

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6066929号  
(P6066929)

(45) 発行日 平成29年1月25日(2017.1.25)

(24) 登録日 平成29年1月6日(2017.1.6)

(51) Int.Cl.

F 1

<b>C03C 17/36</b>	<b>(2006.01)</b>	C 03 C	17/36
<b>C23C 14/08</b>	<b>(2006.01)</b>	C 23 C	14/08
<b>C23C 14/06</b>	<b>(2006.01)</b>	C 23 C	14/06
<b>C23C 14/14</b>	<b>(2006.01)</b>	C 23 C	14/08
<b>E06B 5/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C 23 C	14/14

請求項の数 14 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-554011 (P2013-554011)  
 (86) (22) 出願日 平成24年2月16日 (2012.2.16)  
 (65) 公表番号 特表2014-508091 (P2014-508091A)  
 (43) 公表日 平成26年4月3日 (2014.4.3)  
 (86) 國際出願番号 PCT/GB2012/050354  
 (87) 國際公開番号 WO2012/110823  
 (87) 國際公開日 平成24年8月23日 (2012.8.23)  
 審査請求日 平成27年2月13日 (2015.2.13)  
 (31) 優先権主張番号 1102724.0  
 (32) 優先日 平成23年2月17日 (2011.2.17)  
 (33) 優先権主張国 英国(GB)

(73) 特許権者 591229107  
 ピルキントン グループ リミテッド  
 イギリス国 ランカシャー エル40 5  
 ユーエフ ニアー オームスカーカー レイ  
 ソム ホールレーン ヨーロピアン テク  
 ニカル センター  
 (74) 代理人 100147485  
 弁理士 杉村 憲司  
 (74) 代理人 100165951  
 弁理士 吉田 憲悟  
 (74) 代理人 100136858  
 弁理士 池田 浩

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】熱処理可能な被覆ガラス板

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

被覆ガラス板であって、少なくとも、順に、以下の層：

ガラス基板、

前記ガラス基板上に直接設けられた、厚さ25～35nmの、ケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とするベース層、

該ベース層から順に、

前記ケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とするベース層上に直接設けられた、Zn及びSnの酸化物を基とする層と、厚さ0.5～5nmの、金属酸化物及び/又はケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とする分離層と、 10Znの酸化物を基とするトップ層と

を有する下部反射防止層、並びに

銀を基とする機能層

を有し、

更に、前記ガラス基板から順に、前記銀を基とする機能層の上方にそれに接触して設けられたバリア層であって、準化学量論的なNiCrO<sub>x</sub>の犠牲バリア層を有しない、前記バリア層を有し、更に、前記バリア層の上方に順に、金属酸化物を基とする層と、

10

20

アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層とを含む上部反射防止層を有する、

被覆ガラス板であって、

熱処理後の前記ガラス板の光透過率の変化の割合が、2%以下である、被覆ガラス板。

**【請求項2】**

前記下部反射防止層のZn及びSnの酸化物を基とする層は、厚さが1～8nmである、請求項1に記載のガラス板。

**【請求項3】**

前記分離層が、Ti、Al及び／又はSiの酸化物の層を有する、請求項1又は2に記載のガラス板。

**【請求項4】**

前記分離層はさらに、Ti、V、Mn、Co、Cu、Zn、Zr、Hf、Nb、Mo、Taの元素のうちの少なくとも1つから選択される1つ又はそれ以上の他の化学元素、又はこれらの物質のうちの少なくとも2つを基とする合金を含む、請求項1乃至3のいずれかに記載のガラス板。

**【請求項5】**

前記Znの酸化物を基とするトップ層は、厚さが3～10nmである、請求項1乃至4のいずれかに記載のガラス板。

**【請求項6】**

前記銀を基とする機能層は、厚さが5～20nmである、請求項1乃至5のいずれかに記載のガラス板。

**【請求項7】**

前記下部反射防止層における前記Znの酸化物を基とするトップ層が、前記銀を基とする機能層と直接接触している、請求項1乃至6のいずれかに記載のガラス板。

**【請求項8】**

前記バリア層は、厚さが1～10nmである、請求項1乃至7のいずれかに記載のガラス板。

**【請求項9】**

前記上部反射防止層における前記金属酸化物を基とする層は、厚さが2～20nmである、請求項1に記載のガラス板。

**【請求項10】**

前記上部反射防止層における前記アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層は、厚さが15～35nmである、請求項1に記載のガラス板。

**【請求項11】**

前記ガラス板は、銀を基とする機能層を複数有する、請求項1に記載のガラス板。

**【請求項12】**

前記銀を基とする機能層はそれぞれ、介在する中央反射防止層により、隣接する銀を基とする機能層から間隔が空けられている、請求項11に記載のガラス板。

**【請求項13】**

請求項1乃至12のいずれかに記載の被覆ガラス板の製造方法であって、

ガラス基板を準備し、次いで、該ガラス基板に、

厚さ25～35nmの、ケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とするベース層、

前記ケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とするベース層の直接上の、Zn及びSnの酸化物を基とする層、

少なくとも窒素を含むスパッタ雰囲気中において、金属酸化物ターゲットからスパッタすること、又は、金属層を堆積してその後酸化させることによりなる金属酸化物を基とし、及び／又は、Si及び／又はAlを基とするターゲットから反応的にスパッタすることによりなるケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とす

10

20

30

40

50

る、厚さ0.5~5nmの、分離層、  
 Znの酸化物を基とするトップ層、  
 銀を基とする機能層、  
 バリア層、並びに  
 上部反射防止層

を相次いで付与する工程を含む、被覆ガラス板の製造方法であって、

前記銀を基とする機能層と直接接触する前記バリア層の任意の部分は、0~最大5体積%の酸素を含む雰囲気中でスパッタすることにより堆積され、前記バリア層は、準化学量論的なNiCrO<sub>x</sub>の犠牲バリア層を有さず、熱処理後の前記ガラス板の光透過率の変化の割合が、2%以下である、被覆ガラス板の製造方法。

10

【請求項1~4】

請求項1乃至12のいずれかに記載のガラス板を組み入れた、多重板ガラス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、低放射率及び/又は日照調整のコーティングを有する熱処理可能な被覆ガラス板に関するものである。本発明はさらに、上記ガラス板の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

安全性を付与するために強化され、及び/又は屈曲された熱処理ガラス板は、例えば、建築又は自動車用の板ガラスといった多数の応用分野に必要とされている。ガラス板を熱的に強化し及び/又は屈曲するためには、使用するガラスの軟化点付近又はそれ以上の温度で当該ガラス板を熱処理し、その後、急冷によって強化するか、又は屈曲手段を用いて屈曲するかのいずれかが必要であることが知られている。ソーダ石灰シリカタイプの標準フロートガラスにおける上記温度範囲は通常、約580~690であり、実際の強化及び/又は屈曲の処理を開始する前の数分間の間、ガラス板をこの温度範囲に保持する。

20

【0003】

以下の記載及び請求項における「熱処理」、「熱処理した」及び「熱処理可能な」との用語は、前述したような熱屈曲処理及び/又は強化処理、並びに被覆ガラス板が最大数分間、例えば、最大約10分間の間、約580~690の範囲の温度に達する他の熱処理のことを言う。被覆ガラス板が熱処理可能であるかは、重大な損傷なく熱処理に耐えるかどうかで判断され、熱処理により生じる典型的な損傷とは、高ヘイズ値、ピンホール又はスポットである。

30

【0004】

米国特許出願第2009/0197077号には、アルミニウム及び/又は窒化ケイ素を基とする少なくとも1つの誘電体層と、ZnSnO<sub>x</sub>:Sb等の非晶性の混合酸化物の少なくとも1つの平滑層と、ZnO等のぬれ層と、銀を基とする機能層と、例えばNiCr又はTiを基とする遮断層と、ZnOの層と、アルミニウム及び/又は窒化ケイ素の層とで相次いでコーティングしたガラスが記載されている。かかる被覆ガラスは、低シート抵抗を呈するといわれている。

40

【0005】

国際公開第2010/073042号には、化学的及び機械的に口バスト性のある熱処理可能な被覆ガラス板であって、かかるガラス板から順に、少なくとも8nmの厚さを有するケイ素の(酸化)窒化物のベース層、Zn及びSnの酸化物の中間層、及び金属酸化物のトップ層の下部反射防止層と、銀を基とする機能層と、バリア層と、10nm超の厚さを有するアルミニウムの(酸化)窒化物層を有する上部反射防止層とを有する。

【0006】

独国特許出願第19922162(A1)号には、透明層系、特に、板ガラスの断熱・遮光コーティングであって、低誘電体の2つのベース層の間に薄い金属又は金属化合物の

50

変更層を有するものが記載されている。変更層には、金属又は準化学量論的な酸化物あるいは窒化物が使用されているが、酸化物や窒化物では、望ましい光学的特性の向上が実現できないことが分かっている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】米国特許出願第2009/0197077号

【特許文献2】国際公開第2010/073042号

【特許文献3】独国特許出願第19922162(A1)号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

また、準化学量論的な  $NiCrO_x$  は、良好な熱処理性を示すので、犠牲バリア層として使用されることも周知である（例えば、米国特許出願第2009/0197077号及び国際公開第2010/073042号を参照）。しかしながら、厳密な化学量論の層を堆積するために必要な臨界条件のため、 $NiCrO_x$  層が存在することで、製造が複雑化する。さらに、 $NiCrO_x$  の使用は、熱処理中のコーティングスタックの光学的特性、すなわち、光透過率、色、吸収及び光反射率の大幅な変化につながり、その結果、単一材料 (single stock) の被覆ガラス板（すなわち、熱処理の有りと無しとで、実質的に同一の光学的特性を有する被覆ガラス板）を実現することが困難になる。そのため、強化の前後でニュートラルな反射色（無色）及び低ヘイズを呈することが可能な被覆ガラス板を提供することが理想的であると考えられる。また、強化時において光透過百分率 ( $T_L$ ) 及び反射色 ( $a^*$ ,  $b^*$ ) の変化がより少ない被覆ガラス板を提供することが望ましいとも考えられる。したがって、銀を基とする機能層の上方に準化学量論的な  $NiCrO_x$  の犠牲バリア層を設ける必要なく、熱処理性が良好な上に上述した光学的利点を有する被覆ガラス板が所望されている。

【0009】

本発明の発明者らは、低放射率及び/又は日照調整のコーティングの熱処理性特性を表示する場合に一般的に用いられるパラメータ「ヘイズ」では、被覆ガラス板のコーティング、熱処理、加工及び/又は出荷の際に生じ得るあらゆるタイプの欠陥を十分には反映できないため、しばしば不十分であることを見出した。熱処理可能とされている低放射率及び/又は日照調整コーティングのガラスであっても、熱処理前後の保管時、輸送時及び使用時における一般的な環境の影響と、通常の出荷及び処理の工程でかかる被覆ガラス板に作用する機械的及び化学的条件とをシミュレートしたテスト又はその他のテストに、可視損傷なく耐えられないものがあることを本発明者らは見出した。いくつかの公知の熱処理可能な被覆ガラス板には、熱処理中に、光学的特性、特に、反射色の重大かつ顕著な変化が見られた。

【0010】

本明細書中で上述した「単一材料の被覆ガラス板」とは、熱処理時に、 $T_L$  2%、好適には  $T_L$  1.5%（ここで、 $T_L$  は、熱処理時の透過率百分率の変化である）を示し、 $R_f E^* = 3$ 、好適には、 $R_f E^* = 2$ （ここで、熱処理時のフィルム側の反射光の変化  $R_f E^* = \sqrt{[(L^*_{11} - L^*_{12})^2 + (a^*_{11} - a^*_{12})^2 + (b^*_{11} - b^*_{12})^2]}$  であり、 $L^*_{ii}$ 、 $a^*_{ii}$  及び  $b^*_{ii}$  は、熱処理前後のフィルム側の反射色値である）を示すガラス板と定義される。色の変化  $E^*$  は、D65光源及び10°での1976 CIE ( $L^* a^* b^*$ ) により定義される。

【0011】

従って、本発明は、単一材料 (single stock) の被覆ガラス板を提供することを目的とする。特に、熱処理済み及び未熱処理の被覆ガラス板を、被覆ガラス板のやむを得ない製造誤差よりも著しく大きな反射色の差がなく互いに隣接してグレーズすることができるよう、熱処理により生じる反射色の変化を低減すべきである。

10

20

30

40

50

## 【課題を解決するための手段】

## 【0012】

本発明の第一の側面によれば、被覆ガラス板であって、少なくとも、順に、以下の層：ガラス基板、該ガラス基板から順に、  
 $Z_n$ 及び $S_n$ の酸化物及び／又は $S_n$ の酸化物を基とする層と、  
 金属酸化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とする分離層と、  
 $Z_n$ の酸化物を基とするトップ層と  
 を有する下部反射防止層、並びに  
 銀を基とする機能層  
 を有する被覆ガラス板を提供する。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0013】

本発明の被覆ガラス板は、銀を基とする機能層の上方に $NiCrO_x$ を含む犠牲バリア層を設ける必要なく、良好な熱処理性を実現する。上記被覆ガラス板は、強化の前後で、ニュートラルな反射色（無色）と、特に低いヘイズとを呈し得る。また、上記ガラス板は、従来のガラス板に比べて、強化時の光透過率（ $T_L$ ）及び反射色（ $a^*$ 及び $b^*$ ）の変化が小さい。強化時の反射色の変化が小さいと、加工上の理由及び品質管理等の面で効果的である。単一材料の被覆ガラス板の利点とは、2つの製品をストックする必要性を回避できる点、例えば、ひとたび強化すれば、アニーリングしたバージョンの光学的特性に匹敵する別の強化したバージョンをストックする必要がなくなる点である。そのため、強化されるべき板ガラスと、強化されるべきでない板ガラスとを、分離することなく一緒に保管することができる。

## 【0014】

本発明の以下の説明においては、特に断りがない限り、パラメータの許容範囲の上限値又は下限値の代替値の記載及びそうした代替値の1つが他の値より一層好適である旨の記載は、上記パラメータの中間値（上記代替値のうち、一層好適なものと一層は好適でないものとの間のいずれかの値）そのものが、上記一層は好適でない値及び当該一層は好適でない値と上記中間値との間のいずれかの値よりも好適であることを示唆しているものとして理解されたい。

## 【0015】

本発明の文脈中、層が特定の1つ又は複数の材料を「基とする」と言う場合、これは、層が、主に対応する1つ又は複数の材料から構成されることを意味し、通常は、そうした1つ又は複数の材料を少なくとも約50%含むことを意味している。

## 【0016】

上記被覆ガラス板はさらに、上記ガラス基板と、 $Z_n$ 及び $S_n$ の酸化物及び／又は $S_n$ の酸化物を基とする上記層との間に設けられた、ケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とするベース層を有することができる。

## 【0017】

上記被覆ガラス板はさらに、ガラス基板から順に、銀を基とする機能層の上方に設けられたバリア層を有することができる。

## 【0018】

上記被覆ガラス板はさらに、ガラス基板から順に、銀を基とする機能層及び任意のバリア層の上方に設けられた上部反射防止層を有することができる。

## 【0019】

好適には、上記被覆ガラス板は、少なくとも、順に、以下の層：

ガラス基板、

該ガラス基板から順に、

ケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とするベース

10

20

30

40

50

層と、

$Z_n$  及び  $S_n$  の酸化物及び / 又は  $S_n$  の酸化物を基とする層と、

金属酸化物及び / 又はケイ素の (酸化) 窒化物及び / 又はアルミニウムの (酸化) 窒化物を基とする分離層と、

$Z_n$  の酸化物を基とするトップ層と

を有する下部反射防止層、

銀を基とする機能層、

バリア層、並びに

上部反射防止層

を有する。

10

【0020】

ケイ素の (酸化) 窒化物及び / 又はアルミニウムの (酸化) 窒化物を基とする上記ベース層の厚さは、少なくとも  $5\text{ nm}$ 、好適には  $5\sim60\text{ nm}$ 、より好適には  $10\sim50\text{ nm}$ 、より一層好適には  $20\sim40\text{ nm}$ 、最も好適には  $25\sim35\text{ nm}$  とすることができる。このベース層は、様々な用途を有するが、中でも、ガラス側の拡散層としての機能を果たす。

【0021】

「ケイ素の (酸化) 窒化物」との語は、 $Si$  の窒化物 ( $SiN_x$ ) 及び  $Si$  の酸化窒化物 ( $SiO_xN_y$ ) の両方を含み、「アルミニウムの (酸化) 窒化物」との語は、 $Al$  の窒化物 ( $AlN_x$ ) 及び  $Al$  の酸化窒化物 ( $AlO_xN_y$ ) の両方を含む。 $Si$  の窒化物、 $Si$  の酸化窒化物、 $Al$  の窒化物及び  $Al$  の酸化窒化物の層は、実質的に化学量論的(例えば、 $Si$  の窒化物 =  $Si_3N_4$ 、 $x = 1.33$ )であることが好適であるが、コーティングの熱処理性に悪影響を及ぼさない限り、準化学量論的又はさらには超化学量論的であってもよい。ケイ素の (酸化) 窒化物及び / 又はアルミニウムの (酸化) 窒化物を基とするベース層の 1 つの好適な組成は、実質的に化学量論的な混合窒化物  $Si_{90}Al_{10}N_x$  である。

20

【0022】

ケイ素の (酸化) 窒化物及び / 又はアルミニウムの (酸化) 窒化物の層はそれぞれ、窒素及びアルゴンを含むスパッタ雰囲気中で、 $Si$  及び / 又は  $Al$  を基とするターゲットから反応的にスパッタすることができる。ケイ素の (酸化) 窒化物及び / 又はアルミニウムの (酸化) 窒化物を基とするベース層の酸素の含有量は、スパッタ雰囲気の残留酸素に、又は当該スパッタ雰囲気に加えた酸素の調整量に起因するものと考えられる。一般的には、ケイ素の (酸化) 窒化物及び / 又はアルミニウムの (酸化) 窒化物の酸素含量がその窒素含量よりも著しく低ければ、すなわち、層における原子比  $O/N$  が、1 を大幅に下回る状態が維持されれば、好適である。下部反射防止層のベース層における酸素含有量は僅かとして、 $Si$  窒化物及び / 又はアルミニウム窒化物を使用することが最も好適である。上記特徴は、上記ベース層の屈折率が、確実に無酸素の  $Si$  窒化物及び / 又はアルミニウム窒化物の層の屈折率と著しく異なるようにすることにより、調節され得る。

30

【0023】

下部反射防止層のベース層に必須のバリア及び保護性能が失われない限りにおいて、混合した  $Si$  及び / 又のターゲットを使用すること、又は、そうでなければ、この層の  $Si$  及び / 又は  $Al$  の成分に金属又は半導体を付加することも本発明の範囲に含まれる。 $Al$  ターゲット及び  $Si$  ターゲットの混合は公知かつ定着しており、その他の混合ターゲットも例外ではない。付加成分は、典型的には、最大で約  $10\sim15$  重量 % の量で存在し得る。 $Al$  は、一般的に、混合した  $Si$  のターゲットに約 10 重量 % の量で存在する。

40

【0024】

下部反射防止層の  $Z_n$  及び  $S_n$  の酸化物及び / 又は  $S_n$  の酸化物を基とする層は、緻密かつ熱的に安定な層を提供し、熱処理後のヘイズ減少に寄与することにより、熱処理中の安定性を向上させる機能を果たす。下部反射防止層の、 $Z_n$  及び  $S_n$  の酸化物及び / 又は  $S_n$  の酸化物を基とする層は、厚さが、少なくとも  $0\sim5\text{ nm}$ 、好適には  $0.5\sim10\text{ nm}$

50

m、より好適には0.5~9nm、より一層好適には1~8nm、より一層好適には1~7nm、より一層好適には2~6nm、より一層好適には3~6nm、最も好適には3~5nmである。上記厚さの上限値である約8nmは、光学干渉条件のため、また、機能層の反射防止にかかる光学干渉の境界条件を維持するために必要とされるベース層の厚さが減少して、熱処理性が低下することから、好適である。

## 【0025】

前記下部反射防止層のZn及びSnの酸化物及び/又はSnの酸化物を基とする層は、上記ケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とするベース層の上に直接設けられていることが好適である。

## 【0026】

前記下部反射防止層のZn及びSnの酸化物(略称:ZnSnO<sub>x</sub>)を基とする層は、金属含有量全体に対し、好適には約10~90重量%のZn及び約90~10重量%のSn、より好適には約40~60重量%のZn及び約40~60重量%のSn、好適にはそれぞれ約50重量%のZn及びSnを含む。その他の好適な態様において、前記下部反射防止層の、Zn及びSnの酸化物を基とする層は、最大18重量%のSn、より好適には最大15重量%のSn、より一層好適には最大10重量%のSnを含むことができる。Zn及びSnの酸化物を基とする層は、O<sub>2</sub>存在下における混合したZnSnターゲットの反応的スパッタリングにより堆積することができる。

## 【0027】

前記金属酸化物及び/又はケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とする分離層の厚さは、少なくとも0.5nm、好適には0.5~6nm、より好適には0.5~5nm、より一層好適には0.5nm~4nm、最も好適には0.5~3nmとすることができます。このような好適な厚さにより、熱処理時のヘイズをさらに改善することができます。分離層は、堆積処理及び後の熱処理における保護をもたらす。金属酸化物の分離層は、堆積された直後に、実質的に十分に酸化されるか、又は、後の酸化層の堆積中に酸化されて、実質的に十分に酸化された層となる。

## 【0028】

分離層は、例えば、実質的に化学量論的又は僅かに準化学量論的な酸化物として、僅かに準化学量論的なチタニウム酸化物を基とするセラミックのターゲット(例えば、TiO<sub>1.98</sub>ターゲット)からの非反応性スパッタリングを用いることにより、O<sub>2</sub>存在下においてTiを基とするターゲットの反応的なスパッタリングにより、又は、後に酸化されるTiを基とする薄膜を堆積することにより可能である。本発明の文脈中、「実質的に化学量論的な酸化物」とは、少なくとも95%、最大で105%が化学量論的な酸化物を意味しており、「僅かに準化学量論的な酸化物」とは、少なくとも95%でかつ100%未満が化学量論的な酸化物を意味している。

## 【0029】

分離層が金属酸化物を基とする場合は、当該分離層は、Ti、NiCr、InSn、Zr、Al及び/又はSiの酸化物を基とする層を有することができる。

## 【0030】

分離層は、基とする金属酸化物及び/又はケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物に加えて、Ti、V、Mn、Co、Cu、Zn、Zr、Hf、Al、Nb、Ni、Cr、Mo、Ta及びSiの元素のうちの少なくとも1つから、又はこれらの物質のうちの少なくとも1つを基とする合金から選択される1つ又はそれ以上の他の化学元素(例えば、ドーパント又は合金類(alloyants)として用いられるもの)をさらに含むことができる。

## 【0031】

Znの酸化物を基とするトップ層は主に、後に堆積される、銀を基とする機能層のための成長促進層としての機能を果たす。また、Znの酸化物を基とするトップ層は、最大約10重量%の量のAl又はSn等の金属と任意に混合される(ここで、重量%は、ターゲット金属の量を示す)。上記Al又はSn等の金属の典型的な量は、約2重量%であり、

10

20

30

40

50

実際には A 1 が好適とされる。ZnO 及び混合 Zn 酸化物は、後に堆積される銀を基とする機能層の所定の厚さでの、低シート抵抗の実現を補助する成長促進層として極めて効果的であることが証明されている。下部反射防止層のこのトップ層は、O<sub>2</sub> 存在下で、Zn ターゲットから反応的にスパッタすること、又は、酸素を全く含まないか、あるいは少量のみ（通常は、せいぜい約 5 体積%）含む雰囲気中で、セラミックターゲット（例えば、ZnO : A 1 を基とする）をスパッタすることにより堆積することが好適である。Zn の酸化物を基とするトップ層の厚さは、少なくとも 2 nm、好適には 2 ~ 15 nm、さらに好適には 3 ~ 12 nm、より一層好適には 4 nm ~ 10 nm、より一層好適には 5 ~ 8 nm とすることができます。

## 【0032】

10

低放射率及び／又は日照調整コーティングの分野ではよくあるように、銀を基とする機能層は、添加剤がなく、実質的に銀から成り得る。しかしながら、ドープ剤及び合金添加剤等の付加、さらには非常に薄い金属又は金属化合物の層の膜の付加によって銀を基とする機能層の性質に変更を加えることも、銀を基とする機能層が高光透過性／低光吸收性 IR 反射層としての機能を果たすために不可欠な性質が実質的に損なわれない限り、本発明の範囲に含まれる。

## 【0033】

銀を基とする機能層の厚さは、その技術的な目的により決定される。通常の低放射率及び／又は日照調整の目的において、銀を基とする 1 つの層の好適な層厚は、5 ~ 20 nm、より好適には 5 ~ 15 nm、より一層好適には 5 ~ 13 nm、より一層好適には 8 ~ 12 nm、最も好適には 10 ~ 11 nm である。こうした層厚であれば、熱処理後の単一の銀コーティングで、86% 超の光透過率及び 0.05 未満の垂直放射率を容易に実現することができる。より優れた日照調整性能が目的であれば、銀を基とする機能層の厚さを十分に増加させるか、又は、間隔を空けたいくつかの機能層を後述するように設けることができる。

20

## 【0034】

好適には、下部反射防止層における Zn の酸化物を基とするトップ層は、銀を基とする機能層と直接接触している。好適には、ガラス基板と、銀を基とする機能層との間に設けられた層は、上に挙げた下部反射防止層の 4 つの層から成る。

## 【0035】

30

本発明は主に、銀を基とする機能層を 1 つのみ有する低放射率及び／又は日照調整コーティングに関するものであるが、本発明の概念を、2 つ又はさらにそれ以上の銀を基とする機能層を有する低放射率及び／又は日照調整コーティングに適用することも本発明の範囲に含まれる。銀を基とする機能層を 2 つ以上設けることで、それぞれの機能層は、介在する誘電体層（「中央反射防止層」と呼称する）によって間隔が空けられ、ファブリペロータイプの干渉フィルタを形成し、その結果、当技術分野ではよく知られているように、低放射率及び／又は日照調整コーティングの光学的特性は、それぞれの用途用にさらに最適化することができる。銀を基とする機能層はそれぞれ、介在する中央反射防止層により、隣接する銀を基とする機能層から間隔を空けられているのが好ましい。介在する中央反射防止層は、ケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とするベース層と、Zn 及び Sn の酸化物及び／又は Sn の酸化物を基とする層と、金属酸化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とする分離層と、Zn の酸化物を基とするトップ層とのうち 1 つ又は複数の組み合わせを有することができる。

40

## 【0036】

いくつかの好適な態様において、銀を基とする機能層はそれぞれ、介在する中央反射防止層により、隣接する銀を基とする機能層から間隔を空けられ、

ここで、中央反射防止層はそれぞれ、少なくとも、

間に中央反射防止層が設けられた銀を基とする機能層のうち、最もガラス基板の近くに位置する銀を基とする機能層から順に、

50

ケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とするベース層と、Zn及びSnの酸化物及び/又はSnの酸化物を基とする層と、Znの酸化物を基とするトップ層とを有する。

【0037】

いくつかの場合において、2つの銀を基とする機能層の間に設けられたそれぞれの中央反射防止層は、少なくとも、下方の機能層から順に、ケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とするベース層と、Zn及びSnの酸化物及び/又はSnの酸化物を基とする層と、金属酸化物及び/又はケイ素の(酸化)窒化物及び/又はアルミニウムの(酸化)窒化物を基とする分離層と、Znの酸化物を基とするトップ層とを有する。

10

【0038】

銀を基とする機能層の上方に好適に設けられたバリア層は、ZnO:Al等の金属酸化物を基とする1つ又は複数の層を含むことができる。また、バリア層は、0.5~20nm、好適には1~10nm、より好適には1~8nm、より一層好適には1~7nm、最も好適には2~6nmの全厚を有することができる。こうしたバリア層の厚さにより、堆積を容易にことができる。バリア層が混合金属酸化物ターゲットからスパッタした混合金属酸化物の層を含む場合は、堆積処理中に銀を基とする機能層を優位に保護できること、及び、熱処理中に高い光学安定性を実現できることが分かっている。

【0039】

熱処理中の板ガラスの色(及び光透過率)の改変を最小限にすることが望まれるため、実質的に化学量論的な金属酸化物を含むバリア層が好適である。金属性又は高亜酸化のバリア層よりもむしろ金属酸化物を基とするバリア層を使用することにより、熱処理時におけるコーティングの著しく優れた光学安定性、及び、熱処理時における光学的改変の低減を維持する際の効果的な補助をもたらすことができる。

20

【0040】

銀を基とする機能層と直接接触するバリア層の少なくとも一部分は、銀の損傷を防ぐために、酸化物ターゲットの非反応性スパッタリングを用いて堆積されるのが好ましい。

【0041】

本発明の好適な態様による上部反射防止層は、20~50nm、好適には25~50nm、より好適には30~50nm、より一層好適には35~45nmの全厚を有することができる。

30

【0042】

上部反射防止層は、Zn及びSnの酸化物及び/又はSnの酸化物等の金属酸化物を基とする層を有することができる。上部反射防止層の金属酸化物を基とする上記層は、バリア層と直接接触することができる。

【0043】

上部反射防止層の金属酸化物を基とする上記層は、少なくとも0.5nm、好適には0.5~35nm、より好適には0.5~25nm、より一層好適には2~20nm、より一層好適には5~18nm、最も好適には5~16nmの厚さを有することができる。金属酸化物を基とする上記層がZn及びSnの酸化物である場合は、当該層は、金属含有量全体に対し、好適には約10~90重量%のZn及び約90~10重量%のSn、より好適には約40~60重量%のZn及び約40~60重量%のSn、好適にはそれぞれ約50重量%のZn及びSnを含む。その他の好適な態様において、前記上部反射防止層のZn及びSnの酸化物を基とする上記層は、最大18重量%のSn、より好適には最大15重量%のSn、より一層好適には最大10重量%のSnを含むことができる。上記層は、O<sub>2</sub>存在下における混合したZnSnターゲットの反応的スパッタリングにより堆積することができ、また、上記反射防止層の反射防止性能に寄与する。

40

【0044】

上部反射防止層は、アルミニウムの(酸化)窒化物、及び/又は、ケイ素の(酸化)窒化物、及び/又は、Al、Si、Ti及び/又はZrの酸化物を基とする層を含むことが

50

できる。前記層は、少なくとも 5 nm、好適には 5 ~ 50 nm、より好適には 10 ~ 40 nm、より一層好適には 15 ~ 35 nm、最も好適には 15 ~ 30 nm の厚さを有することができる。

【0045】

アルミニウムの（酸化）窒化物、及び／又は、ケイ素の（酸化）窒化物、及び／又は、Al、Si、Ti 及び／又は Zr の酸化物を基とする層は、場合によっては上部反射防止層の大部分を構成することができ、安定性（熱処理中の、より優れた保護）及び拡散バリア性能を提供する。かかる層は、好適には、N<sub>2</sub>含有雰囲気中で、例えば Si<sub>9</sub>Al<sub>1</sub> ターゲットといった Si あるいは Al のターゲット又は SiAl の混合ターゲットの反応性スパッタリングにより、Al 窒化物及び／又は Si 窒化物の層として堆積される。アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層の組成は、実質的に化学量論的な Si<sub>9</sub>Al<sub>1</sub>N<sub>x</sub> とすることができます。  
10

【0046】

好適には、上部反射防止層が、  
金属酸化物を基とする層と、  
アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層と  
を有する。

【0047】

上部反射防止層のアルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層は、介在する追加的な誘電体層を設けることなく、本明細書中で定義される上部反射防止層における金属酸化物を基とする層と直接接触することができる。  
20

【0048】

好適には、上部反射防止層は、バリア層から順に、アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層と、金属酸化物を基とする層とを有する。好適には、上部反射防止層は、前述したバリア層から順に、これら 2 つの層から成る。

【0049】

別の態様においては、上部反射防止層が、バリア層から順に、  
金属酸化物を基とする層と、  
アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層と  
を有する。  
30

【0050】

好適には、上部反射防止層が、  
Zn 及び Sn の酸化物及び／又は Sn の酸化物を基とする層と、  
アルミニウムの（酸化）窒化物及び／又はケイ素の（酸化）窒化物を基とする層と  
を有する。

【0051】

機械的及び／又は化学的なロバスト性（例えば、耐ひっかき性）を向上させるために、上部反射防止層のトップ層（最外層）として保護層を堆積することができる。上記保護層は、Al、Si、Ti 及び／又は Zr の酸化物を基とする層を含むことができる。  
40

【0052】

熱処理中のコーティングの光吸収を最小化し、及び光透過率の上昇を防止するために、上部反射防止層及び下部反射防止層の全ての層は、実質的に化学量論的な組成で堆積されることが好適である。

【0053】

被覆ガラス板の光学的特性をさらに最適化するため、上部反射防止層及び／又は下部反射防止層は、低放射率及び／又は日照調整コーティングの誘電体層用として一般的に知られている適切な材料、特に、Sn、Ti、Zn、Nb、Ce、Hf、Ta、Zr、Al 及び／又は Si の酸化物、及び／又は、Si 及び／又は Al の（酸化）窒化物あるいはそれらの組み合わせの 1 つ又は複数から選択される材料からなる追加的な部分層を有することができる。ただし、かかる追加的な部分層を追加する場合には、それにより本明細書中で  
50

目的とする熱処理性が損なわれないことを確認する必要がある。

【0054】

当然のことながら、いずれの追加的な部分層も、例えばドープ剤又は反応性スパッタガスの反応性生物など、その性質を改変し、及び／又はその製造を容易化する添加剤を含有することができる。酸化物を基とする層の場合は、窒素をスパッタ雰囲気に付加して、酸化物ではなく酸化窒化物を形成することができ、また、窒化物を基とする層の場合は、酸素をスパッタ雰囲気に付加して、窒化物ではなく酸化窒化物を形成することができる。

【0055】

上述したような追加的な部分層を本発明のガラス板の基本となる一連の層に付加する場合には、適切な材料、構造及び厚さの選択を行うことにより、高い熱的安定性等、主として目的とする性質が著しく損なわれないように留意する必要がある。 10

【0056】

本発明の別の側面によれば、本発明による被覆ガラス板の製造方法であって、ガラス基板を準備し、次いで、該ガラス基板に、

ケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とするベース層、

Zn及びSnの酸化物及び／又はSnの酸化物を基とする層、

少なくとも窒素を含むスパッタ雰囲気中において、金属酸化物ターゲットからスパッタすること、又は、金属層を堆積してその後酸化させることによりなる金属酸化物を基とし、及び／又は、Si及び／又はAlを基とするターゲットから反応的にスパッタすることによりなるケイ素の（酸化）窒化物及び／又はアルミニウムの（酸化）窒化物を基とする分離層、 20

Znの酸化物を基とするトップ層、

銀を基とする機能層、

バリア層、並びに

上部反射防止層

を相次いで付与する工程を含み、

前記銀を基とする機能層と直接接触する前記バリア層の任意の部分は、0～最大5体積%の酸素を含む雰囲気中でスパッタすることにより堆積される、被覆ガラス板の製造方法を提供する。 30

【0057】

本発明は、特定のコーティングの製造方法に限定されない。しかしながら、少なくとも1つの層、最も好適には全ての層を、DCモード、パルスモード、中波モード、又はその他の適切なモードでのマグネットロン陰極スパッタリングにより、金属性又は半導体のターゲットを適切なスパッタ雰囲気中で反応的に又は非反応的にスパッタして付与することができる。スパッタされる材料に応じて、平面状又は回転する管状のターゲットを用いることができる。

【0058】

コーティング処理は、コーティングの反射防止層の任意の酸化物（又は窒化物）層の酸素欠乏（又は窒素欠乏）を低く維持できるように適切なコーティング条件を設定して実施することにより、熱処理時における被覆ガラス板の光透過率及び色の高い安定性を実現することができる。

【0059】

本発明による熱処理可能な被覆ガラスの製造に用いられる処理パラメータ、並びに個々の層の厚さ及び材料は、単一の銀を基とする機能層の場合においては（少なくとも、特に高い光学安定性を特徴とする態様においては）、後の熱処理中に、コーティングのシート抵抗が減少し、かつ、被覆ガラス板の光透過率（ $T_L$ ）の変化率が約2%以下、好適には1.5%以下となるように選択することができる。

【0060】

50

20

30

40

50

本発明による低放射率及び／又は日照調整コーティングを有する被覆ガラス板は（適切に設計され、単一の銀を基とする機能層を有するならば）、熱処理前に、少なくとも約86%の光透過率 $T_L$ を実現することができる。熱処理後の光透過率は、多くの場合、熱処理前の光透過率に比べていくらか高いが、それにもかかわらず、目的である $T_L$ 2%、好適には $T_L$ 1.5%を満たすと考えられる。

【0061】

本明細書及び特許請求の範囲で言及する光透過値は、概して、コーティングなしで89%の光透過率 $T_L$ を有する厚さ4mmの標準フロートガラス板を有する被覆ガラス板について特定されるものを言う。

【0062】

通常、被覆ガラス板のニュートラルな反射及び透過色が目的されるが、本発明による被覆ガラス板の色は、製品の所望の外観に応じてそれぞれの層の厚さを適切に適合させることにより、大きく変化し得る。

【0063】

本発明による被覆ガラス板は、熱処理が必要でない場合であっても、それ自体使用することができる。本発明による被覆ガラス板の主要な利点は、その熱的安定性のため、未熱処理及び熱処理済みの被覆ガラス板を、反射における顕著な色の違いもなく、同一の建物内で使用し、また、隣接してグレーディングすることができる点である。

【0064】

本発明による被覆ガラス板の熱的安定性は、熱処理済みの被覆ガラス板に許容できないレベルのヘイズが見られないという点に表れている。熱処理中にヘイズ値の大幅な上昇が検知されたならば、それは、コーティングが損傷し始めていることを示唆する。

【0065】

本発明の別の側面によれば、本発明に従った被覆ガラス板を組み入れた多重板ガラスを提供する。例えば、多重板ガラスは、積層ガラス又は断熱ガラスとすることができる。

【0066】

当然のことながら、本発明の1つの側面に適用可能な任意の特徴は、いかなる組み合わせ及びいかなる数でも用いることができる。また、これらは、本発明に係る別の側面とともに、いかなる組み合わせ及びいかなる数でも用いることができる。これは、下記に限定されるわけではないが、本出願の特許請求の範囲において、他の請求項の従属請求項として使用されるいかなる請求項からの従属請求項を含む。

【実施例】

【0067】

以下に、本発明の実施形態を、例示のみの目的で説明する。

【0068】

全ての実施例において、約89%の光透過率を有する厚さ4mmの標準フロートガラス板に、AC及び／又はDCのマグネットロンスパッタ装置（必要に応じて、中波スパッタリング）を用いてコーティングを堆積した。

【0069】

$Zn$ 及び $Sn$ の酸化物（ $ZnSnO_x$ 、 $Zn : Sn$ の重量比 50 : 50）の誘電体層の全てを、 $Ar / O_2$ のスパッタ雰囲気中で、亜鉛スズのターゲットからそれぞれ反応的にスパッタした。

【0070】

$TiO_x$ 層を、酸素を加えない純粋な $Ar$ のスパッタ雰囲気中で、僅かに準化学量論的な導電性の $TiO_x$ ターゲット（ $x$ は約1.98）から堆積した。

【0071】

下部反射防止層の $ZnO : Al$ の成長促進トップ層を、 $Ar / O_2$ スパッタ雰囲気中で、 $Al$ ドープした $Zn$ ターゲット（ $Al$ の含有量は約2重量%）からスパッタした。

【0072】

全ての実施例において実質的に純粋な銀（Ag）から成る機能層を、酸素を加えない $A$

10

20

30

40

50

r スパッタ雰囲気中で、 $10^{-5}$  mbar 未満の残留酸素の分圧で、銀ターゲットからスパッタした。

【0073】

Al ドープした酸化亜鉛 (ZnO : Al) のバリア層を、酸素を加えない純粋な Ar スパッタ雰囲気中で、導電性の  $ZnO_x : Al$  ターゲットからスパッタした。

【0074】

亜酸化  $NiCrO_x$  のバリア層は、Ar / O<sub>2</sub> スパッタ雰囲気中で、 $Ni_{80}Cr_{20}$  ターゲットからスパッタした。

【0075】

混合ケイ素・アルミニウム窒化物 ( $Si_{90}Al_{10}N_x$ ) の層を、残留酸素のみを含む Ar / N<sub>2</sub> スパッタ雰囲気中で、混合した  $Si_{90}Al_{10}$  ターゲットから反応的にスパッタした。 10

【0076】

Al N の層を、残留酸素のみを含む Ar / N<sub>2</sub> スパッタ雰囲気中で、Al ターゲットから反応的にスパッタした。

【0077】

【表1】

層 (厚さ/nm)					
実施例1 比較例	実施例2 比較例	実施例3 比較例	実施例4 比較例	実施例5	実施例6
Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (28)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (28)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (33)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (33)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (25)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (25)
ZnSnO <sub>x</sub> (5)	ZnSnO <sub>x</sub> (5)	ZnSnO <sub>x</sub> (5)		ZnSnO <sub>x</sub> (5)	ZnSnO <sub>x</sub> (5)
			TiO <sub>x</sub> (2.5)	TiO <sub>x</sub> (2.5)	TiO <sub>x</sub> (2.5)
			ZnSnO <sub>x</sub> (5)		
ZnO:Al (5)					
Ag (10)	Ag (10.5)				
NiCrO <sub>x</sub> (1)		TiO <sub>x</sub> (2)			TiO <sub>x</sub> (2)
ZnO:Al (3)	ZnO:Al (3)	ZnO:Al (4)	ZnO:Al (4)	ZnO:Al (4)	ZnO:Al (6)
			TiO <sub>x</sub> (2)		
ZnSnO <sub>x</sub> (10)	ZnSnO <sub>x</sub> (10)	ZnSnO <sub>x</sub> (16)	ZnSnO <sub>x</sub> (16)	ZnSnO <sub>x</sub> (20)	ZnSnO <sub>x</sub> (10)
Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (35)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (35)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (20)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (20)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (20)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (33)
ヘイズ スコア	0-1	4	5	5	0
合/否	合	否	否	否	合
ΔT <sub>L</sub>	4.7	1.6	1.4	2.6	1.4
Rf ΔE*	1.90	1.29	0.56	1.14	0.90

層 (厚さ/nm)		
実施例7	実施例8	実施例9
Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (33)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (33)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (25)
ZnSnO <sub>x</sub> (3)	ZnSnO <sub>x</sub> (3)	ZnSnO <sub>x</sub> (5)
TiO <sub>x</sub> (2.5)	TiO <sub>x</sub> (2.5)	Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (3)
ZnO:Al (5)	ZnO:Al (5)	ZnO:Al (5)
Ag (9)	Ag (9)	Ag (10.5)
ZnO:Al (2)	ZnO:Al (2)	ZnO:Al (2)
		TiO <sub>x</sub> (2)
		ZnO:Al (4)
ZnSnO <sub>x</sub> (2)		
AlN (25)	AlN (25)	
ZnSnO <sub>x</sub> (8)	ZnSnO <sub>x</sub> (8)	ZnSnO <sub>x</sub> (16)
		Si <sub>90</sub> Al <sub>10</sub> N <sub>x</sub> (20)
ヘイズスコア	0-1	2-3
合/否	合	合
ΔT <sub>L</sub>	1.5	2.0
Rf ΔE*	1.8	2.9

複数の比較例による被覆ガラス板及び本発明による被覆ガラス板における、ヘイズスコア、ヘイズ判定（合否）、 $T_L$ （熱処理時の透過率百分率の変化）及びRf ΔE\*（熱処理時のフィルム側の反射色の変化）

10

20

30

40

50

## 【0078】

表1のデータを収集するために用いた手順について、以下に説明する。各列の一番上の層からスタートして順に、層をガラス板に堆積した。

## 【0079】

## (熱処理性試験)

実施例1乃至9のコーティングの堆積の直後に、被覆ガラス板のコーティング積層のパラメータ(ヘイズ、 $T_L$ 及び $R_f E^*$ )を測定した。次いで、試料を、約650で約5分間熱処理した。その後、ヘイズ、 $T_L$ 及び $R_f E^*$ を再び測定し、それから $T_L$ 及び $R_f E^*$ を算出した。結果を、上記の表1に示す。

## 【0080】

実施例1乃至9の被覆ガラス板の熱処理時における透過率百分率の変化 $T_L$ として記載した値は、EN140に従った測定から得たものである。

## 【0081】

色の特性は、定着しているCIE LABの $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$ 座標を用いて測定及び報告した(例えば、国際公開第2004/063111(A1)号の段落[0030]及び[0031]を参照)。熱処理時のフィルム側の反射色の変化を示す $R_f E^* = ((a^*)^2 + (b^*)^2 + (L^*)^2)^{1/2}$ であり、 $L^*$ 、 $a^*$ 及び $b^*$ は、熱処理の前後の各被覆ガラス板の色値 $L^*$ 、 $a^*$ 及び $b^*$ の差である。 $E^*$ 値が3以下、好適には最大2ならば、熱処理によりもたらされる色の変化が小さく、また、実際的には目立たないことを示す。

## 【0082】

実施例に対して、主観的な目視によるヘイズスコアリングシステムを適用した。以下に説明する品質評価システムは、ASTM D 1003-61に従って測定される標準ヘイズ値に十分には反映されない特性である、明光下でのコーティングの見栄えを良好に見分けるため、必要であることが分かった。

## 【0083】

この評価システムは、コーティングが損傷し、又は不完全な箇所で局所的な色の差異をもたらす、コーティングにおける可視欠陥のより巨視的な影響を考慮するものである(表1のヘイズスコアを参照)。熱処理後のコーティングにおける可視欠陥の巨視的な影響を、試料を明光下で観察することにより主観的に評価した(全ての実施例では、熱処理前はヘイズを示さない)。評価は、0(完璧で、欠陥なし)~3(多数の明らかな可視欠陥及び/又はスポットあり)、最高5(高密度のヘイズで、しばしば肉眼でも見える)のスコアを用いた、熱処理後の被覆ガラス試料の外観を評価する完全さ採点(評価)システムに基づく。

## 【0084】

目視評価は、(法線入射に対して)約-90°~+90°の入射角で2つの直交面に向けられた2.5ミリオンキャンドルパワーのビーム(トーチ)(すなわち、トーチをまず水平面とし、次いで、垂直面とする)を、ブラックボックスの前に置かれた被覆ガラス板上に用いることにより行った。ブラックボックスのサイズは、複数の被覆ガラス試料を同時に評価できるよう、十分に大きい。光ビームを観察者側から被覆ガラス板へ当て、上述したように入射角を変化させて、被覆ガラス板を観察し、目視品質を評価した。被覆ガラス板のコーティングが観察者に対向するように、被覆ガラス板をブラックボックスの前に置いた。熱処理後の被覆ガラス板のうち、スコアが3以上のものはいずれも、試験不合格とされる。

## 【0085】

比較例1は、NiCrO<sub>x</sub>バリア層を備えた「参考」スタックである。比較例1は、ある程度のヘイズ(スコア0~1)が見られるが、そのレベルは許容可能なものである。一方、 $T_L$ 値は4.7%と高く、単一材料の被覆ガラス板の定義に該当しないものである。

## 【0086】

10

20

30

40

50

比較例 2 は、比較例 1 と同様の構造を有するものの、 $NiCrO_x$  層が省略され、許容できないヘイズスコア 4 という結果となる。また、 $T_L$  値はやはり 1.6 % と高く、単一材料の被覆ガラス板の定義に該当しないものである。

#### 【0087】

比較例 3 は、比較例 2 と同様の構造を有するが、追加のバリア層 ( $TiO_x$ ) を有する。この追加のバリア層によっては、ヘイズレベルの改善は得られていない(スコア 5)。

#### 【0088】

比較例 4 は、比較例 3 と同様であるが、下部反射防止層における  $Si_{9.0}Al_{1.0}N_x$  の次に  $TiO_x$  層が挿入され、また、バリア層の順序が逆になっている。この構造では、ヘイズレベルの改善は見られず(スコア 5)、また、 $T_L$  値は、2.6 % と高く、单一材料の被覆ガラス板の定義に該当しないものである。

10

#### 【0089】

実施例 5 は、比較例 2 と同様であるが、 $TiO_x$  の薄い分離層が追加され、その結果、優れたヘイズスコア 0 が得られている。また、 $T_L$  値及び  $R_f E^*$  値は、単一材料の被覆ガラス板の定義に該当する程十分に優れたものである。

#### 【0090】

実施例 6 は、実施例 5 と同様であるが、追加的な部分バリア層 ( $TiO_x$ ) が挿入されている。ヘイズスコアは 0 で、 $T_L$  値及び  $R_f E^*$  値は単一材料の被覆ガラス板の定義に準拠したものであり、これから分かるように、分離層を使用することにより、バリア層の性質に関わりなく優れた結果が実現できる。

20

#### 【0091】

実施例 7 も、実施例 5 と同様であるが、スタックの上部に  $AlN/ZnSnO_x$  を用いている。ヘイズスコアは 0 ~ 1 で、 $T_L$  値及び  $R_f E^*$  値は単一材料の被覆ガラス板の定義に準拠したものであり、これから分かるように、分離層を使用することにより、上部反射防止層の性質に関わりなく優れた結果が実現できる。

#### 【0092】

実施例 8 は、実施例 7 に類似するが、 $ZnSnO_x$  バリア層が取り除かれている。やはり、上記定義に準拠した、許容可能なヘイズスコア並びに  $T_L$  値及び  $R_f E^*$  値から分かるように、分離層を使用することにより、バリア層の性質に関わりなく優れた結果が実現できる。

30

#### 【0093】

実施例 9 は、 $Si_{9.0}Al_{1.0}N_x$  の分離層を用いており、単一材料の被覆ガラス板の定義に準拠したヘイズスコア 0 ~ 1 並びに  $T_L$  値及び  $R_f E^*$  値が達成されている。これから分かるように、多くの材料が分離層に適している。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I				
E 0 6 B	5/18	(2006.01)	C 2 3 C	14/06	N
			E 0 6 B	5/00	B
			E 0 6 B	5/18	

(72)発明者 ネイル マクスプラン  
イギリス国 マーシーサイド エル15 9エイチエヌ リバプール ピーターバラ ロード 1  
9

(72)発明者 モニカ ジョスリン ヒューズ  
イギリス国 マーシーサイド ダブリュエイ10 3ディーエル セント ヘレンズ ラグスモア  
レーン 34

(72)発明者 グレゴリー クラーク  
イギリス国 グレーター マンチェスター エム30 8ディービー マンチェスター エカルズ  
ウェストボーン ロード 32ビー

審査官 岡田 隆介

(56)参考文献 特表2010-521410 (JP, A)  
国際公開第2010/073042 (WO, A1)  
特表2002-533565 (JP, A)  
独国特許出願公開第102008007981 (DE, A1)  
国際公開第2010/037968 (WO, A1)  
特開2000-229376 (JP, A)  
米国特許出願公開第2006/0008657 (US, A1)  
米国特許出願公開第2005/0042459 (US, A1)  
国際公開第2010/103224 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 3 C 15 / 0 0 - 2 3 / 0 0  
D W P I (T h o m s o n I n n o v a t i o n )