

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3961582号
(P3961582)

(45) 発行日 平成19年8月22日(2007.8.22)

(24) 登録日 平成19年5月25日(2007.5.25)

(51) Int. Cl.	F I
B 3 2 B 9/00 (2006.01)	B 3 2 B 9/00 A
B 3 2 B 7/02 (2006.01)	B 3 2 B 7/02 1 O 4
B 3 2 B 17/06 (2006.01)	B 3 2 B 17/06
B 6 0 J 1/00 (2006.01)	B 6 0 J 1/00 H
C 0 3 C 17/36 (2006.01)	C 0 3 C 17/36

請求項の数 11 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平7-277765	(73) 特許権者	500374146
(22) 出願日	平成7年10月25日(1995.10.25)		サンーゴバン グラス フランス
(65) 公開番号	特開平8-207203		フランス国, エフー92400 クールブ
(43) 公開日	平成8年8月13日(1996.8.13)		ボワ, アベニュー ダルザス, 18
審査請求日	平成14年10月21日(2002.10.21)	(74) 代理人	100077517
(31) 優先権主張番号	9412748		弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成6年10月25日(1994.10.25)	(74) 代理人	100086276
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		弁理士 吉田 維夫
		(74) 代理人	100088269
			弁理士 戸田 利雄
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也
		(72) 発明者	ビエール ショーサドゥ
			フランス国, 45600 シュリー スユ
			ール ローワール, リュ ボルテール, 21
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 銀層積重体を備えた透明基材

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

3つの誘電体層(2、4、6)と交互になった2つの銀層(3、5)を含む薄い多重層を有する透明基材(1)であり、当該2つの銀層以外に銀層が存在せず、当該基材に近い銀層(3)がもう1つの銀層(5)よりも薄くなっている基材であって、上記誘電体層が硫化亜鉛でできていることを特徴とする透明基材。

【請求項 2】

中間の誘電体層(4)の厚みがその他2つの誘電体層(2、6)の厚みの和の1.1倍以上であることを特徴とする、請求項1記載の基材。

【請求項 3】

第1の誘電体層(2)と第3の誘電体層(6)の厚みがほぼ等しいことを特徴とする、請求項2記載の基材。

【請求項 4】

第1及び第3の層のほぼ等しい厚みがおよそ28nmであることを特徴とする、請求の範囲第3項に記載の基材。

【請求項 5】

第IV族、第V族又は第VIII族の金属のうちの1つ、それらの合金のうちの1つ、又は同じ金属もしくは合金の酸化物でできた層を、当該基材の表面に含むことを特徴とする、請求項1から4までのいずれか1つに記載の基材。

【請求項 6】

10

20

熱可塑性フィルム（７）を用いて第２の透明基材（８）と組合わされていることを特徴とする、請求項１から５までのいずれか１つに記載の基材。

【請求項７】

第Ⅳ族、第Ⅴ族又は第Ⅷ族の金属の１つ、その合金の１つ、又は同じ金属もしくは合金の酸化物でできた表層を含んでいることを特徴とする、請求項６記載の基材。

【請求項８】

前記表層がチタンを基礎材料とする及び／又は酸化チタンを基礎材料とするものであることを特徴とする、請求項７記載の基材。

【請求項９】

前記層が真空熱蒸着技術で被着されていることを特徴とする、請求項１から８までのいずれか１つに記載の基材。 10

【請求項１０】

車両用のガラス（g l a z i n g）の製造に使用される、請求項５～９までのいずれか１つに記載の基材。

【請求項１１】

車両用加熱ガラスの製造に使用される、請求項１０記載の基材。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、銀層と誘電体層を含む多数の薄い層で被覆された透明基材に関する。 20

【０００２】

前述のタイプの基材は基本的に、強化された断熱、日射の遮蔽、層内でのジュール効果による加熱又は電磁遮蔽をその役目とする断熱ガラス又は合わせガラスを製造するために利用される。

【０００３】

応用分野に応じて、基材の光学的性能は異なっている。特に光の透過率は、日射の遮蔽の場合は中程度でよいのに対し、車両のフロントガラスなどの場合は最大限のものが求められることになる。本発明の基材が属するのはこの後者の分野である。

【０００４】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

30

一般に、銀層を含む多重層の場合、断熱において開発された、日射の遮蔽及び低い輻射能に寄与する優れた赤外線反射性能には、高い電気伝導率が付き物である。銀層を含むこのような層の集成体についての一般的な問題は、高い光透過率で前述の基準について優れた性能を得ることにある。特に、自動車又は鉄道車両、軍用車両又は航空機用の加熱ガラスの場合、往々にして、非常に高い光透過率で、例えば自動車の場合にはＡ光源で７５％以上という光透過率で、面積抵抗が５Ω未満であることが望まれる。

【０００５】

前述の分野では、優れた性能を得るため金属として金を利用することが知られている。このとき、例えば酸化ビスマス又は酸化チタン製の２つの誘電体層の間に金の薄層が配置される。金の層は優れた電気伝導性を有するが、透過においても反射においても同様中立性（n e u t r a l i t y）に欠ける。その透過光は緑黄色であり、強い反射を示し、非常に着色度が強く、その色は採用された誘電体の厚みによって異なる。しかしいずれにせよ、反射光が中性であることは決してない。 40

【０００６】

本発明に委ねられた使命は、真空熱蒸着技術により、赤外線に関連するその他の性能が金層のものより劣ることなく、金層よりも廉価でしかも（特に透過光及び反射光の色について）可視領域内でより優れた性能をもつ層の製造を可能にすることにある。

【０００７】

国際公開第９０／０２６５３号パンフレットから、自動車向けであって、車両の居住空間との関係において最も「外側」のガラス基材の熱可塑性材料の挿入材と接触した状態にあ 50

るその内側の面上に5つの層の積重体が備わっているような合わせガラスが知られている。この積重体は、3つの酸化亜鉛層が挿入された2つの銀層からなり、積重体を支持する外部基材に最も近い銀層は第2の銀層のものよりもわずかに大きい厚みを有する。

【0008】

この出願に従った合わせガラスはフロントガラスとして利用されており、このことから、それらが何故、米国で現行の安全基準を遵守するための約70%の光透過率 T_L の値を示しているのかの説明がつく。そして、ある事例においては、75%の値が達成されている。提案されている被着技術は反応性陰極スパッタリングである。この技術では、全て酸化物である提案された誘電体を被着させることが可能である。しかしこれらの酸化物のうち、いくつかは耐火性の又は不安定な酸化物であり、複数の酸化状態が可能であり、このため真空蒸着技術にはほとんど適さないものとなっている。

10

【0009】

ヨーロッパ特許出願公開第0031278号明細書では、通過周波数帯が可視範囲内にあり目の最高感受性を中心としている、赤外線に対する遮蔽用光学干渉フィルターであって、前記周波数帯域内で少なくとも部分的に透明な支持体を含み、この支持体の一つの面上に光学フィルターが配置されており、しかも各々 n を3以上の整数として、高い屈折率を持つ透明な誘電材料の2層の間に置かれた1つの金属層を含む n 個のフィルターエレメントで構成されている、遮蔽用光学干渉フィルターが提案されている。同様に、この金属層が銀製であり、誘電体が硫化亜鉛製であることも提案されている。しかし、金属の厚みが20nmを上回りかつその層の数が3以上であることから、その透過率はきわめて低い。

20

【0010】

同様にヨーロッパ特許出願公開第0433136号明細書から、合わせガラスの熱可塑性挿入シートへの層集成体の接合に有利に作用する表面薄層が知られており、この場合、これらの薄層は特にチタン、ニッケルクロムもしくはタンタル又はこれらの金属の酸化物である。

【0011】

ヨーロッパ特許出願第94-401846、4号明細書においては、

- ・誘電材料製の第1のコーティング、
- ・特に金属を基礎材料とした、赤外線範囲内での反射特性を持つ第1の層、
- ・誘電材料製の第2のコーティング、
- ・特に金属を基礎材料とした、赤外線範囲内での反射特性を持つ第2の層、
- ・誘電材料製の第3のコーティング、

30

が連続的に上に被着された薄い多重層を持つ、特にガラス製の透明基材において、その赤外線範囲内での反射特性を持つ第1の層の厚みが、赤外線範囲内での反射特性を持つ第2の層の厚みの約55~75%、好ましくは60~70%そして特に65%に相当する透明基材が提案されている。

【0012】

このヨーロッパ特許出願明細書では、赤外線範囲内で反射特性を持つ層は銀であり、誘電体は同様に陰極スパッタリングによって得られる酸化物である。なお、このヨーロッパ特許出願明細書は、特に導電層を得ようとするものではなかった。

40

【0013】

【課題を解決するための手段】

本発明は、3つの誘電体層と交互になった2つの銀層を含む薄い多重層を有する、特にガラスでできた透明基材であって、基材に最も近い銀層がもう1つの銀層よりも薄く、誘電体層が硫化亜鉛でできている透明基材を提案するものである。好ましくは、中間誘電体層の厚みはその他2つの誘電体層の厚みの和の1.1倍以上であり、第1の誘電体層と第3の誘電体層の厚みはほぼ等しい。これらの厚みは特に約28nmである。同様に、本発明の基材はその表面に、第IV族、第V族又は第VIII族の金属のうちの1つ、それらの合金のうちの1つ、又は同じ金属又は合金の酸化物、そして特にチタンでできた、1層を含んでいるようになっている。

50

【0014】

本発明は、その層を伴う基材が熱可塑性フィルムを用いて第2の透明な基材と組合わされ、その際好ましくはこの基材が第IV族、第V族又は第VIII族の金属のうちの1つ、その合金の1つ、又は同じ金属もしくは合金の酸化物でできた1つの表面層を含むことを提案する。かくして、例えば、表面層はチタンに基づく及び／又は酸化チタンに基づくものである。

【0015】

本発明の層は真空熱蒸着技術によって被着される。また、本発明の基材は、車両のガラス、特に加熱ガラスの製造用とされている。

【0016】

10

【発明の実施の形態】

図面を参照して行う以下の説明により、本発明を理解しその利点を把握することが可能となろう。

【0017】

平坦な又は上ぞりのガラス板といったような基材を本発明の層系でコーティングするためには、以下の要領で作業を進める。

【0018】

熱蒸着を内部で行なうことのできる、つまり少なくとも1個の加熱るつぼを入れることができる真空容器を用意する。

【0019】

20

ZnS用のものと同様銀用のるつぼは、「立方形るつぼ」と呼ばれる規則的な形状を構成するために折曲げられたモリブデンシートで構成されている。外部層のチタン又はその他の金属のためのるつぼは、タングステンワイヤのらせんである。3つのるつぼは基材から440mmのところに設置される。この基材は400×1200mmの寸法の厚み2mmのガラス板であり、この板はるつぼの上に水平に配置されていて、均等な被着を可能にするよう、その平面内で素早く移動させられる。

【0020】

様々な蒸着の制御は、処理中にその場で透過率の値を追跡する550nmフィルターを備えた光度計を介して行なわれる。

【0021】

30

蒸着処理には、まず第1にるつぼの予備加熱工程ならびに表面の前処理工程（グロー放電処理）が必要である。

この処理には、以下の工程が含まれる。

・ 5×10^{-5} バールまでの減圧。このとき、チタン、ZnS及び銀がそれぞれ装入されたるつぼは予備加熱される。

・ るつぼの予備加熱：

Ti	120ボルト	3分間
ZnS	100ボルト	3分間
Ag	50ボルト	3分間

・ 5アンペアで 2.5×10^{-5} mbarでの10分間のグロー放電処理（アルゴンの流量をそれに応じて調整する）。

40

・ 下記の条件下で 2.5×10^{-5} での蒸着

Ti	320ボルト
ZnS	215ボルト
Ag	230ボルト

【0022】

反射における色の問題を解決しそして銀に基づく層の日射防止機能を増大させるための打開策は、1つではなく2つの銀被着を実施することからなる。

かくして、選択される層系は、Ti、ZnS、Ag、ZnS、Ag、ZnS、Tiである。

50

【0023】

図1には、チタン層を示しておらず、1として透明基材、2としてZnSの第1の層、4及び6として同じ誘電体の第2及び第3の層が見られる。一方3及び5として銀層を示した。

【0024】

チタンの下部層と上部層は非常に薄く、その透過率が変化するように、急速に酸化物に変換される。これらの層は、基材に対するZnSの付着と、そして積層集成体において同じZnSに対する熱可塑性シートの付着を可能にする「接合」層を構成する。

【0025】

第IV族(Sn)及び第V族(Bi, Nb, Ta)並びに第VIII族(Ni)以外の金属によりチタンを置換するための試験を行ったが、これらは、同様に優れた結果をもたらした。 10

【0026】

550nmの波長での試料の透過率の監視により、望む時点で蒸着を停止させることが可能である。

【0027】

かくして、光透過率 T_L 及びエネルギー透過率 T_E の最適化を得るためには、透過率 T_{550} を以下の値に制限することが必要であった。

1. Ti : 97%
2. ZnS : 82%
3. Ag : 73%
4. ZnS : 79%
5. Ag : 73%
6. ZnS : 79%
7. Ti : 74%

20

【0028】

そのような1つの層を評価した。その構成要素の厚みは、図1を参照して、次のとおりであった。

ZnS層2 : 28nm
 Ag層3 : 10nm
 ZnS層4 : 62nm
 Ag層5 : 12nm
 ZnS層6 : 28nm

30

チタンの下部層及び上部層の方は、約1nmの厚みを有していた。

【0029】

上述の基材を通常の方法に従って、図2に示したようにポリビニルブチラール(PVB)7を用いて、層(被覆)を備えていない同一の板8と組合わせた。

【0030】

この積層資料について、光学的及び電氣的性能を測定した。上記の層は第1のガラスの内部面上にあった。

結果は、以下の通りである。

40

- ・光透過率、A光源、 $T_L = 75\%$
- ・太陽エネルギー透過率 $T_E = 43\%$
- ・層付きガラス側反射率 $R_L = 7\%$
- ・エネルギー反射率 $R_E = 28\%$
- ・面積抵抗 $R = 3.6\Omega$

【0031】

結果は、ここでは反射率をはるかに小さいという点を除いて、金の層の結果とほとんど変わらず、このことは車両における応用にとって非常に有利である。なお、目に見える透過光及び反射光は、着色度が著しく低い(透過光において、金の場合には純度が20%であるのに対して約1%)。

50

【0032】

かくして、得られる製品は、 T_L / T_E 比が極めて大きい、つまりは特に自動車での優れた日射遮蔽性能にとって有利である、有効な層の問題に対し、非常に満足のいく解決策を提供するものである。同様に、 T_L / R 比が大きいことから、特に車両ガラスにおける加熱ガラスでの高い有効性を発揮するのが可能となる。これらの性能は、通常の熱蒸着による製造方法で、しかも低い原価（金を用いない）で得られるものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】層の積重体を備えた本発明の基材を示す図である。

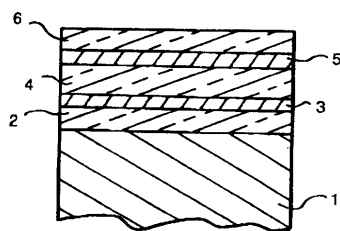
【図2】合わせガラスを構成するため1枚の熱可塑性フィルムによりもう1つの透明基材に接合された同様の基材を示す図である。

10

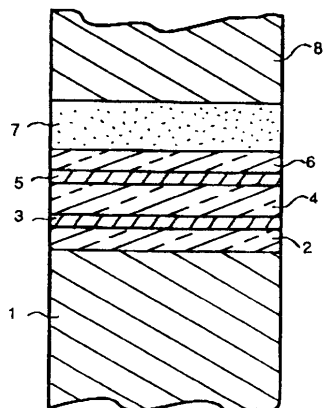
【符号の説明】

- 1…透明基材
- 2、4、6…ZnS層
- 3、5…Ag層
- 7…ポリビニルブチラル層
- 8…透明基材

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 フランソワーズ リガール
フランス国, 4 5 6 0 0 シュリー スュール ロワール, リュ デ クラン シャン, 7

審査官 深草 祐一

(56)参考文献 特表平04-500184 (JP, A)
特開昭63-134232 (JP, A)
欧州特許出願公開第00332717 (EP, A1)
実開昭57-073129 (JP, U)
欧州特許出願公開第00031278 (EP, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B32B 1/00-43/00
C03C 15/00-23/00
B60J 1/00-1/20