(19) Országkód

HU

MAGYAR KÖZTÁRSASÁG

MAGYAR SZABADALMI HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

218 009 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 95 02462
(22) A bejelentés napja: 1995. 08. 23.
(30) Elsőbbségi adatok:
9417112.1 1994. 08. 24. GB

(51) Int. Cl.[7]

C 03 C 17/00
C 09 D 1/00

(40) A közzététel napja: 1996. 03. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi Közlönyben: 2000. 05. 29.

(72) Feltaláló:
Depauw, Jean-Michael, Brüsszel (BE)

(73) Szabadalmas:
GLAVERBEL, Brüsszel (BE)

(74) Képviselő:
S. B. G. & K. Budapesti Nemzetközi Szabadalmi Iroda, Budapest

(54) Bevonattal ellátott szubsztrátum, és eljárás annak előállítására

KIVONAT

A találmány tárgyát legalább egy primer bevonatréteget tartalmazó, bevonattal ellátott szubsztrátum képezi. A termékre jellemző, hogy annak külső felületén egy további, vákuumszórással kialakított védőrétege van. A védőréteg szilícium-oxid vagy szilícium-oxi-nitrid, vagy egy vagy több szilícium-oxid, szilícium-nitrid keveréke, melynek törésmutatója 1,7-nél kisebb és vastagsága 1–10 nm. A termék kémiai és mechanikai tartósság szempontjából javított minőségű, és minden, ebből következő optikaitulajdonság-változása minimális.

HU 218 009 B

A találmány tárgya egy szubsztrátumot és legalább egy, azon kialakított primer bevonatréteget tartalmazó, bevonattal ellátott szubsztrátum, valamint eljárás ilyen bevonattal ellátott szubsztrátum előállítására.

A bevonattal ellátott szubsztrátumok különböző célú területeken használatosak. Így például bevonattal ellátott üveget használnak a tükrökhöz, díszítőtermékekhez és épületek, valamint járművek napfényvédő üvegezésére. A kereskedelemben beszerezhető napfényvédő táblák olyan üveglapok, amelyek egyszeres vagy többszörös bevonattal vannak ellátva, melyek közül a külső réteg általában egy oxid-, nitrid- vagy fémbevonat, mint titán-nitrid, ón-oxid, titán-oxid vagy króm. Ezek a külső rétegek, különösen ha azokat vákuumporlasztással képezik ki, igen vékonyak, használat közben hajlamosak a kémiai korrózióra és/vagy viszonylag érzékenyek a mechanikai behatásokra (kopási ellenállásuk például kicsiny).

A bevonattal ellátott szubsztrátumok egy csomó olyan körülménynek lehetnek alávetve, amelyek korlátozzák használati élettartamukat. Tárolás, szállítás és ablakegységekké történő összeszerelésük közben olyan mechanikai behatások érik őket, amelyek következtében rajtuk karcolások vagy egyéb hibák jelenhetnek meg. A környezeti hőmérsékletnek kitételük folyamán a környező atmoszféra szennyező anyagainak kémiai hatásai érhetik őket. A bevonatokat a bőrrel történő érintkezés következtében az izzadtság is károsíthatja. Ablakegységekké történő összeszerelésük előtt szokásos a bevonatokkal ellátott szubsztrátumokat mosószerekkel lemosni, ami szintén károsíthatja a bevonatot.

Egy adott bevonat tartóssága függ többek között a bevonat összetételétől és attól a módszertől, ahogyan a különböző rétegeket lerakjuk. Egyes esetekben a külső bevonatréteg összetétele olyan, hogy az javított tartósságot biztosít. Ha a tartósság további javítása érdekében a külső bevonatréteg vastagságát kívánjuk növelni, akkor általában azt tapasztaljuk, hogy a minta optikai tulajdonságai az elfogadható tűréshatárokat túllépik.

Az A–0548972 számú európai szabadalmi leírás olyan funkcionális terméket, mint például üveglapot ír le, amely egy vékony funkcionális réteget és egy kompozit oxidfilm réteget hordoz, amely oxid ónt és szilíciumot tartalmaz. A kompozit oxidfilm réteg használata azt a célt szolgálja, hogy biztosítsa a termék kopásállóságát. Az ilyen, bevonattal ellátott szubsztrátumok a kompozitrétegükben – a szilíciumhoz viszonyítva 50:50-nél nagyobb arányban – nagy ónmennyiséget tartalmaznak, aminek az az eredménye, hogy viszonylag nagy a törésmutatójuk (a legtöbb példa esetében 1,69, a 3. példa esetében 1,75. A példákban viszonylag nagy, 5 nm-től (mint a 8. példában) 93 nm-ig terjedő (mint a 3. példában) vastagságúak a kompozitrétegek, és valóban úgy tűnik, hogy az igényelt kompozitanyagoknak viszonylag vastag rétegét kell lerakni ahhoz, hogy ésszerű kopásállóságot érjünk el. Így például úgy tűnik, a kompozitréteg vastagságának minimálisan 5 nm-nek kell lennie ahhoz, hogy a mellette fekvő réteget külső korrózió ellen megfelelően védje. Ezen túlmenően, az ónnak és a szilíciumoxidoknak a speciális kombinációja, úgy látszik, oly mértékben változtatja meg a termék optikai tulajdonságait, hogy a mellette fekvő rétegeket kell beállítani ahhoz, hogy a terméknek, mint egésznek, megfelelő optikai tulajdonságokat biztosítsunk. Ennek megfelelően az említett leírás kitanítása nem elegendő ahhoz, hogy egy üvegezésre szolgáló termék felületi rétegét oly módon védje, hogy annak optikai tulajdonságait ne változtassa meg.

A jelen találmány feladata olyan javított kémiai és/vagy mechanikai tartóssággal rendelkező bevonattal ellátott szubsztrátumok szolgáltatása, amelyek csak minimális mértékben változtatják meg ennek következtében a termék optikai tulajdonságait.

Meglepetésszerűen azt találtuk már most, hogy ez a cél úgy érhető el, ha speciális szilíciumvegyületből álló külső bevonatot viszünk fel speciális módon.

Így a találmány első vonatkozásban olyan bevonattal ellátott szubsztrátumot szolgáltat, amely legalább egy, azon kialakított primer bevonatréteget tartalmaz, amelynek egy katód-vákuumszórással, 1,7-nél kisebb törésmutatójú anyagból, mint szilícium-oxidokból vagy -oxi-nitridekből, egy vagy több oxid keverékéből, szilícium-nitridekből és szilícium-oxi-nitridekből kiképzett, további, külső védőrétege van, amely védőréteg vastagsága 1–10 nm.

A találmány egy másik vonatkozásában eljárást szolgáltat bevonattal ellátott szubsztrátum kialakítására, amely abban áll, hogy egy szubsztrátumon legalább egy primer bevonatréteget képezünk ki, ami abban áll, hogy azon katód-vákuumszórással, 1,7-nél kisebb törésmutatójú anyagból, mint szilícium-oxidokból vagy -oxi-nitridekből, egy vagy több szilícium-oxid keverékéből, szilícium-nitridekből és -oxi-nitridekből kiképezett, további, külső védőrétege van, ahol a nevezett védőréteg vastagsága 1–10 nm.

Azt találtuk, hogy a védőréteg javítja a bevonattal ellátott szubsztrátum kémiai és/vagy mechanikai tartósságát Különösen akkor, ha a védőréteg vékony, annak a termék optikai tulajdonságaira gyakorolt hatása minimális lehet. Ez különösen így van, ha a védőréteg anyagának 1,6-nél kisebb a törésmutatója. Különösen előnyös az 1,55-nél kisebb, előnyös módon 1,50–1,52 vagy 1,5-nél is kisebb törésmutatójú anyag használata.

A védőréteg vastagsága előnyösen 2-3 nm. 2 nm alatti vastagságnál javulás van a bevonat tartósságában, de lehet, hogy ez nem elegendő a kereskedelmi minőségi igények kielégítésére. Különösen meglepő, hogy jelentős javulás érhető el a tartósság tekintetében a szilíciumvegyület ilyen vékony bevonatrétegeivel.

Különösen jó eredmények érhetők el a találmánnyal abban az esetben, ha a védőréteg mellett fekvő primer bevonatréteg titán-nitrid, ón-oxid, cink-oxid, titán-oxid vagy króm. Különösen jók az elért eredmények olyan többszörösen bevont szubsztrátumokkal, amelyeket magukat is szórással vittünk fel. Azt találtuk, hogy az olyan többszörös bevonattal ellátott szubszrátumoknak, amelyek fém-oxid- vagy fém-nitrid-rétegek közé szendvicsszerűen rétegelt ezüst vagy arany fémréteget tartalmaznak, szintén jót tesz a nevezett szilíciumvegyületekből készült vékony bevonatréteg.

A találmány ily módon javított minőségű kereskedelmi, bevonattal ellátott üvegtermékeket szolgáltat, amelyeknek jól definiált, szigorú gyártási tűrésekkel biztosított optikai tulajdonságai vannak és amelyeknek élettartama megnövelt, anélkül hogy optikai tulajdonságaik megváltoznának.

A találmány különösen előnyös olyan szempontból, hogy olyan réteget szolgáltat, amely mindenféle bevonatot megvéd, különösen a vákuum alatti katódszórással készült bevonatokat azáltal, hogy javítja kémiai ellenálló képességüket és/vagy mechanikai ellenálló képességüket anélkül, hogy optikai tulajdonságaikat jelentős mértékben vagy egyáltalán megváltoztatná. A találmány ily módon univerzálisan alkalmazható védőréteget biztosít, ami különösen az ipari gyártás szempontjából és abból a szempontból igen előnyös, hogy ugyanazon gyártósoron, egymás után sokféle különböző típusú bevonat vihető fel reprodukálható módon.

Az ezüstöt tartalmazó, többszörös bevonattal ellátott termékekkel kapcsolatosan meg kell jegyeznünk, hogy a katódszórási eljárást illető okokból az ezüstöt szokásos módon egy vékony „feláldozott" fémréteggel (úgynevezett „barrier"-réteggel) visszük fel, amely a bevonási eljárás folyamán az oxiddá vagy nitriddé alakul ál. Ez a „feláldozott" fém lehet például titán, cink, nikkel/króm ötvözet vagy alumínium. Hasonló barrierréteg helyezhető el az ezüstréteg alatt. Bár e „feláldozott" rétegek némileg javítják a termék tartósságát, a kémiai tartósság további, a „feláldozott" rétegek vastagságának növelésével végzett javítása csökkenti a termékek lumináns fényáteresztését. Azt találtuk, hogy egy például katódporlasztással felvitt 2 nm vastag védőbevonat-réteg javítani képes a tárolás alatti, mechanikai károsodással és nedvességgel szembeni érzékenységet, javítani képes a bőrrel történő érintkezéssel szembeni izzadtságérzékenységet és javítani képes a bevonat tartósságát, ha a terméket például kéttáblás egységbe történő beszerelés előtt mosószerekkel mossák. Vastagabb SiO_2-réteg alkalmazható, amelyet csak a termék optikai tulajdonságainak tűrésértékei korlátoznak.

Bár nem kívánjuk elmélethez kötni magunkat, úgy véljük, hogy a találmány szerinti vékony bevonatréteg csökkenti az alatta lévő réteg porozitását és ezáltal érzéketleníti azt a nedvességgel és a mosószerek hatásával szemben. A vékony szilíciumvegyület-rétegnek ezenkívül, úgy véljük, kenőhatása is van, ami hozzájárul a termék mechanikai tartósságának javításához.

Bár ismert, többrétegű szubsztrátumok ellenállóbakká tehetők oly módon, hogy azok felső bevonatrétegét egy szilícium-nitrid-réteggel cseréljük ki, különösen azzal, hogy egy külső, 25 nm-nél vékonyabb SnO_2-réteget szilícium-nitriddel cserélünk ki, a tartósság további javítása érhető el azáltal, hogy a szilícium-nitrid-réteget a találmány szerint egy vékony szilícium-oxid bevonatréteggel vonjuk be.

A védőréteget szilícium-oxidok és szilícium-oxi-nitridek vagy egy vagy több szilícium-oxid, szilícium-nitridek és szilícium-oxi-nitridek keverékéből alakítjuk ki. Vagyis ebben a rétegben más komponensek nincsenek jelen, kivéve azt az esetet, ha egy szórási eljárásnál kívánt esetben katódként (célanyagként) 15 tömeg%-ig terjedő, de 10%-nál kisebb mennyiségű – a katód elektromos vezetését elősegítő szilícium-adalék-oxidot, mint például alumínium-, nikkel-, bór- vagy foszforvagy egyéb adalékot, mint titán- vagy cirkónium-oxidot vagy hasonló keveréket használunk, ami 1,7-nél kisebb törésmutatójú réteget eredményez. Ideálisan a védőréteg anyaga szilícium-oxid, amely kifejezés alatt itt bármilyen szilícium-oxid érthető függetlenül attól, hogy sztöchiometrikus képlete SiO_2-e vagy sem. Ha szilíciumkatódot használunk, akkor az előnyösen olyan tiszta, amennyire csak lehetséges, annak érdekében, hogy olyan tiszta szilícium-dioxidot vagy SiO_xN_y általános képletű vegyületet kapjunk, amely a lehető legtisztább, ezért az nem tartalmazhat több serkentésre alkalmas adalékot, mint ami ahhoz szükséges, hogy a megkívánt elektromos vezetőképességet biztosítsa az alkalmazott leválasztási eljáráshoz.

A találmány szerinti eljárás szerint a szubsztrátumot olyan műveleti kamrába visszük be, amely egy szilícium magnetron szóróforrást tartalmaz és gázbevezető és gázkivezető szerelvényekkel, egy szubsztrátumszállító szalaggal, energiaforrással, szórógáz-betápláló nyílásokkal és egy ürítőnyílással van ellátva. A szilíciumkatód kis mennyiségű serkentőadalékot, például 5% alumíniumot tartalmaz, ami a katódot villamosan vezetővé teszi. A szubsztrátumot az aktivált szóróforrás alatt szállítjuk el és oxigéngázzal hidegen beszórjuk, hogy az a szubsztrátumon szilícium-oxid-réteget képezzen.

Az elektromos vezetést biztosító, viszonylag nagy alumíniumtartalmú szilícium célkatód használatának alternatívájaként a lehető legnagyobb szilíciumtisztaságú katód használható, amely megfelel a bevonóberendezés által megkövetelt elektromos vezetőképességnek és műveleti módszernek annak érdekében, hogy a lehető legtisztább szilícium-oxid-réteget kapjuk, és így annak törésmutatója 1,5-nél kisebb, például 1,46–1,48 legyen. Ilyen alternatív célkatódok közé tartozik a körülbelül 10^{-2} ohm·cm ellenállást eredményező, bórral adalékolt monokristályos szilícium, mint a Gesellschaft für Elektrometallurgie (Nuremburg, Németország) által gyártott, 65–400 ppm bóradalékként használható (vagyis 99,99%-nál nagyobb Si-tartalmú), $5 \cdot 10^{-3}$–$2 \cdot 10^{-2}$ ohm·cm ellenállású szilíciumkatód. Egyéb példák legalább 99,6% tisztaságú, közelebbről 0,05% vassal és 0,06% alumíniummal, mint adagolt plazmaszórással gyártott szilíciumot alkalmaznak, mint például a Vanderstraeten cég (Deinze, Belgium) elektródái.

A szubsztrátum előnyös módon üvegszerű anyagból, például üvegből áll. Egyéb szubsztrátumanyagok, így műanyagok is lehetségesek.

A bevonattal ellátott szubsztrátum lehet átlátszó vagy opak, és az utóbbi esetben a primer bevonatréteg vagy a primer bevonatrétegek egyike egy fényvisszaverő bevonatréteg lehet.

A bevonattal ellátott szubsztrátumok egy sor különféle célra, mint épületüvegezésre használhatók, különösen ott, ahol a bevont felület a külső környezet felé néz, járművek külső tükrei céljára is, amelyeknél ismét a bevonattal ellátott felület néz a külső környezet felé.

A következőkben az alábbi, nem korlátozó jellegű példákkal írjuk le a találmányt részletesebben.

1–9. példák

Üvegszubsztrátum bevonását titán-nitriddel és szilícium-dioxiddal (1. példa) a következőképpen végeztük.

6 mm vastag, temperált üveglapot egy, két szilícium- és titán célkatóddal ellátott sík magnetron szóróforrással, gázbetápláló és gázürítő szelepekkel, szubsztrátumszállító szalaggal, energiaforrással, szórógáz-betápláló és ürítőnyílással ellátott kamrába vezettünk be. A nyomást a kamrában 10^{-3} Pa-ra csökkentettük. A célkatód szilíciumhoz, az elektromos vezetés serkentésére 5 tömeg% alumíniumot adalékoltunk. A szubsztrátumot az aktivált titán szórófejek alatt szállítottuk el és nitrogéngázzal, hidegen 30×10^{-1} Pa tényleges nyomáson szórtuk. Így 2,4 törésmutatójú, 1,4 értékű titán-nitrid-réteget kaptunk 550 nm-en, melynek geometriai vastagsága 22 nm volt. Ezután a titánforrást dezaktiváltuk. A későbbi analízis során ezt a „titán-nitrid"-réteget úgy találtuk, hogy kis sztöhiometrikus titánfelesleget tartalmazott.

Az 1'. példa szerint az SiO_xN_y-t egy Si-katódból rakjuk le oxigén-nitrogén keverék atmoszférában 3×10^{-1} Pa nyomáson.

A nitrogént a rendszerből kiöblítettük és szórógázként 3×10^{-1} Pa nyomású oxigént vezettünk be. A szilíciumforrást aktiváltuk és a szubsztrátumot elszállítottuk alatta abból a célból, hogy egy 3 nm szilícium-oxid-réteget alakítsunk ki rajta 1,52-es törésmutatóval.

Hasonló módon állítottuk elő az alábbi I. táblázatban feltüntetett többi (A-tól G-ig terjedő) bevonattal ellátott szubsztrátumot, hogy azokat a találmány szerinti módon bevont szubsztrátumokkal hasonlítsuk össze.

A fémrétegek, például az ezüst- és titánrétegek leválasztását, inert (ezüst esetében nitrogén- vagy argon-, de titán esetében csakis argon-) atmoszférában végeztük. A szilícium-nitrid (Si_3N_4) leválasztása elektromosan vezetővé serkentett szilícium-katódból, reaktív nitrogénatmoszférában történt. A ZnO-ot és SnO_2-ot reaktív oxigénatmoszférában egy cinkkatódból, illetve ónkatódból nyertük.

I. táblázat

Példa	Bevonatrétegek (vastagság nm-ben)
A'	TiN (22)
A*'	TiN (30)
1	TiN (22) /SiO_2 (3)
1'	TiN 1 (30) SiO_xN_y (1)
B*	TiN (22) /SnO_2 (15)
2	TiN (22) /SnO_2 (15) /SiO_2 (3)
C*	TiN (22) /Si_3N_4 (15)
3	TiN (22) /Si_3N_4 (15) /SiO_2 (3)
D'	ZnO (35) /Ag (10) /Ti (2) ZnO (35)
4	ZnO (35) /Ag (10) /Ti (2) /ZnO (35) /SiO_2 (2)
E*	SnO_2 (12) /ZnO (23) /Ag (10) /Ti (2) /ZnO (23) /SnO_2 (12)
5	SnO_2 (12) /ZnO (23) /Ag (10) /Ti (2) /ZnO (23) /SnO_2 (12) /SiO_2 (2)
F*	ZnO (35) /Ag (10) /Zn (3) /ZnO (30)
6	ZnO (35) /Ag (10) /Zn (3) /ZnO (30) /SiO_2 (1, 5)
7	ZnO (35) /Ag (10) /Zn (3) /ZnO (30) /SiO_2 (3)
G*	ZnO (35) /Ag (10) /Zn (3) /ZnO (15) /SiO_2 (3) /ZnO (15)
8	ZnO (35) /Ag (10) /Zn (3) /ZnO (30) /SiO_2 (10)
9	ZnO/SnO_2 (35) /Ag (10) /Ti (3) /ZnO/SnO_2/ZnO (35) /SiO_2 (5)

*=összehasonlító példa

Ezeket a termékeket egy- vagy többfajta vizsgálatsorozatnak vetettük alá (ezeket az alábbiakban írjuk le) aszerint, hogy milyen területen kívánjuk őket alkalmazni.

1. 7. napos Cleveland-teszt

A „Cleveland"-teszt egy üvegkamra kialakításából áll, amelyben a minta képezi a tetőt úgy, hogy annak bevont felülete van befelé. A kamra vizet tartalmaz olyan hőmérsékleten, hogy a minta közvetlen környezetében 50 °C-ot tartson fenn. A tetőn, minthogy annak hőmérséklete alacsonyabb, a vízgőz lecsapódik és az folytonos áramban a minta bevont felületére csurog. A bevont felületet azután egy ruhával szárazra töröljük. Ha a bevonatot a ruha eltávolítja, akkor a bevonat nem állja ki a próbát.

2. 7 napos sósköd-teszt

A sósköd-teszt abban áll, hogy a mintákat NaCl-oldattal permetezzük be, hogy azokat körülbelül 35 °C-on sós köd állandó hatásának tegyük ki.

3. Kénteszt

A mintát zárt kamrában, szabályozott, 40 °C-on, 8 órán át kén-dioxid-atmoszférával vesszük körül, majd a kamrát 16 órára kinyitjuk és ezt a 24 órás ciklust 4-szer megismételjük.

4. Klímateszt

A mintát egy kamrában levegővel vesszük körül, melynek hőmérsékletét 45 °C és 55 °C-on 1-1 órás ciklusban, összesen 23 órán át változtatjuk, majd ezt 1 órás 25 °C-on végzett tárolás követi, és a vizsgálatot 7 napon át ismételjük.

5. „Lucite"-teszt

Ennél a vizsgálatnál egy legalább 12 cm × 25 cm méretű, bevonattal ellátott szubsztrátummintát használunk. A mintát egy fogóba erősítjük a vizsgált felületével felfelé, 100 g „Lucite"-tal (Du Pont de Nemours gyártmány) szórjuk be, ami egy poli(metil-metakrilát)-ból álló, szigorúan ellenőrzött minőségű és szemcseméretű, speciális anyag. Ezután a vizsgált felületre egy bevonattal el nem látott üveglapot helyezünk. A szerkezet-

re egy körülbelül 3,938 kg-os súlyt hordozó, váltakozva terhelő nyomólapot helyezünk. A lapot 3000 ciklussal, váltakozva terheljük. A vizsgálat elvégzése után a mintát kivesszük, és azt fényáteresztésre és fényvisszaverésre megvizsgáljuk karcolatok és rostszerű jelek kimutatása céljából.

6. Mosási teszt

A vizsgálandó mintát vízszintes felületre helyezzük és pipettával egy csepp koncentrált mosószert (RBS 50, a Chemical Products Belgium cég gyártmánya) helyezünk rá. Adott idő eltelte után a mosószert letöröljük és a minta fényvisszaverését megvizsgáljuk. A gyenge vizsgálati eredmény annak jele, hogy a termék meghibásodna, ha mosógépbe helyeznénk, következésképpen nem használható olyan alkalmazási területen, ahol ilyen kezelésre van szükség.

Eredmények

Az 1–9. példák szerinti, bevonattal ellátott, találmány szerinti szubsztrátumokkal és A–G szerinti összehasonlító példákkal végzett tesztek eredményei a következők voltak.

Az 1. példa szerinti szubsztrátum megfelelt a Cleveland-teszt, a kénteszt és a Lucite-teszt szerint. Másfelől az A példa szerinti szubsztrátumon a bevonat a Cleveland-teszt során számos helyen károsodott, és a kénteszt során homályosodás volt észlelhető. A Lucite-teszt után az A példa szerinti bevonaton sok karcolást figyeltünk meg és egyes helyeken a bevonat a szubsztrátumról levált.

Az 1' példa megfelelt a Lucite-vizsgálat szerinti követelményeknek így a termék megfelelő szintű ellenállását biztosítja sokféle felhasználásnál.

A 2. és 3. példák szerinti szubsztrátumok a Cleveland- és a sósköd-tesztek szerint megfeleltek. A B példa szerinti szubsztrátum egyik tesztet sem teljesítette. A C példa szerinti szubsztrátum színe a Cleveland-teszt során enyhén megváltozott, de a szubsztrátum a sósköd-tesztet teljesítette. A színösszehasonlítást a Hunter-módszerrel végeztük (R. S. Hunter: „The measurement of appearance", John Wiley & Sons kiad., NY. NY, 1975). A termék üvegoldalán vagy bevonattal ellátott oldalán mért Hunter-féle L, a és b koordinátaértékeket először a találmány szerinti védőbevonat nélküli, bevonattal ellátott szubsztrátumon, majd a találmány szerinti védőbevonattal ellátott, bevont szubsztrátumon határoztuk meg. A B és a 2. példa szerinti szubsztrátumokon, az üvegoldal felől visszavert L, a és b Hunter-értékek a következőképpen változtak:

L_{Rg}=44, 7% → 45,1%; a=−3, 6 → −3,7;
b=−10,3 → −10,1.

A Hunter-értékek e változásai egyértelműen kisebbek, mint azok a különbségek, amelyek sorozatgyártásban bevonattal ellátott nagy üveglemezek felületének egyes pontjai között megfigyelhetők, és így nyilvánvalóan a megengedhető gyártási tűrésértékeken belül vannak.

A D példa szerinti szubsztrátum T_L lumináns áteresztése nagyobb, mint 85% és normál emisszivitása kisebb, mint 0,10. Ezt a terméket Lucite-tesztnek vetettük alá. 3000 ciklus után a szubsztrátum bevonatát karcoltnak találtuk. Ugyanezt az eredményt kaptuk akkor is, ha a D példa szerinti szubsztrátum ZnO-jára egy 10 nm-es TiO_2-bevonatot vittünk fel. A 4. példa szerinti szubsztrátum azonban, amely egy további szilícium-dioxid védőréteget tartalmazott, nem mutatott karcolódást, jelezvén, hogy a kopási ellenállás javult, miközben az optikai tulajdonságok változatlanok maradtak.

Az E példa szerinti szubsztrátum megfelelt a Lucite-tesztnek, de érzékeny volt nedvességre és a mosószerre. Amikor az E példa szerinti szubsztrátumot a mosási tesztnek vetettük alá, akkor a bevonat 2 perc múlva feloldódott. Másfelől az 5. példa szerinti szubsztrátum minden esetben ellenállónak bizonyult a 10 perces mosási tesztnek.

Az F és a 6–8. példák szerinti szubsztrátumokat ugyanannak a mosási tesztnek vetettük alá, mint az E és az 5. példák szerinti szubsztrátumokat. Az F példa szerinti szubsztrátumról, amelynek nem volt szilícium-dioxid védőrétege, a bevonat 10 perc múlva levált. A G példa szerinti szubsztrátumról, amelyen a szilícium-dioxid védőréteget egy további cink-oxid-réteggel borítottuk, a bevonat a mosószercsepp területén levált. A bevonat károsodása ennél a két példa szerinti szubsztrátumnál már 2 perc múlva is megfigyelhető volt. A 6. példa szerinti szubsztrátumnál, ahol a védőréteg vastagsága 1,5 nm volt, háromszori ismétlés során a második ismétlésig nem mutatkozott 10 perces mosásnál bevonatleválás, ami azt mutatja, hogy ennél a szubsztrátumnál a bevonatvédelem határán vagyunk. A 7. és 8. példa szerinti szubsztrátumok összehasonlítása, ahol a bevonatréteg vastagsága 3, illetve 10 nm volt, azt mutatja, hogy az előbbinél az utóbbihoz képest egy enyhe elszíneződés mutatkozik, ami jelzi, hogy elértük az optikai tulajdonságok változásának megengedhető határát.

A 9. példa szerinti szubsztrátum egy kis emisszivitású üvegtábla, amelyet 5 nm-es szilícium-dioxid védőréteggel vontunk be. 1 napos sósköd-teszt után ez a bevonat sértetlen. A szilícium-dioxid védőréteg nélküli szubsztrátumon ugyanez a vizsgálat azt mutatja, hogy a bevonatban fehér pontok jelennek meg. A szilícium-dioxid-réteg nem módosítja jelentősen a domináns visszavert fényhullámhosszt, sem a szín tisztaságát. A bevonattal ellátott oldal felőli reflexióban mért Hunter-féle L, a és b koordináták azokhoz képest, amelyeket a találmány szerinti bevonat nélküli, bevonattal ellátott szubsztrátumon mértünk, a következő módon változtak meg:

L_{Rg}=21,9% → 21,8%; a=−2,2 → −2,5;
b=−5,1→−5,3.

Ezek a változások úgyszintén a megengedhető gyártási tűréshatáron belül vannak.

10. és 11. példák

Az 1–9. példákban leírthoz hasonló módszerrel egyéb, az alábbi II. táblázatban felsorolt, bevonattal ellátott szubsztrátumokat állítottunk elő. Ezekben a példákban az alkalmazott katód 10 tömeg% alumíniummal serkentett szilíciumból készült.

II. táblázat

Példa	Bevonatrétegek (vastagság nm-ben)
H*	Cr (40) /SnO_2 (85)
10	Cr(40) /SnO_2 (85) /SiO_2 (3)
I*	Cr (40)
I'*	Cr (40)
11	Cr (40) /SiO_2 (3)
11'	Cr (40) /SiO_2 (8)

*=összehasonlító példa

A H és 10. mintákon alkoholtesztet végeztünk, ami abban állt, hogy egy alkoholba áztatott ruhával 50-szer erőteljesen megdörzsöltük a bevonat felületét. Ez azt eredményezte, hogy a H példa szerinti szubsztrátum elszíneződött, a 10. példa szerinti változatlan maradt.

Az 1. és a 11. példa szerinti szubsztrátumokat „Taber"-tesztnek vetettük alá. Ez a vizsgálat egy Taber koptatóberendezést használ (a Taber-féle Abraser Testing Instruments cég gyártmánya), amely egy forgó szupport-asztalból áll, amelyen rögzítjük a mintát, amelyen egy örlőkő forog az alátámasztó asztal síkjára merőleges síkban. A CS 10 F típusú őrlőkövet (csiszolószemcsékkel töltött gumi) 500 g tömeggel terheljük meg.

A minta luminens áteresztését 300 fordulat megtétele előtt és után megmérjük. A vizsgálatot megelőzően mind az I., I*'. mind a 11., 11'. példa szerinti szubsztrátum luminens áteresztése 2%. A teszt elvégzése után a luminens áteresztésnövekedést feljegyezzük. Ez az 1. példa esetében 3,3%, de a 11. példa esetében csak 2,5%, itt a karcolások kevésbé észrevehetők. A I*'. és a 11'. minták fényáteresztése növekszik a 11'. példánál kevésbé, mint az 11'. példánál, a 11'. példa esetében továbbá a karcolások kevésbé észrevehetők.

12. példa, valamint
a J és K összehasonlító példák

Ismét az 1. és 9. példák szerinti szubsztrátumoknál alkalmazott hasonló módszerrel más, bevonattal ellátott szubsztrátumokat állítottunk elő abból a célból, hogy azokat az A–0548972 számú európai szabadalmi leírás kitanításai szerinti készítményekkel hasonlítsuk össze. A 12. példa szerinti szubsztrátumoknál az alkalmazott katód lényegében tiszta szilíciumból (beszerezhető a Gesellschaft für Elektrometallurgie cégtől) készült.

J* [üveg] TiN (24)

K* [üveg] TiN (24) /Sn:Si-oxidok [50:50] (5)

12 [üveg] TiN (24) /SiO_2 (5)

*=összehasonlító példa.

A J példa szerinti szubsztrátum képezi az alaptermékét. Luminens áteresztése (T_L) 29,16%, és luminens fényvisszaverése (R_L) 14,8%. Az üvegoldalról mért Hunter-féle a és b koordináták értéke reflexióban mérve –0,75, illetve – 9,7.

A K példa szerinti szubsztrátum az A–0548972 számú európai szabadalmi leírás szerinti termék. Lumináns fényáteresztése (T_L) 29,75% és luminens fényvisszaverése (T_L) 14,8%. Az üvegoldalról reflexióban mért Hunter-féle a és b koordinátája –1,15, illetve –10,4. Az optikai tulajdonságok ilyen mértékű változása a gyártás folyamán fellépő változásokhoz adódva nagyobb mértékben változtatja meg az optikai tulajdonságokat, mint ezt a gyártási tűrések megengedik. Ezeket a tűréseket az állandó termékminőség biztosítása érdekében támasztják, és ezek erősen függnek a termék jellemzőitől. Ebben az esetben a tűrések a következők: T_L ½ 1,2%, R_L ½ 0,51%, a ½ 0,2 és b ½ 0,4. A K példa szerinti szubsztrátum az R_L jellemző tekintetében megfelelő, de a és b értékek tekintetében nem.

A 12. példa szerinti szubsztrátum ennek megfelelő jellemzői a következők: a lumináns áteresztése (T_L) 29,42% és lumináns fényvisszaverése (R_L) 14,3%. Hunter-féle a és b koordinátáinak üveg felőli oldalról reflexióban mért értéke–0,95, illetve–10,0. Ezek az értékek az alaptermék gyártási tűrésein belül vannak.

Megjegyezhető, hogy az 50:50 arányú A–0548972 számú európai szabadalmi leírás szerinti Sn:SiO_2 anyag 3 nm vastagságú rétege nem elég ahhoz, hogy a bevonattal ellátott alapanyag tartóssága tekintetében bármilyen javulást idézzen elő, ezzel szemben a 3 nm vastagságú szilícium-dioxid (SiO_2) jó védelmet biztosit, ami javítja a termék tartósságát és megvédi az alapbevonatot a kezelés és szállítás okozta igénybevételektől.

13. példa

Ismét az előző példákban leírt módszerhez hasonló módszerrel, egy ezüstréteggel ellátott, napfényvédő táblát egy, a találmány szerinti védőbevonattal láttunk el.

14. példa
A bevonatrétegek vastagsága (nm-ben)

[üveg] /Zno (40) /Ag (22) /Ti (3) / (Zno/SnO_2/ZnO) – (65) /SiO_2)

Az ily módon bevonattal ellátott tábla tulajdonságait a SiO_2-dal történt bevonás előtti tábla tulajdonságaival hasonlítottuk össze. A SiO_2-dal bevont tábla lumináns áteresztőképessége (T_L) körülbelül 1%-kal volt kisebb, mint a SiO_2-mentes tábláé, és napfény-faktora (FS) változatlan volt. A lumináns fényvisszaverő képesség (R_L) 40,7%-ról (SiO_2) 41,5%-ra változott (SiO_2-bevonattal ellátott). Az üveg felőli oldalról reflexióban mért Hunter-féle L, a és b koordináták (a SiO_2-dal bevontig terjedő koordináták) a következőképpen változtak:

R_{Rg}=63,8% → 69,4%; a=–2, 3 → 2,5;

b=–2, 7 → 2, 3

Ezek a változások a termék gyártási tűrésein belül vannak. A SiO_2-réteg jelentősen csökkenti a termék tartósságát. A SiO_2-réteg nélküli minta mosási tesztje során elváltozást figyeltünk meg az alapréteg színében, ezzel szemben a SiO_2-réteget tartalmazó szubsztrátum esetében nem volt elszíneződés.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Primer bevonatrétegű bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy további, katód-vákuumszórással kialakított, 1,7-nél kisebb törésmutatójú anyagú

szilícium-oxidokból vagy szilícium-oxi-nitridekből, szilícium-oxidból vagy szilícium-nitridekből vagy ezek keverékéből álló, 1–10 nm vastagságú külső védőrétege van.

2. Az 1. igénypont szerint, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy a védőréteg törésmutatója kisebb, mint 1,6, előnyösen 1,55 érték alatt van.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy a védőréteg vastagsága 2–5 nm.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy a védőréteg alatti primer bevonatréteg titán-nitrid, ón-oxid, cink-oxid, titán-oxid vagy króm.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy a védőréteg anyaga szilícium-dioxid.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy a védőréteg további, 10 tömeg%-nál kisebb mennyiségű szilícium-oxid vagy szilícium-oxi-nitrid elektromos vezetésének elősegítésére alkalmas adalékot tartalmaz.

7. A 6. igénypont szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy az adalék alumínium, nikkel, bór vagy foszfor.

8. Az előző igénypontok bármelyike szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy a szubsztrátum üvegtartalmú.

9. Az előző igénypontok bármelyike szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy átlátszó.

10. Az 1–8. igénypontok bármelyike szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy opak.

11. A 10. igénypont szerinti, bevonattal ellátott szubsztrátum, *azzal jellemezve,* hogy legalább egyik primer bevonatrétege egy fényvisszaverő bevonatréteget tartalmaz.

12. Eljárás bevonattal ellátott szubsztrátum előállítására, amelynek során a szubsztrátumon legalább egy primer bevonatréteget képzünk ki, *azzal jellemezve,* hogy azon katód-vákuumporlasztással további, külső védőréteget alakítunk ki, amely anyag törésmutatója kisebb, mint 1,7 és szilícium-oxid vagy szilícium-oxi-nitrid, vagy több szilícium-oxid vagy szilícium-nitrid keveréke, amely védőréteget 1–10 nm vastagságban szórjuk fel, a vákuumszórást szilíciumkatóddal végezzük, amelyhez adott esetben alumínium, nikkel, bór vagy foszfor oxidképző – elektromos vezetést elősegítő – adalékanyagot juttatunk.