



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 07.10.77 (P. 201396)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 07.05.79

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1982

Int. Cl.²

C03C 17/06

Twórcy wynalazku: Władysław Bugajski, Ewa Łukasiewicz, Krzysztof
Reyman

Uprawniony z patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Sta-
szica, Kraków; Zjednoczone Huty Szkła Budowlanego
„Vitrobud”, Sandomierz (Polska)

Sposób otrzymywania powłoki refleksyjnej na szkłe

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania powłoki refleksyjnej na szkłe. Szkło otrzymane sposobem według wynalazku, znajduje zastosowanie w budownictwie o dużych przeszkleniach oraz jako ekrany ciepłe w przemyśle.

Znany jest sposób otrzymywania powłok refleksyjnych przez naparowanie w wysokiej próżni powierzchni szklanej warstwą metalu, np. złota oraz cienkimi dielektrycznymi warstwami przezroczystymi, utworzonymi na przykład z tlenków metali. Przed procesem naparowania, świeżo polerowane szkło myje się wodą z detergentami, wodą destylowaną i czystym alkoholem, a po wysuszeniu umieszcza się je w komorze próżniowej. W komorze próżniowej płytę szklaną poddaje się z kolei czyszczeniu jonowemu i wygrzewaniu, a następnie na tak przygotowaną płytę naparowuje się żądane warstwy powłoki.

Znany, z opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3798146, sposób otrzymywania powłok refleksyjnych polega na tym, że przedmioty szklane umieszczone w komorze próżniowej w atmosferze gazu szlachetnego o ciśnieniu 7–0,6 Pa, pokrywa się metodą katodowego rozpylania ciągłą warstwą pośrednią o grubości 1–20 nm z molibdenem, tytanu, chromu lub tantal. Następnie na uzyskaną warstwę nanosi się kolejną warstwę o grubości 10–50 nm, składającą się ze złota, stopów na bazie złota, miedzi lub stopów na bazie miedzi. Pokryte powłoką przedmioty usuwa się z ko-

2

mory próżniowej. W celu zabezpieczenia otrzymanych powłok nakłada się na nie dodatkowo warstwę ochronną o grubości 0,1–10 μm , składającą się z tlenków krzemu, szkła lub tlenku glinu, przy czym proces ten prowadzi się techniką rozpylania katodowego wysokiej częstotliwości.

Inny, znany z opisu patentowego RFN nr 2203943, sposób dotyczy otrzymywania powłok refleksyjnych, wytwarzanych na bazie złota, metodą naparowania w wysokiej próżni. Powłokę tę uzyskuje się przez nałożenie na płytę szklaną warstwy pośredniej, składającej się z tlenku metalu lub mieszaniny tlenków metalicznych, tlenku krzemu lub ze szkła, następnie warstwy antyrefleksyjnej z siarczku cynku oraz warstwy złota jako metalu o wysokiej zdolności odbijania w podczerwieni. Na tak uzyskaną powłokę można nałożyć dalsze warstwy interferencyjne lub ochronne.

Z kolei w opisie patentowym NRD nr 119823, który dotyczy metody regulacji procesu i kontroli własności optycznych powłok, otrzymywanych metodami próżniowymi jest mowa o stosowaniu miedzi jako metalu mającego istotny wpływ na charakterystykę produktu końcowego. Miedź stosowana jest w otoczeniu interferencyjnych warstw dielektrycznych gruntowej i zewnętrznej, przy czym w patencie nie podano rodzaju stosowanego dielektryka.

Sposób otrzymywania powłoki refleksyjnej na szkłe, według wynalazku, polega na tym, że powierzchnię szklaną po uprzednim umyciu poddaje

się przepolerowaniu i odpyleniu z równoczesną neutralizacją ładunków elektrostatycznych oraz wygrzaniu w temperaturze 150—250°C. Następnie płytę umieszcza się w komorze próżniowej, gdzie poddaje się ją czyszczeniu jonowemu i naparowuje kolejno warstwę ochronną podkładową o grubości 4—20 nm, warstwę metalicznej miedzi o grubości 10—30 nm oraz zewnętrzną warstwę ochronną o grubości 10—40 nm, przy czym warstwy ochronne składają się z tlenku ceru, fluorku magnezu, tlenku krzemu lub chromu.

W przypadku nanoszenia powłoki refleksyjnej na szkło bez zawartości związków siarki i arsenu względnie w ilościach śladowych oraz niewielkiej ilości rozpuszczonych w nim gazów i związanej wody można po wygrzaniu powierzchni szkła w temperaturze około 250—300°C wyeliminować z obróbki wstępnej operację czyszczenia jonowego. Jako materiał na powłokę refleksyjną stosuje się chrom, glin, miedź lub ich kombinację, na którą naparowuje się zewnętrzną warstwę ochronną z tlenku ceru, fluorku magnezu lub tlenku krzemu. Grubość warstwy metalicznej wynosi 4—30 nm, zaś grubość warstwy ochronnej 10—150 nm.

Szkło, z powłoką refleksyjną, otrzymaną sposobem według wynalazku, stosowane jest zwłaszcza w zestawie szklanym, przy czym powłoka umieszczona jest do wewnątrz zestawu. Zastosowanie szkła z powłoką refleksyjną poprawia w istotny sposób własności termoizolacyjne zestawu zmniejszając przejmowalność energii cieplnej od wartości około 3,1 W/m²K dla zestawu zwykłych 2 płyt szklanych do wartości 2,2—2,3 W/m²K dla zestawu z warstwą refleksyjną, który co do skuteczności działania odpowiada zestawowi potrójnemu zwykłych szyb. Ponadto szkło z powłoką refleksyjną posiada dobre parametry przepuszczalności światła ograniczając występujące przy dużym przeszkleniu zbyt jaskrawe oświetlenie wnętrza.

Przykład I. Powierzchnię szkła przeznaczoną do pokrycia powłoką refleksyjną myje się dwukrotnie wodą z detergentem, po czym kilkakrotnie spłukuje czystą, a następnie destylowaną wodą. Z kolei powierzchnię płyty przepolerowuje się różem polerskim oraz czystą flanelą oraz usuwa z niej pyłki neutralizując równocześnie ładunki elektrostatyczne. Następnie przez około 10 minut wygrzewa się płytę w temperaturze 150°C, a po umieszczeniu jej w komorze próżniowej poddaje się bombardowaniu jonowemu przy ciśnieniu 10 Pa i napięciu 1 kV. Po uzyskaniu próżni $1 \cdot 10^{-2}$ Pa naparowuje się na płytę warstwę tlenku ceru o grubości 15 nm, metalicznej miedzi o grubości 15 nm i ponownie warstwę tlenku ceru o grubości 20 nm.

Przykład II. Powierzchnię szkła bez zawartości związków siarki i arsenu oraz z niewielką ilością rozpuszczonych w nim gazów i związanej wody, przygotowaną jak w przykładzie I, wygrzewa się w temperaturze 260°C. Z kolei płytę szklaną umieszcza się w komorze próżniowej, a po uzyskaniu próżni $2 \cdot 10^{-3}$ Pa naparowuje się kolejno warstwę metaliczną, składającą się z chromu o grubości 4 nm i miedzi o grubości 12 nm, a następnie warstwę fluorku magnezu o grubości 10 nm.

Otrzymane szkło z powłokami refleksyjnymi zarówno w przykładzie I i II zabezpiecza się przez wbudowanie ich w szkło zespolone, w którym powłoka refleksyjna skierowana jest do wewnątrz zestawu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania powłoki refleksyjnej na szkło, zawierającej w swym składzie warstwę metaliczną, którą stanowi miedź oraz warstwy ochronne, zawierające w swym składzie między innymi tlenek krzemu, polegający na nanoszeniu powłok metodą naparowywania w wysokiej próżni na powierzchnie szklane, poddane zabiegom mycia, odtłuszczania, jonowego oczyszczania oraz wygrzewania, **znamienny tym**, że powierzchnię płyty szklanej po uprzednim umyciu poddaje się przepolerowaniu i odpyleniu z równoczesną neutralizacją ładunków elektrostatycznych oraz wygrzaniu w temperaturze 150—250°C, po czym umieszcza się płytę w komorze próżniowej, gdzie poddaje się ją czyszczeniu jonowemu i naparowuje kolejno warstwę ochronną podkładową o grubości 4—20 nm, warstwę metalicznej miedzi o grubości 10—30 nm oraz zewnętrzną warstwę ochronną z tlenku ceru, fluorku magnezu, tlenku krzemu lub chromu, której grubość wynosi 10—40 nm.

2. Sposób otrzymywania powłoki refleksyjnej na szkło, zawierającej warstwę metaliczną, która ma w swym składzie miedź, chrom oraz warstwę ochronną, zawierającą min. tlenek krzemu, polegający na nanoszeniu powłok metodą naparowywania w wysokiej próżni na powierzchnie szklane, poddane zabiegom mycia, odtłuszczania oraz wygrzewania, **znamienny tym**, że powierzchnię płyty szklanej po uprzednim umyciu poddaje się przepolerowaniu i odpyleniu z równoczesną neutralizacją ładunków elektrostatycznych oraz wygrzaniu w temperaturze 250—300°C, po czym płytę umieszcza się w komorze próżniowej, gdzie naparowuje się ją warstwą metaliczną z chromu, miedzi, glinu lub ich kombinacji, o grubości 4—30 nm oraz warstwą ochronną z tlenku ceru, fluorku magnezu lub tlenku krzemu o grubości 10—150 nm.