



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (II) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 143100

(51) Int' Cl.³ C 03 C 17/245

(21) Patentsøknad nr. 780671
(22) Inngitt 27.02.78
(23) Løpedag 27.02.78

(41) Alment tilgjengelig fra 04.09.78
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 08.09.80
(30) Prioritet begjært 01.03.77, Storbritannia, nr. 8641/77

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for fremstilling av belagt glass.

(71)(73) Søker/Patenthaver
PILKINGTON BROTHERS LIMITED,
Prescot Road, St. Helens,
Merseyside WA10 3TT,
England.

(72) Oppfinner
MANFRED LANDAU,
Merseyside,
England.

(74) Fullmektig
Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for belegging av glass med et silisiumholdig belegg og er en forbedring i forhold til den fremgangsmåte som er omhandlet i norsk patentskrift 140 533 hvor det beskrives en fremgangsmåte omfattende å bevege glasset forbi en beleggingsstasjon mens temperaturen av glasset er minst 400°C idet en silanholdig gass tilføres til beleggingsstasjonen, gassen slippes ut nær den varme glassoverflate med et omtrent konstant trykk tvers over glassoverflaten inn i en varm sone hvori gassen oppvarmes, idet denne sone åpner seg mot og strekker seg tvers over glassoverflaten slik at silanet pyrolyserer og avsetter et silisiumholdig belegg på glassoverflaten, idet ikke-oksyderende betingelser opprettholdes i den nevnte varme sone. Det derved fremstilte glass har et omtrent ensartet silisiumbelegg og har gode egenskaper med hensyn til gjennomslipping av solskinn og har et tiltalende utseende.

Det er nå funnet at ved å tilsette en elektron-givende forbindelse til den silanholdige gass som slippes ut nær en varm glassoverflate, forbedres alkali-motstandsevnen av silisiumbelegget på glasset.

Det er kjent fra artikkelen "Reactions of Silane with Unsaturated Hydrocarbons" av David G. White og Eugene G. Rochow, Journal of the American Chemical Society, Bind 76, sidene 3887 til 3902, at under fremsilling av alkylsilaner ved reaksjon

i et oppvarmet rør i løpet av en 3 timers periode mellom et silan og etylen eller acetylen, avsettes et tynt lag av silisium på innsiden av det oppvarmede rør hvorigjennom de gassformede reaksjonskomponenter ble sirkulert. Det er et hovedformål for den foreliggende oppfinnelse å utnytte den erkjennelse at nærvær av en elektron-givende forbindelse meddeler alkali-motstandsevne til et silisiumbelegg på glass.

Oppfinnelsen vedrører således en fremgangsmåte for belegging av glass med et silisiumholdig belegg som inneholder oksygen, hvor belegget har en brytningsindeks i området 2,5 - 3,5 og høy alkalimotstandsevne og glasset beveges forbi en beleggingsstasjon mens temperaturen av glasset er minst 400°C og silanholdig gass slippes ut nær glassoverflaten ved et omtrent konstant trykk tvers over glassoverflaten og ved nærvær av oksygen i en mengde mindre enn den som er nødvendig for å danne SiO_2 , idet silanet pyrolyseres og et belegg avsettes på glassoverflaten, og det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er at den silanholdige gass omfatter en andel av en gassformet elektrongivende forbindelse som meddeler den nevnte alkalimotstandsevne.

Disse og andre trekk ved oppfinnelsen fremgår av kravene.

Alkalimotstandsevnen av silisiumbelegget bestemmes på en måte som skal beskrives senere, ved å fastslå den tid silisiumbelegget motstår angrep av en sterk alkalisk løsning uten synlig skade. Fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er nyttig for behandling av mange kommersielt fremstilte glassprodukter i forskjellige former som kan beveges forbi en beleggingsstasjon, f.eks. vindusglass, optisk glass og glassfibre. Slike glass-typer, som vanligvis inneholder oksyder av i det minste to elementer og som vanligvis er bly-silikatglass, alkalimetall-silikatglass og jordalkalimetall-silikatglass, spesielt sodakalk-kvarts glass. I noen tilfeller, i avhengighet av alkalimotstandsevnen av glasset og mengden av elektrongivende forbindelse som anvendes, kan alkalimotstandsevnen av den belagte overflate fremstilt ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen være større enn for glasssubstratet.

Elektron-givende forbindelser som anvendes for å modellere alkali-motstandsevnen til silisiumbelegget inneholder i deres elektroniske struktur enten i form av bindinger eller som uparrede elektroner, elektroner som kan avgis inn i den elektroniske struktur av passende akseptor-molekyler eller atomer. Den elektron-givende forbindelse kan være et olefin.

Den silanholdige gass omfatter foretrukket nitrogen som bærer-gass og opptil 6 volumprosent av en gassformet elektron-givende forbindelse.

Spesielt egnede elektron-givende forbindelser er olefiner, spesielt etylen.

Den silanholdige gass kan omfatte monosilan i nitrogen som bærer-gass og opptil 6 volumprosent av et gassformet olefin.

Forholdet mellom elektrongivende forbindelse til silan i gassen kan være i området 0,1 til 2,0 og foretrukket er dette forhold i området 0,2 til 0,5. Mengdeforhold utenfor disse grenser kan være fordelaktige i noen tilfeller.

Den silanholdige gass kan videre omfatte 1 til 7 volumprosent monosilan, 0,5 til 6 volumprosent etylen og eventuelt en mengde hydrogen, idet resten er nitrogen.

Metoden kan således utøves med silanholdig gass inneholdende 0,3 til 7 volumprosent monosilan, 0,2 til 6 volumprosent gassformet elektrongivende forbindelse, og eventuelt en andel av hydrogen, idet resten er nitrogen.

Når hydrogen er tilstede kan den silanholdige gass omfatte opptil 10 volumprosent hydrogen, men en større mengdeandel hydrogen kan også anvendes.

Den elektrongivende forbindelse kan være et acetylenhydrokarbon, f.eks. acetylen, eller kan være et aromatisk hydrokarbon som f.eks. benzen, toluen eller xylene.

143100

Den elektrongivende forbindelse kan være ammoniakk.

Glass fremstilt ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen, belagt med et reflekterende silisiumbelegg, er karakteristisk ved at belegget har en brytningsindeks i området 2,5 til 3,5, og en alkalimotstandsevne slik at belegget ikke viser noe tegn på skade ved betraktning med det blotte øye etter neddykking i en normal natriumhydroksyd ved 90°C i minst 60 sekunder. Foretrukket viser belegget ikke noe tegn på skade etter minst 5 minutter.

Belegget er foretrukket slik at 30% av lyset fra C.I.E. Illuminant C lyskilde som faller inn på den belagte side av glasset reflekteres.

Brytningsindeksen for belegget kan være i området 2,8 til 3,4 og glasset kan være et soda-kalk-kvarts glass.

For at oppfinnelsen skal lettere forstås skal noen eksempler på belegging av glass, f.eks. plant glass med en soda-kalk-kvarts-sammensetning, med et silisiumholdig belegg, beskrives.

Glasssubstratet som skal belegges med et silisiumholdig belegg er et standard kommersielt farvetonet, sollys-kontrollerende soda-kalk-kvarts glass, inneholdende små mengder av selen og koboltoksyd som fargende bestanddeler, av den type som fremstilles i bønnform på et bad av smeltet metall. Glasset belegges mens det befinner seg ved en temperatur på minst 400°C og føres fremover forbi en beleggingsstasjon på den måte som er beskrevet i den ovennevnte patentansøkning som heri bare nevnes som referanse.

Når glasset belegges når det frembringes på et bad av smeltet metall, kan belegget påføres inne i og nær utløpsenden av tankstrukturen som inneholder badet av smeltet metall langs hvilket glasset beveges fremover i bønnform. I området ved utløpsenden av badet hvor beleggingen finner sted er temperaturen av glasset i området 600°C til 650°C.

Alternativt kan beleggingen gjennomføres på et glassbånd mens dette føres fremover gjennom en kjøleovn, idet gassfordeleren befinner seg i kjøleovnen hvori glass-temperaturen er i området 400°C til 750°C . Det glass som belegges kan være glass fremstilt ved hjelp av en valseprosess eller ved hjelp av en loddrett trekkeprosess. Oppfinnelsen er spesielt egnet for belegging av plant glass inklusive trådglass, i ark eller baneform, støpte glassgjenstander og glassfibre.

For å oppnå en brukbar hastighet på silanspaltingen bør glasset befinne seg ved en temperatur på minst 400°C og i området 400°C til 850°C foretrukket i området 500° til 850°C . For å unngå uønskede sidereaksjoner, f.eks. reaksjoner som resulterer i dannelsen av silisiumkarbid, er det ønskelig å unngå glass-temperaturer over 850°C . I noen tilfeller kan en lavere maksimaltemperaturgrense være bestemt ut fra mykheten av glassoverflaten.

For å illustrere oppfinnelsen ble det gjennomført forsøk med belegging av plant, farvetonet sollys-kontrollerende soda-kalk-kvarts-glass under anvendelse av forskjellige mengdeandeler av etylen (C_2H_4) i en silanholdig gass bestående av 5 volumprosent monosilan (SiH_4) i nitrogen som bærergass. De oppnådde resultater er vist i tabellene I og II.

143100

TABELL 1

Prøve	Gass-strøm (liter/minutt)		Volumprosent gass			$C_2H_4:SiH_4$ forhold
	C_2H_4	5% SiH_4/N_2	C_2H_4	SiH_4	N_2	
1	0	45	0	5	95	0
2	0.5	45	1.1	5	93.9	0.22:1
3	0.5	55	0.9	5	94.1	0.18:1
4	0.5	60	0.8	5	94.2	0.17:1
5	1	45	2.2	4.9	92.9	0.44:1
6	1	55	1.8	4.9	93.3	0.36:1
7	1	60	1.6	4.9	93.5	0.33:1
8	1.75	45	3.7	4.8	91.5	0.78:1
9	2	55	3.5	4.8	91.7	0.73:1
10	2	60	3.2	4.8	92	0.67:1
11	3.3	55	5.7	4.7	89.7	1.20:1
12	3.3	60	5.2	4.7	90.1	1.10:1

TABELL 1 fortsatt

Prøve	R max (%)	λ R max (nm)	Brytningsindeks	Beleggetykkelse (nm)	Alkali-motstandsevne
1	58.7	430	3.35	32.1	18 s
2	45.8	425	2.80	37.9	1h 5 min
3	52.9	450	3.10	36.3	1h
4	54.3	475	3.15	37.7	1h
5	44.6	475	2.75	43.2	2h 20 min
6	51.0	455	3.00	37.9	1h 30 min
7	52.4	470	3.05	38.5	2h 45 min
8	37.2	405	2.50	40.5	3h
9	40.1	420	2.60	40.4	3h
10	42.3	415	2.65	39.2	3h 30 min
11	35.3	405	2.45	41.3	5h 30 min
12	35.7	405	2.45	41.3	7h 20 min

143100

I tabellen:

$R_{\max}$ er maksimal lysrefleksjon uttrykt som prosent andel av innfallende lys;

$\lambda_{R_{\max}}$ er den bølgelengde ved hvilken lysrefleksjon fra belegget er et maksimum;

Brytningsindeksen av glasset er kjent slik at brytningsindeksen for belegget kan bestemmes ved å anvende en standard lyskilde. Beleggetykkelsen kan bestemmes fra optiske tykkelsesmålinger på kjent måte.

Alle de optiske målinger som er referert i beskrivelsen ble foretatt på kjent måte med den belagte overflate av glasset mot lyskilden som var en C.I.E. illuminant C lyskilde.

Tabell I viser at silisiumbelegget fremstilt på glasset i prøvene 2 til 12 med en mengdeandel av etylen i gassen hadde en forbedret alkalimotstandsevne i sammenlikning med det belagte glass fra forsøk 1, kontrollforsøket, fremstilt uten tilsetning av etylen til den silanholdige gass. Små variasjoner i mengdeandelen av tilstedeværende etylen syntes bare å bremse små endringer i de optiske egenskaper som ble meddelt glasset av det silisiumholdige belegg.

Resultatene viser at med et lite forhold mellom etylen og monosilan som i forsøkene 2, 3 og 4 er der ingen vesentlig endring i de optiske egenskaper men en overraskende økning i motstandsevnen av det silisiumholdige belegg mot alkaliangrep, ved at synelig bevis på angrep ikke viste seg før glasset hadde vært i kontakt med en normal natriumhydrosyd i minst 1 time.

De optiske egenskaper av silisiumholdig belegg i forsøk 1, 2, 4, 5 og 12 ble målt. Ved målingene ble det foretatt kompensasjon for farvetoning i glasssubstatet ved å sammenlikne belagte og ikke-belagte prøver av det farvetonende glass-substat.

For dette ble det farvetonede substrat erstattet med 6 mm tykt klart plant glass. Resultatene som er vist i tabell II er de optiske egenskaper av prøver av 6 mm klart soda-kalk-kvarts glass fremstilt på et smeltet metallbad og som bærer ekvivalente belegg med dem som er fremstilt på et farvetonet glass-substrat som beskrevet med henvisning til tabell I.

TABELL II

Belegg i prøve nr.	$C_2H_4:SiH_4$ förhold %	Lys trans- misjon %	Lys reflek- sjon %	Direkte sol- varme trans- misjon %
1	0	31	54	43
2	0,22	43	41	51
4	0,17	32	52	43
5	0,44	41	43	49
10	0,67	47	36	53
12	1,10	57	29	59

Belegg i prøve nr.	Solvarme- refleksjon %	Solvarme- absorpsjon %	Total solvarme- transmisjon %
1	38	19	49
2	28	21	58
4	37	20	49
5	30	21	56
10	25	22	60
12	20	21	66

Når forholdet mellom etylen og silan i gassen er mindre enn 0,1 er der ingen vesentlig endring i egenskapene av det belagte glass i sammenlikning med prøve 1 fremstilt uten noe etylen i den silanholdige gass. Når mengden av etylen økes er der en stadig økning i alkalimotstandsevnen målt som tidsforløpet før synlig angrep vises opptil en tid på minst 5h 50 m når forholdet mellom etylen og silan er 1,2:1. Den forholdsvis store mengde av etylen til silan førte generelt til en reduksjon i brytningsindeksen av silisiumbelegget og en derav følgende endring i de optiske egenskaper av det belagt glass. Ved å styre strømmen av etylen i forhold til strømmen av silan i nitrogen var det mulig å oppnå forut bestemt optiske egenskaper, spesielt en høy refleksjonsevne, mens det ble oppnådd fordel med høy alkali-motstandsevne ved nærværet av etylen i den silanholdige gass.

Ved klimaforsøk hvor det belagte glass ble utsatt for en fuktig atmosfære besto det silisiumholdige belegg i prøve I, kontrollprøven, innvirkning i omtrent 10 døgn. Der var ingen synlig endring i silisiumbelegget i prøvene 2 til 12 etter 6 ukers testperiode. Testen ble gjennomført med serier på 5 belagte ark, hver kvadrater med sidekant 300 mm separert ved hjelp av partikkelformet mellomliggende material og anbragt i et klimaskap hvori temperaturen ble holdt ved 60°C og relativ fuktighet ved 95% til 100%. Silisiumholdige belegg fremstilt ved hjelp av fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen under anvendelse av etylen ble undersøkt og sammenlignet med silisiumbelegg fremstilt i fravær av en elektrongivende forbindelse. Det mest bemerkelsesverdige trekk er en klar stigning i oksygeninnholdet av belegget, dvs. et fall i forholdet i silisium : oksygen, som skriver seg fra bruken av en elektrongivende forbindelse. Kilden for oksygenet er ikke kjent. Det antas at oksygenet kan skrive seg fra gassblandingen som kan inneholde noen deler per million av oksygen, eller fra glasset, eller fra atmosfæren i kontakt med det varme glass etter beleggingen. I det minste noe av oksygenet i belegget fremstilt i samsvar med oppfinnelsen antas å være til stede i en forskjellig form fra eventuelt oksygen til stede i beleggene fremstilt i fravær av en elektron-givende forbindelse.

Dette oksygen er tydensynlig ansvarlig for en endring i toppposisjonene og intensitetene av silisium-elektronene som iakttatt ved hjelp av ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis). Når det for eksempel anvendes en høy mengdeandel etylen iakttas klart hovedtoppen (2p) ved 102,0 eV sammenliknet med topper 103.3eV og 99.4eV som tilskrives silisiummetall henholdsvis oksydert silisium (Se C.D. Wagner, Faraday Discussions of the Chemical Society 60, 1975, 296).

Alkalimotstandsevnen av belegget synes å være forbundet med den høye mengdeandel av oksygen i belegget som i likhet med alkalimotstandsevnen synes å øke med økningen i forholdet mellom elektrongivende forbindelse til silan i gassen.

Analyse viste at ioner som f.eks. natrium, kalsium og magnesium kan være til stede i belegget og deres fordeling i glassoverflaten og belegget avhenger av forholdet etylen:silan, og endringer i fordelingene viser tilbake på endringer i fordeling og tilstand av oksygen i belegget.

Når etyleninnholdet i den silanholdige gass økes ble brytningsindeksen av belegget gradvis redusert. Følgelig var det en gradvis nedsettelse både i lysrefleksjon og solvarmerefleksjon. Dette var ikke fulgt av noen særlig økning i optisk absorpsjon av silisiumbeleggene slik at enhver reduksjon i refleksjonen ble oppveiet av en økning i transmisjon av lys og solvarme. Endringen i brytningsindeks foregikk uten noen vesentlig endring i tykkelsen av belegget som illustrert i tabell I.

Ved en ytterligere forsøksrekke ble klart soda-kalk-kvartsglass fremstilt på et bad av smeltet metall og ble belagt med et silisiumholdig belegg ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen, idet dette belegg viste seg å være overraskende motstandsdyktig overfor alkaliangrep.

Glasset ble belagt når utløpsenden av tankstrukturen inneholdende det smeltede metallbad, hvori glasstemperaturen var i området 600°C til 650°C og resultatene som ble oppnådd er vist i tabellene III og IV.

TABELL III

Prøve	Total gass- strøm (liter/ min)	GAS volumprosent				$C_2H_4:SiH_4$ forhold	λ R max (nm)	Bryt- nings- indeks	Belegg- tykk- else (nm)	Alkali- mot- stands- evne
		C_2H_4	SiH_4	N_2	H_2					
15	140	0	4.6	92	3.4	0	400	3.36	30.0	18 s
16	160	0.6	5.2	91.6	2.6	0.11	455	3.18	35.8	45 s
17	180	1.1	6.0	91.5	1.4	0.18	460	3.29	35.0	5 min
18	180	1.1	5.4	91.4	2.1	0.20	-	-	-	5 min 30 s
19	180	2	6.9	91.1	0	0.29	480	3.23	37.2	30 min

Noen optiske egenskaper av disse prøver er angitt i tabell IV.

TABELL IV

Prøve	Lysrefleksjon %	Lystransmisjon %
15	51,5	32,0
16	51,8	29,1
17	54,3	27,2
18	-	-
19	54,9	27,0

Manglende angivelse i tabellene III og IV indikerer at verdien ikke ble målt under forsøkene.

Det ble overraskende funnet at når det anvendes etylen for å forbedre alkalimotstandsevnen av silisiumbelegg fremstilt på plant glass understøttet på et bad av smeltet metall, hadde etylengassen den virkning at den utjevnet de tilsynelatende ujevnheter i belegget som skrev seg fra avsetning av små metallholdige partikler på glassoverflaten.

Liknende forsøk ble gjennomført med valset plant glass med sammensetning soda-kalk-kvarts ved en temperatur på 600°C og resultatene, som angitt i tabell IV viser en liknende variighet av silisiumbelegget når det utsettes for alkali-motstandstesten ved kontakt med en normal NaOH ved 90°C. Strømningshastighetene av etylen og silan i bærer-gassen ble innstilt til å frembringe i brut bestemte optiske egenskaper ved å variere forholdet etylen:silan for derved å bestemme brytningsindeksen av belegget.

TABELL V

Forsøk	$C_2H_2:SiH_4$ forhold	Brytnings- indeks	Belegg- tykkelse (nm)	Lystrans- misjon %	Lysreflek- sjon %	Alkali motstands- evne
20	0	3,15	32,5	31,9	48,1	18 s
21	0,33	3,09	33,2	31,2	47,0	7 min
22	0,36	3,07	34,6	30,0	47,9	20 min
23	0,45	2,78	36,4	40,8	38,7	50 min

Andre silaner som spaltes på varmt glass kan anvendes ved gjennomføring av oppfinnelsen, f.eks. høyere silaner som f.eks. disilan eller trisilan, eller substituerte silaner som f.eks. klorsilaner som vanligvis anvendes i nærvær av hydrogen.

Visse resultater viser at når etylen anvendes som elektron-givende forbindelse er det foretrukket at forholdet mellom etylen og silan i gassen er i området 0,1 til 2,0. Mer spesielt er forholdet mellom etylen og silan i gassen foretrukket 0,2 til 0,5.

Den gassblanding som foretrekkes anvendt i disse forsøk viste seg å være en silisiumholdig gass omfattende 1 volumprosent til 7 volumprosent monosilan (SiH_4), 0,5 til 6 volumprosent etylen (C_2H_4) og eventuelt hydrogen (H_2) idet resten var nitrogen (N_2).

Brytningsindeksen av de reflekterende, alkalibestandige belegg som var fremstilt ble funnet å være i området 2,5 til 3,5, mer spesielt $3,1 \pm 0,3$.

Andre elektrongivende forbindelser ble anvendt som en bestanddel av den silisiumholdige gass. Andre olefiner som kan anvendes er butadien (C_4H_6) og penten (C_5H_{10}).

Den elektrongivende forbindelse kan være et acetylenisk hydrokarbon. Acetylen ble anvendt som en bestanddel av gassen. Videre kan et aromatisk hydrokarbon anvendes som den elektrongivende bestanddel i gassen, f.eks. benzen, (C_6H_6), toluen ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$), eller xylen ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$).

Andre tilsetningsmidler til den silanholdige gass som er funnet å være effektive som en elektrongivende forbindelse som meddeler alkalimotstandsevne til beleggene er olefiniske derivater som f.eks. difluoretylen ($\text{C}_2\text{H}_2\text{F}_2$) og ammoniakk (NH_3).

Noen eksempler på bruken av disse andre elektrongivende forbindelser er angitt i tabell IV. Alle de fremstilte belegg hadde alkalimotstandsevne som kunne sammenliknes med belegg frem-

143100

stilt som beskrevet ovenfor med etylen som elektron-giver.

TABELL VI

Elektron-giver	Temp °C	Gass Volumprosent				$\frac{\text{Giver}}{\text{SiH}_4}$ - forhold
		Giver	SiH ₄	N ₂	H ₂	
Acetylen C ₂ H ₂	605	0,4	0,33	90,27	9	1,2:1
Butadien C ₄ H ₆	580	0,24	0,32	90,44	9	0,75:1
Ammoniakk NH ₃	680	1,3	0,3	89,4	9	4,5:1
Ammoniakk NH ₃	620	0,7	0,63	89,67	9	1,1:1
difluor etylen C ₂ H ₂ F ₂	605	0,55	0,63	89,82	9	0,85:1
benzen C ₆ H ₆	612	0,32	0,64	90,04	9	0,5:1

Det er mest fordelaktig å anvende en forbindelse som er gassformet ved vanlig temperatur slik at det foretrekkes å anvende en olefinisk eller acetylenisk forbindelse inneholdende 2-5 karbonatomer, selvom forbindelser som inneholder mer enn 5 karbonatomer kan anvendes bare de er gassformet under spaltings temperaturen for silanet.

Oppfinnelsen kan også anvendes for belegging av et hvilket som helst alkalimetall-silikatglass eller jordalkalimetall-silikatglass.

I et ytterligere forsøk ble et borsilikatglass-substrat oppvarmet til 600°C og en gassformet blanding inneholdende en volumprosent monosilan, 1,25 volumprosent etylen, 10 volumprosent hydrogen og 87,75 volumprosent nitrogen ble ført ut på glassoverflaten. Det ble oppnådd et reflekterende silisiumbelegg som ved neddykking i over 3 timer i en normal natriumhydroksydløsning ved 90°C ikke viste noe synlig tegn på angrep.

Det er også funnet at bruk av et forhold mellom etylen og silan på mer enn 2,5, f.eks. et forhold på 5, resulterer i dannelse på glasset av et alkalibestandig silisiumbelegg med meget god abrasjons-motstand. Slike belegg har ikke den høye refleksjonsevne overfor synlig lys som oppnådd ved de forsøk som er beskrevet ovenfor, og kan endog synes transparent for synlig lys.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte for belegging av glass med et silisiumholdig belegg som inneholder oksygen, hvor belegget har en brytningsindeks i området 2,5 - 3,5 og høy alkalimotstandsevne og glasset beveges forbi en beleggingsstasjon mens temperaturen av glasset er minst 400°C og silanholdig gass slippes ut nær glassoverflaten ved et omtrent konstant trykk tvers over glassoverflaten og ved nærvær av oksygen i en mengde mindre enn den som er nødvendig for å danne SiO_2 , idet silanet pyrolyseres og et belegg avsettes på glassoverflaten, k a r a k t e r i s e r t v e d at den silanholdige gass omfatter en andel av en gassformet elektrongivende forbindelse som meddeler den nevnte alkalimotstandsevne.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes silanholdig gass omfattende nitrogen som bærergass og opptil 6 volumprosent av en gassformet elektrongivende forbindelse.

143100

18

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes silan-
holdig gass omfattende monosilan i nitrogen som bærerergass
og opptil 6 volumprosent av et gassformet olefin, foretrukket
etylen.

4. Fremgangsmåte som angitt i krav 3,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det som olefin anvendes
etylen og at forholdet mellom etylen og silan i gassen holdes
i området 0,1 til 2,0, foretrukket i området 0,2 til 0,5.

5. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det som elektrongivende
forbindelse anvendes et acetylenisk hydrokarbon, foretrukket
acetylen, eller et aromatisk hydrokarbon, foretrukket benzen
eller ammoniakk.