



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년07월25일
(11) 등록번호 10-1642654
(24) 등록일자 2016년07월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C03C 17/34 (2006.01) C03C 17/36 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C03C 17/3411 (2013.01)
C03C 17/3602 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0055088
(22) 출원일자 2015년04월20일
심사청구일자 2015년04월20일
(56) 선행기술조사문헌
JP2007191384 A
KR1020100021355 A

(73) 특허권자
울산대학교 산학협력단
울산광역시 남구 대학로 93(무거동)
(72) 발명자
김대일
울산광역시 남구 신복로79번길 8, 1310호 (무거동, 남운그린힐)
전재현
부산광역시 금정구 중앙대로1685번길 24, 110동 1010호 (부곡동, 경남한신아파트)
(74) 대리인
(뒷면에 계속)
특허법인다나

전체 청구항 수 : 총 11 항

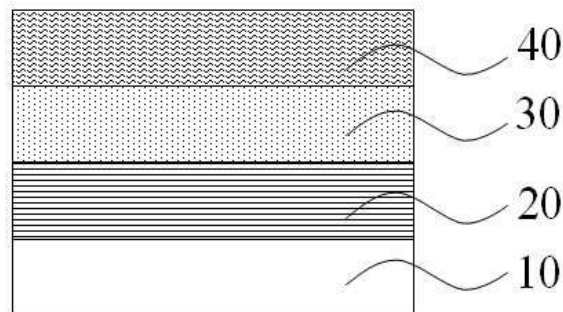
심사관 : 양정화

(54) 발명의 명칭 **저방사 기재 및 이의 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 플라즈마로부터 유도된 전자빔으로 표면 처리되어 결정질의 적외선 반사층과 유전체층을 포함하는 저방사 기재 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 저방사 기재는 스퍼터링 방법으로 제조된 저방사 기재의 표면을 플라즈마로부터 유도된 전자빔으로 처리하여 결정질의 적외선 반사층과 유전체층을 포함함으로써 가시광선 투과율과 함께 적외선 반사율이 우수하다. 또한, 상기 저방사 기재의 제조방법은 기존의 저방사 기재에 적용이 용이하고 대면적 처리가 용이하므로 경제적인 이점이 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C03C 17/3613 (2013.01)

C03C 17/3642 (2013.01)

(72) 발명자

공태경

부산광역시 부산진구 개금본동로 34, 102동 1501호
(개금동, 개금현대아파트)

김소영

울산광역시 북구 화정1길 12-2, 101동 1507호 (중
산동, 백산그린타워)

김승홍

울산광역시 남구 산업로613번길 29, 203동 1001호
(삼산동, 한화꿈에그린아파트)

김선경

울산광역시 울주군 온양읍 하밭1길 16

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2014011270

부처명 한국연구재단(교육부)

연구관리전문기관 울산테크노파크

연구사업명 지역혁신창의인력양성사업

연구과제명 ACE 하이브리드 표면개질 기술 연구

기 여 율 1/1

주관기관 울산대학교 산학협력단

연구기간 2014.05.01 ~ 2015.04.30

명세서

청구범위

청구항 1

투명기재,
투명기재 상에 마련된 제1 유전체층,
제1 유전체층 상에 마련된 적외선 반사층,
적외선 반사층 상에 마련된 제2 유전체층,
제2 유전체층 상에 마련된 금속층, 및
금속층 상에 마련된 제3 유전체층을 포함하고,
제1 내지 제3 유전체층은 산화티타늄(TiO_2)을 함유하며,
적외선 반사층 및 금속층은 은(Ag)을 함유하고,
X선 회절 측정 시, 회절피크가 2θ 로 표시되는 $25\pm 0.5^\circ$ 및 $49\pm 0.5^\circ$ 에 존재하는 저방사 기재.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,
적외선 반사층은, 평균 두께가 10 내지 50 nm이되,
제2 유전체층 상에 금속층이 마련되는 경우 금속층과의 평균 두께 총합이 10 내지 50 nm인 것을 특징으로 하는 저방사 기재.

청구항 4

제1항에 있어서,
저방사 기재는, 적외선에 대한 평균 반사율이 70% 이상인 저방사 기재.

청구항 5

제1항에 있어서,
저방사 기재는, 가시광선에 대한 평균 투과율이 70% 이상인 저방사 기재.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

제1항에 있어서,

투명기재는, 투명유리기판 또는 폴리에스테르계 수지, 아세테이트계 수지, 폴리에테르 술폰계 수지, 폴리카보네이트계 수지, 폴리아미드계 수지, 폴리이미드계 수지, 폴리아크릴계 수지, 폴리염화비닐계 수지, 폴리염화비닐리덴계 수지, 폴리스티렌계 수지, 폴리비닐알코올계 수지, 폴리아릴레이트계 수지 및 폴리페닐렌 황화물계 수지 중 1 종 이상을 포함하는 투명수지기관인 저방사 기재.

청구항 10

투명기재 상에 제1 유전체층, 적외선 반사층, 제2 유전체층, 금속층 및 제3 유전체층을 순차적으로 증착하여 저방사 기재를 제조하는 단계; 및

플라즈마로부터 유도된 전자빔을 제조된 저방사 기재 표면에 조사하는 단계를 포함하고,

제1 내지 제3 유전체층은 산화티타늄(TiO_2)을 함유하며,

적외선 반사층 및 금속층은 은(Ag)을 함유하고,

전자빔이 표면에 조사된 저방사 기재의 X선 회절 측정 시, 회절피크가 2θ 로 표시되는 $25 \pm 0.5^\circ$ 및 $49 \pm 0.5^\circ$ 에 존재하는 저방사 기재의 제조방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

플라즈마는, 1 내지 20 W/cm^2 의 RF 인가 전력에서 형성되는 제조방법.

청구항 12

제10항에 있어서,

전자빔의 평균 가속 에너지는, 50 내지 5000 eV인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 13

제10항에 있어서,

전자빔을 조사하는 단계는, 수행압력이 $1.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$ 내지 $1.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ 인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 14

제10항에 있어서,

전자빔을 조사하는 단계는, 불활성 기체 분위기 하에서 수행하는 제조방법.

청구항 15

제14항에 있어서,

불활성 기체는, 주입량이 1 내지 20 sccm인 것을 특징으로 하는 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 플라즈마로부터 유도된 전자빔 처리되어 결정질의 적외선 반사층과 유전체층을 포함하는 저방사 기재 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 건물에 태양광에서 입사되는 적외선 복사열을 차단하고, 가시광선의 투과율은 높이는 저방사(low emissivity) 유리 등의 저방사 기재의 사용이 증가되고 있다.

[0003] 이러한 저방사 유리는 일반적으로 진공 챔버에서 금속 타겟의 스퍼터링을 통해 금속층 등이 형성하여 제조된다. 구체적으로 상기 방법은 먼저, 금속의 스퍼터링 이전에 유리기관 상에 유전체층을 형성한다. 다음으로 글래스 기관을 챔버에 장입시키고, 진공 및 불활성 가스 분위기를 조성한 이후, 2개의 전극 간에 직류 또는 교류 전압을 가하여 기체의 플라즈마를 발생시킨다. 이러한 플라즈마에 의하여 금속 타겟이 설치된 음극에 기체 이온이 충돌하면서 금속 타겟으로부터 원자가 방출되며, 이에 따라 유전체층 상에 금속층이 증착된다. 최종적으로 금속층을 보호할 수 있는 추가의 유전체층을 금속층 상에 형성하여 저방사 유리를 제조한다.

[0004] 이때, 저방사 유리의 적외선 반사율 또는 가시광선 투과율을 개선시키기 위하여, 스퍼터링 공정에 노출되는 시간을 조절하는 등의 방법을 통하여 광 차단층(금속층)의 두께를 적절히 조절하기도 한다. 그러나, 기존의 스퍼터링 방법은 적외선 반사율을 높이기 위하여 금속층의 두께를 증가시키면 가시광선의 투과율이 낮아지고, 반면에 가시광선의 투과율을 높이기 위하여 금속층의 두께를 감소시키면 적외선의 반사율이 낮아지는 문제점이 있어, 가시광선 투과율과 적외선 반사율을 동시에 향상시킬 수 있는 기술의 개발이 절실히 요구되고 있는 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2011-0017580호.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 이에, 본 발명의 목적은, 가시광선 투과율과 적외선 반사율이 동시에 향상된 저방사 기재를 제공하는데 있다.

[0007] 본 발명의 다른 목적은, 상기 저방사 기재의 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 일실시예에서,

[0009] 투명기재,

- [0010] 투명기재 상에 마련된 제1 유전체층,
- [0011] 제1 유전체층 상에 마련된 적외선 반사층, 및
- [0012] 적외선 반사층 상에 마련된 제2 유전체층을 포함하고,
- [0013] X선 회절 측정 시,
- [0014] 회절피크가 2θ 로 표시되는 $25\pm0.5^\circ$ 및 $49\pm0.5^\circ$ 에 존재하는 저방사 기재를 제공한다.

- [0015] 또한, 본 발명은 일실시예에서,
- [0016] 플라즈마로부터 유도된 전자빔을 저방사 기재 표면에 조사하는 단계를 포함하는 저방사 기재의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

- [0017] 본 발명에 따른 저방사 기재는 스퍼터링 방법으로 제조된 저방사 기재의 표면을 플라즈마로부터 유도된 전자빔 처리하여 결정질의 적외선 반사층과 유전체층을 포함함으로써 가시광선 투과율과 함께 적외선 반사율이 우수하다. 또한, 상기 저방사 기재의 제조방법은 기존의 저방사 기재에 적용이 용이하고 대면적 처리가 용이하므로 경제적인 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0018] 도 1 및 도 2는 일실시예에 따른 본 발명의 저방사 기재의 구조를 도시한 단면도이다.
- 도 3은 일실시예에서 전자빔 조사 에너지에 따른 저방사 기재의 광 투과율 및 광 반사율을 도시한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0019] 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 상세하게 설명하고자 한다.
- [0020] 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.
- [0021] 본 발명에서, "포함한다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.
- [0022] 또한, 본 발명에서 첨부된 도면은 설명의 편의를 위하여 확대 또는 축소하여 도시된 것으로 이해되어야 한다.
- [0023] 이하, 본 발명에 대하여 도면을 참고하여 상세하게 설명하고, 도면 부호에 관계없이 동일하거나 대응하는 구성요소는 동일한 참조 번호를 부여하고 이에 대한 중복되는 설명은 생략하기로 한다.
- [0024] 본 발명에서, "가시광선"이란 380 nm 내지 780 nm의 파장을 갖는 광을 의미하고, "적외선"이란 780 nm를 초과하는 파장을 갖는 광을 의미한다.

- [0025] 본 발명은 플라즈마로부터 유도된 전자빔 처리되어 결정질의 적외선 반사층과 유전체층을 포함함으로써 가시광선 투과율 및/또는 적외선 반사율이 개선된 저방사 기재 및 이의 제조방법을 제공한다.
- [0026] 일반적으로 저방사 유리는 진공 챔버에서 금속 타겟의 스퍼터링을 통해 금속층 등을 형성하는 스퍼터링 방법에 의해 제조된다. 이때, 저방사 유리의 적외선 반사율과 가시광선 투과율을 개선시키기 위하여, 스퍼터링 공정에

노출되는 시간을 조절하는 등의 방법을 통하여 광 차단층(금속층)의 두께를 적절히 조절할 수 있다. 그러나, 기존의 스퍼터링 방법은 적외선 반사율을 높이기 위하여 금속층의 두께를 증가시키면 가시광선의 투과율이 낮아지고, 반면에 가시광선의 투과율을 높이기 위하여 금속층의 두께를 감소시키면 적외선의 반사율이 낮아지는 문제점이 있어, 가시광선 투과율과 적외선 반사율을 동시에 향상시킬 수 있는 기술의 개발이 절실히 요구되고 있는 실정이다.

[0027] 그러나, 본 발명에 따른 저방사 기재는 스퍼터링 방법으로 제조된 저방사 기재의 표면을 플라즈마로부터 유도된 전자빔 처리하여 결정질의 적외선 반사층과 유전체층을 포함함으로써 가시광선 투과율과 함께 적외선 반사율이 우수하다. 또한, 상기 저방사 기재의 제조방법은 기존의 저방사 기재에 적용이 용이하고 대면적 처리가 용이하므로 경제적인 이점이 있다.

[0028] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0029] 본 발명은 일실시예에서,

[0030] 투명기재,

[0031] 투명기재 상에 마련된 제1 유전체층,

[0032] 제1 유전체층 상에 마련된 적외선 반사층, 및

[0033] 적외선 반사층 상에 마련된 제2 유전체층을 포함하고,

[0034] X선 회절 측정 시,

[0035] 회절피크가 2θ 로 표시되는 $25\pm 0.5^\circ$ 및 $49\pm 0.5^\circ$ 에 존재하는 저방사 기재를 제공한다.

[0036] 본 발명에 따른 저방사 기재는 투명기재, 제1 유전체층, 적외선 반사층 및 제2 유전체층을 포함하며, 상기 적외선 반사층은 양면이 제1 및 2 유전체층 사이에 위치하고, 결정질 형태의 적외선 반사층과 유전체층을 포함하므로 가시광선에 대한 평균 투과율과 함께 적외선에 대한 평균 반사율이 각각 70% 이상으로, 구체적으로는 각각 75% 이상, 76% 이상, 77% 이상, 78% 이상, 또는 80% 이상으로 우수한 효과가 있다. 여기서, 상기 적외선 반사층 및 유전체층은 결정질의 형태를 가지므로 상기 저방사 기재를 대상으로 X선 회절분석을 수행하면 결정성 피크가 확인될 수 있다. 하나의 예로서 적외선 반사층으로서 은(Ag)을 포함하고, 제2 유전체층으로서 산화티타늄(TiO_2)을 포함하는 경우, 은의 결정성을 나타내는 2θ 로 표시되는 $38\pm 0.5^\circ$ 의 회절피크와 산화티타늄의 결정성을 나타내는 $25\pm 0.5^\circ$ 및 $49\pm 0.5^\circ$ 의 회절피크가 존재할 수 있다(실시예 1 참조).

[0037] 도 1 및 2는 본 발명에 따른 저방사 기재의 구조를 도시한 단면도이다. 본 발명에 따른 저방사 기재는 도 1에 나타난 바와 같이 투명기재(10), 제1 유전체층(20), 적외선 반사층(30) 및 제2 유전체층(40)이 순차적으로 적층된 구조를 가질 수 있다. 또한, 도 2에 나타난 바와 같이 도 1의 제2 유전체층(40) 상에 금속층(50)과 제3 유전체층(60)을 더 포함하는 구조를 가질 수도 있다. 이하, 도 1 및 2를 참조하여 저방사 기재의 각 구성성분을 구체적으로 설명한다.

[0038] 먼저, 투명기재(10)는 베이스 기판으로 저방사 기재의 기본 골격으로서의 역할을 수행한다. 상기 투명기재(10)는 광 투과율이 높은 것이라면 특별히 제한되는 것은 아니다. 하나의 예로서, 상기 투명기재(10)로는 투명유리 기판을 사용하거나 또는 폴리에스테르계 수지, 아세테이트계 수지, 폴리에테르 술폰계 수지, 폴리카보네이트계 수지, 폴리아미드계 수지, 폴리이미드계 수지, 폴리아크릴계 수지, 폴리염화비닐계 수지, 폴리염화비닐리덴계 수지, 폴리스티렌계 수지, 폴리비닐알코올계 수지, 폴리아릴레이트계 수지 및 폴리페닐렌 황화물계 수지 중 1종 이상을 포함하는 투명수지기판을 사용할 수 있다.

[0039] 또한, 상기 투명기재(10)의 평균 두께는 광 투과율을 감소시키지 않는다면 특별히 제한되는 것은 아니다. 구체적으로 상기 평균 두께는 0.3 mm 이하; 0.28 mm 이하; 0.25 mm 이하; 0.24 mm 이하; 또는 0.23 mm 이하일 수 있다.

- [0040] 다음으로, 제1 내지 3 유전체층(20, 40 및 60)은 표면 반사를 줄여서 입사되는 광의 밀도를 향상을 통해 저방사 기재의 광 투과율을 증대시키고, 반사광으로 인한 간섭이나 산란을 제거하는 역할을 수행한다. 또한, 적외선 반사층(30)의 산화로 인한 변색 또는 외부 충격으로 인한 손상을 방지하여 적외선 반사율의 저하를 개선하는 기능을 갖는다.
- [0041] 이를 위하여 상기 제1 내지 3 유전체층(20, 40 및 60)은 표면 반사억제와 투과율 향상을 위해 고굴절률과 낮은 광 흡수율을 가지며, 적외선 반사층(30)을 보호하기 위해 표면 경도가 우수하여야 한다. 이러한 조건을 만족시키는 유전체층(20, 40 및 60)은 산화티타늄(TiO_2), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화지르코늄(ZrO_2), 산화탄탈럼(Ta_2O_5), 산화니오븀(Nb_2O_5), 산화란타넘(La_2O_3), 산화이트륨(Y_2O_3), 산화아연(ZnO), 황화아연(ZnS) 및 산화인듐(In_2O_3)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있다. 구체적으로 상기 유전체층은 산화티타늄(TiO_2), 산화알루미늄(Al_2O_3), 산화아연(ZnO) 및 산화인듐(In_2O_3) 중 어느 하나 이상을 포함할 수 있으며, 바람직하게는 산화티타늄(TiO_2)을 포함할 수 있다.
- [0042] 또한, 상기 유전체층은 그 형태를 특별히 제한하는 것은 아니나 바람직하게는 광 투과율을 향상시킬 수 있는 결정질의 형태를 가질 수 있다.
- [0043] 다음으로, 적외선 반사층(30)은 약 380 nm 내지 780 nm의 파장을 갖는 적외선을 반사시키는 역할을 수행하며, 이러한 적외선 반사층(30)으로는 굴절률이 낮고 적외선에 대한 반사율이 높은 것이라면 특별히 제한되지 않고 사용될 수 있다. 하나의 예로서, 금(Au), 은(Ag), 알루미늄(Al) 및 구리(Cu)로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 금속을 포함할 수 있으며, 구체적으로는 은(Ag)을 포함할 수 있다.
- [0044] 또한, 상기 적외선 반사층(30)의 평균 두께는 적외선 반사율 및 가시광선 투과율을 감소시키지 않는 범위에서 적절히 조절될 수 있다. 구체적으로는 적외선 반사층(30)의 평균 두께는 10 내지 50 nm일 수 있으며, 보다 구체적으로는 10 내지 40 nm; 10 내지 30 nm; 20 내지 40 nm; 또는 10 내지 20 nm일 수 있다.
- [0045] 다음으로, 금속층(50)은, 제2 유전체층 상에 형성되어 저방사 기재 표면에 입사되는 적외선을 반사시키는 역할을 수행한다. 본 발명에 따른 저방사 기재는 적외선 반사층(30)과 함께 적외선을 반사시키는 금속층(50)을 구비함으로써 적외선을 반사시키는 효과를 보다 개선할 수 있다. 이때, 상기 금속층(50)으로는 굴절률이 낮고 적외선 반사율이 높은 금(Au) 및/또는 은(Ag)을 포함할 수 있으며, 적외선 반사층(30)과 마찬가지로 결정질의 형태를 가질 수 있다.
- [0046] 또한, 상기 금속층(50)의 평균 두께는, 10 내지 50 nm일 수 있으며, 보다 구체적으로는 10 내지 40 nm; 10 내지 30 nm; 20 내지 40 nm; 또는 10 내지 20 nm일 수 있다.
- [0047] 한편, 본 발명에 따른 저방사 기재에 있어서, 투명기재(10) 상에 적층되는 각 층의 평균 두께의 총합은 100 nm 이하일 수 있으며, 상기 적외선 반사층(30)의 평균 두께와 금속층(50)의 평균 두께의 합은 10 내지 50 nm일 수 있다.
- [0048] 일반적으로 빛의 위상변화는 굴절률과 박막 두께의 함수와 동일하므로, 본 발명에 따른 저방사 기재는 입사되는 광의 표면 반사를 억제하기 위하여 투명기재(10) 상에 적층되는 층들의 총 두께를 $\lambda/4$ 를 유지하면서 유전체층(20, 40 및 60)의 굴절률에 따라 투명기재(10) 상에 적층되는 각 층의 평균 두께 총합을 100 nm 이하로 제어할 수 있다. 또한, 상기 저방사 기재는 금속층(50)을 포함하는 경우, 적외선 반사층(30)의 평균 두께와 금속층(50)의 평균 두께의 합을 10 내지 50 nm, 구체적으로는 10 내지 40 nm; 10 내지 30 nm; 20 내지 40 nm; 또는 10 내지 20 nm로 제어함으로써 적외선 반사층(30) 및 금속층(50)이 충분한 두께가 형성되지 않아 적외선이 제대로 반사되지 않거나 과도한 두께로 인해 가시광선에 대한 투과율이 저하되는 것을 방지할 수 있다.
- [0049] 본 발명에 따른 저방사 기재는 결정질 형태를 갖는 적외선 반사층(30)과 유전체층(20, 40 및 60)을 구비함으로써

써 가시광선 투과율과 함께 적외선 반사율이 80% 이상으로 우수한 효과가 있다.

- [0050] 본 발명은 결정질 형태의 적외선 반사층과 유전체층을 포함하는 저방사 기재와 비정질의 적외선 반사층을 포함하는 저방사 기재를 대상으로 광 투과율, 및 광 반사율을 측정하였다. 그 결과, 본 발명의 저방사 기재는 가시광선에 대한 평균 투과율이 약 80.7%이고 적외선에 대한 평균 반사율이 약 80.4%인 것으로 나타났다. 반면, 비정질의 적외선 반사층을 포함하는 저방사 기재는 각각 약 80.2% 및 77.5%인 것으로 확인되었다. 이러한 결과로부터 결정질 형태의 적외선 반사층이 비정질의 적외선 반사층과 대비하여 가시광선 투과율과 적외선 반사율을 모두 향상시키며, 특히 적외선 반사율은 약 3%의 향상 효과가 있는 것을 알 수 있다(실험예 2 참조).
- [0051] 또한, 본 발명은 일실시예에서,
- [0052] 플라즈마로부터 유도된 전자빔을 저방사 기재의 표면에 조사하는 단계를 포함하는 저방사 기재의 제조방법을 제공한다.
- [0053] 본 발명에 따른 저방사 기재의 제조방법은, 저방사 기재를 제조하고 제조된 저방사 기재를 플라즈마로부터 유도된 전자를 저방사 기재의 표면에 조사하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0054] 상기 전자빔을 조사하는 단계는 전자빔을 조사하여 기재 내에 구비된 비정질 형태의 적외선 반사층을 결정질의 적외선 반사층으로 변성시키는 단계로서, 이를 통해 저방사 기재의 가시광선 투과율과 적외선 반사율을 동시에 향상시킬 수 있다.
- [0055] 이때, 상기 플라즈마는 12 내지 15 MHz 라디오 주파수(Radio Frequency, RF)의 1 내지 20 W/cm²의 RF 인가 전력에서 형성될 수 있다. 보다 구체적으로 12 내지 14 MHz 라디오 주파수(Radio Frequency, RF)의 1 내지 15 W/cm² 전력; 1 내지 10 W/cm² 전력; 2 내지 8 W/cm² 전력; 8 내지 12 W/cm² 전력; 10 내지 20 W/cm² 전력; 또는 3 내지 7 W/cm² 전력 조건에서 형성될 수 있다. 본 발명은 플라즈마 분위기 형성 시 전력을 상기 범위로 제어함으로써, 저전력에서 저밀도의 플라즈마가 형성되어 적외선 반사층(30)이 결정질로 변성되지 않거나, 고전력으로 인하여 전자빔 처리 시 적외선 반사층(30)과 제2 유전체층(40)의 용융 혼합되는 문제를 방지할 수 있다.
- [0056] 또한, 전자빔을 조사하는 단계는 1 내지 20 sccm의 주입량으로 주입되는 불활성 기체 분위기에서 수행될 수 있으며, 이때 수행 압력은 1.0×10^{-4} Torr 내지 1.0×10^{-6} Torr일 수 있다. 여기서 상기 불활성 기체로는 아르곤(Ar), 헬륨(He), 네온(Ne), 크립톤(Kr) 등 일 수 있으나 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0057] 나아가, 상기 전자빔의 평균 가속 에너지는, 50 내지 5000 eV일 수 있다. 구체적으로 상기 전자빔의 평균 가속 에너지는 50 내지 4500 eV; 100 내지 4000 eV; 100 내지 3500 eV; 100 내지 2000 eV; 250 내지 3500 eV; 130 내지 3200 eV; 100 내지 1500 eV; 250 내지 1500 eV 또는 250 내지 1100 eV일 수 있다. 본 발명은 상기 평균 가속 에너지 범위에서 적외선 반사층과 유전체층을 비결정질에서 결정질로 용이하게 변성시킬 수 있으며, 높은 평균 가속 에너지에서 유전체층 및 적외선 반사층 또는 유전체층과 금속층의 용융이 발생하는 것을 방지하여 빛의 산란으로 인해 투과율이 저하되는 문제를 방지할 수 있다.
- [0058] 한편, 본 발명에 따른 저방사 기재는 당업계에서 통상적으로 사용되는 방법에 의해서 제조될 수 있다. 구체적으로, 저방사 기재의 적외선 반사층(30), 금속층(50) 및 제1 내지 3 유전체층(20, 40 및 60)은 PECVD(Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition)법, 스퍼터링법, MOCVD(metal-organic chemical vapor deposition)법, 전자빔 증착(e-beam evaporation)법, 임프린트법, 습식 도포 등의 방법을 활용하여 투명기재(10) 상에 증착될 수 있으며, 바람직하게는 RF/DC 스퍼터링법에 의해 증착될 수 있다.
- [0059] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의해 보다 상세히 설명한다.
- [0060] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예 및 실험예에 한정되는 것은 아니다.

[0061] 실시예 1 및 2.

[0062] 투명 기재로서 투명유리기판(corning 1747)을 건식 증착기에 도입하여 고정시키고, 반응기 내부를 약 1×10^{-7} Torr의 진공상태로 전환시켰다. 상기 증착기의 압력 조건이 만족되면 아르곤(10 sccm)을 증착기 내에 주입시켜 1×10^{-3} Torr를 유지하도록 조절하고, 증착기 내부에 설치된 스퍼터링 건에 13.56 MHz 라디오 주파수(RF)의 50 W 전력을 인가하여 플라즈마를 형성하였다. 그 후, 투명유리기판 상에 산화티타늄(TiO_2), 은(Ag) 및 산화티타늄(TiO_2)을 각각 24 nm, 15 nm 및 24 nm의 평균 두께를 갖도록 RF/DC 스퍼터링법으로 증착하였다. 이때, 산화티타늄(TiO_2)은 5 nm/분의 증착률로 증착되고, 은(Ag)은 10 nm/분의 증착률로 증착되었다.

[0063] 증착이 완료되면 반응기 내부를 약 1×10^{-7} Torr의 진공상태로 전환시키고, 다시 아르곤(10 sccm)을 주입시켜 1×10^{-5} Torr를 유지하도록 조절하였다. 그 후, 전자빔 소스에 감겨진 구리선에 13.56 MHz 라디오 주파수(RF)의 전력 5 W/cm²를 인가하여 플라즈마를 형성시켰다. 상기 증착기 내에 플라즈마가 형성되면, 형성된 플라즈마로부터 유도된 전자를 이용하여 표 1에 나타낸 가속 에너지 조건에서 약 20분 동안 저방사 기재를 표면 처리하였다.

표 1

[0064]

	가속 에너지
실시예 1	150 eV
실시예 2	300 eV
실시예 3	1000 eV

[0065] 실시예 4.

[0066] 상기 실시예 1에서 투명유리기판 상에 산화티타늄(TiO_2), 은(Ag) 및 산화티타늄(TiO_2)을 각각 24 nm, 15 nm 및 24 nm의 평균 두께가 되도록 증착하는 대신에 산화티타늄(TiO_2) 및 은(Ag)이 각각 24 nm 및 15 nm의 평균 두께로 갖도록 교대로 적층하되, 적층된 층수가 5층인 것을 제외하고 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 플라즈마로부터 유도된 전자빔 처리된 저방사 기재를 얻었다.

[0067]

[0068] 비교예 1.

[0069] 투명 기재로서 투명유리기판(corning 1747)을 건식 증착기에 도입하여 고정시키고, 반응기 내부를 약 1×10^{-7} Torr의 진공상태로 전환시켰다. 상기 증착기의 압력 조건이 만족되면 아르곤(10 sccm)을 증착기 내에 주입시켜 1×10^{-3} Torr를 유지하도록 조절하고, 증착기 내부에 설치된 스퍼터링 건에 13.56 MHz 라디오 주파수(RF)의 50 W 전력을 인가하여 플라즈마를 형성하였다. 그 후, 투명유리기판 상에 산화티타늄(TiO_2), 은(Ag) 및 산화티타늄(TiO_2)을 각각 24 nm, 15 nm 및 24 nm의 평균 두께를 갖도록 RF/DC 스퍼터링법으로 증착하여 저방사 기재를 제조하였다. 이때, 산화티타늄(TiO_2)은 5 nm/분의 증착률로 증착되고, 은(Ag)은 10 nm/분의 증착률로 증착하였다.

[0070] 비교예 2.

[0071] 상기 실시예 1에서 전자빔을 150 eV의 가속 에너지로 표면 처리하는 대신에 5100 eV의 가속 에너지로 표면 처리하는 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 저방사 기재를 제조하였다.

[0072] 실험예 1.

[0073] 본 발명에 따른 저방사 기재의 적외선 반사층의 형태를 평가하기 위하여 하기와 같은 실험을 수행하였다.

[0074] 상기 실시예 1 내지 3과 비교예 1 및 2에서 얻은 저방사 기재를 대상으로 X선 회절 분석을 수행하였다. 여기서,

상기 X선 회절은 Rigaku 사(일본)의 ultra-X(CuK α radiation, 40 kV, 120 mA)를 사용하여 측정하였으며, 1.5406 Å 파장을 0.02° /sec의 속도로 주사하여 2 θ 에서 20-80° 범위로 X선 회절 패턴을 얻었다.

[0075] 측정결과, 실시예 1 내지 3에서 얻은 저방사 기체는 은(Ag)의 결정성을 나타내는 2 θ 로 표시되는 38°의 회절피크와 유전체층을 구성하는 산화티타늄(TiO $_2$)의 결정성을 나타내는 2 θ 로 표시되는 25° 및 49°의 회절피크가 있는 것으로 확인되었다. 또한, 상기 회절피크들은 표면처리 시 평균 가속 에너지가 클수록 그 강도가 강하게 나타났다. 반면, 비교예 1에서 얻은 저방사 기체의 경우 은(Ag)의 결정성을 나타내는 2 θ 로 표시되는 38°가 미미한 강도로 확인되거나 산화티타늄(TiO $_2$)의 결정성을 나타내는 상기 피크는 나타나지 않았다. 또한, 높은 평균 가속 에너지로 표면 처리된 비교예 2의 저방사 기체는 제2 유전체층과 적외선 반사층의 용융이 발생되어 제2 유전체층인 산화티타늄과 적외선 반사층인 은의 결정성 회절피크가 확인되지 않았다. 이는 저방사 기체를 플라즈마로부터 유도된 전자빔으로 표면처리하는 경우 표면의 유전체층의 변형 없이 비정질 형태의 적외선 반사층을 결정질의 적외선 반사층으로 변성됨을 의미하는 것이다. 이러한 결과로부터 본 발명에 따른 저방사 기체는 결정질의 적외선 반사층을 포함하는 것을 알 수 있다.

[0076] 실험예 2.

[0077] 본 발명에 따른 저방사 기체의 가시광선에 대한 투과성과 적외선에 대한 반사 정도를 평가하기 위하여 하기와 같은 실험을 수행하였다.

[0078] 상기 실시예 2와 비교예 1에서 얻은 저방사 기체를 대상으로 자외선-가시광선-적외선 분광기를 이용한 200 내지 2500 nm 파장 영역에서의 광 투과율과 광 반사율을 측정하였다. 그 결과는 도 3에 나타내었다.

[0079] 도 3에 나타난 바와 같이 본 발명에 따른 저방사 기체는 가시광선 투과율 및 적외선 반사율이 향상되는 것을 알 수 있다.

[0080] 구체적으로 도 3을 살펴보면, 실시예 2의 저방사 기체는 가시광선에 대한 평균 투과율이 각각 80.7%이고 적외선에 대한 평균 반사율은 80.4%인 것으로 나타났다. 반면, 비교예 1의 저방사 기체는 가시광선에 대한 평균 투과율은 80.2%이고 적외선에 대한 평균 반사율은 77.5%인 것으로 나타났다. 이는 결정질의 적외선 반사층 및 유전체층을 포함하는 저방사 기체가 결정화도가 낮고 적외선 반사층과 비정질 형태의 유전체층을 포함하는 저방사 기체와 대비하여 가시광선에 대한 투과율과 적외선에 대한 반사율이 모두 향상됨을 의미하는 것이다. 또한, 전자빔 표면처리 시, 전자빔의 가속 에너지가 클수록 가시광선 투과율과 적외선 반사율이 보다 향상되는 것을 알 수 있다.

[0081] 이러한 결과로부터, 본 발명에 따른 저방사 기체는 플라즈마로부터 유도된 전자빔으로 표면처리되어 유전체층의 변형 없이 적외선 반사층의 결정성을 높이고 유전층의 성분을 결정화함으로써 가시광선에 대한 투과율과 함께 적외선에 대한 반사율이 향상됨을 알 수 있다.

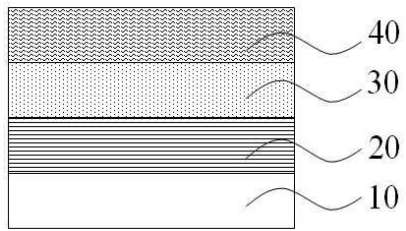
부호의 설명

[0082]

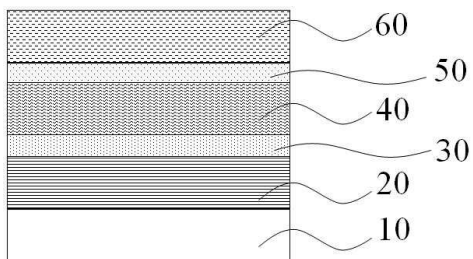
10: 투명기재	40: 제2 유전체층
20: 제1 반사 반사층	50: 금속층
30: 적외선 반사층	60: 제3 유전체층

도면

도면1



도면2



도면3

