



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104060236 A

(43) 申请公布日 2014. 09. 24

(21) 申请号 201410204085. 5

(22) 申请日 2014. 05. 14

(71) 申请人 中国科学院广州能源研究所
地址 510640 广东省广州市天河区五山能源
路 2 号

(72) 发明人 徐刚 詹勇军 熊斌 黄华凛
孙耀明

(74) 专利代理机构 广州科粤专利商标代理有限
公司 44001

代理人 莫瑶江

(51) Int. Cl.

C23C 14/56 (2006. 01)

C23C 14/34 (2006. 01)

C23C 14/58 (2006. 01)

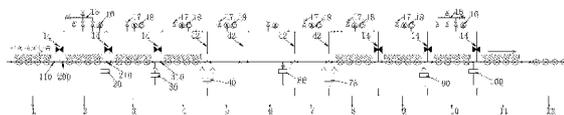
权利要求书2页 说明书10页 附图7页

(54) 发明名称

一种片状基片的连续镀膜生产系统

(57) 摘要

本发明公开了一种片状基片的连续镀膜生产系统,包括依次连通的进料区、工作区和下料区,进料区包含进片台,工作区依据镀膜工艺流程方向依次包括若干预真空室、第一过渡室、镀膜沉积室、快速气氛退火室、若干预真空室,下料区包括卸料台,工作区各室均具备所需真空环境;还包括能进行线性传动的传输装置;所述传输装置贯通整个进料区、工作区和下料区。本连续镀膜系统实现了包含热色涂层材料在内的一层或多层复合膜的在同一条生产线的分区域连续沉膜与退火,明显提高了生产效率,同时降低了材料在镀膜后离线退火过程中的材料损耗成本。由于其独特的结构设计可以明显改善钢化应力损耗的问题,该系统生产的钢化玻璃基智能玻璃应力可达到国家建筑节能安全玻璃的应力标准要求 $\geq 90\text{Mpa}$ 。



1. 一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:包括依次连通的进料区、工作区和下料区,进料区包含进片台(1),工作区依据镀膜工艺流程方向依次包括若干预真空室、第一过渡室(4)、第一镀膜沉积室(5)、快速气氛退火室(6)、若干预真空室,下料区包括卸料台(12),工作区各室均具备所需真空环境;所述各预真空室通过密封装置分隔;所述快速气氛退火室(6)内设有工作腔(60),所述工作腔(60)包括内腔(601)和外壁(602),内腔(601)和外壁(602)之间设有用于流动冷却剂的冷却夹层(603);所述内腔(601)的内表面涂覆吸收涂层(604);所述内腔(601)内设有若干支位于同一水平面的并列排布的热辐射灯管(68);所述内腔(601)与所述真空泵组相连通;还包括能进行线性传动的传输装置;所述传输装置贯通整个进料区、工作区和下料区;所述热辐射灯管(68)安放在所述传输装置的上方。

2. 如权利要求1所述的片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:在快速气氛退火室(6)下游与预真空室之间依次设有第二镀膜沉积室(7)、第二过渡室(8)。

3. 根据权利要求1或2所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述最下游的预真空室(10)与卸料台(12)之间设有风栅急冷区(11);所述风栅急冷区(11)内设有若干条风管(111);所述风管(111)分布在所述传输装置的上方和下方;所述风管上设有若干个风嘴(112)。

4. 根据权利要求1所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述快速气氛退火室(6)的工作腔(60)包括预热段(62)、退火段(63)和冷却段(64),在预热段(62)和退火段(63)内,所述快速气氛退火室(6)的腔体上设有若干温度测量仪,所述快速气氛退火室(6)的工作腔(60)内设有若干支位于同一水平面的并列排布的石英玻璃管(67),所述石英玻璃管(67)穿过所述快速气氛退火室(6)的工作腔,与工作腔通过耐温胶圈(69)密封连接,所述耐温胶圈(69)上设有冷却保护装置,所述工作腔(60)腔体的两侧设有用于悬挂热辐射灯管(68)的支架,所述热辐射灯管(68)设在所述透明石英玻璃管(67)内,通过所述支架悬挂安装,所述热辐射灯管(68)的两端还设有用于冷却灯管端头的空气冷却装置,所述热辐射灯管(68)距离基片上表面距离为5-100mm;在冷却段(64)内,所述快速气氛退火室(6)的工作腔(60)内设有多排冷却管(75);所述冷却管(75)安设在所述传输装置的上方和/或下方;所述冷却管(75)呈蛇形管结构。

5. 根据权利要求4所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述快速气氛退火室(6)内设有用于隔离可控气氛的前隔离段(61)和后隔离段(65);所述前隔离段(61)位于预热段(62)的上游;所述后隔离段(65)位于冷却段(64)的下游;在后隔离段(65)内,所述快速气氛退火室(6)腔体内设有多排冷却管(75);所述冷却管(75)呈蛇形管结构,安设在所述传输装置的上方和/或下方。

6. 根据权利要求3所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述风栅急冷区(11)与最下游真空室之间设有用于测量基片的整体温度均匀性分布以及表层温度高低的红外热成像仪(113)。

7. 根据权利要求1所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述镀膜沉积室内至少设有一个含V元素的阴极靶材;所述阴极靶材选自V靶、 V_2O_5 靶、 V_2O_3 靶、 VO_2 靶、 V_2O_4 靶或含少量W、Mo、Zn、Ce、Ti、Eu、Mg、Nb、Ta元素中的一种或多种掺杂金属或者金属氧化物的靶材;所述掺杂金属或者金属氧化物的靶材的成分比例在

$$\frac{\text{掺杂金属的总原子摩尔数}}{\text{掺杂金属的总原子摩尔数} + V \text{原子摩尔数}} * 100\% \leq 5\% \text{范围内。}$$

8. 根据权利要求 1 所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述进料区、工作区和下料区内设有若干个用于定位基片位置的定位传感器;所述传输装置由若干段输送辊(13)组成,每段输送辊(13)至少连接有一台可独立运行的传动电机。

9. 根据权利要求 4 所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:所述热辐射灯管(68)是红外辐射灯管、卤素辐射灯管、频闪加热灯管或高功率电阻式灯管;所述热辐射灯管(68)背离传输装置的一侧涂覆有热反射涂层。

10. 根据权利要求 1 所述的一种片状基片的连续镀膜生产系统,其特征是:安装在所述镀膜沉积室内的各阴极靶材(51)之间设有真空区(52);所述真空区(52)与阴极靶材(51)之间通过第一隔板(53)分隔;所述第一隔板(53)与腔体之间留有供基片进出的狭缝;所述镀膜沉积室与快速气氛退火室(6)、所述镀膜沉积室与所述过渡室通过第二隔板(42)分隔;所述第二隔板(42)与腔体之间留有供基片进出的狭缝。

一种片状基片的连续镀膜生产系统

技术领域

[0001] 本发明涉及热色涂层材料的生产制备领域,尤其是涉及一种片状基片的连续镀膜生产系统。

背景技术

[0002] 迫于能源短缺的压力,目前世界各国都十分关注占据社会三分之一总能耗的建筑节能领域,尤其是建筑门窗节能成为关注焦点。为此 LOW-E 节能门窗玻璃已经获得广泛应用,但是光学特性不能随人的意志或环境条件而改变,其舒适性和节能效果存在局限性。相比而言,热色涂层材料(尤其热色智能玻璃)具有随环境温度变化调控得热量的功能,其节能效果更为明显,成为与 LOW-E 玻璃相媲美的节能玻璃产品的选择。已经有多家科研机构或产业公司进行热色智能玻璃的研究与开发,近年来尤其从产业化角度开展了具有相关功能镀膜生产系统和加热系统设备的研究。针对玻璃基的二氧化钒热色智能玻璃而言,不管是高温一次沉膜还是低温沉膜后高温退火一般都需要在 $400^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 温度范围进行,因普通玻璃基片在 150°C 左右以上的温度易出现破损。故需要选择耐温性能较好的钢化玻璃作为基片,然而钢化玻璃在 $400^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 温度范围内已经开始出现应力损耗造成安全性能下降,保持该温度条件的时间越长则应力损耗越大,最终使得制备的热色智能玻璃强度不能够达到国家或行业相关使用标准,因此相关工艺路线以及生产设备的研制有待考虑这个重要的问题。

[0003] 中国专利 CN103204636A 公布一种透明导电氧化物镀膜玻璃镀膜线加热冷却系统,该设备可以用于高温条件下一次沉积热色涂层材料的工艺路线,但是该结构复杂维护不便,采取电阻式的加热方式效率低下,为了维持沉膜需要的温度而在玻璃上下表面都加热,玻璃整体处于热色涂层材料沉积所需温度 $400^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 的高温状态,必然造成钢化玻璃基的应力损耗安全性能下降,不能够达到国家或行业相关使用标准,如 GB15763.2-2005 建筑用安全玻璃-钢化玻璃、GB17841-1999 幕墙用钢化玻璃与半钢化玻璃以及 GB18045-2000 铁道车辆用安全玻璃。此外玻璃整体吸热量多降温缓慢,不利于快速降温改善钢化玻璃应力损耗的问题,加热过程和冷却过程能耗巨大。中国专利 CN101008074A 提供了一种可以带旋转反射罩的红外加热装置以及可实现基片旋转和移动的镀膜装置,但是其结构复杂不利于大批量热色智能玻璃在如图所示的设备结构的工件平台上频繁移动,此外加热系统整体位于真空室内部,因散热等原因导致使用寿命受到严重影响,而且红外辐射灯管维护也不方便。中国专利 CN2846440Y 提出一种连续镀膜装置用加热器,真空室内设置保温层,其结果造成被处理基片因为环境二次辐射等造成非主要的膜层一次的表层受热,而是基片整体温度的上升,如果应用于玻璃基热色涂层材料的退火处理明显影响钢化应力损耗,同时因玻璃吸收较多会引起降温速度的降低。此外,辐射灯管完全置于真空室内因散热等原因导致使用寿命受到严重影响,而且红外辐射灯管维护也不方便。

发明内容

[0004] 鉴于现有镀膜以及加热系统的使用局限,本发明提供一种连续镀膜系统,通过同一条生产线低温溅射镀膜、高温真空快速退火的方法实现在片状基片的连续镀制完成具有随环境温度变化调控得热量的热色涂层材料,同时改善涂覆热色涂层的玻璃基片在退火过程中应力损耗问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种片状基片的连续镀膜系统,其特征是:包括依次连通的进料区、工作区和下料区,进料区包含进片台 1,工作区依据镀膜工艺流程方向依次包括若干预真空室、第一过渡室 4、第一镀膜沉积室 5、快速气氛退火室 6、若干预真空室,下料区包括卸料台 12,工作区各室均具备所需真空环境;所述各预真空室通过密封装置分隔;所述快速气氛退火室 6 内设有工作腔 60,所述工作腔 60 包括内腔 601 和外壁 602,内腔 601 和外壁 602 之间设有用于流动冷却剂的冷却夹层 603;所述内腔 601 的内表面涂覆吸热涂层;所述内腔 601 内设有若干支位于同一水平面的并列排布的热辐射灯管 68;所述内腔 601 与所述真空泵组相通;还包括能进行线性传动的传输装置;所述传输装置贯通整个进料区、工作区和下料区;所述热辐射灯管 68 安放在所述传输装置的上方。

[0007] 所述冷却剂可以是冷却水、冷却气流或其他常用于冷却散热的流体。

[0008] 镀膜沉积室采用溅射镀膜的方式对基片进行镀膜。镀膜沉积室内安装有多套阴极靶材作为阴极,并将镀膜沉积室的传输机构接地作为阳极,在阴极和阳极间加数百伏电压,两极间即产生辉光放电,放电产生的正离子在电场作用下飞向阴极,与靶材表面的原子碰撞,从而使靶面逸出溅射原子。溅射原子在基片表面沉积成膜。

[0009] 各真空室、镀膜沉积室和快速气氛退火室 6 的工作腔均可由内腔和外壁构成,内腔和外壁之间均可设有冷却夹层,工作腔均与真空泵组连通,以获得工艺所需的真空环境。

[0010] 本发明的工作原理如下:

[0011] 启动传输装置,将基片从进片台 1 输送至预真空室后,真空泵组启动,对预真空室进行抽真空。随后根据真空度情况继续输送片状基片至第一镀膜沉积室 5 内,在第一镀膜沉积室 5 的阴极和阳极间加数百伏电压,两极间产生辉光放电使阴极靶材产生溅射原子,溅射原子在基片的上表面沉积,形成薄膜。基片的上表面沉积薄膜后,传输装置输送基片进入快速气氛退火室 6。基片在快速气氛退火室 6 内经快速加热和冷却,实现快速退火后,进入下游的预真空室内进行冷却。待基片达到冷却要求后,传输装置输送基片至卸料台 12 并完成卸件。

[0012] 所述片状基片包含玻璃类材料、金属类材料以及陶瓷类材料,优选为玻璃类材料。基片表层可镀制包含热色涂层材料的膜层、透明导电膜以及增透膜,优选为包含热色涂层材料的膜层。

[0013] 由于热辐射灯管 68 安放在传输装置的上方,在加热过程中,灯管与基片上的热色材料涂层的间距最小,灯管的辐射射线会优先加热基片上表面的热色材料涂层,相比之下,热色材料涂层下方的基片自身吸收的热量较少,温升速率较涂层而言较慢,在热色材料涂层达到工艺退火温度时,基片自身的温度相对较低,从而降低了基片在热处理时的应力损耗,确保产品符合建筑节能行业的玻璃安全性能要求。

[0014] 当基片上需要沉积多层复合膜时,仅依靠第一镀膜沉积室 5 可能难以满足复合程度更高的使用需求。为了避免这一情况,优选的是,在快速气氛退火室 6 下游与预真空室之

间设有依次第二镀膜沉积室 7、第二过渡室 9。

[0015] 在镀膜过程中,由于镀膜的工艺不同,镀膜后的基片温度可能较高,这样导致基片冷却的时间较长,影响生产效率。为了避免这一情况,优选的是,所述最下游的预真空室与卸料台 12 之间设有风栅急冷区 11;所述风栅急冷区 11 内设有若干条风管 111;所述风管 111 分布在所述传输机构的上方和下方;所述风管上设有若干个风嘴 112。风栅急冷区 11 内的风管与鼓风机连接。当基片从最下游真空室出来,进入风栅急冷区 11 后,鼓风机启动,气流行经风管 111 和风嘴 112,对基片进行吹拂,实现基片的快速冷却。鉴于基片移出真空室后,进入风栅急冷区 11,在大气环境中进行冷却所需的时间需要参考基片的温度,作为进一步改进,所述风栅急冷区 11 与最下游真空室之间设有用于测量基片的整体温度均匀性分布以及表层温度高低的红外热成像仪 113。

[0016] 根据功能划分,所述快速气氛退火室 6 的工作腔包括预热段 62、退火段 63 和冷却段 64。

[0017] 在预热段 62 和退火段 63 内,所述快速气氛退火室 6 的腔体上设有若干温度测量仪,所述快速气氛退火室 6 的腔体内设有若干支位于同一水平面的并列排布的石英玻璃管 67,所述石英玻璃管 67 穿过所述快速气氛退火室 6 的腔体,与工作腔 60 通过耐温胶圈 69 密封连接;所述耐温胶圈 69 上设有冷却保护装置;所述腔体的两侧设有用于悬挂热辐射灯管 68 的支架,所述热辐射灯管 68 设在所述石英玻璃管 67 内,通过所述支架悬挂安装;所述热辐射灯管 68 的两端还设有用于冷却灯管端头的空气冷却装置。为了保证基片的加热效果,优选的是,所述热辐射灯管距离基片上表面距离为 5-100mm。优选距离为 10-50mm。

[0018] 在冷却段 64 内,所述快速气氛退火室 6 腔体内设有多个排冷却管 75,所述冷却管 75 安设在所述传输装置的上方和/或下方。作为进一步改进,所述冷却管 75 呈蛇形管结构。冷却剂由进水口进入冷却管 75,然后从出水口流出,注入人工制冷源 76,通过人工制冷实现冷却水的冷却循环使用。为了节约制冷能耗,优选的是,在地表下安装冷却箱体 77,所述冷却箱体 77 与冷却管 75 连通。冷却剂由进水口进入冷却管 75,然后从出水口流出,注入人工制冷源 76 和地表下的冷却箱体 77,通过地表下水箱以及人工制冷实现冷却水的冷却循环使用。

[0019] 所述热辐射灯管 68 可以是红外辐射灯管、卤素辐射灯管、频闪加热灯管以及高功率电阻式灯管,优选为红外辐射灯管。为了提高快速气氛退火室 6 的热处理效率,优选的是,所述热辐射灯管 68 背离传输装置的一侧涂覆有热反射涂层。在快速气氛退火室 6 上安装温度传感器与温控器后,根据温度传感器反馈的实时数据,利用温控器通讯调控热辐射灯管的输出功率,即可实现从室温至 700℃之间的温度的自由调控,可以在一分钟内令基片的表面温度达到 700℃,从而实现快速退火。

[0020] 为确保较高温度的基片能够正常传动,快速气氛退火室 6 以及位于其下游的真空室内均采用耐高温的传输装置。

[0021] 由于快速气氛退火室 6 的上游和下游均可能设有镀膜沉积室,为了避免镀膜室内的溅射原子对位于快速气氛退火室 6 内的基片造成影响,优选的是,所述快速气氛退火室 6 内设有用于隔离可控气氛的前隔离段 61 和后隔离段 65;所述前隔离段 61 位于预热段 62 的上游;所述后隔离段 65 位于冷却段 64 的下游。为了基片在快速气氛退火室 6 内的冷却效率,作为进一步改进,在后隔离段 65 内,所述快速气氛退火室 6 腔体内设有多个排冷却管 75;

所述冷却管 75 呈蛇形管结构,安设在所述传输装置的上方和 / 或下方。为增加冷却效果,可以在冷却管表面涂覆吸热涂层。

[0022] 在退火段 63 内,所述快速气氛退火室 6 的腔体上还设置有工艺布气管道 74,从工艺布气管道 74 可通入 Ar、N₂、H₂、CO 一种或多种混合气体、O₂ 或 O₂ 与 Ar 的混合气体、空气作为退火工艺气体。为了保证快速气氛退火室 6 内的真空保护气氛,优选的是,退火工艺气体是 N₂。

[0023] 在退火段 63 内,与所述快速气氛退火室 6 腔体相连的真空管道上安装有调节阀。通过控制调节阀,保证所述快速气氛退火室 6 内的真空压力维持在工艺所需的真空范围内。优选的是,所述快速气氛退火室 6 内的真空压力在 10⁻²pa-10³pa 范围内,优选 10⁻¹pa-10²pa。

[0024] 所述镀膜沉积室内至少设有一个含 V 元素的阴极靶材。所述阴极靶材可以是平面靶或柱状靶。所述阴极靶材可以是 V 靶、V₂O₅ 靶、V₂O₃ 靶、VO₂ 靶、V₂O₄ 靶或含少量 W、Mo、Zn、Ce、Ti、Eu、Mg、Nb、Ta 元素中的一种或多种掺杂金属或者金属氧化物的靶材。作为进一步改进,所述掺杂金属或者金属氧化物的靶材的成分比例在

$$\frac{\text{掺杂金属的总原子摩尔数}}{\text{掺杂金属的总原子摩尔数} + V \text{原子摩尔数}} * 100\% \leq 5\%$$
 范围内。此类靶材的溅射模式可以为

中频溅射、射频溅射、直流溅射以及与脉冲电源相结合的溅射。

[0025] 基片经过快速气氛退火室 6 上游的第一镀膜沉积室 5 后,基片上的膜层可以是金属钒膜或钒的氧化物薄膜,优选为 VO_x 膜层,当 x > 2 时,快速气氛退火室 6 内采用 CO 或 H₂ 或低浓度混合气体为工艺气体或真空不通工艺气氛条件退火;当 x ≈ 2 时,快速气氛退火室 6 内采用 N₂ 或惰性气体或两者混合气体作为工艺气体或真空不同工艺气氛条件退火;当 0 ≤ x < 2 时,快速气氛退火室 6 内采用 O₂ 或相应的混气气体作为工艺气体进行退火;优选当基片上的膜层为理想化学计量比的 VO₂ 膜层时,快速气氛退火室 6 内采用 N₂ 作为工艺气体进行退火。

[0026] 为了保证连续镀膜系统各区、段内的基片之间保持安全距离,优选的是,所述连续镀膜系统上若干个用于定位基片位置的定位传感器;所述传输装置由若干段输送辊 13 组成,每段输送辊 13 至少连接有一台可独立运行的传动电机。

[0027] 为了减少快速气氛退火室 6、镀膜沉积室与各真空室之间的工艺气氛的相互影响,优选的是,所述镀膜沉积室与快速气氛退火室 6、所述镀膜沉积室与所述过渡室通过第二隔板 42 分隔;所述第二隔板 42 与腔体之间留有供基片进出的狭缝。

[0028] 而当基片上需要沉积多层复合膜时,镀膜沉积室内需要使用多种靶材。为了避免各靶材的溅射原子相互干扰,作为进一步改进,安装在所述镀膜沉积室内的各阴极靶材 51 之间设有真空区 52;所述真空区 52 与阴极靶材 51 之间通过第一隔板 53 分隔;所述第一隔板 53 与腔体之间留有供基片进出的狭缝,真空区 52 配置分子泵。

[0029] 在长期的生产过程中,系统内不可避免地会出现一些破损的基片。为了便于清理可能出现的基片破损废料,优选的是,在预热段 62 和退火段 63 内,所述快速气氛退火室 6 上设有可相对快速气氛退火室 6 旋转开启的不锈钢门;在冷却段 64、前隔离段 61 和后隔离段 65 内,所述快速气氛退火室 6 腔体的上盖板可相对快速气氛退火室 6 升降;所述预真空室腔体的上盖板可相对预真空室升降。为了实时监测基片退火状态以及热辐射灯管的运行

状态,作为进一步改进,在预热段 62 和退火段 64 内,所述快速气氛退火室 6 上设有若干个观察窗口。当从观察窗口发现连续镀膜生产系统内积聚了一定量的破损基片后,即可开启不锈钢门和提升个预真空室的腔体,对腔体内进行清洗,保证生产线的清洁。

[0030] 本发明与现有技术相比,具有如下优点:

[0031] 1. 整个连续镀膜生产系统可以实现包含热色涂层材料在内的一层或多层复合膜的在同一条生产线的分区域连续沉膜与退火,明显提高了生产效率,同时降低材料在镀膜后离线退火过程中的材料损耗成本;

[0032] 2. 连续镀膜生产系统采用以热辐射灯管直接辐射为主的加热方式,优先快速加热基片表面膜层,膜层下的基体材料整体吸收热量较少,温升较低,同时结合涂覆吸收涂层冷却管以及风栅急冷实现快速降温;最终有利于改善钢化玻璃应力损耗出现的安全性能下降问题,确保符合建筑节能等行业玻璃安全性能要求;

[0033] 3. 该连续镀膜生产系统,可以实现氧化性气氛、还原性气氛、惰性气氛下以及真空无气氛的多种形式的热色涂层材料退火,并保障高的可见光透过率;

[0034] 4. 镀膜过程中基片受到溅射与靶材烘烤,退火前自身温度可达到 $100^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$,利于节约退火时的加热能耗;

[0035] 5. 各真空腔体段可根据处理基片尺寸需要实际时任意扩展,满足不同尺寸和形状基片退火处理,适合建筑节能玻璃的批量化生产;

[0036] 6. 通过连续镀膜系统的风栅急冷区,可在大气环境下采用风冷方式快速冷却基片,利于提升整体的生产效率。

[0037] 7. 通过本发明公开的用于片状基片上热色材料涂层的连续镀膜系统,可以采用普通非钢化玻璃基片、半钢化玻璃基片以及钢化玻璃基片上的热色涂层材料进行镀膜生产,在同一条生产线上实现镀膜与退火处理的连续生产,普通非钢化玻璃基片经过退火处理后保持完好不破损,半钢化玻璃基片经过退火处理后其应力降低极小,钢化玻璃基片经过退火处理后钢化应力可以达到建筑节能安全玻璃应力标准 $\geq 90\text{Mpa}$ 。

附图说明

[0038] 图 1 是本发明实施例 1 中连续镀膜生产系统的结构示意图;

[0039] 图 2 是本发明实施例 1 中镀膜沉积室的结构示意图;

[0040] 图 3 是本发明实施例 1 中快速气氛退火室的结构示意图;

[0041] 图 4 是本发明实施例 1 中热辐射灯管的安装示意图;

[0042] 图 5 是本发明实施例 1 中热辐射灯管与支撑杆的连接关系示意图;

[0043] 图 6 是本发明实施例 1 中快速气氛退火室的腔体结构局部示意图;

[0044] 图 7 是本发明实施例 1 中风栅急冷区的结构示意图;

[0045] 图 8 是本发明实施例 1 中冷却段的系统结构示意图;

[0046] 图 9 是本发明实施例 1 中真空室上盖板与升降吊钩的安装结构示意图;

[0047] 图 10 是本发明实施例 1 中热辐射灯管的温升曲线图;

[0048] 图 11 是本发明实施例 1 中获得的热色智能玻璃高低温光线调节光谱图;

[0049] 图 12 是本发明实施例 2 中连续镀膜系统的结构示意图;

[0050] 图 13 是本发明实施例 2 中获得的热色智能玻璃高低温光线调节光谱图。

[0051] 附图标记说明:1-进片台;2-第一真空室;3-第二真空室;4-第一过渡室;5-第一镀膜沉积室;6-快速气氛退火室;7-第二镀膜沉积室;8-第二过渡室;9-第三真空室;10-第四真空室;11-风栅急冷区;12-卸料台;13-输送辊;14-动态密封门;15-快速自动放气阀;16-中低真空计;17-普通放气阀;18-中高真空计;19-基片;20-第一真空泵组;30-第二真空泵组;31-上盖板;32-行车;33-升降吊钩;34-下部腔体;35-密封圈;40-第三真空泵组;42-第二隔板;51-阴极靶材;52-真空区;53-第一隔板;59-外盖板;60-工作腔;61-前隔离段;62-预热段;63-退火段;64-冷却段;65-后隔离段;66-第四真空泵组;67-石英玻璃管;68-热辐射灯管;69-耐温胶圈;70-支撑板;71-支撑杆;72-调节螺栓;73-气管;74-工艺布气管道;75-冷却管;76-人工制冷源;77-冷却箱体;78-第五真空泵组;79-循环泵;90-第六真空泵组;100-第七真空泵组;110-进片台后定位传感器;111-风管;112-风嘴;113-红外热成像仪;200-第一真空室前定位传感器;210-第一真空室后定位传感器;310-第二真空室后定位传感器;601-内腔;602-外壁;603-冷却夹层;604-吸热涂层;605-连接入口;606-连接出口;621-预热段测温仪;631-退火段测温仪;632-点式红外测温仪;691-胶圈冷却管。

具体实施方式

[0052] 下面结合实施例对本发明进行进一步说明。

[0053] 实施例1:

[0054] 以钢化玻璃基热色智能玻璃镀膜生产为例,如图1所示的连续镀膜系统,包括进片台1、工作区和卸料台12。工作区内设有进行镀膜和退火作业的各功能室,包括第一镀膜沉积室5、快速气氛退火室6和风栅急冷区11。工作区内还安装有5个真空室,分别为第一真空室2、第二真空室3、第一过渡室4、第三真空室9和第四真空室10。各功能室按照进片台1-第一真空室2-第二真空室3-第一过渡室4-镀膜沉积室5-快速气氛退火室6-第三真空室9-第四真空室10-风栅急冷区11-卸料台12的顺序排布。

[0055] 为获得工艺所需的真空气氛,本镀膜系统的各功能室均连接有真空泵组。本实施例1中,第一真空室2连接有第一真空泵组20,第二真空室3连接有第二真空泵组30,第一过渡室4与第一镀膜沉积室5共同连接有第三真空泵组40,快速气氛退火室6连接有第四真空泵组66,第三真空室9连接有第六真空泵组90,第四真空室10连接有第七真空泵组100。本实施例1中,第一真空室2与第四真空室10可获得的本底真空度为 10^0pa ,工作过程真空度范围 $10^5\text{pa} \sim 10^0\text{pa}$,第二真空室3与第三真空室9可获得的本底真空度为 10^{-3}pa ,工作过程真空度范围 $10^0\text{pa} \sim 10^{-3}\text{pa}$,第一过渡室4以及第一镀膜沉积室5可获得的本底真空度为 10^{-4}pa ,工作过程真空度范围 $10^{-1}\text{pa} \sim 10^0\text{pa}$,快速气氛退火室6可获得的本底真空度为 10^{-2}pa ,工作过程真空度范围为 $10^{-2}\text{pa} \sim 10^2\text{pa}$ 。各真空工作区内可以根据泵组的配置实现不同的真空度范围要求。

[0056] 传输装置安装在进片台1、工作区和卸料台12内,并贯穿第一镀膜沉积室5、快速气氛退火室6和所有的真空室。本实施例1中,传输装置由不少于13段输送辊13组成,每段输送辊13分别安装在镀膜系统的各功能室内且每段输送辊13均连接一台或两台可独立运行的传动电机。不少于13段输送辊13依次连接且每段输送辊13的输送平面平齐。在每段输送辊13的首尾两端还安装有用于定位玻璃基片位置的定位传感器。实际的传输辊

段数可以根据镀膜沉积系统等长度进行适当调整。

[0057] 各真空室之间、进片台 1 与真空室之间、卸料台 12 与真空室之间、真空室与快速气氛退火室 6 之间均通过动态密封门 14 分隔。第一过渡室 4 与第一镀膜沉积室 5 之间通过第一隔板 42 相隔,第一镀膜沉积室 5 与快速气氛退火室 6 之间通过第一隔板 42 相隔,第一隔板 42 与各功能室的腔体之间留有进料口,基片 19 在输送辊 13 的带动下,通过进料口进出第一镀膜沉积室 5 和快速气氛退火室 6。

[0058] 由于第一真空室 2 和第四真空室 10 在进料和下料时,需频繁打开动态密封门,与外界大气连通。为方便真空室与外界大气快速频繁交替,实现周期时间小于一分钟的频繁放气,在第一真空室 2 和第四真空室 10 的腔体上安装有快速自动放气阀 15。在第一真空室 2 和第四真空室 10 的腔体上还安装有用于检测腔体内真空度的中低真空计 16。

[0059] 第二真空室 3、第一过渡室 4 和第三真空室 9 通常情况下不与外界大气直接连通,故只需在第二真空室 3、第一过渡室 4 和第三真空室 9 的腔体上安装普通放气阀 17。在第二真空室 3、第一过渡室 4 和第三真空室 9 的腔体上还安装有用于检测腔体内真空度的中高真空计 18。

[0060] 如图 2 所示,镀膜沉积室 5 内安装多套阴极靶材,每套阴极靶材 51 之间通过一组分子泵隔离,即真空区 52。分子泵组设置在此区域,避免各阴极靶材 51 在溅射镀膜时相互干扰,影响镀膜质量。阴极靶材 51 与真空泵组区 52 之间通过第一隔板 53 分隔。本实施例 1 中,镀膜沉积室 5 内的阴极靶材 51 至少配置一个含 V 元素的阴极靶材 51。根据实际使用需求,所用的阴极靶材 51 可以是平面靶或柱状靶。靶材成分可包含 V 靶、 V_2O_5 靶、 V_2O_3 靶、 VO_2 靶、 V_2O_4 靶或含少量 W、Mo、Zn、Ce、Ti、Eu、Mg 元素中的一种或多种掺杂金属或者金属氧化物的靶材。当靶材是含少量 W、Mo、Zn、Ce、Ti、Eu、Mg、Nb、Ta 元素中的一种或多种掺杂金属或者金属氧化物的靶材时,掺杂金属或者金属氧化物的靶材的成分比例需满足

[0061]

$$\frac{\text{掺杂金属的总原子摩尔数}}{\text{掺杂金属的总原子摩尔数} + V \text{原子摩尔数}} * 100\% \leq 5\%。$$

[0062] 快速气氛退火室 6 包括工作腔 60。工作腔 60 包括内腔 601 和外壁 602。内腔 601 和外壁 602 之间设有冷却夹层 603。内腔 601 的内表面经磨砂粗糙处理以及涂覆有用于吸收散射到内腔表面热量的吸热涂层 604。工作腔 60 的底部设有连接入口 605,顶部设有连接出口 606。冷却水从连接入口 605 进入冷却夹层 603,并从连接出口 606 流出。

[0063] 根据功能划分,快速气氛退火室 6 的工作腔 60 可分成前隔离段 61、预热段 62、退火段 63、冷却段 64 和后隔离段 65。通过与快速气氛退火室 6 连接的第四真空泵组 66 抽真空,前隔离段 61 和后隔离段 65 能起到隔离可控气氛的作用。

[0064] 在预热段 62 和退火段 63 内,快速气氛退火室 6 的腔体上安装有退火段测温仪 631、预热段测温仪 621 和点式红外测温仪 632。快速气氛退火室 6 的腔体内设有 14 支位于同一水平面的并列排布的透明石英玻璃管 67 和安装在石英玻璃管 67 内、与石英玻璃管 67 内壁不相互接触的热辐射灯管 68。如图 4、5 所示,石英玻璃管 67 穿过快速气氛退火室 6 的腔体,与工作腔 60 通过外盖板 59 密封连接。在外盖板 59 内安装有设有耐温胶圈 69 和胶圈冷却管 691,避免胶圈长期处在高温状态。灯管两端外露且悬挂在支撑板 70 上的支撑杆 71 上。通过支撑杆 71 上的调节螺栓 72,即可调节支撑杆 71 的间距,从而安放不同型号尺

寸的热辐射灯管 68。为了防止热辐射灯管 68 的端头过热损害灯管,在支撑板 70 上还安装有气管 73,并在气管 73 在预开若干个气孔。气管 73 通气后,气流从气孔流出,对灯管的端头进行冷却。热辐射灯管条数、单根长度、以及灯管密度可以根据基片大小尺寸、生产效率作适当的扩展或缩减。

[0065] 上述热辐射灯管 68 可以是红外辐射灯管、卤素辐射灯管、频闪加热灯管以及高功率电阻式灯管,优选为红外辐射灯管。热辐射灯管 68 背离输送辊 13 的一侧涂覆有热反射涂层。在快速气氛退火室 6 上安装温度传感器与温控器后,根据温度传感器反馈的实时数据,利用温控器通讯调控热辐射灯管 68 的输出功率,即可实现从室温至 700℃ 之间的温度的自由调控,可以在一分钟内令基片的表面温度达到 700℃,从而实现快速退火。

[0066] 在退火段 63 内,快速气氛退火室 6 的腔体上布置有工艺布气管道 74。根据实际的不同的工艺要求,从工艺布气管道 74 可通入 Ar、N₂、H₂、CO 一种或多种混合气体、O₂ 或 O₂ 与 Ar 的混合气体、空气作为退火工艺气体,优选为 N₂ 工艺气体。

[0067] 如图 8 所示,在冷却段 64 内,快速气氛退火室 6 腔体内设有多个排铜材质的冷却管 75。铜材质冷却管 75 呈蛇形管结构,布置在快速气氛退火室 6 腔体内壁内表面的上方和下方。冷却管 75 与人工制冷源 76 和冷却箱体 77 连通。在循环泵 79 的带动下,冷却剂由进水口进入冷却管 75,然后从出水口流出,注入人工制冷源 76 或安装在地表下的冷却箱体 77,也可以先注入冷却箱体 77 后再进入人工制冷源 76,最后流入冷却管进入腔体冷却。通过地表下冷却箱体 77 以及人工制冷实现冷却水的冷却循环使用。地表下冷却箱体的目的是在于通过与地下水进行热交换而降低一定的制冷能耗。为了增强冷却效果,在后隔离段 65 内同样安装有与冷却段相同布局的冷却管 75,表面可以涂覆吸热涂层加快冷却。

[0068] 卸料台 12 与第四真空室 10 之间还设有风栅急冷区 11。如图 7 所示,风栅急冷区 11 内设有若干条风管 111,风管的数量可根据实际情况增减。将风管 111 安装在输送辊 13 的上方和下方并在风管 111 上开若干个风嘴 112。同样的,风嘴 112 的数量可根据实际情况布置。将风管 112 与鼓风机连接,如图 7 所示,当基片从最下游真空室出来,进入风栅急冷区 11 后,鼓风机启动,气流从风嘴 112 流出,对基片进行吹拂,实现基片的快速冷却。

[0069] 鉴于基片移出真空室后,进入风栅急冷区 11,在大气环境中进行冷却所需的时间需要参考基片的温度,在风栅急冷区 11 与第四真空室 10 之间可以安装有用于测量基片的整体温度均匀性分布以及表层温度高低的红外热成像仪 113。

[0070] 本实施例 1 的工作过程如下:

[0071] 1. 设定预热段 62、退火段 63 的温度以及工艺布气管道 74 的流量,联动调解真空管道的调节阀以维持预设的退火真空工作压力,预设镀膜沉积区域以及退火区域的匀速运行速度,预设进片台 1 和第一真空室 2 之间的动态密封门 14 开启的真空度条件为第一真空室 2 的真空压力为 10pa,预设第一真空室 2 和第二真空室 3 之间的动态密封门 14 开启的真空度条件为第二真空室 3 的真空压力为 2×10^{-2} pa,预设快速退火气氛室 6 与第三真空室 9 之间的动态密封门 14 开启的真空度条件为第三真空室 9 的真空压力为 10⁰pa,预设第三真空室 9 与第四真空室 10 之间的动态密封门 14 开启的真空度条件为第四真空室 10 的真空压力为 10pa。

[0072] 2. 将待镀膜、退火处理的玻璃基片放置于进片台 1 的输送辊 13 上,该段的传动电机控制输送辊 13 运行,将基片输送到进片台后定位传感器位置 110。

[0073] 3. 启动快速放气阀 11, 将第一真空室 2 放气至大气状态, 进片台 1 和第一真空室 2 之间的动态密封门 14 开启, 第一真空室 2 的伺服电机与进片台 1 的传动电机联动运行, 将位于进片台 1 的玻璃基片输送至第一真空室内, 直至玻璃基片的前端到达第一真空室后定位传感器 210 且基片的尾端完全通过第一真空室前定位传感器 200, 随后进片台 1 和第一真空室 2 之间的动态密封门 14 关闭, 第一真空泵组 1007 开始抽真空。

[0074] 4. 当第一真空室 2 真空度低于 10pa 后, 第一真空室 2 和第二真空室 3 之间的动态密封门 14 开启, 第一真空室 2 与第二真空室 3 对应的传动电机联动运行, 使玻璃基片加速传动到第二真空室后定位传感器 310, 随后第一真空室 2 和第二真空室 3 之间的动态密封门 14 关闭, 第二真空泵组 30 开启, 开始抽真空。

[0075] 5. 当第二真空室 3 真空度优于 2×10^{-2} pa 后, 第二真空室 3 与第一过渡室 4 之间的动态密封门 14 开启, 第二真空室 3 与第一过渡室 4 对应的传动电机联动运行, 将玻璃基片传送到镀膜沉积室 5 的前端, 同时第二真空室 3 与第一过渡室 4 之间的动态密封门 14 关闭, 玻璃基片以匀速经过镀膜沉积室 5, 在基片的上表面沉积 V 膜或 VO_2 膜 V_2O_5 膜以及其它介质膜或金属保护膜, 然后进入快速气氛退火室 6, 为了保证基片的加热效果, 此时, 热辐射灯管 68 距离基片上表面距离为 5-100mm, 优选距离为 10-50mm。基片在灯管的热辐射作用下快速升温完成热色涂层的退火过程, 随后进入冷却段 64 和后隔离段 65 中冷却降温, 实现快速退火。在快速气氛退火室 6 的后隔离段 65 处, 相邻的玻璃基片在输送辊 13 的带动下加速, 与冷却段 64 内的玻璃基片分离。

[0076] 6. 当玻璃基片达到快速气氛退火室 6 与第三真空室 9 之间的动态密封门 14 前, 快速气氛退火室 6 与第三真空室 9 之间的动态密封门 14 开启, 后隔离段 65 与第三真空室 9 的传动电机联动运行, 传送玻璃基片进入第三真空室 9, 随后快速气氛退火室 6 与第三真空室 9 之间的动态密封门 14 关闭, 第五真空泵组 51 开始抽真空。当后续的功能室的压力符合工艺要求后, 玻璃基片在输送辊 13 的带动下依次进入第四真空室 10 和风栅急冷区 11。

[0077] 7. 玻璃基片进入风栅急冷区 11 冷却且温度达到工艺要求后, 风栅急冷区 11 与卸料台 12 的传动电机联动运行, 将基片传动到卸料台 12 并完成卸件。

[0078] 为了能够清理在工作过程中可能出现的破损玻璃基片和观察退火处理时玻璃基片的实时状况, 快速气氛退火室 6 的一侧安装密封门, 另一侧设有若干个用于观察工件退火运行状态的观察窗, 真空室两侧安装若干个用于观察工件退火运行状态的观察窗。在真空室和快速气氛退火室 6 的冷却段 64、前隔离段 61 和后隔离段 65 的上盖板 31 处安装升降装置还连接着行车 32 和升降吊钩 33。如图 9 所示, 以冷却段的腔体为例, 上盖板 31 和下部腔体 34 是可以分离的, 他们之间通过密封圈 35 密封, 上盖板 31 盖上后在自身重力作用下下压, 抽真空自然内外压差促使自然密封。冷却管 75 与外部链接时候穿过上盖板 31。其余真空室和冷却段 64、前隔离段 61 和后隔离段 65 的上盖板的安装结构均与之类似, 其差别之处在于是否有冷却管接入。当从观察窗中发现热处理室和真空室内积聚有破损玻璃基片时, 即可开启密封门和通过行车 32 和升降吊钩 33 升降装置升起开启真空室和快速气氛退火室 6 的冷却段 64、前隔离段 61 和后隔离段 65 的上盖板 31, 对快速气氛退火室 6 和真空室的腔内进行清洗。

[0079] 以上工作过程为一个单元智能玻璃退火动作过程, 该过程不断重复则实现连续镀膜和退火处理。图 11 为通过该实施案例获得的随环境温度变化具有得热量调控能力的二

氧化钒热色智能玻璃光谱曲线图。

[0080] 通过上述实施例由于其独特的结构设计,所获得的钢化玻璃基智能玻璃应力可达到国家建筑节能安全玻璃的应力标准要求 $\geq 90\text{Mpa}$ 。

[0081] 实施例 2:

[0082] 本实施例 2 与实施例 1 的不同之处在于,除快速气氛退火室 6 的上游连接有一个第一镀膜沉积室 5 外,快速气氛退火室 6 的下游还连接有一个第二镀膜沉积室 7。第二镀膜沉积室 7 的下游连接有第二过渡室 8。第二镀膜沉积室 7 和第二过渡室 8 连接有第五真空泵组 78。基片从快速气氛退火室 6 移出后,将进入位于快速气氛退火室 6 下游的第二镀膜沉积室 7,进行第二次镀膜处理,从而在玻璃基片的上表面沉积多层复合膜。随后从第二镀膜沉积室 7 移出的玻璃基片依次进入位于第二镀膜沉积室 7 下游的第二过渡室 8、第三真空室 9 和第四真空室 10,并在风栅急冷区 11 内冷却。玻璃基片进入风栅急冷区 11 冷却且温度达到工艺要求后,风栅急冷区 11 与卸料台 12 的传动电机联动运行,将基片传动到卸料台 12 并完成卸件。

[0083] 实施例 2 与实施例 1 相比在于前者可以实现镀膜过程中的不同成分的退火,而后者更适合用于制备的前躯体膜为接近于化学计量比的 VO_2 成分热色涂层材料的退火。

[0084] 图 13 为通过该实施案例获得的随环境温度变化具有得热量调控能力的二氧化钒热色智能玻璃光谱曲线图。

[0085] 通过上述实施例由于其独特的结构设计,所获得的钢化玻璃基智能玻璃应力可达到国家建筑节能安全玻璃的应力标准要求 $\geq 90\text{Mpa}$ 。

[0086] 上列详细说明是针对本发明可实行的实施例的具体说明,该实施例并非用以限制本发明的专利范围,凡是未脱离本发明所作出的等效实施或变更,均应包含在本发明专利权利范围内。

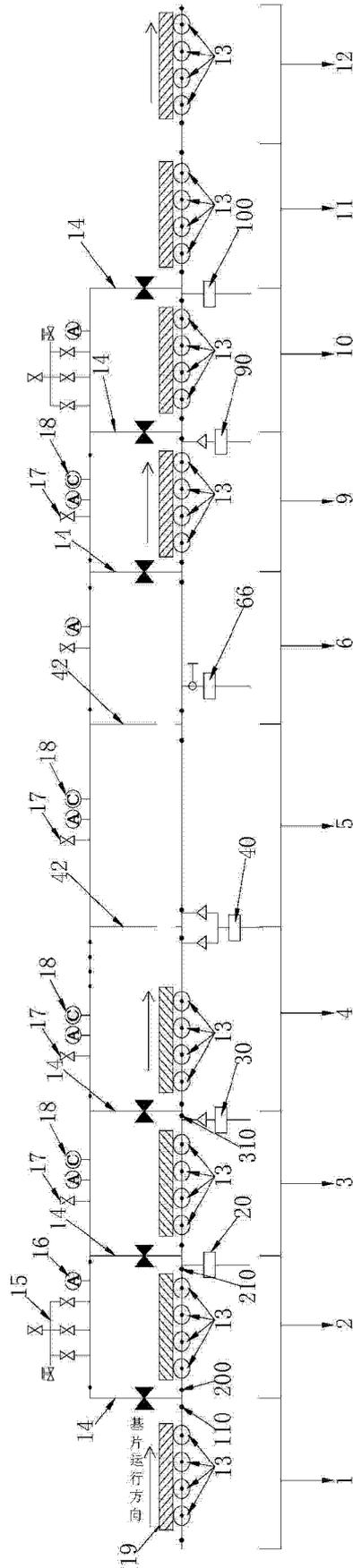


图 1

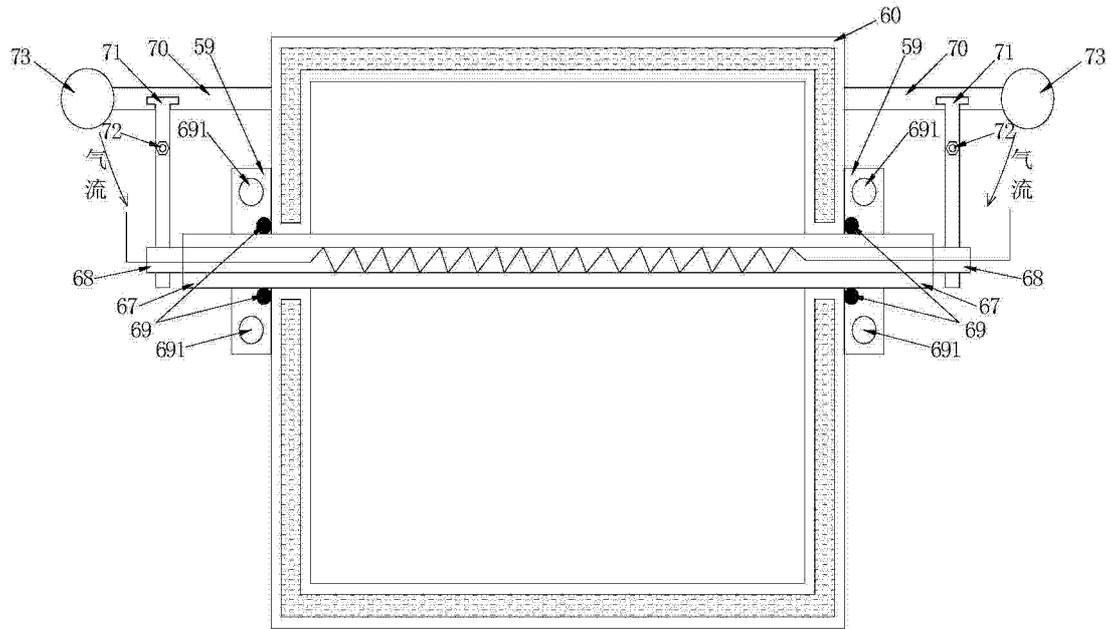


图 4

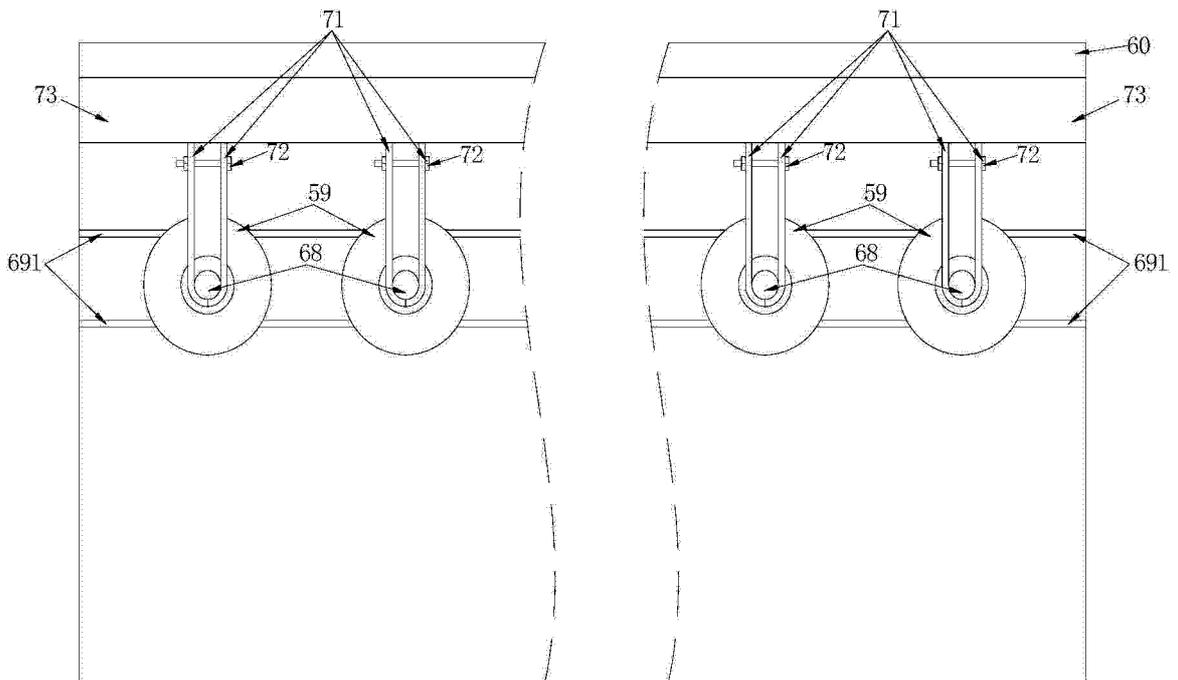


图 5

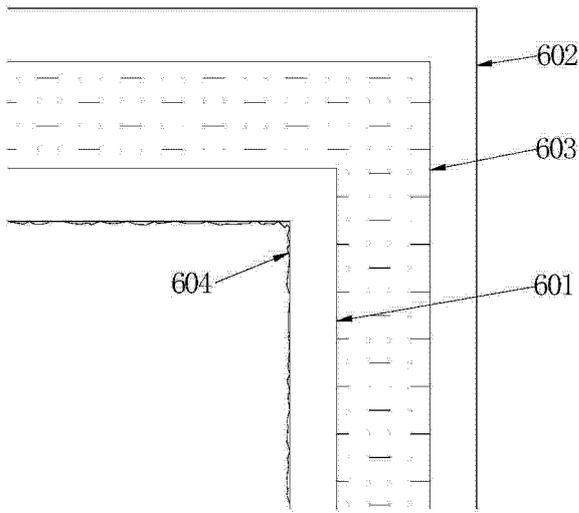


图 6

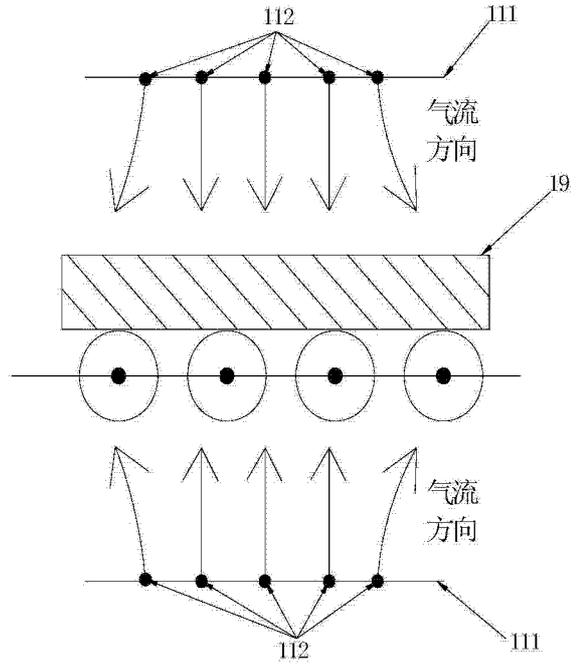


图 7

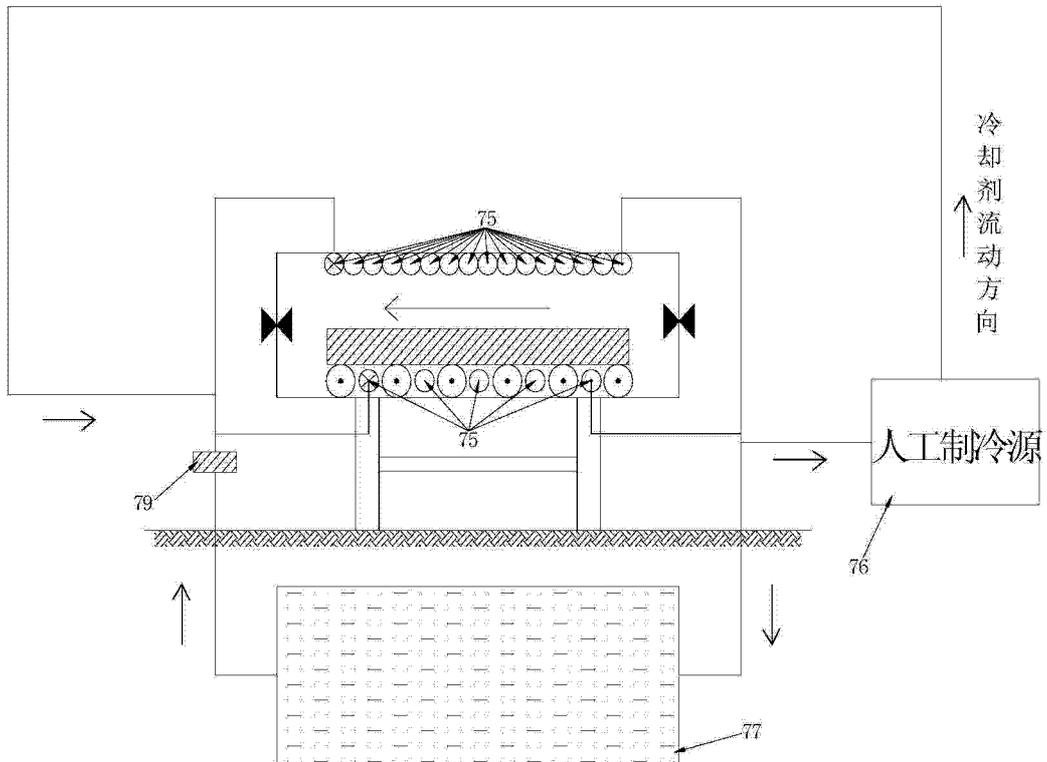


图 8

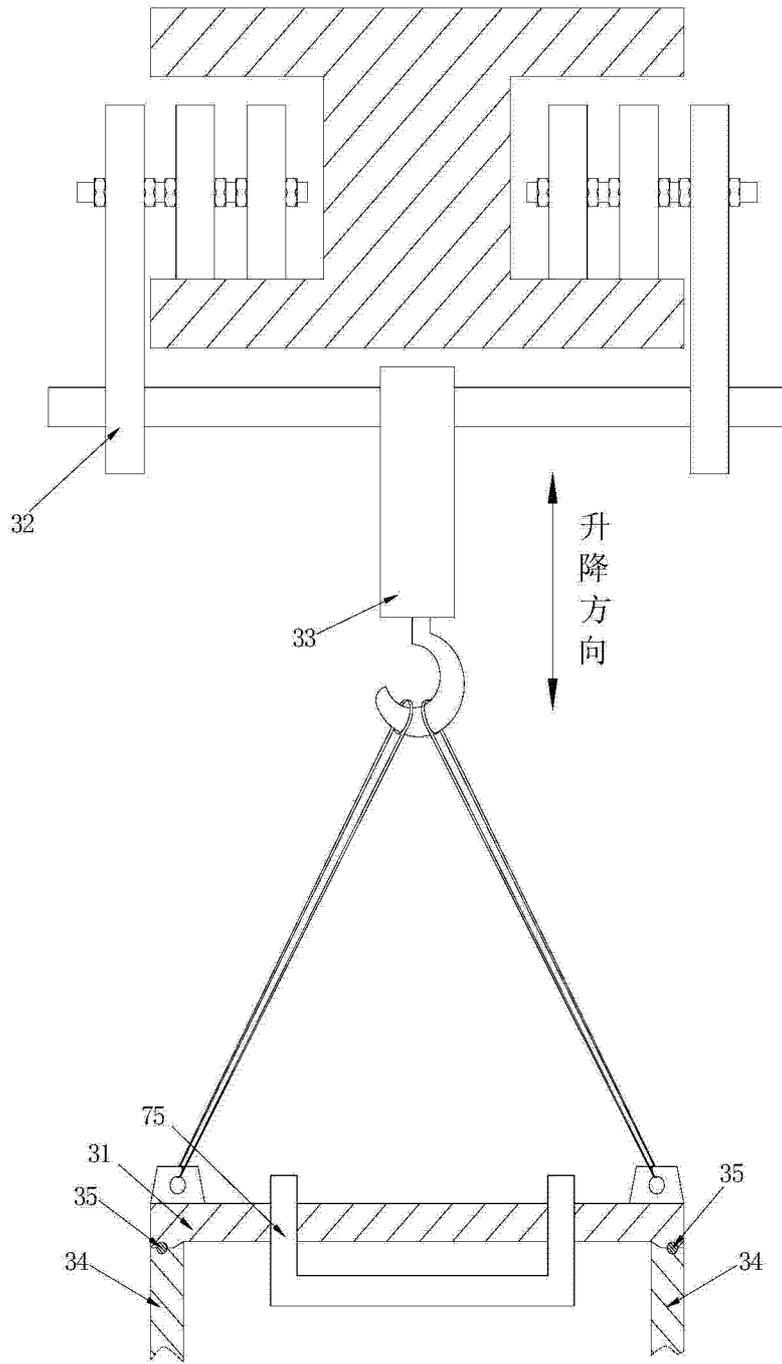


图 9

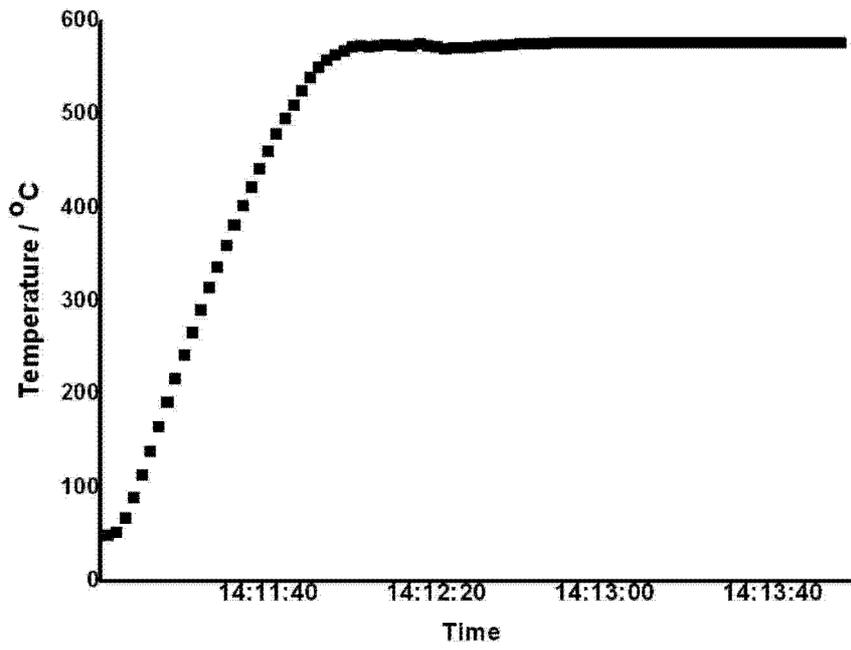


图 10

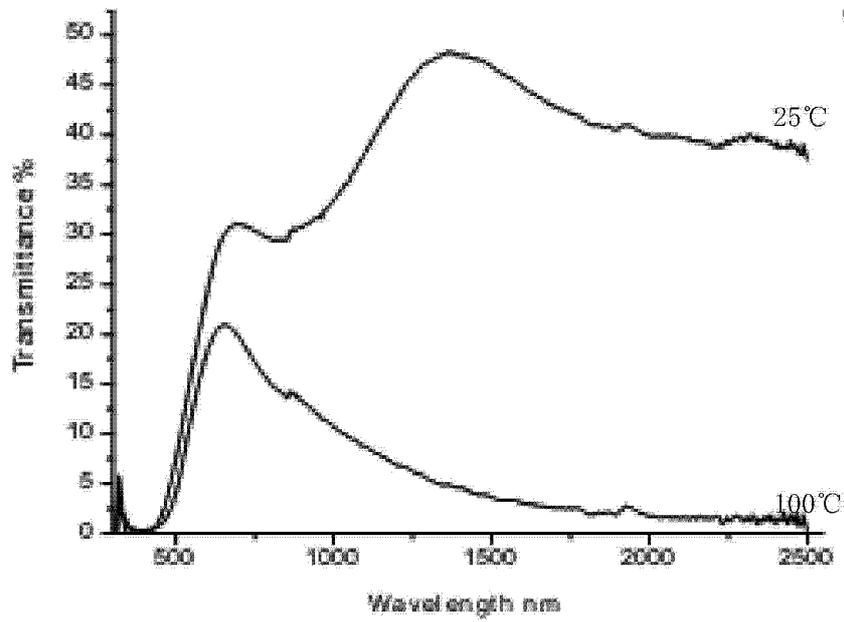


图 11

