

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-155169

(P2009-155169A)

(43) 公開日 平成21年7月16日(2009.7.16)

(51) Int.Cl. F I テーマコード (参考)  
**C03C 17/34 (2006.01)** C03C 17/34 Z 4G059

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2007-336133 (P2007-336133)	(71) 出願人	000000044 旭硝子株式会社 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
(22) 出願日	平成19年12月27日(2007.12.27)	(74) 代理人	100080159 弁理士 渡辺 望穂
		(74) 代理人	100090217 弁理士 三和 晴子
		(72) 発明者	矢尾板 和也 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号 旭硝子株式会社内
		(72) 発明者	片山 佳人 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号 旭硝子株式会社内
		Fターム(参考)	4G059 AA01 AB09 AC06 EA12 EB04 GA02 GA04 GA12

(54) 【発明の名称】 熱線反射ガラス、および熱線反射ガラスの製造方法

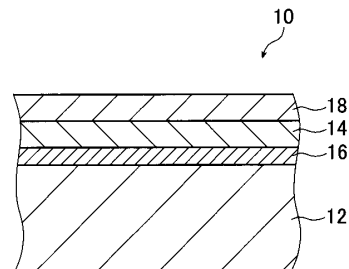
(57) 【要約】

【課題】可視光透過率 $T_v$ が35%以下、かつ日射透過率 $T_e$ /可視光透過率 $T_v$ が1.0未満であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化しない、少なくとも窒化クロム膜が設けられた熱線反射ガラスを提供する。

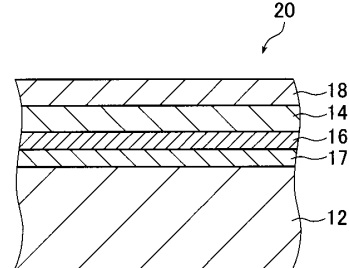
【解決手段】ガラス基板の表面に、窒化シリコンからなる酸素遮断下地膜を設け、この酸素遮断下地膜の上層に熱線反射用の窒化クロム膜を設け、さらに、窒化クロム膜の上層に窒化シリコンからなる酸素遮断保護膜を設ける。この熱線反射用の窒化クロムの、クロム原子に対する窒素原子数の割合を20%~60%とする。

【選択図】 図1

(a)



(b)



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

ガラス基板に、酸素遮断下地膜、窒化クロム膜及び酸素遮断保護膜がこの順に設けられ、

前記窒化クロム膜における、クロムに対する窒素の原子数の割合（窒素原子数 / クロム原子数）が、20%～60%であることを特徴とする熱線反射ガラス。

## 【請求項 2】

前記酸素遮断下地膜および前記酸素遮断保護膜が、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、およびスズからなる群から選ばれる2種以上の元素の窒化物を主成分とする膜、であることを特徴とする請求項1記載の熱線反射ガラス。

10

## 【請求項 3】

JIS R 3106（1998年）で定義される可視光透過率が35%以下であり、該可視光透過率とJIS R 3106（1998年）で定義される日射透過率に対して、該可視光透過率と該日射透過率の比（日射透過率 / 可視光透過率）が1.0未満であることを特徴とする請求項2記載の熱線反射ガラス。

## 【請求項 4】

500 以上に加熱する処理が施されていることを特徴とする請求項3記載の熱線反射ガラス。

## 【請求項 5】

ガラス基板に、酸素遮断下地膜、窒化クロム膜及び酸素遮断保護膜がこの順に設けられた熱線反射ガラスを製造する方法であって、

20

ガラス基板を成膜チャンパ内に導入し、前記チャンパ内を窒素含有雰囲気としてクロムターゲットをスパッタリングすることで、前記ガラス基板に、窒化クロム膜を設ける工程と、

前記スパッタリングの最中、前記チャンパ内に、窒素ガスを流入させるとともに、前記窒素ガス以外の不活性ガスを流入させ、前記不活性ガスの流入量の比を、（不活性ガス：窒素ガス）＝（70：30）～（90：10）の範囲に調整する工程と、を有することを特徴とする熱線反射ガラスの製造方法。

## 【請求項 6】

30

前記スパッタリングに先がけて、前記ガラス基板に、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、スズからなる群から選ばれる2種以上の元素の窒化物を主成分とする膜、である酸素遮断下地膜を設ける工程と、

前記スパッタリングの後、前記窒化クロム膜の表面に、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、スズからなる群から選ばれる2種以上の元素の窒化物を主成分とする膜、とする酸素遮断保護膜を設ける工程と、を有することを特徴とする請求項5記載の熱線反射ガラスの製造方法。

## 【請求項 7】

前記酸素遮断下地膜、前記窒化クロム膜、および前記酸素遮断保護膜を設けた後、

500 以上に熱処理することを特徴とする請求項6記載の熱線反射ガラスの製造方法。

40

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ガラス基板に窒化クロム膜が少なくとも設けられてなる熱線反射ガラスに関し、特に、日射熱の遮蔽を主目的として、ガラス基板の表面に薄膜を形成してなる熱線反射ガラス、および熱線反射ガラスの製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

50

現在、日射熱の遮蔽を主目的とした薄膜が、ガラス基板の表面に形成されてなる熱線反射ガラスが、ビルなどの建築物の窓や車のリアガラスなどに用いられている。これらの熱線反射ガラスは光の透過性でみると、透過率の低い熱線反射ガラスの使用も増えて来ている。ビルなどの建築物の窓にガラスを用いる場合、ガラスの設置場所によっては、強化処理が必要であり、あるいは、強化処理ガラスを設置することが好ましいことがある。また、車のリアガラスは、表面が平面状の板形状ではなく、表面が湾曲した板形状となっており、曲げ加工が施された状態の熱線反射ガラスが用いられる。

#### 【0003】

強化処理または曲げ加工処理が施されている熱線反射ガラスを得るためには、強化処理または曲げ加工処理が施されたガラス基板に、熱線反射性の薄膜を形成する方法がある。しかし、例えば、曲げ加工処理を施したガラス基板の表面、すなわち、曲率を有するガラス基板表面に、膜厚および組成の面内分布が良好になるよう、熱線反射性薄膜を精度良く形成するのは困難である。曲率を有するガラス基板表面に、膜厚および組成の面内分布が良好になるよう熱線反射性薄膜を形成するには、例えば、ガラス基板表面の曲率に合わせて、薄膜形成工程や薄膜形成条件を調整する必要があり、余分なコストがかかってしまう。

10

#### 【0004】

一方、予め熱線反射性薄膜を形成したガラス基板を曲げ加工するには、例えば、ガラス基板を500～700( )程度の高温にまで加熱する必要がある。従来の熱線反射ガラスでは、この高温によって、熱線反射用薄膜が例えば酸化してしまい、熱線反射性能が加熱前後で変化してしまうといった問題点があった。このため、従来の熱線反射ガラスでは、熱線反射性薄膜が予め形成されたガラスを購入したガラス加工業者自身が、曲げ加工を行なうことは困難であった。例えば、ガラス加工業者自身で曲げ加工を行なう場合、加熱前後での熱線反射性能の変化を防止するために、業者自身が、曲げ加工時の雰囲気为非酸化性雰囲気に保ち、上記保護されるべき膜の酸化を防ぎつつ曲げ加工を行なう必要がある。この場合、特別な装置や手間が必要であり、負担するコストも大きい。このため、曲げ加工時の雰囲気为非酸化性雰囲気に保つ機能を有する特別な装置や余分な手間をかけることなく、強化処理や曲げ加工処理を、ガラス加工業者自身によって行うことが可能な、平板状の熱線反射ガラスの希望は少なくない。

20

#### 【0005】

これに対して、下記特許文献1には、熱処理熱線反射ガラス(熱線反射ガラス)の製造方法が記載されている。下記特許文献1に記載される製造方法では、ガラス基板上に、熱線遮断膜または導電膜を形成し、次いで可視光領域において透明な第1の保護膜を形成して、少なくとも2層からなる多層膜を有する熱線反射ガラスを製造し、その後、かかる熱線反射ガラスに熱処理を施している。この熱線反射ガラスの製造方法は、第1の保護膜を、ケイ素またはホウ素の窒化物、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、スズのうちの少なくとも2種以上の窒化物、を主成分とする膜とすることを特徴としている。下記特許文献1記載の熱線反射ガラスでは、第1の保護膜が、熱処理時に大気中から入ってくる酸素を十分に吸収して酸素バリアの働きをするため、熱線遮断膜がほとんど変化しない、と下記特許文献1には記載されている。すなわち、下記特許文献1記載の熱線反射ガラスの製造方法で作製された熱線反射ガラスは、一般に行なわれている平易な手法で(雰囲気を制御することなく、大気中で)曲げ加工または強化加工を行なっても、保護されるべき被覆層の光学特性などの変化がほとんどない、と下記特許文献1には記載されている。

30

40

#### 【0006】

【特許文献1】特許第2518129号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### 【0007】

ところで、ビルなどの建築物に用いる熱線反射ガラスでは、価格が低いことに加え、光

50

学的性質と熱的性質のバランスが適当であることが求められている。本発明では光学的性質と熱的性質を合せて光学特性と呼ぶ。光学的性質とは、例えば、ビルなどの室内に居る人物が感じる眩しさに関する性質や、外から中が見え無いプライバシー性であり、太陽光のうちの、主に可視光領域の波長成分の透過量の程度に関する性質である。この性質は、JIS R 3106 (1998年)にて定義されている可視光透過率によって表すことができる。また、熱的性質とは、太陽光によってビルなどの室内に流入する熱量に関する性質であり、太陽光のうちの主に近赤外領域の波長成分の透過量の程度に関する性質である。この性質は、JIS R 3106 (1998年)にて定義されている日射透過率によって代表して表すことができる。

【0008】

特に、上記定義による可視光透過率および日射透過率について、可視光透過率 $T_v$ が35%以下、かつ日射透過率 $T_e$ /可視光透過率 $T_v$ が1.0未満であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化しない熱線反射ガラスが、実用的に優れており、市場からも要求されている。

【0009】

特許文献1記載の実施例では、可視光透過率に対する日射透過率の割合が、従来に比べて十分低くはならないことが、本願発明者によって確認されている。特許文献1記載の製造方法によって作製される熱線反射ガラスは、近年における市場の要求をすべて満たすことはできない。特に東南アジア地域や赤道直下の日射が多く、また昼間の日差しが眩しく感じる地域では、可視光透過率が低い状態で、日射透過率も低いものが特に求められている。

【0010】

本願発明は、かかる課題を解決することを目的とする。すなわち、可視光透過率 $T_v$ が35%以下、かつ日射透過率 $T_e$ /可視光透過率 $T_v$ が1.0未満であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化しない、熱線反射ガラスを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0011】

上記課題を解決するために、本発明は、ガラス基板に、酸素遮断下地膜、窒化クロム膜及び酸素遮断保護膜がこの順に設けられ、

前記窒化クロム膜における、クロムに対する窒素の原子数の割合(窒素原子数/クロム原子数)が、20%~60%であることを特徴とする熱線反射ガラスを提供する。

【0012】

なお、前記酸素遮断下地膜および前記酸素遮断保護膜が、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、およびスズからなる群から選ばれる2種以上の元素の窒化物を主成分とする膜、であることが好ましい。

【0013】

また、JIS R 3106 (1998年)で定義される可視光透過率が35%以下であり、該可視光透過率とJIS R 3106 (1998年)で定義される日射透過率に対して、該可視光透過率と該日射透過率の比(日射透過率/可視光透過率)が1.0未満であることが好ましい。その際、500以上に加熱する処理が施されていることが好ましい。

【0014】

さらに、本発明は、ガラス基板に、酸素遮断下地膜、窒化クロム膜及び酸素遮断保護膜がこの順に設けられた熱線反射ガラスを製造する方法であって、

ガラス基板を成膜チャンバ内に導入し、前記チャンバ内を窒素含有雰囲気としてクロムターゲットをスパッタリングすることで、前記ガラス基板に、窒化クロム膜を設ける工程と、

前記スパッタリングの最中、前記チャンバ内に、窒素ガスを流入させるとともに、前記

10

20

30

40

50

窒素ガス以外の不活性ガスを流入させ、前記不活性ガスの流入量の比を、(不活性ガス：窒素ガス) = (70 : 30) ~ (90 : 10) の範囲に調整する工程と、  
を有することを特徴とする熱線反射ガラスの製造方法を提供する。

【0015】

さらに、前記スパッタリングに先がけて、前記ガラス基板に、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、スズからなる群から選ばれる2種以上の元素の窒化物を主成分とする膜、である酸素遮断下地膜を設ける工程と、

前記スパッタリングの後、前記窒化クロム膜の表面に、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、スズからなる群から選ばれる2種以上の元素の窒化物を主成分とする膜、とする酸素遮断保護膜を設ける工程と、を有することが好ましい。

10

【0016】

また、前記酸素遮断下地膜、前記窒化クロム膜、および前記酸素遮断保護膜を設けた後、500 以上に熱処理することが好ましい。

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、例えば、可視光透過率  $T_v$  が35%以下、かつ日射透過率  $T_e$  / 可視光透過率  $T_v$  が1.0未満であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化しない熱線反射ガラスを提供することができる。

20

いいかえると、可視透過率  $T_v$  が低く、ビルなどの室内に居る人物が感じる眩しさや、外から中が見え無いというプライバシー性が十分であり、かつ、日射透過率  $T_e$  / 可視光透過率  $T_v$  が1.0未満と低く、室内への熱の流入を防ぐという性能を同時に果たす、熱処理可能な熱線反射ガラスを提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明の熱線反射ガラスおよび熱線反射ガラスの製造方法について、添付の図面に示される好適実施例を基に詳細に説明する。

【0019】

まず、図1(a)および(b)を参照し、本発明の熱線反射ガラスについて概略の構成を説明する。図1(a)および(b)は、本発明の熱線反射ガラスについて説明する概略断面図であり、(a)と(b)とで、それぞれ異なる実施形態について示している。図1(a)および(b)では、それぞれ同様な構成の薄膜層については、同一符号で示している。図1(a)および(b)は、いずれも、近年要望が増えている、例えば、可視光透過率  $T_v$  が35%以下、かつ日射透過率  $T_e$  / 可視光透過率  $T_v$  が1.0未満であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化しない、熱線反射膜が窒化クロムからなる熱線反射ガラスの例である。図1(a)に示す熱線反射ガラス10、および図1(b)に示す熱線反射ガラス20は、いずれも、強化や曲げ加工のための熱処理が加えられていない状態を示すものとする。

30

【0020】

まず、図1(a)に示す実施形態について説明する。図1(a)に示す熱線反射ガラス10は、ガラス基板12の表面に、例えば窒化シリコン( $SiNx$  : xは数字を表す。詳細は後述する)からなる酸素遮断下地膜16が設けられており、この酸素遮断下地膜16の上層に、熱線反射用の窒化クロム( $CrNx$  : xは数字を表す。詳細は後述する)膜14が設けられている。さらに、熱線反射ガラス10では、熱線反射用の窒化クロム( $CrNx$ )膜14の上層に、例えば窒化シリコン( $SiNx$ )からなる酸素遮断保護膜18が設けられている。

40

【0021】

図1(a)に示す熱線反射ガラス10のガラス基板12は、例えば公知のフロート板ガラスであるソーダライムガラス(ソーダライムシリケートガラスとも言う)で、6mmの

50

厚さのガラス（以下、FL6という）である。なお、本発明において、ガラス基板12の種類は特に限定されず、ソーダライムガラス板、熱線吸収ガラス板など、各種のガラス板が使用でき、厚さも限定されない。

#### 【0022】

熱線反射ガラス10の、酸素遮断下地膜16および酸素遮断保護膜18は、主に、熱線反射用の窒化クロム膜14に酸素が進入することを防止するために設けられている。例えば、ガラス基板12の表面に窒化クロム膜14が直接形成されて、酸素遮断下地膜16および酸素遮断保護膜18がない状態では、曲げ加工時の雰囲気为非酸化性雰囲気に保つことなく、強化や曲げ加工のための熱処理（例えば500～700の加熱処理）を加えた場合、熱線反射用の窒化クロム膜14の光学的性質と熱的性質のバランスが崩れてしま

10

#### 【0023】

酸素遮断下地膜16が窒化シリコン(SiNx)からなる場合、この酸素遮断下地膜16は、例えば、スパッタ装置の真空チャンバ内に、清浄な表面のガラス基板12を配置し

20

#### 【0024】

酸素遮断保護膜18が窒化シリコン(SiNx)からなる場合、この酸素遮断保護膜18も、例えば、スパッタ装置の真空チャンバ内に、酸素遮断下地膜16と後述する窒化クロム膜14とが設けられた状態のガラス基板12を配置し、酸素遮断下地膜16と同様の

30

#### 【0025】

酸素遮断下地膜16および酸素遮断保護膜18は、熱処理を加えた際の、窒化クロム(CrNx)膜14への酸素の侵入を十分に防止することができる程度の膜厚に設定されてい

40

#### 【0026】

本実施形態では、酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜は、SiNxからなる膜として説明しているが、本発明において、酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜は、それぞれSiNxに限定されない。本発明において、酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜は、可視

50

光領域で透明な、非酸化物膜または完全には酸化されていない膜であって、かつ酸化されても可視光領域で透明な膜であることが必須である。酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜は、熱処理時に加熱された際に、酸素が窒化クロム膜へ進入するのを防ぎ、また、酸素遮断下地膜自身または酸素遮断保護膜自身が酸素を含んでいても、その酸素を窒化クロム膜へ放出することがない膜である。かかる酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜は、酸化されても屈折率が変化するだけで、吸収が生じず、透明である。このため、熱処理後の光学特性に大きな影響を与えない材料が好ましい。

【0027】

酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜の例としては、窒化物、ホウ窒化物、炭窒化物、ケイ窒化物のうち少なくとも一種を主成分とする膜がもっとも好ましい例として挙げられる。特に、ケイ素またはホウ素の窒化物を主成分とする膜、あるいは、ケイ素、ホウ素、アルミニウム、ジルコニウム、スズからなる群から選ばれる2種以上の窒化物を主成分とする膜、なかでも、ケイ窒化ジルコニウム膜、ケイ窒化スズ膜などが代表的な例として挙げられる。あるいは、上述の窒化物、ホウ窒化物、炭窒化物、ケイ窒化物等の部分酸化物を主成分とする膜でもよい。以上のうちで、窒化ケイ素、ケイ窒化ジルコニウムは、特に酸素バリア性能が良好である。ここで酸素バリア性とは、基板側から酸素遮断下地膜と通過してもしくは大気側から酸素遮断保護膜を通過して窒化クロム膜へ酸素が進入するのを防ぐ性能のことである。

10

【0028】

以上で述べた酸素遮断下地膜および酸素遮断保護膜としての窒化物膜等においては、窒化シリコンを $SiN_x$ として表現し、その際、 $x$ は数字として表現した。これは窒化物が化学量論的に最も一般的な割合で結合していなくても、可視光領域で透明であればよいことを意味する。例えば、窒化ケイ素の場合、 $Si_3N_4$ が一般的であるが、可視光領域で透明であるために、 $Si$ に対する $N$ の比(前記の $x$ に相当)が1.25以上であることが好ましい。

20

【0029】

熱線反射用の窒化クロム( $CrN_x$ 、 $x$ は数値で $0 < x < 1$ である)膜14は、窒化クロム膜中、クロム原子数に対する窒素原子数の割合が20%~60%であることを特徴としている。より好ましくは40%~60%である。ここでクロム原子数に対する窒素原子数の割合とは、(窒素原子数/クロム原子数) $\times$ 100%のことであり、(窒素原子数/クロム原子数) $=x$ であることを用いると、クロム原子数に対する窒素原子数の割合は、 $x \times 100\%$ とも表現できる。本実施形態の熱線反射ガラス10では、熱線反射用の窒化クロム( $CrN_x$ )膜14について、膜中のクロム原子数に対する窒素原子数の割合を20%~60%とすることで、可視光透過率が35%以下であり、かつ、可視光透過率に対する日射透過率の比が1.0未満である熱線反射ガラスを実現している。

30

【0030】

ここで、可視光透過率とは、JIS R 3106(1998年)にて定義される値をいう。また、日射透過率とはJIS R 3106(1998年)にて定義される値をいう。具体的に述べると、可視光透過率とは、対象物の分光透過率の値に、CIE昼光 $D_65$ のスペクトルとCIE明順応の比視感度の波長分布から得られる重係数(波長範囲380nm~780nmの範囲にわたって設定された係数)を乗じて加重平均することで求めることができる。また、日射透過率は、対象物の分光透過率、分光反射率の測定値及びそれから導かれる分光吸収率の値に、日射の標準スペクトル分布を示す重係数(波長範囲300nm~2100nmの範囲にわたって設定された係数)を乗じて加重平均することで求めることができる。なお、日射透過率の算出に用いる、日射の標準スペクトル分布を示す重係数は、波長範囲約1000nm~1300nmにおいて、他の波長範囲と比較して特に大きな値が設定されている。日射透過率とは、太陽光のうちの特に1000nm~1300nmの波長範囲、すなわち、いわゆる近赤外領域における熱線の透過率の程度を、よく表しているといえる。

40

【0031】

50

本実施形態の熱線反射ガラス10の熱線反射用の窒化クロム(CrNx)膜14は、以下に述べる方法によって作製することができる。例えば、スパッタ装置の真空チャンバ内に、酸素遮断下地膜16が設けられているガラス基板12を配置し、真空チャンバ内を、まず例えば $1.3 \times 10^{-3}$  Paになるまで排気する。次いで、窒素ガス(以下、窒素をN<sub>2</sub>とも記載する)を例えばガス流量20 sccmで、アルゴンガス(以下、アルゴンをArとも記載する)を例えばガス流量80 sccmで、真空チャンバ内に供給しつつ、真空チャンバ内の圧力を例えば $6.0 \times 10^{-1}$  Paに制御する。この制御状態で、DCパルス電源を用いて例えば電力2.00 kWを投入して、反応容器内にプラズマを生成し、クロムターゲットをスパッタターゲットして、反応性スパッタリングを行なうことで形成される。

10

ここでは、不活性ガスとしてArガス1種類を例にとったが、Arガス以外の不活性ガスでも良く、また、複数の種類の不活性ガスの組合せでもよい。

#### 【0032】

なお、N<sub>2</sub>ガスおよびArガスそれぞれの流量(単位時間あたりの流入量)は、チャンバと接続した、各ガスそれぞれのガス供給管に設けられたマスフローコントローラーによって調整される。各ガスの流量は、所定時間内にチャンバ内に流入する、各ガスそれぞれの規格化された体積(1 atm [大気圧1,013 hPa]、0 で規格化された体積)で表され、例えば、sccm (standard cc/min) 単位を用いて表すことができる。Arガス流量/N<sub>2</sub>ガス流量は、チャンバ内におけるArガス分圧/N<sub>2</sub>ガス分圧に相当し、チャンバ内におけるArガス原子数/N<sub>2</sub>ガス分子数に対応している。ここでは、ガス比の表示は、Arガス流量/N<sub>2</sub>ガス流量、もしくは、(Arガス:N<sub>2</sub>ガス)と表すこととした。

20

#### 【0033】

従来、反応性スパッタリングで窒化クロム膜を形成する際は、N<sub>2</sub>ガスを100%とし、クロムターゲットを用いて反応性スパッタリングを行うことが一般的であった。この理由は、窒化クロムにおいて膜の光学定数(屈折率、消衰係数)を安定させることが望まれるが、N<sub>2</sub>ガス比率(例えば、ArガスとN<sub>2</sub>ガスを混合する際のN<sub>2</sub>ガスの比率)を同じにしても、装置の影響(排気ポンプの位置、混合ガスの導入位置)、スパッタリング時の印加する電力等によって、窒化クロムの窒化度合い(xの値)が変化することがあり、その調整が必要であった。この調整を避けるために、N<sub>2</sub>100%のガスでスパッタリングすることが一般的であった。

30

#### 【0034】

本実施形態では、反応性スパッタリングによって窒化クロム(CrNx)膜14を作製する際、反応容器(真空チャンバ)内に流入させるN<sub>2</sub>ガスとArガスとの流量(単位時間あたりの流入量)の比を、(Arガス:N<sub>2</sub>ガス)=(70:30)~(90:10)とすることで、窒化クロム(CrNx)膜14中の、クロム原子数に対する窒素原子数の割合を20%~60%としている。より好ましくは、ArガスとN<sub>2</sub>ガスとの流量の比を(Arガス:N<sub>2</sub>ガス)=(70:30)~(80:20)である。その時膜内のクロム原子数に対する窒素原子数の割合は約40%~約60%となる。

#### 【0035】

上述のように、酸素遮断下地膜16および酸素遮断保護膜18は、熱処理を加えた際に窒化クロム(CrNx)膜14に進入する酸素を十分に防止することができる程度の膜厚に設定されている。このため、熱線反射ガラス10に、ガラスの強化処理や曲げ加工処理で加えられる一般的な熱処理(例えば、500~700に加熱する処理)を与えても、熱線反射ガラス10は光学特性が殆ど変化しない。また、窒化クロム膜14を熱線反射膜として構成された熱線反射ガラスは、外観も良好である。本願発明の一実施形態である、図1(a)に示す熱線反射ガラス10は、可視光透過率T<sub>v</sub>が35%以下、かつ日射透過率T<sub>e</sub>/可視光透過率T<sub>v</sub>が1.0未満、好ましくは0.9以下であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性(可視光透過率T<sub>v</sub>、日射透過率T<sub>e</sub>、透過色調(分光曲線の形))が殆ど変化しない、外観も良好な熱線反射ガラスである。

40

50

## 【0036】

図1(b)に示す熱線反射ガラス20は、本願発明の熱線反射ガラスの他の実施形態であり、図1(a)のもつ外観を必要以上に損ねることなく、酸素または他の不純物が、熱線反射用の窒化クロム膜14に進入することを防止するものである。図1(b)に示す熱線反射ガラス20は、図1(a)に示す熱線反射ガラスと比較して、酸素遮断下地膜16とガラス基板12との間に、例えば二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )からなる不純物遮断下地膜17が設けられていることを特徴とする。不純物遮断下地膜17は、例えば強化や曲げ加工のための熱処理を加えた際に、ガラス基板12から窒化クロム膜14に向かって進入してくる、ガラス基板12に含まれる各種不純物を遮断する。不純物遮断下地膜17の成膜方法としては、CVD(Chemical Vapor Deposition)法など、公知である各種方法が挙げられ、特に限定されない。

10

## 【0037】

フロート板ガラスであるガラス基板12は、二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )を主成分としているが、各種不純物も比較的多く含有している。ガラス基板12に含まれる不純物は、特に加熱処理を施した際に大きく移動するが、図1(b)に示す熱線反射ガラス基板20では、加熱処理を施した際も、不純物遮断下地膜17が例えばナトリウム(Na)などの不純物の移動を阻止し、不純物が窒化クロム膜14に到達することを防止する。不純物遮断下地膜17は、ガラス基板12の主成分である二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )と同じ成分からなる薄膜であり、屈折率等の光学特性がガラス基板12とほぼ同等で、熱線反射膜20の外観には特に影響を及ぼさない。なお、二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )は酸素原子を比較的多く含んでいるが、この酸素原子の移動は、酸素遮断下地膜16によって阻止されるため、不純物遮断下地膜17の酸素原子が窒化クロム膜14に到達することもない。図1(b)に示す熱線反射ガラス20も、可視光透過率 $T_v$ が35%以下、かつ日射透過率 $T_e$ /可視光透過率 $T_v$ が1.0未満であり、かつ、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化しない、外観も良好な熱線反射ガラスである。

20

## 【0038】

熱線反射ガラスの外観を必要以上に損ねることなく、ガラス基板12の不純物が窒化クロム膜14に到達することを防止するには、図1(b)の形態で熱線反射ガラスを構成することが好ましい。ガラス基板12に含まれる不純物について、特に考慮する必要がない場合など(ガラス基板12には、不純物がほとんど含まれていない場合など)、図1(a)に示す形態で熱線反射ガラスを構成するだけでも、強化や曲げ加工のための熱処理を加えた際に、窒化クロム( $\text{CrNx}$ )膜14の光学的性質と熱的性質のバランスは、崩れることがない。

30

## 【0039】

以下、本発明の熱線反射ガラスの一例である熱反ガラスについて、実施例および実験例に基いて説明する。

## 【実施例1】

## 【0040】

実施例1として、図1(a)に示す第1の実施形態に対応する熱線反射ガラスを作製した。具体的には、実施例1では、反応性スパッタリングによってガラス基板(FL6)に、窒化シリコン( $\text{SiNx}$ )からなる酸素遮断下地膜を形成し、酸素遮断下地膜の表面に積層して、反応性スパッタリングによって窒化クロム膜を形成した。さらに、窒化クロム膜の表面に積層して、窒化シリコンからなる酸素遮断保護膜を形成した。

40

## 【0041】

窒化シリコン( $\text{SiNx}$ )からなる酸素遮断下地膜、および酸素遮断保護膜を形成する際の条件は以下のとおりとした。

- ・スパッターターゲット; 130mm×430mmの大きさの多結晶Siターゲット、
- ・スパッタリング中の $\text{N}_2$ ガス流量; 100sccm、
- ・スパッタリング中のチャンバ内圧力;  $5.1 \times 10^{-1}$  Pa、
- ・プラズマ生成電力; DCパルス電源からの投入電力で2.0kW、

50

なお、ここで、 $SiNx$ とは、通常は $Si_3N_4$ であり、 $Si$ 、 $N$ の比が多少ずれた組成の材料まで含めて表すものとする。

【0042】

また、窒化クロム膜を形成する際の条件は以下のとおりとした。

- ・スパッターターゲット；130mm×430mmの大きさのクロムターゲット、
- ・スパッターリング中のArガス流量；80sccm、
- ・スパッターリング中の $N_2$ ガス流量；20sccm、
- ・スパッターリング中のチャンバ内圧力； $6.0 \times 10^{-1}$ Pa、
- ・プラズマ生成電力；DCパルス電源からの投入電力で2.00kW

【0043】

本実施例1の熱線反射ガラスは、窒化クロム膜を反応性スパッターリングによって作製する際、反応容器（真空チャンバ）内に流入させる、上述のArガス流量/ $N_2$ ガス流量を4.0としている。かかる条件で成膜した窒化クロム膜14は、クロム原子数に対する窒素原子数の割合（ $N/Cr$ ）は、約41%となっていた。

【0044】

なお、クロム原子に対する窒素原子の割合（ $N/Cr$ ）は、成膜した窒化クロム膜をXPS（X-ray Photoelectron Spectroscopy）を用いて求めた。本実施例1では、XPS装置として、PHI（Physical Electronics Inc）社製、Quantera SXM装置を用いた。この装置を用い、以下の測定条件で、クロム原子に対する窒素原子の割合（ $N/Cr$ ）を測定した。

- ・X線源（X-ray source）；Al monochromated、K $\alpha$ 、1486.7（eV）、25W、
- ・Detect angle；45（deg）、
- ・Pass energy；224.0（eV）、
- ・eV/step；0.4（eV）、
- ・Sputtering condition；Ar gas、2（kV）、 $3 \times 3$ （ $mm^2$ ）、3（min）

なお、上記Sputtering conditionは、表面の汚染層を取り除くために行う。

【0045】

本実施例1の、クロム原子に対する窒素原子の割合（ $N/Cr$ ）は、かかる測定で得られた放出光電子のスペクトルから、このXPS装置付属のソフトウェアを用い、クロム原子に対する窒素原子の割合（ $N/Cr$ ）を求めた値である。具体的には、Cr原子の2pピークに対応する565-600（eV）範囲のスペクトル量がCr量に対応し、窒素原子の1sピークに対応する392-407（eV）の範囲のスペクトル量がN量に対応するとみなし、 $N/Cr$ を計算した。

なお、XPS装置付属のソフトウェアの計算に際し、相対感度係数としてCr原子の2pピーク：0.860、窒素原子の1sピーク：0.499の係数を用い、XPS装置での測定値からクロム原子、窒素原子の量を求めた。

【0046】

なお、本実施例1では、窒化クロム膜の膜厚は21nmとし、また、酸素遮断下地膜は10nm、酸素遮断保護膜は20nmとした。各層の膜厚は、事前に触針型の膜厚測定器を用いて膜厚と成膜時間から成膜レートを求めておき、この成膜レートと成膜時間から推定した値である。この窒化クロム膜の膜厚（21nm）は、酸素遮断下地膜を10nm、酸素遮断保護膜を20nmとした状態で、可視光透過率 $T_v$ が約14.0%となるよう、予め設定された膜厚である。

【0047】

表1には、本実施例1の熱線反射ガラスについて、それぞれ上記JIS規格に規定される測定条件で、日射透過率 $T_e$ および可視光透過率 $T_v$ を計測した値と、日射透過率 $T_e$ /可視光透過率 $T_v$ とをまとめた表である。表1には、本実施例1の熱線反射ガラスに熱処理を加えた後の状態における、上記可視光透過率 $T_v$ 、および日射透過率 $T_e$ の計測

10

20

30

40

50

値と、日射透過率  $T_e$  / 可視光透過率  $T_v$  についても、併せて示している。なお、熱処理の条件としては、ガラスの強化処理や曲げ加工処理で加えられる一般的な熱条件 ( 500 ~ 700 ) に併せ、650 ( 炉内の雰囲気温度 ) 15 分間とした。

【0048】

【表1】

熱処理前	日射透過率 $T_e$	可視光透過率 $T_v$	$T_e/T_v$
	12.2	14.4	0.87
熱処理後	日射透過率 $T_e'$	可視光透過率 $T_v'$	$T_e'/T_v'$
	12.7	14.2	0.89

10

【0049】

表1に示すように、本実施例1の熱線反射ガラスは、強化や曲げ加工のための熱処理を加えても光学特性が殆ど変化していない。本実施例1の熱線反射ガラスは、熱処理を加える前であっても熱処理を加えた後であっても、近年需要が拡大している熱線反射ガラスに要求される特性、例えば、可視光透過率  $T_v$  が35%以下、かつ日射透過率  $T_e$  / 可視光透過率  $T_v$  が1.0未満の特性を満足する。

20

【実施例2】

【0050】

まず、窒化クロム膜 ( CrNx ) 単膜の光学性能を参考例として調べた。

図2は、本願発明者が行なった実験結果の一例であり、ガラス基板上にそれぞれ異なる成膜条件で窒化クロム膜 ( CrNx ) 単膜を作製して構成した、複数のサンプル  $A_1 \sim A_5$  それぞれの分光透過率のスペクトルを示している。複数のサンプル  $A_1 \sim A_5$  は、いずれも、清浄なガラス基板 ( FL6 ) の表面に、反応性スパッタリング法によって窒化クロム膜を作製したサンプルである。

【0051】

窒化クロム膜 ( CrNx ) 単膜のサンプル  $A_1 \sim A_5$  は、それぞれ、反応容器 ( 真空チャンバ ) 内にガラス基板を配置し、真空チャンバ内を  $N_2$  ガス含有雰囲気中に制御しつつ、クロム ( Cr ) ターゲットをスパッタターゲットとしてスパッタリングを行うことで、ガラス基板の表面に熱線反射用の窒化クロム膜を形成したサンプルである。各サンプル  $A_1 \sim A_5$  は、反応性スパッタリングの際に真空チャンバ内に供給される  $N_2$  ガスの流量に対する Ar ガスの流量の比  $r/N_2$  を変更したものである。図2のみならず、以降で説明する図3および図5においても、 $N_2$  ガスの流量に対する Ar ガスの流量の比を  $r/N_2$  で表している。

30

【0052】

複数のサンプル  $A_1 \sim A_5$  の作製において窒化クロム膜を形成する際、 $N_2$  ガスの流量に対する Ar ガスの流量の比以外の条件は、以下のとおりとした。

40

- ・スパッタターゲット；130mm x 430mmの大きさのクロムターゲット、
- ・スパッタリング中のガス総流量 ( Ar ガス流量 +  $N_2$  ガス流量 ) ；100 sccm、
- ・スパッタリング中のチャンバ内圧力； $6.0 \times 10^{-1}$  Pa、
- ・プラズマ生成電力；DCパルス電源からの投入電力で2.00kW

なお、各サンプル  $A_1 \sim A_5$  の窒化クロム膜の膜厚は、事前に求めた成膜レートと成膜時間で各サンプル  $A_1 \sim A_5$  の窒化クロム膜の膜厚を、いずれも約20nmになるように設定した。

【0053】

各サンプル  $A_1 \sim A_5$  をそれぞれを形成する際、Ar ガス流量 /  $N_2$  ガス流量は、図2に示すグラフ中に記される各値とした。サンプル  $A_1$  およびサンプル  $A_2$  は、従来例、す

50

なわち、ガス比 (Ar ガス : N<sub>2</sub> ガス) = (0 : 100) ~ (60 : 40) として、反応性スパッタリングを行なって作製したサンプルである (以降、ガス比を (Ar : N<sub>2</sub>) と表す)。

【0054】

表2は、サンプルA<sub>1</sub> ~ A<sub>5</sub>それぞれに対応する、窒化クロム成膜時のガス比と、クロム原子に対する窒素原子の原子数の割合 (N/Cr) についてまとめた表である。なお、表2には、また、図2に示すサンプルに加えて、新たなサンプルA<sub>6</sub>についても示している。サンプルA<sub>6</sub>は、Ar ガス流量 / N<sub>2</sub> ガス流量を (Ar : N<sub>2</sub>) = (100 : 0)、すなわち、N<sub>2</sub> ガスを一切流さずに窒化クロム膜を形成したサンプルである。表2、および表3に示すクロム原子に対する窒素原子の原子数の割合 (N/Cr) は、上記実施例1において説明した、XPS装置を用いた測定方法および条件と、同様の測定方法および条件を用いて求めた値である。

10

【0055】

【表2】

サンプル	成膜時のガス比 (Ar : N <sub>2</sub> )	クロム原子に対する窒素原子の原子数の割合 (N/Cr)
A <sub>1</sub>	(0 : 100)	—
A <sub>2</sub>	(60 : 40)	0.64
A <sub>3</sub>	(70 : 30)	0.54
A <sub>4</sub>	(80 : 20)	0.41
A <sub>5</sub>	(90 : 10)	0.20
A <sub>6</sub>	(100 : 0)	0.00

20

30

【0056】

図2に示すように、窒化クロム単膜の分光透過率のスペクトルは、各サンプルA<sub>2</sub> ~ A<sub>6</sub>でそれぞれで異なっている。分光透過率のスペクトルの傾向を具体的に見てみると、窒化クロム膜における、クロム原子に対する窒素原子の割合 (N/Cr) が小さくなるにつれ、サンプルA<sub>1</sub> ~ A<sub>5</sub>の順に、波長領域全体 (具体的には、300 nm ~ 2100 nm) にわたって分光透過率は低くなっている。

【0057】

次に実施例として、上記窒化クロム膜を窒化シリコン (SiN<sub>x</sub>) で挟みこんだ構成、つまり、反応性スパッタリングによってガラス基板 (FL6) に、窒化シリコン (SiN<sub>x</sub>) からなる酸素遮断下地膜 (10 nm) を形成し、酸素遮断下地膜の表面に積層して、反応性スパッタリングによってスパッタガス中のAr ガス流量 / N<sub>2</sub> ガス流量を変化させた窒化クロム膜 (20 nm) を形成した。さらに、窒化クロム膜の表面に積層して、窒化シリコンからなる酸素遮断保護膜 (20 nm) を形成した。

40

窒化シリコン (SiN<sub>x</sub>) からなる酸素遮断下地膜、および酸素遮断保護膜を形成する際の条件は以下のとおりとした。

- ・スパッタターゲット ; 130 mm x 430 mmの大きさの多結晶Siターゲット、
- ・スパッタリング中のN<sub>2</sub> ガス流量 ; 100 sccm、
- ・スパッタリング中のチャンバ内圧力 ; 5.1 x 10<sup>-1</sup> Pa、
- ・プラズマ生成電力 ; DCパルス電源からの投入電力で2.00 kW、

50

## 【0058】

Arガス流量/N<sub>2</sub>ガス流量を変化させた窒化クロム膜を窒化シリコン(SiNx)で挟みこんだ構成(サンプルB<sub>1</sub>~B<sub>6</sub>)の分光透過率を図3に示す。また、物性値を表3に示す。

比較例であるサンプルB<sub>1</sub>およびB<sub>2</sub>では、可視光領域における分光透過率に比べて、可視光領域よりも長波側における分光透過率が、全体的に大きくなっている。サンプルB<sub>1</sub>およびB<sub>2</sub>に対し、サンプルB<sub>3</sub>~B<sub>5</sub>では、可視光領域における分光透過率と、可視光領域よりも長波側分光透過率とが、全体的に見れば略同等の透過率となっている。ただし、長波長側の波長領域のうち特に近赤外領域(波長範囲約1000nm~1300nm)に注目すると、特にサンプルB<sub>3</sub>およびB<sub>4</sub>では、可視光領域における分光透過率に比べて、近赤外領域における分光透過率が顕著に低い。B<sub>6</sub>では可視透過率が部分が、近赤外領域部分より低くなっている。

なお、これらのサンプルB<sub>3</sub>~B<sub>5</sub>は、加熱処理後の光学特性の確認は行っていないが、B<sub>4</sub>サンプルはほぼ実施例1のサンプルと等しいために、B<sub>3</sub>~B<sub>5</sub>の加熱処理後の光学特性は実施例1と同様に光学特性(T<sub>e</sub>/T<sub>v</sub>)の変化がないと考えている。

## 【0059】

上述したとおり、上記JIS規格で定義される可視光透過率T<sub>v</sub>は、可視光領域(波長範囲380nm~780nm)における分光透過率の程度をよく反映し、同じくJIS規格で定義される日射透過率は、特に近赤外領域(波長範囲1000nm~1300nm)における分光透過率の程度をよく反映しているといえる。日射透過率T<sub>e</sub>/可視光透過率T<sub>v</sub>を求めた場合、比較例であるサンプルB<sub>1</sub>およびB<sub>2</sub>に対し、サンプルB<sub>3</sub>~B<sub>5</sub>の日射透過率T<sub>e</sub>/可視光透過率T<sub>v</sub>は比較的小さい値を示し、特に、サンプルB<sub>3</sub>およびサンプルB<sub>4</sub>において少なくとも1.0未満になる。

## 【表3】

サンプル	Ar/N <sub>2</sub> 比 (Ar:N <sub>2</sub> )	N/Cr	T <sub>e</sub>	T <sub>v</sub>	T <sub>e</sub> /T <sub>v</sub>	CrNx 膜厚
B <sub>1</sub>	(0:100)	-	23.2	22.3	1.04	
B <sub>2</sub>	(60:40)	0.64	21.2	21.6	0.98	20nm
B <sub>3</sub>	(70:30)	0.54	15.1	17.1	0.88	20nm
B <sub>4</sub>	(80:20)	0.41	12.9	14.8	0.87	20nm
B <sub>5</sub>	(90:10)	0.20	8.1	8.6	0.94	20nm
B <sub>6</sub>	(100:0)	0.00	10.4	9.5	1.09	20nm

## 【0060】

可視光透過率T<sub>v</sub>が一定(14%)になるような条件で、日射透過率T<sub>e</sub>/可視光透過率T<sub>v</sub>についてもとめたシミュレーションによる計算値を表4に示す。可視光透過率T<sub>v</sub>を一定(14%)にするためには窒化クロム膜の膜厚を変え、窒化シリコン(SiNx)からなる酸素遮断下地膜(10nm)、窒化シリコンからなる酸素遮断保護膜(20nm)の膜厚は固定した。

## 【0061】

表4に示すサンプルC<sub>1</sub>~C<sub>6</sub>は、図1(a)に示す熱線反射ガラス10と同様の構成の熱線反射ガラスを想定し、図2に示す分光透過率の実測値と、公知であるSiNx膜(酸素遮断下地膜と酸素遮断保護膜)の分光透過率と、公知であるガラス基板の分光透過率と、を用いて、上記JIS規格で規定される日射透過率T<sub>e</sub>および可視光透過率T<sub>v</sub>をそれぞれ計算したときの値を示す。なお、サンプルC<sub>4</sub>の計算値は、上記実施例1の実測した熱線反射ガラスと同じ膜厚、ガス比の条件のときのシミュレーション(計算)により求めた値である。

## 【0062】

10

20

30

40

【表 4】

サンプル	Ar/N <sub>2</sub> 比 (Ar:N <sub>2</sub> )	N/Cr	T <sub>e</sub> (計算)	T <sub>v</sub> (計算)	T <sub>e</sub> /T <sub>v</sub> (計算)	CrNx膜厚 (計算)
C <sub>1</sub>	(0:100)	-				
C <sub>2</sub>	(60:40)	0.64	14.0	14.0	1.00	31 nm
C <sub>3</sub>	(70:30)	0.54	12.4	14.0	0.89	24 nm
C <sub>4</sub>	(80:20)	0.41	12.7	14.0	0.89	21 nm
C <sub>5</sub>	(90:10)	0.20	12.9	14.0	0.92	14 nm
C <sub>6</sub>	(100:0)	0.00	14.2	14.0	1.01	16 nm

10

## 【0063】

表 3、表 4 の結果を図 4、図 5 に示す。図 4 では窒化クロム膜中の、クロム原子数に対する窒素原子数の割合 (N/Cr) が 20% ~ 60% (グラフ上の表示では、0.2 ~ 0.6) である場合、日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> は 0.95 以下になっている。またこの範囲では日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> の変動は少なく、クロム原子数に対する窒素原子数の割合 (N/Cr) の変動に対して日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> が安定であることがわかった。

20

また図 5 では、窒化クロム膜を反応性スパッタリングによって作製する際、N<sub>2</sub> ガスと Ar ガスとの流量 (単位時間あたりの流入量) の比を、(Ar:N<sub>2</sub>) = (70:30) ~ (90:10) のとき、日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> は 0.95 以下になっている。またこの範囲では日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> の変動は少なく、N<sub>2</sub> ガスと Ar ガスとの流量の変動に対して日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> が安定であることがわかった。

これらより、本発明でクロム原子数に対する窒素原子数の割合 (N/Cr) が 20% ~ 60% にすることにより、または、窒化クロム膜を (Ar:N<sub>2</sub>) = (70:30) ~ (90:10) で反応性スパッタリングすることにより、可視光透過率 T<sub>v</sub> が 35% 以下、かつ日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> が 1.0 未満の性能をもつ熱線反射ガラスを得ることができ、また窒化クロム膜の成膜の条件の変動に対して、日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> の変動が少なくできることがわかった。

30

## 【実施例 3】

## 【0064】

なお、図 6 には、ガス流量条件 (Ar:N<sub>2</sub>) = (80:20) で窒化クロム膜 (CrNx) の膜厚を変化させて成膜した、複数のサンプル D<sub>1</sub> ~ D<sub>5</sub> のそれぞれの、分光透過率のスペクトルを示している。サンプル D<sub>1</sub> ~ D<sub>5</sub> の各サンプルは、サンプル C<sub>4</sub> の成膜条件と、それぞれ窒化クロム膜 (CrNx) の膜厚のみが異なっている。すなわち、図 6 に示す各サンプル D<sub>1</sub> ~ D<sub>5</sub> は、いずれも、Ar ガス流量/N<sub>2</sub> ガス流量を (Ar:N<sub>2</sub>) = (80:20) に設定して作製され、窒化クロム膜における原子数の割合 (N/Cr) がいずれも 0.41 である。なお、図 6 のグラフに示す膜厚は、事前に調べた成膜レートを用い計測した値から事前に計算した成膜時間でおこなった。

40

## 【0065】

図 6 に示すように、窒化クロム膜における、クロム原子に対する窒素原子の割合 (N/Cr) がいずれもほぼ同等の場合、窒化クロム膜の膜厚が変わっても、分光透過率の大きな傾向は特に変化しない。窒化クロム膜において、日射透過率 T<sub>e</sub>/可視光透過率 T<sub>v</sub> は、窒化クロム膜におけるクロム原子に対する N<sub>2</sub> 原子の割合 (N/Cr)、ひいては、

50

反応性スパッタリングにおける Ar ガス流量 / N<sub>2</sub> ガス流量、によって決定づけられており、膜厚は寄与していない。逆にいえば、窒化クロム膜の膜厚を変化させるだけでも、分光透過率のスペクトルを全体的に低下させることができ、可視光透過率の絶対値や日射透過率の絶対値を低減させることができるが、窒化クロム膜の膜厚を変化させるだけでは、可視光透過率に対する日射透過率の比を調整することはできない。本願発明者は、このような知見を初めて見出し、本発明に至っている。

表 5 は、図 6 に示すの分光透過率の値から求めた物性値を示す。日射透過率 T<sub>e</sub> / 可視光透過率 T<sub>v</sub> は、窒化クロム膜の膜厚が変化しても同じである。サンプル D<sub>1</sub> ~ D<sub>5</sub> では、可視透過率 T<sub>v</sub> が約 10% ~ 約 20% の範囲で、ビルなどの室内に居る人物が感じる眩しさや、外から中が見え無いプライバシー性が十分であり、かつ、日射透過率 T<sub>e</sub> / 可視光透過率 T<sub>v</sub> が 0.87 と低く、室内への熱の流入を防ぐという効果がある。

【表 5】

サンプル	Ar : N <sub>2</sub> 比	N / Cr	CrNx膜厚	T <sub>e</sub>	T <sub>v</sub>	T <sub>e</sub> / T <sub>v</sub>
D <sub>1</sub>	80 : 20	0.41	16 nm	16.8	19.2	0.87
D <sub>2</sub>	↑	↑	18 nm	14.7	14.7	0.87
D <sub>3</sub>	↑	↑	20 nm	12.9	12.9	0.87
D <sub>4</sub>	↑	↑	22 nm	11.4	11.4	0.87
D <sub>5</sub>	↑	↑	24 nm	10.1	10.1	0.87

【0066】

本発明の熱線反射ガラスでは、ガラス基板に形成する層の構成は、上述の各実施形態に限定されるものではない。例えば、熱線反射用の窒化クロム膜に進入する酸素を、より高精度に防ぐために、図 1 に示す実施形態の最上層である酸素遮断保護膜の上層に、さらに第 2 の保護膜を設けてもよい。第 2 の保護膜としては、例えば、金属酸化物からなり、可視光領域において透明な膜であり、酸素バリア性の高いものが好ましい。具体的には、酸化スズ、酸化タンタル、酸化ニオブ、酸化チタン、酸化ケイ素、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛などが挙げられる。かかる第 2 の保護膜の厚さは、熱線反射ガラスが有すべき酸素遮断性能や光学特性などを考慮して決定すればよい。また、この第 2 の保護膜以外の層も、必要に応じて設けていても構わない。

【0067】

以上、本発明の熱線反射ガラス及び熱線反射ガラスの製造方法について詳細に説明したが、本発明は上記実施形態や実施例に限定されず、本発明の主旨を逸脱しない範囲において、種々の改良や変更をしてもよいのはもちろんである。

【図面の簡単な説明】

【0068】

【図 1】(a) および (b) は、本発明の熱線反射ガラスの異なる実施形態について説明する概略断面図である。

【図 2】ガラス基板上に、それぞれ異なる成膜条件で窒化クロム膜単膜の分光透過率のスペクトルを示す図である。

【図 3】ガラス基板上に、酸素遮断下地膜 / それぞれ異なる成膜条件で窒化クロム膜 / 酸素遮断保護膜を積層した分光透過率のスペクトルを示す図である。

【図 4】窒化クロム膜におけるクロム原子に対する N<sub>2</sub> 原子の割合 (N / Cr) と日射透過率 T<sub>e</sub> / 可視光透過率 T<sub>v</sub> との関係を示す図である。

【図 5】不活性ガス (Ar ガス) 流量 / N<sub>2</sub> ガス流量と日射透過率 T<sub>e</sub> / 可視光透過率 T<sub>v</sub> との関係を示す図である。

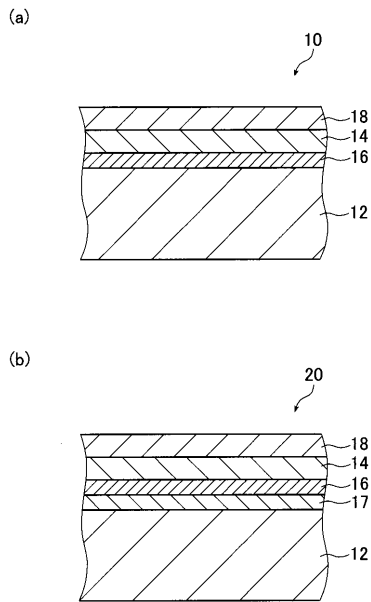
【図6】ガラス基板上に、酸素遮断下地膜/膜厚を変更した窒化クロム膜/酸素遮断保護膜を積層した分光透過率のスペクトルを示す図である。

【符号の説明】

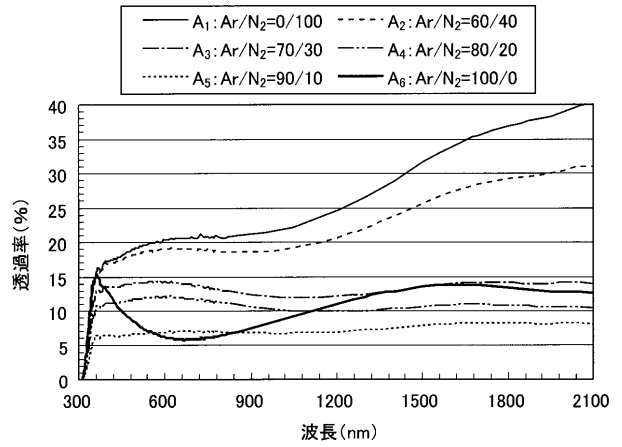
【0069】

- 10、20 熱線反射ガラス
- 12 ガラス基板
- 14 窒化クロム(CrNx)膜
- 16 酸素遮断下地膜
- 17 不純物遮断下地膜
- 18 酸素遮断保護膜

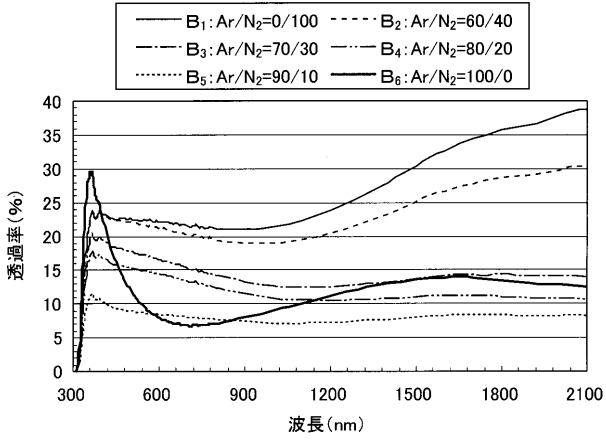
【図1】



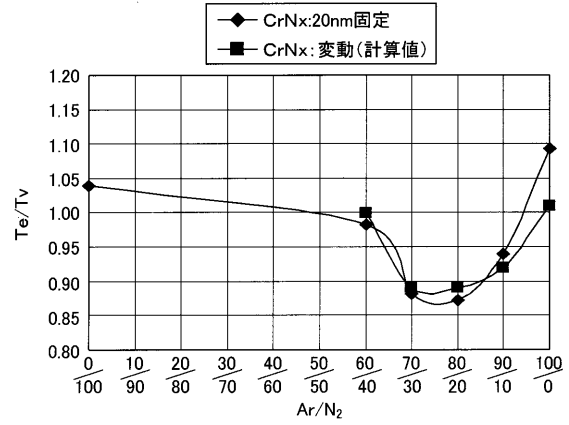
【図2】



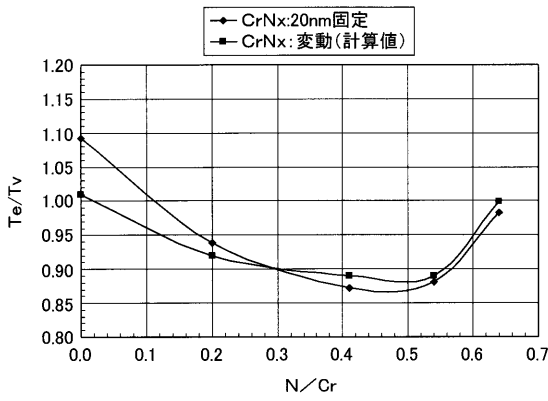
【 図 3 】



【 図 5 】



【 図 4 】



【 図 6 】

