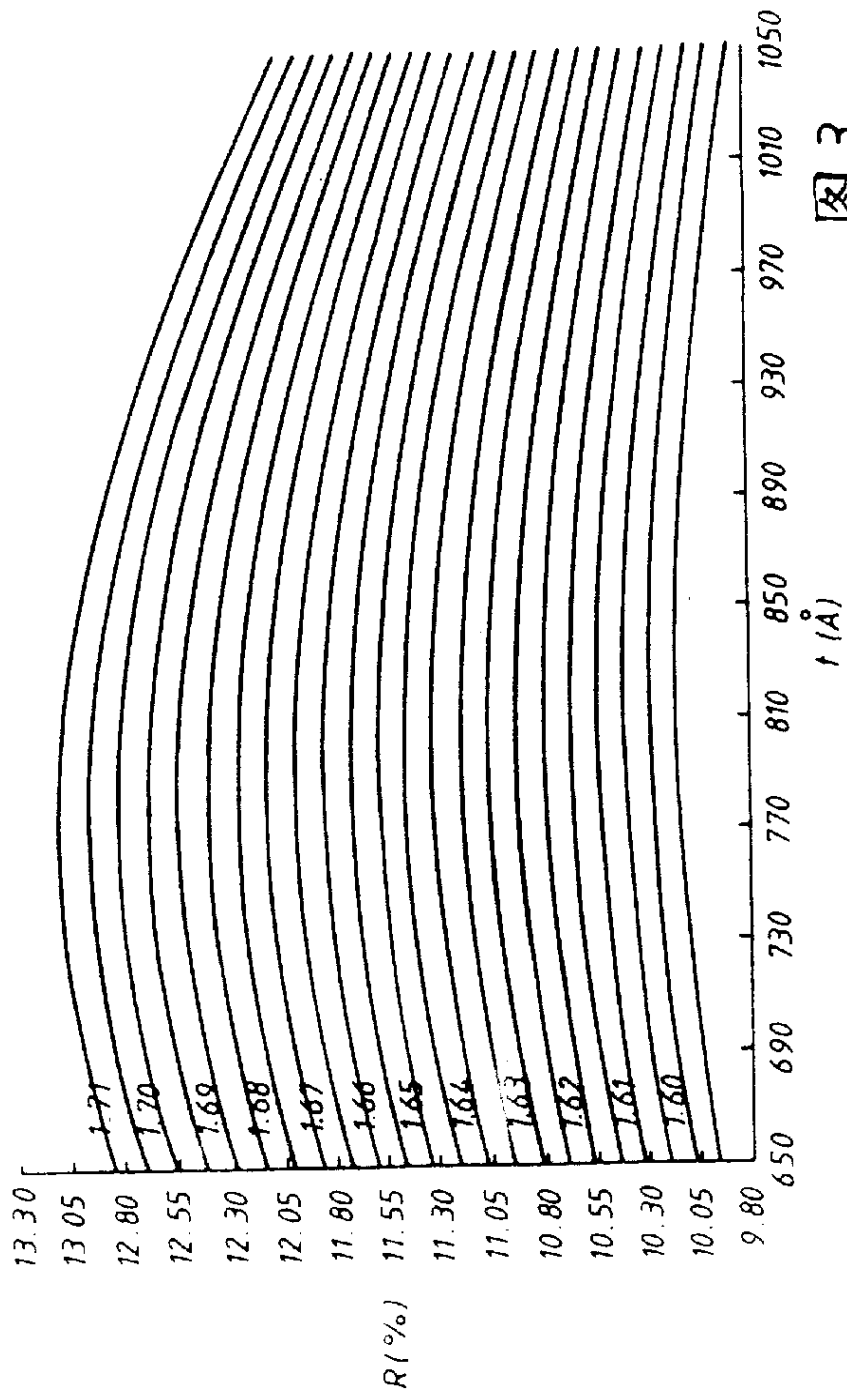


图 3