

(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2006-256902

(P2006-256902A)

(43) 公開日 平成18年9月28日(2006.9.28)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C03C 17/34 (2006.01)	C O 3 C 17/34	Z 4 G O 5 9
B60J 1/00 (2006.01)	B 6 0 J 1/00	G 4 G O 6 1
C03C 27/12 (2006.01)	C O 3 C 27/12	N 4 K O 2 9
C23C 14/08 (2006.01)	C 2 3 C 14/08	G
C23C 14/38 (2006.01)	C 2 3 C 14/38	
審査請求 未請求 請求項の数 25 O L (全 17 頁)		

(21) 出願番号 特願2005-76377 (P2005-76377)

(22) 出願日 平成17年3月17日 (2005.3.17)

(71) 出願人 301021533

独立行政法人産業技術総合研究所
東京都千代田区霞が関1-3-1

(72) 発明者 金 平

愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ヶ
洞2266番地の98独立行政法人産業技
術総合研究所中部センター内

Fターム(参考) 4G059 AA01 AB11 AB19 AC07 AC08
EA01 EA02 EA04 EB04 GA02
GA04 GA12
4G061 AA26 BA01 BA02 CB03 CB12
CB16 CD18
4K029 AA09 AA24 BA43 BC07 BD00
CA06 DC34 DC39

(54) 【発明の名称】 自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法

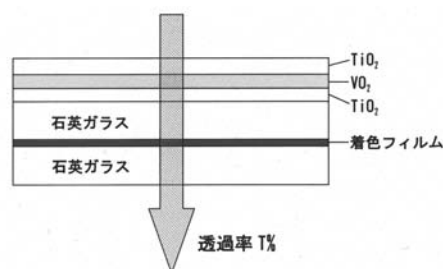
(57) 【要約】

【課題】自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法を提供する。

【解決手段】二酸化バナジウム系調光ガラスの可視光透過率が低いという欠点を逆転の発想により遮光ガラスとして有効利用に転じ、更に、補色原理を活用した独自の色調調和法を採用して作製した、自由に色調調和ができる自動調熱色調調和遮光ガラス、及びその製造方法。

【効果】建築物、車両その他移動体の窓ガラス、特に、省エネルギー、健康快適、プライバシー保護、色調調和等の複数の機能を有する新しいガラス及びその製法を提供することができる。

【選択図】図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

二酸化バナジウム系自動調熱ガラスにおいて、基材に、二酸化バナジウム系自動調熱膜と、調色膜が、被覆されていることを特徴とする自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 2】

二酸化バナジウム系自動調熱ガラスにおいて、基材に、二酸化バナジウム系自動調熱膜と、調色膜、及び機能膜が、被覆されていることを特徴とする自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 3】

自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき調色膜又は調色膜と機能膜との組み合わせで任意に調節することにより、所定の色調に制御されている請求項 1 又は 2 に記載の自動調熱色調調和ガラス。 10

【請求項 4】

自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき基材ガラスを着色することにより、所定の色調に制御されている請求項 1 又は 2 に記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 5】

自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき着色フィルムを基材ガラスに貼る又は 2 枚以上の板ガラスで挟む、又は着色樹脂で 2 枚以上のガラスを接着することにより、所定の色調に制御されている請求項 1 又は 2 に記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 6】

自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき着色材を基材ガラスに塗布することにより、所定の色調に制御されている請求項 1 又は 2 に記載の自動調熱色調調和ガラス。 20

【請求項 7】

二酸化バナジウム系自動調熱ガラスにおいて、二酸化バナジウム系自動調熱材料と、調色材料、及び任意に機能材料が、プラスチックや合成樹脂フィルムに塗布又は分散されて、自動調熱材料の固有色が、補色原理に基づき上記調色材料によって、所定の色調に制御されていることを特徴とする自動調熱色調調和フィルム又はそのフィルムを使用した自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 8】

建築物、又は移動体の窓ガラス用のガラスである請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。 30

【請求項 9】

可視光透過率が 70 % 以下で、遮光性に優れ、同時に色調が調節された自動調熱色調調和遮光プライバシーガラスである請求項 1 から 8 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 10】

調色膜が、着色機能を持つ遷移金属及び / 又はその化合物、希土金属及び / 又はその化合物、又は上記物質の単独或いは 2 種以上を任意に組み合わせた複合体からなる膜である請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 11】

調色膜が、着色機能を持つ遷移金属及び / 又はその化合物、希土金属及び / 又はその化合物、又は上記物質の単独或いは 2 種以上を任意に組み合わせた複合体を、透明物質マトリックスに塗布又は分散させて形成された請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。 40

【請求項 12】

調色膜の着色材が、着色機能を持つ無機物質、又は有機物質、又は無機物質と有機物質の混合物、又はそれらの分散系である請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 13】

透明物質マトリックスが、ルチル結晶構造を有する結晶物質の単独又は 2 種以上の任意的組み合わせからなる請求項 11 に記載の自動調熱色調調和ガラス。 50

【請求項 1 4】

透明物質マトリックスが、ルチル結晶構造以外の酸化物、窒化物、フッ化物、硫化物等透明誘電体物質又は透明導電体物質の単独又は 2 種以上の任意的組み合わせからなる請求項 1 1 に記載の自動調熱色調調和遮光ガラス。

【請求項 1 5】

透明物質マトリックスが、透明ないし透光性プラスチックフィルム、合成樹脂又はそのフィルムである請求項 1 1 に記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 1 6】

着色フィルムや着色樹脂を、2 枚以上の板ガラスで挟む、又は 2 枚以上のガラスを接合することにより、可視光透過率を 70 % 以下に低く抑えて、適切な照度とプライバシー保護ガラスとした請求項 9 に記載の自動調熱色調調和ガラス。 10

【請求項 1 7】

色調調和のために、自動調熱膜に、遷移金属及び / 又はその化合物、希土金属及び / 又はその化合物、又は上記物質の単独或いは 2 種以上を任意に組み合わせた複合体が添加された請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 1 8】

色調調和のために、基材ガラスに、着色機能を持つ遷移金属及び / 又はその化合物、希土金属及び / 又はその化合物、又は上記物質の単独或いは 2 種以上を任意に組み合わせた複合体を混入して、二酸化バナジウム系膜の強い固有色を色調調和できるように着色された請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。 20

【請求項 1 9】

色調調和のために、基材ガラスに、着色機能を持つ次の着色物質：(1) Nd 及びその化合物、その質量百分率表示の Nd_2O_3 基準含有量が 0.1 % 以上であること、(2) Co 及びその化合物、その質量百分率表示の CoO 基準含有量が 1 ppm 以上であること、(3) Nd 及び Co を (1) と (2) の条件で同時に含有すること、により青色着色することにより、二酸化バナジウム系膜の強い固有の黄色が中性色の近くに調和された請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 2 0】

自動調熱膜、調色膜、及び任意に機能膜が、任意に組み合わせてガラスの同一側に設置された、又はガラスの両側に分けて設置された、又は複数枚のガラスに分離して設置された請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。 30

【請求項 2 1】

自動調熱膜が、次のいずれかの方法、(1) 主成分がバナジウム酸化物 V_2O_5 、又は組成が VO_x ($2 < x < 2.5$) を有するバナジウム酸化物、又はその混合物に、バナジウム金属を混合、成形又は焼結した導電性ターゲットを不活性ガス又は酸素含有不活性ガス中でスパッタする、(2) 主成分が二酸化バナジウム VO_2 からなる化合物ターゲットを相転移温度以上に加熱し、金属相への相転移による導電性ターゲットを不活性ガス又は酸素含有不活性ガス中でスパッタする、(3) 自動調熱膜は、主成分が二酸化バナジウムからなる化合物ターゲットを RF スパッタさせ、ターゲットの温度が相転移温度以上に上昇させてから、金属相による導電性ターゲットを不活性ガス又は酸素含有不活性ガス中でスパッタする、による DC (パルス DC を含む) マグネトロンスパッタ法により形成されている請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。 40

【請求項 2 2】

ターゲットが、転移温度降下のための微量元素の添加を含む請求項 2 1 に記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 2 3】

自動調熱膜、調色膜、及び任意の機能膜の少なくとも一つ以上が、フロートガラス製造ライン上におけるフロートバス又は徐冷窯の内部の熱環境を利用し、ガラス表面が高温のまま、常圧又は減圧で汎用薄膜形成法により、単独又は連続に形成されている請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。 50

【請求項 24】

自動調熱膜、調色膜、及び任意の機能膜の少なくとも一つ以上が、ガラスの強化や曲げ加工プロセスの熱環境を利用し、所定の温度範囲で、常圧又は減圧で汎用薄膜形成法により単独又は連続に形成されている請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

【請求項 25】

自動調熱膜、調色膜、及び任意の機能膜の少なくとも一つ以上が、汎用薄膜形成法により室温を含む低温で形成した後、ガラスの強化や曲げ加工プロセスの熱環境を利用し、所定の温度範囲で、熱処理によって形成されている請求項 1 から 7 のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法に関するものであり、更に詳しくは、可視光透過率が 70 % 以下で、遮光性に優れ、環境温度に応じて赤外線透過率が自動的に調節でき、更に、透過色など、色調を好みや建築物、移動体の外装に応じて自由に色調調和できることにより、建築物の窓や自動車など移動体の窓ガラスとして使用でき、省エネルギー、健康快適、プライバシー保護等の機能を有し、環境に優しい新規製品としてその応用及び波及が大いに期待される新しい自動調熱色調調和遮光ガラスを提供するものである。本発明は、これまで実用化に壁があった二酸化バナジウム系の調光調熱ガラスを、特に、その基材ガラスが強い固有の黄色に着色する問題を根本的に解決して、その色調を任意の色調に調和することが可能な新しい色調調和機能を有する自動調熱色調調和遮光ガラスを提供するものである。

20

【背景技術】

【0002】

従来の調光可能な省エネルギー窓ガラスとして、自動的に調光を行うガラス、例えば、エレクトロクロミック（EC：電圧の印加により可逆的に着色と消色を繰り返す）ガラスやガスクロミック（GC：水素ガスの導入により着色と消色を繰り返す）ガラスが研究されている。しかし、それらの窓ガラスは、高い調光能力を持つものの、構造が複雑であり、また、調光するためには追加の設備（電圧印加系やガス導入系）が必要であるため、コストが高くなるという欠点があった。

30

【0003】

一方、二酸化バナジウム（ VO_2 ）結晶は、680 nm で半導体・金属相転移によりサーモクロミック（温度による光特性の可逆的な変化）特性を示し、また、タングステン（W）など金属元素の添加で転移温度を室温好適まで下げることができ、ことが周知となっている（非特許文献 1、及び特許文献 1、2）。その光学特性の温度変化を利用して、環境温度のみで自律的に太陽光を調節できる窓コーティング材料が研究されている（非特許文献 1）。二酸化バナジウム系調光ガラスについては、構造が非常に簡単な上、環境温度の変化によって自然に且つ自動的に調光を行うため、余分な設備を必要としない。

【0004】

40

二酸化バナジウムによるサーモクロミック調光ガラスの研究に関して、例えば、それらの製造法（特許文献 3、4）、サーモクロミック体及びその製造方法（特許文献 5）、及びその他（特許文献 1、2、6、7）、等により、その製造法や転移温度制御のための元素添加法などが公開されている。

【0005】

しかし、以上のように、従来型の二酸化バナジウム系サーモクロミック調光材料では、（1）もともと、可視光を含め短波長での強い吸収により、可視光透過率が小さいこと、（2）常温輻射熱に対する反射率が小さく、断熱性に乏しいこと、（3）バナジウム酸素系の相図が非常に複雑であり、二酸化バナジウム単一相薄膜の形成が非常に難しく、特に、単一相大面積且つ光学的均一被膜の形成が極めて困難であること、（4）工業生産に適

50

切な二酸化バナジウム薄膜の形成法、特に、効率の高いＤＣスパッタ法による工業生産が確立されていないこと、（５）更に、二酸化バナジウム系薄膜の固有吸収による強い黄色に着色する問題があること、などの理由により、実用化には高い障害があった。

【０００６】

本発明者は、長年にわたって、二酸化バナジウム系薄膜による自動調光ガラスの研究を絶えずに励行してきた結果、以上の問題点のいくつかを解決することができた。例えば、新しい複層構造を創出することにより、可視光透過率を大きく向上させると同時に、紫外線完全カット、熱線反射機能の強化、光触媒効果等の複数の機能の追加による付加価値の高いガラスを開発している（特許文献８、９）。また、二酸化バナジウム系薄膜の形成困難性については、構造テンプレート設計により断熱効果を飛躍的に向上させるとともに、二酸化バナジウム系調光膜を今までになく低い基板温度で大面積、且つ光学的均一的に形成する有効な製造方法等を開発している（特許文献９）。

10

【０００７】

しかし、これまでの本発明者の発明を含む研究や発明による大きな進歩にもかかわらず、（１）可視光透過率が低い、（２）二酸化バナジウム系調光膜の強い黄色、その消去や色調調和、（３）工業生産にも適切な製造方法、及び（４）最も適切な使い道、すなわち、製品、などの課題は、依然として解決しておらず、当材料の実用化に大きな障害があった。

【０００８】

また、自動的ではないが、常に可視光が透過するが赤外線（日射の一部や輻射熱）を反射する低放射ガラス（Low-Eガラス）、或いは主に日射熱を遮断する熱線反射ガラスなど、太陽光熱を選択的に制御するガラスがある（非特許文献２）。このガラスは、優れた光学特性と比較的に低コストで普及が広がっているが、いずれも、固定した光学特性で熱線を反射するのみで、冬夏など季節や環境の変化に応じて日射や熱輻射を調節する機能、すなわち、環境温度に応じて自動的に調光遮熱する機能はない。

20

【０００９】

近年、冷房負荷を減らすとともに、室内物品の劣化や肌焼け防止、遮光、プライバシー保護など、省エネで快適さを追求する紫外線カット、赤外線カットガラスが急増している。例えば、自動車の後部座席など、プライバシー保護を目的とする濃色着色ガラス、又はプライバシー保護と同時に紫外線や赤外線カット機能を持つガラス、などが開発されている（特許文献１０～１５）。こういった強い着色のガラスは、紫外線や赤外線の防止、プライバシー保護などを目的として開発されているが、これまで、環境温度によって自動的に調熱機能を持つ濃色着色ガラスは見つかっていない。

30

【００１０】

また、顕著な太陽光遮蔽特性を有する多層薄膜による被覆ガラスが提案されている（特許文献１６）。しかし、それは、選択性について、視感透過率が日射取得率（或いは、ソーラファクター）より大きいとして定義し、主に顕著な日射遮蔽特性を求めるものであり、環境温度による自動調熱機能や多彩な色調調和機能は期待できない。更に、安全、強化、防犯などを目的とする合わせガラスが市販されている。しかし、そういった商品にも、環境温度による自動調熱機能を持つものやその発想は全く見当たらない。

40

【００１１】

【特許文献１】特開昭５０－５０２９４号公報

【特許文献２】特表２００２－５１６８１３号公報

【特許文献３】特許第２７３５１４７号明細書

【特許文献４】特許第２６００１１７号明細書

【特許文献５】特開２０００－１３７２５１号公報

【特許文献６】特開２０００－２７３６１９号公報

【特許文献７】特開平８－４０７４９号公報

【特許文献８】特開２００４－００４７９５号公報

【特許文献９】特開２００３－０９４５５１号公報

50

【特許文献10】特開2004-115359号公報

【特許文献11】特開2003-342038号公報

【特許文献12】特開2002-173340号公報

【特許文献13】特開2002-12451号公報

【特許文献14】特開2001-64035号公報

【特許文献15】特開2001-322835号公報

【特許文献16】特開2000-119045号公報

【非特許文献1】S.M. Babulanam, T.S. Eriksson, G.A. Niklasson and C.G. Granqvist : Solar Energy Materials, 16(1987)347

【非特許文献2】ニューガラスハンドブック、ニューガラスハンドブック編集委員会編、第449～452頁、1991年、丸善 10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

このような状況の中で、本発明者は、上記従来技術に鑑みて、上記従来技術の諸問題を解決して二酸化バナジウム薄膜の実用化を可能とする新技術を開発することを目標として、長年にわたって、二酸化バナジウム調光薄膜に関し、鋭意研究や実験を行った結果及び窓ガラスに関する知識から、市販建築物や自動車等の遮光やプライバシー保護のための濃色遮光ガラスに鑑み、従来のサーモクロミック調光ガラスの弱点、すなわち、可視光透過率が低いという特徴を優れた遮光特性として発想を逆転させて利用し、更に、今まで解決されなかった、二酸化バナジウム薄膜の最大の問題である強い固有の黄色を、補色原理に基づいて着色物質や着色基材を活用することによって所期の目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。 20

【0013】

すなわち、本発明は、ガラスの色調を自由に調和できるようにしたこと、夏には過剰の日射熱の遮蔽、冬には日射熱の導入ができること、その機能を環境温度により自動的に行うことができること、また、好みや環境の外装によって色調が自由に選べること、更に、多数の機能を追加できることを実現する自動調熱色調調和遮光ガラス及びその製造方法を提供することを目的とするものである。また、本発明は、新しい機能性ガラス、すなわち、自動調熱、色調調和、紫外線カット、断熱、快適照度、プライバシー保護等の多彩な機能を持ち合わせたガラス、特に、その可視光透過率が70%以下と低く、建築物、車両その他移動体の窓ガラスに、省エネルギー、健康快適、プライバシー保護、色調調和等の機能を付与できる全く新規なガラス製品及びその製造法を提供することを目的とするものである。 30

【課題を解決するための手段】

【0014】

上記課題を達成するための本発明は、以下の技術的手段から構成される。

(1) 二酸化バナジウム系自動調熱ガラスにおいて、基材に、二酸化バナジウム系自動調熱膜と、調色膜が、被覆されていることを特徴とする自動調熱色調調和ガラス。

(2) 二酸化バナジウム系自動調熱ガラスにおいて、基材に、二酸化バナジウム系自動調熱膜と、調色膜、及び機能膜が、被覆されていることを特徴とする自動調熱色調調和ガラス。 40

(3) 自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき調色膜又は調色膜と機能膜との組み合わせで任意に調節することにより、所定の色調に制御されている前記(1)又は(2)に記載の自動調熱色調調和ガラス。

(4) 自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき基材ガラスを着色することにより、所定の色調に制御されている前記(1)又は(2)に記載の自動調熱色調調和ガラス。

(5) 自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき着色フィルムを基材ガラスに貼る又は2枚以上の板ガラスで挟む、又は着色樹脂で2枚以上のガラスを接着することにより、所定の色調に制御されている前記(1)又は(2)に記載の自動調熱色調調和ガラス。 50

(6) 自動調熱膜の固有色が、補色原理に基づき着色材を基材ガラスに塗布することにより、所定の色調に制御されている前記(1)又は(2)に記載の自動調熱色調調和ガラス。

(7) 二酸化バナジウム系自動調熱ガラスにおいて、二酸化バナジウム系自動調熱材料と、調色材料、及び任意に機能材料が、プラスチックや合成樹脂フィルムに塗布又は分散されて、自動調熱材料の固有色が、補色原理に基づき上記調色材料によって、所定の色調に制御されていることを特徴とする自動調熱色調調和フィルム又はそのフィルムを使用した自動調熱色調調和ガラス。

(8) 建築物、又は移動体の窓ガラス用のガラスである前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(9) 可視光透過率が70%以下で、遮光性に優れ、同時に色調が調節された自動調熱色調調和遮光プライバシーガラスである前記(1)から(8)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(10) 調色膜が、着色機能を持つ遷移金属及び/又はその化合物、希土金属及び/又はその化合物、又は上記物質の単独或いは2種以上を任意に組み合わせた複合体からなる膜である前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(11) 調色膜が、着色機能を持つ遷移金属及び/又はその化合物、希土金属及び/又はその化合物、又は上記物質の単独或いは2種以上を任意に組み合わせた複合体を、透明物質マトリックスに塗布又は分散させて形成された前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(12) 調色膜の着色材が、着色機能を持つ無機物質、又は有機物質、又は無機物質と有機物質の混合物、又はそれらの分散系である前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(13) 透明物質マトリックスが、ルチル結晶構造を有する結晶物質の単独又は2種以上の任意的組み合わせからなる前記(11)に記載の自動調熱色調調和ガラス。

(14) 透明物質マトリックスが、ルチル結晶構造以外の酸化物、窒化物、フッ化物、硫化物等透明誘電体物質又は透明導電体物質の単独又は2種以上の任意的組み合わせからなる前記(11)に記載の自動調熱色調調和遮光ガラス。

(15) 透明物質マトリックスが、透明ないし透光性プラスチックフィルム、合成樹脂又はそのフィルムである前記(11)に記載の自動調熱色調調和ガラス。

(16) 着色フィルムや着色樹脂を、2枚以上の板ガラスで挟む、又は2枚以上のガラスを接着することにより、可視光透過率を70%以下に低く抑えて、適切な照度とプライバシー保護ガラスとした前記(9)に記載の自動調熱色調調和ガラス。

(17) 色調調和のために、自動調熱膜に、遷移金属及び/又はその化合物、希土金属及び/又はその化合物、又は上記物質の単独或いは2種以上を任意に組み合わせた複合体が添加された前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(18) 色調調和のために、基材ガラスに、着色機能を持つ遷移金属及び/又はその化合物、希土金属及び/又はその化合物、又は上記物質の単独或いは2種以上を任意に組み合わせた複合体を混入して、二酸化バナジウム系膜の強い固有色を色調調和できるように着色された前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(19) 色調調和のために、基材ガラスに、着色機能を持つ次の着色物質：1) Nd及びその化合物、その質量百分率表示のNd₂O₃基準含有量が0.1%以上であること、2) Co及びその化合物、その質量百分率表示のCoO基準含有量が1ppm以上であること、3) Nd及びCoを1)と2)の条件で同時に含有すること、により青色着色することにより、二酸化バナジウム系膜の強い固有の黄色が中性色の近くに調和された前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(20) 自動調熱膜、調色膜、及び任意に機能膜が、任意に組み合わせてガラスの同一側に設置された、又はガラスの両側に分けて設置された、又は複数枚のガラスに分離して設置された前記(1)から(7)のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(21) 自動調熱膜が、次のいずれかの方法、1) 主成分がバナジウム酸化物V₂O₅、

10

20

30

40

50

又は組成が VO_x ($2 < x < 2.5$) を有するバナジウム酸化物、又はその混合物に、バナジウム金属を混合、成形又は焼結した導電性ターゲットを不活性ガス又は酸素含有不活性ガス中でスパッタする、2) 主成分が二酸化バナジウム VO_2 からなる化合物ターゲットを相転移温度以上に加熱し、金属相への相転移による導電性ターゲットを不活性ガス又は酸素含有不活性ガス中でスパッタする、3) 自動調熱膜は、主成分が二酸化バナジウムからなる化合物ターゲットを RF スパッタさせ、ターゲットの温度が相転移温度以上に上昇させてから、金属相による導電性ターゲットを不活性ガス又は酸素含有不活性ガス中でスパッタする、による DC (パルス DC を含む) マグネトロンスパッタ法により形成されている前記 (1) から (7) のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(22) ターゲットが、転移温度降下のための微量元素の添加を含む前記 (21) に記載の自動調熱色調調和ガラス。

10

(23) 自動調熱膜、調色膜、及び任意の機能膜の少なくとも一つ以上が、フロートガラス製造ライン上におけるフロートバス又は徐冷窯の内部の熱環境を利用し、ガラス表面が高温のまま、常圧又は減圧で汎用薄膜形成法により、単独又は連続に形成されている前記 (1) から (7) のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(24) 自動調熱膜、調色膜、及び任意の機能膜の少なくとも一つ以上が、ガラスの強化や曲げ加工プロセスの熱環境を利用し、所定の温度範囲で、常圧又は減圧で汎用薄膜形成法により単独又は連続に形成されている前記 (1) から (7) のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

(25) 自動調熱膜、調色膜、及び任意の機能膜の少なくとも一つ以上が、汎用薄膜形成法により室温を含む低温で形成した後、ガラスの強化や曲げ加工プロセスの熱環境を利用し、所定の温度範囲で、熱処理によって形成されている前記 (1) から (7) のいずれかに記載の自動調熱色調調和ガラス。

20

【0015】

次に、本発明について更に詳細に説明する。

本発明は、二酸化バナジウム系物質の 68 付近に発生する半導体・金属相転移、及びその相転移温度が元素添加等によって室温付近好適温度に設定できる特性を利用し、冬などの低温時に日射熱を透過させるが、夏などの高温時に過剰の日射や輻射熱を遮蔽する、また、これらを環境温度の変化だけで自動的に行うことのできるガラスの自動調熱膜を構成した点を特徴とするものである。また、本発明は、従来の二酸化バナジウム系薄膜の弱点である透過率が低いことを、逆転の発想により可視光透過率が 70% 以下で、遮光を目的とする多機能ガラスに転じたこと、また、積極的に着色材料を利用し、補色原理を使って、中性又は目的に応じて色調を自由に調和できること、それによって、遮光性を更に向上すると同時に、従来の二酸化バナジウムが強い固有の黄色を呈するという大きな問題点を解決したこと、に特徴を有するものである。

30

【0016】

本発明では、二酸化バナジウム系自動調熱膜 A と、調色膜 B、機能膜 C を、少なくとも A と B の 2 層以上組み合わせで被覆し、系の色調は、自動調熱膜 A の固有色を、調色原理に基づき調色膜 B 又は調色膜 B と機能膜 C との組み合わせで任意に調節し、所定の透過色等色調を自由に制御できるようにすることができる。二酸化バナジウム系薄膜 A には、二酸化バナジウム単一化合物、又は周知の知識により、例えば、転移温度制御のための金属元素、非金属元素、又はその任意の組み合わせによるものが含まれる [1) S.M. Babulanam, T.S. Eriksson, G.A. Niklasson and C.G. Granqvist: Solar Energy Materials, 16(1987)347、2) 特開昭 50 - 50294 号公報、3) 特表 2002 - 516813 号公報、等により添加元素の種類など知られている。]。

40

【0017】

本発明で最も重要なポイントの一つは、二酸化バナジウム系薄膜の系に、色調調和のための調色材料又は調色膜を導入することである。すなわち、調色膜 B には、遷移金属 (Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zr、Nb、Mo、Tc、Ru、Rh、Pd、Ag、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pr、Au) 及び / 又はその化合物、

50

好適には、ガラスの着色によく使われるCo、Mn、Cr、Cu、Ni、Fe、Mo、W、Ag、Au、Ti及び/又はその化合物、又は希土金属(Sc、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu)及び/又はその化合物、好適には、ガラスの着色に有効なNd、Er、Ce、Pr及び/又はその化合物、更に、上述の添加物の単独、或いは2種以上を任意に組み合わせた複合着色物質を含むことができる。

【0018】

調色膜Bには、着色物質が、酸化バナジウムの本来の黄褐色の補色である青系を中心とするガラスの着色物質、例えば、酸化コバルト、酸化銅、酸化クロム、酸化ニッケル、酸化マンガン、酸化ネオジウム、酸化エルビウム、酸化プラセオジウム、酸化セリウム、酸化鉄などが、中性色を得るのに好適であるが、色調調節により多彩の色調が得られる限り、それらに制限されるものではない。特に、コバルトイオン Co^{2+} が、650nm付近の可視光吸収により青色を呈することで、二酸化バナジウムの黄色の補色となり、それを中和することにより中性色を得るのに有効である。

10

【0019】

また、本発明では、調色膜Bの着色材は、色素、蛍光体、染料、着色等の機能を持つ有機又は無機物質であってもよい。また、着色膜Bには、着色物質による単独の膜以外に、着色物質を透明物質マトリックスに塗布又は分散させてもよい。例えば、色調調節のために、通常の透明や透光性プラスチックフィルムや樹脂からなる着色フィルムをガラスに貼る、又はその物質で2枚以上の板ガラスを接着するなど、所定の透過色等の色調を自由に制御することが可能である。その場合、合わせガラスの製造プロセスと一致させるために、安全、防犯や強化など目的とする合せガラスに、自動調熱、遮光、色調調和等の機能を持ち合わせるようにすることができる。

20

【0020】

着色物質を直接にガラス等透明基材に添加すること、或いはガラス基材に塗布することによる着色ガラス等の基材の使用も、系の色調を調和できる。それは、最も簡単で有効な方法の一つであるが、二酸化バナジウム系膜の強い固有の黄色を調和するために、従来の着色ガラスと比べ、比較的強く着色力と鮮明な着色の特殊なガラス基材が要求される。二酸化バナジウム系膜の強い固有の黄色を補色原理により中性色近くに色調調和するためには、やや強く青色に着色したガラス基材が望ましい。例えば、ガラスに青色着色剤として使われているNd及びその化合物、Co及びその化合物が好適である。

30

【0021】

従来、Nd及びその化合物、Co及びその化合物による淡青色板ガラス(特開2004-115359号公報(Nd)、特開2000-143283号公報(Co))があるが、淡青色を得るために、その添加量が少量(質量百分率: Nd_2O_3 、0.1%以下、 CoO 、1ppm以下)に限定されている。従って、二酸化バナジウム系膜の強い固有の黄色を補色原理により中性色近くに色調調和するためには、やや強い青色着色ガラス基材が望ましく、その添加元素及び量を、質量百分率で Nd_2O_3 、0.1%以上、 CoO 、1ppm以上、と限定することが好ましい。

【0022】

以上の色調調和の方法をいくつか例示したが、二酸化バナジウム自動調熱膜の固有の色を、調色原理に基づき調色材料の使用によって、所定の透過色など色調が制御できる限り、それらの例に限られるものではない。また、本発明のガラスの系には、更に、機能膜Cを単層又は複数層で導入することができる。機能性膜Cとは、本発明のガラスに、自動調熱や色調調和以外の機能の追加ができる薄膜層を指す。例えば、可視光透過率反射率制御のための反射防止膜、二酸化バナジウム薄膜の結晶成長を有利にするための構造テンプレート膜、系の機械的特性等を強化するための保護膜、セルフクリーニング効果などを持たせるための光触媒薄膜、ガラスからの不純物の拡散を防ぐためのバリア膜、及び熱反射特性や断熱性を強化するための透明導電性膜などが挙げられる。

40

【0023】

50

その目的を達成するために使う物質群が、酸化物、窒化物、酸窒化物、炭化物、酸炭化物、炭素（DLC）、フッ化物、硫化物等からなる透明絶縁体、誘電体、半導体、或いはその任意的組み合わせたものがよい。例えば、基材ガラスから順番に、構造テンプレート層（ TiO_2 、 SnO_2 等のルチル相の薄膜）、その上に二酸化バナジウム層、更に、その上に光触媒となる酸化チタン層を蒸着することにより本発明のガラスを構成する例が挙げられる。本発明では、色調調和のために着色ガラスを使ってもよく、また、着色剤を任意の層に混入してもよく、色調調和である限り制限されるものではない。

【0024】

二酸化バナジウム自動調熱膜は、好適には、例えば、スパッタ法によって作製される。スパッタ法により作製する場合、特に、効率の高い工業生産の場合、DCマグネトロンスパッタ法が望ましい。従来、バナジウム金属を酸素含む雰囲気中にDCマグネトロン反応性スパッタすることが知られているが、化学量論的に VO_2 結晶質膜を得るため、プロセスの制御が非常に難しい。化学量論的に VO_2 に近い組成を得るためには、 VO_2 化合物ターゲットをスパッタすればよいが、従来、酸化物のスパッタは効率が悪く、更に、 VO_2 化合物は常温では導電性が弱くRFスパッタしか使えないため、成膜速度が更に小さくなる。従って、本発明では、より組成が制御しやすく、なおかつ効率の高いDCマグネトロンスパッタする方法が好適に使用される。

10

【0025】

すなわち、従来の導電性の悪い二酸化バナジウム化合物ターゲットに替えて、主成分がバナジウム酸化物（ V_2O_5 ）とバナジウム金属V（転移温度制御のための添加元素を含む）となる化学量論的に VO_2 に近い導電性粉末の混合物、又はそのプレス成形体又は焼結体からなる導電性ターゲットを、不活性ガス中、或いは少量の酸素を含む混合ガス雰囲気中でDCマグネトロンスパッタすることによって、二酸化バナジウム自動調熱膜が高効率で作製される。また、添加物を含む主成分が二酸化バナジウムからなる化合物ターゲットを使用する場合、常温では二酸化バナジウムが半導体であるため導電性が弱い、そのターゲットを相転移温度以上、好適には70℃以上に加熱することで、金属相へ相転移することにより形成される導電性ターゲットを、不活性ガス中、或いは少量の酸素を含む混合ガス雰囲気中でDCマグネトロンスパッタすることによって、二酸化バナジウム自動調熱膜が高効率で作製される。

20

【0026】

また、添加物を含む主成分が二酸化バナジウムからなる化合物ターゲットを、まず、RFスパッタさせ、プラズマ発生によるイオン衝撃により、表面温度を上昇させ、ターゲットの温度を相転移温度以上に上昇させてから、金属相による導電性ターゲットを不活性ガス中、或いは少量の酸素を含む混合ガス雰囲気中でDCマグネトロンスパッタすることによって、二酸化バナジウム自動調熱膜が高効率で作製される。

30

【0027】

以上、スパッタ法について説明したが、スパッタ法以外にも、例えば、真空蒸着などPVDに分類される物理蒸着法（例えば、朝倉書店発行、「ガラス工学ハンドブック」第423 - 428頁）、スプレー法やCVD法（パイロゾロ法含む）に分類される熱分解法（同上、第428 - 432頁）、及びゾルゲル法（同上、第432 - 438頁）など、汎用被膜法の一つ又は複数の手法で当該ガラスを被膜できることはいうまでもない。本発明のガラスへの薄膜形成、特に、二酸化バナジウム調熱膜の形成には、通常、基板を100～700℃に加熱することが不可欠である。工業生産には、わざわざ基板を加熱して被膜することは設備やコストの問題点から、通常、望ましくない。

40

【0028】

しかし、フロートガラス製造ライン上における熱処理プロセスの熱環境をそのまま利用する、いわゆるオンラインスプレー法やオンラインCVD法（朝倉書店発行、「ガラス工学ハンドブック」第428 - 432頁）などが開発されている。従来、これらの手法は、元素をドーブした酸化スズなどの透明導電体膜、 TiO_2 膜、 SiO_2 膜などの生産にオンラインコーティングの手法として使われているが、近年、 VO_2 薄膜の形成法としても

50

報告されている〔例えば、１）Troy D. Manning, Ivan P. Parkin: Polyhedron, 23 (2004) 3087-3095、２）D. Vernardou, M.E.Pemle, D.W.Sheel: Surface & Coatings Technology, 188-189(2004)250-254〕。

【 0 0 2 9 】

従って、本発明では、成膜プロセスを従来の板ガラスの形成や加工に不可欠な熱処理段階に組み込むことで、基板加熱が難しい問題を解決することができる。すなわち、自動調熱膜 A、調色膜 B、機能膜 C など、本発明のガラスの構造の薄膜群の少なくとも一つ以上は、フロートガラス製造ライン上におけるフロートバス又は徐冷窯の内部の熱環境を利用し、ガラス表面温度が 100 ~ 700 の高温のまま、常圧又は減圧で汎用薄膜形成法により、単独又は連続に形成される。

10

【 0 0 3 0 】

以上の方法で、オンラインコーティングによって二酸化バナジウム薄膜を単独に形成することが可能であるが、構造テンプレートや機能膜など、本発明のガラスの構造の薄膜群の適切な薄膜と連続してオンラインコーティングすることが最も好適である。たとえば、構造テンプレートや熱線反射機能のある酸化スズ系薄膜のあと、VO₂ 調熱薄膜を連続でオンラインコーティング形成することは最も望ましい。

【 0 0 3 1 】

上述と同じく、自動調熱膜 A、調色膜 B、機能膜 C の少なくとも一つ以上が、ガラスの強化や曲げ加工プロセスの熱処理における熱環境を利用し、ガラス表面温度が 100 ~ 750 の範囲で、常圧又は減圧で汎用薄膜形成法により単独又は連続に形成される。また、自動調熱膜 A、調色膜 B、機能膜 C の少なくとも一つ以上が、汎用薄膜形成法により室温を含む低温で形成した後、ガラスの強化や曲げ加工プロセスの熱環境を利用し、100 ~ 750 の範囲で 5 秒 ~ 1 時間熱処理によって形成される。

20

【 0 0 3 2 】

自動調熱膜 A、調色膜 B、機能膜 C を、任意的組み合わせでガラスの同一側に設置する、又は必要に応じてガラスの両側に分けて設置する、又は複数枚のガラスに分離して設置する、又は複数のガラスで挟む、又は複数のガラスを接着する、などにより、自動調熱色調調和遮光ガラスが形成される。形成されたガラスは、建築物、移動体（車、船舶、列車、飛行機等）の窓ガラスを目的として使用することができる。これらは、特に、可視光透過率が 70 % 以下で遮光性に優れ、同時に色調が自由に調節できることを特徴とする自動調熱色調調和遮光プライバシーガラスとして使用される。

30

【 0 0 3 3 】

また、形成されたガラスは、建築物、移動体（車、船舶、列車、飛行機等）の窓ガラス、特に、調色膜や、着色フィルム又は着色樹脂等を 2 枚以上の板ガラスで挟む、又は 2 枚以上のガラスを接着することにより、従来の安全、強化、防犯機能に加え、可視光透過率が 70 % 以下で、遮光性に優れるため、適切な照度とプライバシー保護ガラスを目的として好適に使用することができる自動調熱色調調和遮光合わせガラスとして使用される。

【 発明の効果 】

【 0 0 3 4 】

本発明により、（１）自動調熱で快適さが達成とともに、冷暖房負荷の同時低減、色調調和、紫外線カット、遮光、プライバシー保護等の多彩な機能を持ち合わせたガラスで、建築物、車両その他の移動体用の新規窓ガラス、及びその製造方法を提供することができる、（２）ガラス等の透明又は透光性基材に、可視光が常に透過するが、主に赤外線が環境温度の変化に応じて自動的に透過率を調節できる、二酸化バナジウム系自動調熱膜を提供できる、（３）調色膜や着色基材、及び他の機能性膜との適切な組み合わせで、従来型の二酸化バナジウム系調光ガラスを、その可視光透過率が低いという欠点を、逆転の発想により、遮光ガラスとして有効利用に転じることができる、（４）更に、補色原理を活用した独自の色調調和法を提供できる、（５）建築や移動体の外装に合うように自由に色調調和ができる自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法を提供できる、という効果が奏される。

40

50

【発明を実施するための最良の形態】

【0035】

次に、実施例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は、これらに限定されるものではない。

【実施例】

【0036】

(1) 自動調熱多層構造の形成

1. 構造テンプレート膜の形成

本実施例では、薄膜の作製に汎用型マグネトロンスパッタ装置を用いた。当該装置は、
1) カソード3基まで配置することができる、2) それぞれに高周波電源又は直流電源で
任意に電力制御することができる、3) この装置では、基板が回転可能であり、基板温度
を室温から800 までの範囲で精密に設定することができる、という機能を有する。

【0037】

二酸化バナジウムと同じルチル構造を有する TiO_2 及び SnO_2 を構造テンプレート
薄膜とした。この構造テンプレート膜は、 TiO_2 化合物ターゲット(直径50mm、厚
さ5mm、純度99.9%)、又は SnO_2 (Sbドープ)化合物ターゲット(直径50
mm、厚さ5mm、純度99.9%)をRFスパッタすることにより形成した。すなわち
、バックグランド真空度 2×10^{-6} Pa、アルゴン流量30 sccm、全圧0.6 Pa
、基板温度200 - 600 、RF電力120 Wの条件で、石英ガラス、耐熱ガラス、シリ
コン単結晶及びサファイア単結晶基板上に5 - 200 nmの厚さで構造テンプレート膜
を形成した。

【0038】

2. 二酸化バナジウム系薄膜の形成

上述の構造テンプレートを形成した後、その上に、継続的に、二酸化バナジウム系薄膜
を次の方法によって形成した。

1) 市販のバナジウムターゲットによるスパッタ

市販のバナジウムターゲット(V、直径50mm、厚さ5mm、純度99.9%)、又
は市販のバナジウム・タングステン合金ターゲット(V:W = 1.6 at%)を、酸素と
アルゴンの混合ガスの中、RF、或いはDCスパッタすることによって、二酸化バナジウ
ム系薄膜の形成を行った。主なスパッタ条件は、次の通りである。すなわち、バックグラ
ンド真空度 2×10^{-6} Pa、アルゴン流量30 sccm、酸素流量0 ~ 3.00 scc
m、全圧0.6 Pa、基板温度400 ~ 600 、RF電力200 W、又はDC電圧20
0 ~ 400 V、電流0.10 ~ 0.30 Aの条件で、基板としては、石英ガラス、耐熱ガ
ラス、シリコン単結晶及びサファイア単結晶を用いた。

【0039】

以上の条件で、反応性スパッタによって、二酸化バナジウム単一相薄膜を形成する際に
、特に、酸素流量を精密に所定に制御することが最も重要であり、非常に狭い酸素流量の
範囲でしか二酸化バナジウム単一相薄膜が形成されないとの結果が得られた。一方、 TiO_2
や SnO_2 のような構造テンプレートを予め基板上に形成したあと、続けて二酸化バ
ナジウム薄膜を形成すると、二酸化バナジウム単一相薄膜の形成がほぼ確実であることを
突き止めた。しかし、以上のような反応性スパッタ法による二酸化バナジウム単一相薄膜
の形成には、酸素流量などプロセスの精密な制御が厳しく要求され、また、一旦見つか
った条件も、ターゲットの消耗などにより変動しやすいため、大量生産には困難であった。
従って、以下の諸方法を考え、開発した。

【0040】

2) 二酸化バナジウム化合物ターゲットによるスパッタ

二酸化バナジウム粉末(VO_2 純度99.5%)に、酸化タングステン粉末(WO_3 、
99.99%)を1.0%モル比で混合し、自動乳鉢で1~3時間混合・粉碎してからプ
レス成形及び熱処理により、直径50mm、厚さ約5mmの円盤にしたものをターゲット
として、二酸化バナジウム系薄膜の形成を行った、すなわち、バックグランド真空度 $2 \times$

10

20

30

40

50

1.0×10^{-6} Pa、アルゴン流量 30 sccm、酸素流量 0 ~ 0.5 sccm、全圧 0.6 Pa、基板温度 400 ~ 600、RF 電力 100 W の条件でスパッタし、石英ガラス、耐熱ガラス、シリコン単結晶及びサファイア単結晶基板上に二酸化バナジウム薄膜を形成した。

【0041】

バナジウム金属ターゲットを使った反応性スパッタ法より、安定した二酸化バナジウム薄膜が形成されたが、RF スパッタの場合、成膜速度が遅い欠点があった。二酸化バナジウム系化合物ターゲットでは、常温では半導体相で導電性があまり示されない。従って、効率の悪い RF スパッタが必要である。しかし、本発明者は、次の手法によってターゲットに導電性を持たせ、DC でもスパッタできるようにすることに成功した。すなわち、最初のみ RF スパッタをし、ターゲット表面の温度が、二酸化バナジウムの相転移温度以上まで上昇し、金属相となるとところで、効率のよい DC スパッタに切り替えた。

10

【0042】

3) 導電性ターゲットによるスパッタ

更に進化した方法として、次の手法で導電性ターゲットを形成して DC スパッタによって、二酸化バナジウム薄膜を形成した。すなわち、五酸化バナジウム (V_2O_5 、99.9%) 粉末に、バナジウム金属 (V、99.9%) を 0.25 モル比で混入し、更に、 WO_3 を 1% モル比で加え、総組成を $(V+W):O = 1:2$ とした。それを混合・粉碎してからプレス成形又は熱処理により、直径 50 mm、厚さ約 5 mm の円盤にしたものをターゲットとした。混合物からなるターゲットが、金属バナジウムにより導電性を持つため、DC スパッタにより二酸化バナジウム薄膜を形成した。

20

【0043】

以上の 1) ~ 3) の方法により、基板を加熱せずに二酸化バナジウム組成となるアモルファス薄膜を形成した後、400 / 30 分、空气中でアニールすることで、結晶性のよい二酸化バナジウム薄膜を得た。本発明では、上述の基板上に形成した構造テンプレート及び酸化バナジウム薄膜の表面に、更に、任意の機能性膜を形成することができる。

【0044】

3. 機能性膜の形成

基板上に形成した構造テンプレート及び酸化バナジウム薄膜の表面に、更に、反射防止や光触媒となる TiO_2 機能膜を適切な厚さで被覆した。形成した構造テンプレート薄膜、酸化バナジウム薄膜、及び酸化チタン薄膜を含む自動調熱多層構造について、分光光度計等により典型的透過特性及び色調特性を調べた。その例は、次の通りである：

30

(サンプル 1)

石英ガラス基板上に、厚さ 50 nm の VO_2 系調熱膜、可視光透過率 58%、色度座標： $x = 0.376$ 、 $y = 0.398$ 、主波長が 571 nm、刺激純度が 45.3% で、強い黄色透過を呈した。

(サンプル 2)

石英ガラス基板上に、厚さ 70 nm の VO_2 系調熱膜、可視光透過率 40%、色度座標： $x = 0.400$ 、 $y = 0.410$ 、主波長が 575 nm、刺激純度が 50% で、強い黄色透過を呈した。

40

【0045】

(2) 着色膜等による二酸化バナジウム系薄膜の色調調和

1. 二酸化バナジウム色調調和の概略

補色原理により、補色による二酸化バナジウム系薄膜色調の変化を調べた。すなわち、RGB 3 原色をもとに、加法混色で 12 色相を持つカラーシートを作成した。透過率を適切に調節して、サンプル 1 又はサンプル 2 と重ね合わせ、バックライトに白色光源を透過して、透過色の変化を写真に取り、色調調和の効果を確認した。その結果を図 1 にまとめて示す。図 1 から分かるように、二酸化バナジウム系薄膜の固有の強い黄色を、補色原理を活用することによって、好み又は建築や移動体の外装に調和した色調に任意に変えることができることが分かった。特に、9 番 (No. 9) の青色に近い補色を使えば、中性色

50

に近い透過色が得られることが確認された。

【0046】

すなわち、二酸化バナジウム調熱薄膜にとって、その応用へ最も障害となる二酸化バナジウム系薄膜の固有の強い黄色着色を、補色原理により中性色を含む、任意の色調に設定することができた。補色設計により可視光透過率が更に低くなるが、本発明の目的、すなわち、遮光ガラスやプライバシー保護ガラスなどとは全く矛盾がなく、本発明により、むしろ逆転の発想で、不利因子を有利因子にすることが可能となった。

【0047】

2. 調色膜による二酸化バナジウム色調調和

(色調調和例1)

可視光透過率が42%、XYZ表色系における色度座標値： $x = 0.258$ 、 $y = 0.253$ 、主波長479nm、刺激純度が24%で、やや強い青色透過の着色フィルム(S1)を作製した。S1を、石英ガラス基板上に厚さ50nmのVO₂系調熱膜(サンプル1)及びもう一枚の石英ガラス板に挟み、加熱加圧することによって固定した。その構造の概略を図2に示す。

【0048】

図2の構造の分光透過率を分光光度計により測定した。測定した分光透過率によりCIE表色系における視感透過率や色度座標値などを算出した。その結果は、次の通りである。すなわち、視感透過率22%、色度座標値： $x = 0.300$ 、 $y = 0.356$ 、主波長530nm、刺激純度が11%で、わずかの緑を呈した。本発明の一部となる、着色フィルムを挟む形で色調調節を行う手法は、合わせガラス技術との組み合わせによって、更に、安全性、防犯性等を附加することが可能である。

【0049】

(色調調和例2)

可視光透過率が16%、XYZ表色系における色度座標値： $x = 0.198$ 、 $y = 0.167$ 、主波長468nm、刺激純度が57%で、非常に強い青色透過の着色フィルム(S2)を作製した。すなわち、厚さ70nmのVO₂系調色膜で被覆した石英ガラス(サンプル2)を上述の非常に強い青色透過の着色フィルム(S2)で被覆し、系の分光透過率を分光光度計により測定した。また、調熱特性を調べるために、系を20 (VO₂系調熱膜が低温半導体相である)及び80 (同金属相)に温度を変えながら光学特性を測定した。系は、次の光学色学特性を示した。低温相：透過率6%、色度座標値： $x = 0.261$ 、 $y = 0.286$ 、主波長486nm、刺激純度が20%で、暗青色を呈した。高温相：透過率5%、色度座標値： $x = 0.298$ 、 $y = 0.335$ 、主波長520nm、刺激純度が8%で、暗青色を呈した。

【0050】

3. 自動調熱の効果

厚さ70nmのVO₂系調色膜で被覆した石英ガラス(サンプル2)を上述の非常に強い青色透過の着色フィルム(S2)で被覆し、系を20 (半導体相)及び80 (金属相)状態において、温度を変化して分光透過特性率の変化、すなわち、自動調熱の効果を測定した。その結果を図3に示す。低温及び高温時において、透過率、特に、780nmより波長の長い赤外線透過率に大きな差が確認され、非常により調熱効果を示した。

【0051】

以上のように、本発明の、可視光が適切に透過し、赤外光が温度変化に応じて大きな変化を示す自動調熱色調調和遮光ガラスの実施例を示したが、本発明によって、二酸化バナジウム系自動調熱膜、及び着色膜又は着色機能を持つ他の機能性膜や基材を組み合わせることで、例えば、可視光透過率を70%以下に抑さえ、建築や移動体の外装に合うように着色を自由に調節できる、自動調熱、自動調光、色調調和、紫外線カット、断熱、快適照度、プライバシー保護等の多彩な機能を持ち合わせた自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法を提供することが可能である。

【0052】

10

20

30

40

50

比較例

石英ガラス基板上に、構造テンプレート薄膜、酸化バナジウム薄膜（70 nm）、及び酸化チタン薄膜を含む自動調熱多層構造を作製し、分光光度計等により20及び80における透過特性及び色調特性を調べた。その結果は、次の通りである。すなわち、低温及び高温時において、透過率、特に、780 nmより波長の長い赤外線透過率に大きな差が確認され、非常によい調熱効果を示すが、色調特性に関しては、可視光透過率40%、色度座標値： $x = 0.400$ 、 $y = 0.410$ 、主波長が575 nm、刺激純度が50%であり、色調調節をしない限り、二酸化バナジウム固有の強い黄色透過のみを呈した。

【産業上の利用可能性】

【0053】

10

以上詳述したように、本発明は、自動調熱色調調和遮光ガラス及びその製造方法に係るものであり、本発明により、例えば、可視光透過率が70%以下で、遮光性に優れ、環境温度に応じて赤外線の透過率が自動的に調節でき、更に、透過色の色調を自由に色調調和することが可能な新しい自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法を提供することができる。本発明は、ガラスなどの透明基材に、可視光が透過するが、赤外光が温度変化に応じて大きな変化を示す二酸化バナジウム系自動調熱膜を使用することは従来通りであるが、系の構造に新たに濃色着色膜を加え、二酸化バナジウム薄膜の固有の黄色と補色原理に基づく設計で、中性色化又は好みや建築物、移動体の外装に色調調和された自動調熱色調調和遮光ガラスを開発し、提供するものである。本発明は、従来の二酸化バナジウム可視光透過率が低いという弱点を発想を逆転して有効利用し、可視光透過率を70%以下と低く押さえ、自動調熱、遮光調光、色調調和、紫外線カット、断熱、快適照度、プライバシー保護等の多彩な機能を持ち合わせた自動調熱色調調和遮光ガラス及び製造方法を提供することを可能とするものである。本発明は、例えば、建築物や自動車など移動体のガラスとして好適な、省エネルギー、健康快適、環境に優しい新しいガラスを提供するものとして、建築産業その他産業界への応用が大いに期待できるものである。

20

【図面の簡単な説明】

【0054】

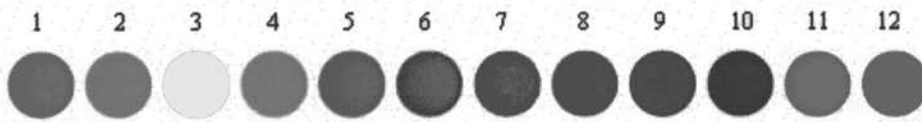
【図1】補色原理により、補色による二酸化バナジウム系薄膜色調調和の効果を確認した結果を示す。上段は、透過率60%でRGB12色シール（S）と二酸化バナジウム膜との色調調和の結果を示す。下段は、シートの透過率の変化による二酸化バナジウム膜調和色濃さの変化（No. 9）を示す。

30

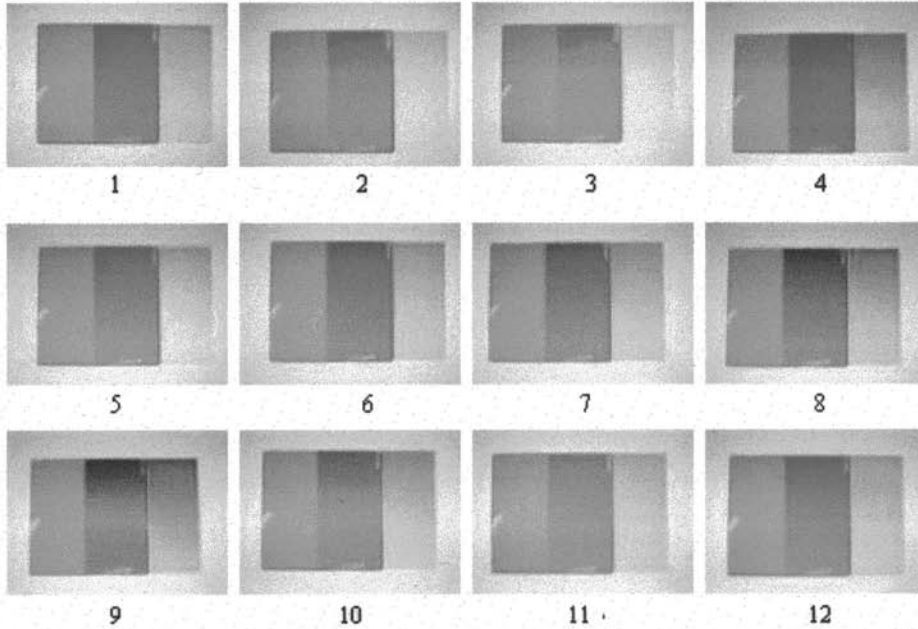
【図2】本発明の自動調熱色調調和遮光ガラスの一例の構造を示す。

【図3】自動調熱の効果を測定した結果を示す。

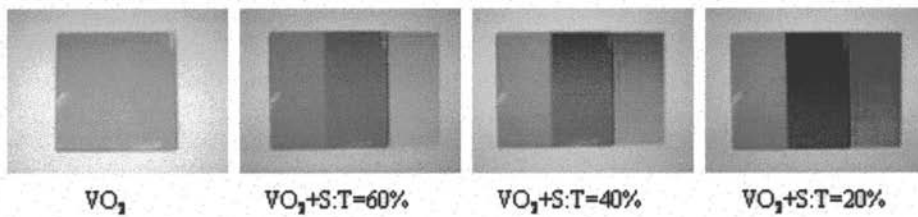
【 図 1 】



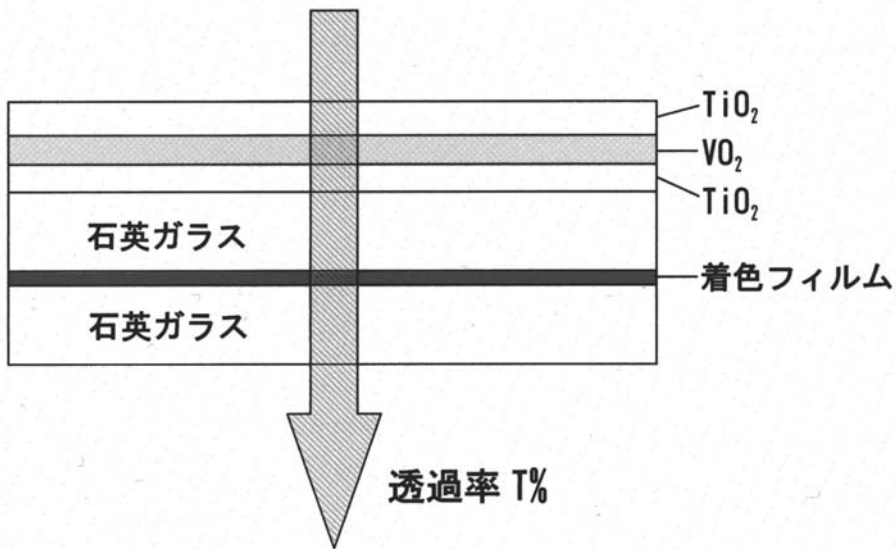
透過率60%でRGB12色シール(S)作成する。
二酸化バナジウム膜と色調調和の結果を示す。



シートの透過率の変化による二酸化バナジウム膜調和色濃さの変化(No.9)



【図 2】



【図 3】

