(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) **1-0043383**

(51)[2020.01] **C03C 17/34**; B32B 17/04; B32B 9/00 (13) **B**

(21) 1-2020-02743 (22) 25/12/2018
(86) PCT/JP2018/047630 25/12/2018 (87) WO2019/131660 A1 04/07/2019
(30) 2017-254295 28/12/2017 JP
(45) 25/02/2025 443 (43) 25/12/2020 393A
(73) 1. AGC INC. (JP)
5-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1008405 Japan
2. AGC GLASS EUROPE (BE)
Avenue Jean Monnet 4, 1348 Louvain-la-Neuve Belgium
3. AGC FLAT GLASS NORTH AMERICA, INC. (US)
11175 Cicero Dr. Suite 400, Alpharetta, GA 30022 United States of America
4. AGC VIDROS DO BRASIL LTDA. (BR)
Estrada Municipal Doutor Jaime Eduardo Ribeiro Pereira, no 500, Jardim Vista Alegre, Guaratingueta, Sao Paulo, CEP 12523-671 Brazil
(72) MATSUMOTO Akiyo (JP); ISSHIKI Masanobu (JP); AKITA Masafumi (JP).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) NỀN TRONG SUỐT CÓ MÀNG NHIỀU LỚP, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NỀN TRONG SUỐT NÀY, KÍNH DÁN AN TOÀN, KÍNH HỘP VÀ KÍNH CỬA SỔ BAO GỒM NỀN TRONG SUỐT CÓ MÀNG NHIỀU LỚP

(21) 1-2020-02743

(57) Sáng chế đề xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp mà có đặc tính chắn nhiệt đủ cao, cho dù nó có lớp chức năng chứa nitrua kim loại cụ thể như titan nitrua.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp (10), mà bao gồm nền trong suốt (12) và màng nhiều lớp (14) được tạo ra trên ít nhất một bề mặt của nền trong suốt (12), trong đó màng nhiều lớp (14) có lớp điện môi thứ nhất (22), lớp cải thiện độ kết tinh (24), lớp chức năng (26) và lớp điện môi thứ hai (28) theo thứ tự này từ phía nền trong suốt (12), lớp cải thiện độ kết tinh (24) chứa ZrN_x (trong đó x lớn hơn 1,2 và lớn nhất là 2,0), lớp chức năng (26) chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, và nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh (24) và lớp chức năng (26), lớn nhất là 20% nguyên tử. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp, kính dán an toàn, kính hộp và kính cửa sổ bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp.

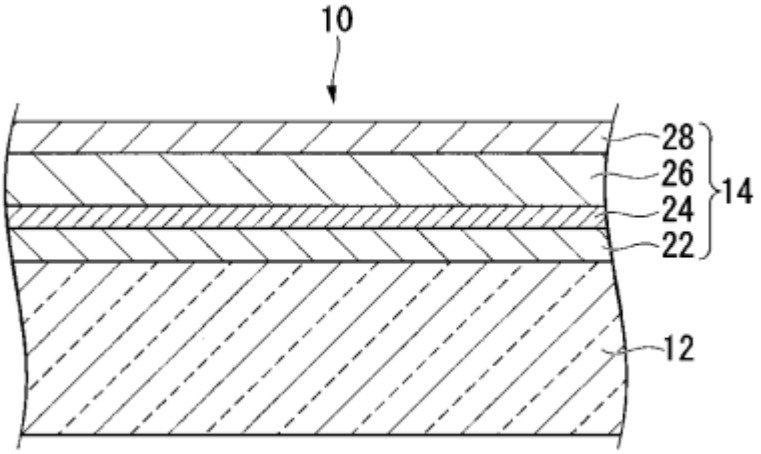

Fig.1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Ở các khu vực nhiệt đới, ví dụ, ở các vùng từ vĩ độ thấp đến vĩ độ trung bình chẳng hạn như Đông Nam Á, vân vân, có mong muốn là kính cửa sổ dùng cho các tòa nhà có đặc tính chắn nhiệt cao. Kính cửa sổ này được yêu cầu phải có độ phát xạ nhiệt thấp để thu được đặc tính chắn nhiệt cao. Đối với kính cửa sổ có độ phát xạ nhiệt thấp, nền trong suốt có màng nhiều lớp, kính chắn nhiệt, mà bao gồm nền trong suốt và trên nền trong suốt này, màng nhiều lớp trong đó lớp dẫn điện trong suốt và lớp hấp thụ ánh sáng chứa nitơ có độ dày lớn hơn 10 nm được dát mỏng, đã được đề xuất (tài liệu sáng chế 1).

Tài liệu kỹ thuật đã biết

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: WO2016/060082

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần giải quyết

Tuy nhiên, đặc tính chắn nhiệt của nền trong suốt có màng nhiều lớp theo tài liệu sáng chế 1 là không đủ, do lớp hấp thụ ánh sáng chứa nitơ bao gồm titan nitrua, được tạo ra trên bề mặt của lớp dẫn điện trong suốt bằng indi oxit pha thiếc (ITO) có điện trở tương đối cao, như vậy là có vấn đề. Nền trong suốt có màng nhiều lớp mà có lớp hấp thụ ánh sáng chứa nitơ chứa cromnitrua, niobinitrua, molipđen nitrua hoặc hafini nitrua mà có cấu trúc tinh thể loại NaCl tương tự với titan nitrua và hằng số mạng lưới của cấu trúc tinh thể này lớn nhất là 4,55 Å, có cùng một vấn đề.

Sáng chế đề xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp mà có đặc tính chắn nhiệt đủ cao, cho dù nó có lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn

từ nhóm bao gồm titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua.

Cách thức giải quyết vấn đề

Sáng chế có các đặc điểm sau.

<1> Nền trong suốt có màng nhiều lớp, mà bao gồm nền trong suốt và màng nhiều lớp được tạo ra trên ít nhất một bề mặt của nền trong suốt này, trong đó màng nhiều lớp có lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai theo thứ tự này từ phía nền trong suốt, lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x (trong đó x lớn hơn 1,2 và lớn nhất là 2,0), lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, và nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng, lớn nhất là 20% nguyên tử.

<2> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục (1) ở trên, trong đó tỷ lệ giữa cường độ được tích hợp của đỉnh của mặt phẳng (111) trên cường độ được tích hợp của đỉnh của mặt phẳng (200) trong mô hình nhiễu xạ tia X của nitrua kim loại chứa trong lớp chức năng là lớn hơn 2,5.

<3> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục (1) hoặc (2) ở trên, trong đó lớp chức năng có hệ số tắt lớn hơn 2,8 ở độ dài bước sóng là 1500 nm.

<4> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (3) ở trên, trong đó lớp điện môi thứ nhất có độ dày từ 1,5 đến 200 nm, lớp cải thiện độ kết tinh có độ dày từ 3 đến 30 nm, lớp chức năng có độ dày từ 3 đến 60 nm, và lớp điện môi thứ hai có độ dày từ 1,5 đến 200 nm.

<5> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (4) ở trên, trong đó nền trong suốt này là tấm kính.

<6> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (5) ở trên, mà có ít nhất hai màng nhiều lớp trên một bề mặt của nền trong suốt.

<7> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (6) ở trên, trong đó lớp điện môi thứ nhất chứa silic nitrua được pha với nhôm.

<8> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1)

đến (7) ở trên, trong đó lớp chức năng chứa một hoặc hai trong số titan nitrua và crom nitrua.

<9> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (8) ở trên, trong đó tỷ lệ giữa độ dày của lớp chức năng trên độ dày của lớp cải thiện độ kết tinh là từ 5 đến 10.

<10> Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (9) ở trên, mà có lớp trên cùng chứa ít nhất một hợp chất được lựa chọn từ nhóm gồm có silic dioxit, titan nitrua và cacbon, trên bề mặt của màng nhiều lớp.

<11> Phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (10) ở trên, phương pháp này bao gồm bước tạo ra lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai theo thứ tự này trên bề mặt của nền trong suốt.

<12> Phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục (11) ở trên, mà tạo ra lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai bằng phương pháp phún xạ.

<13> Phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục (11) hoặc (12) ở trên, trong đó sau khi tạo ra các lớp bằng phương pháp phún xạ, sự xử lý gia nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 700°C trong khoảng thời gian từ 2 đến 60 phút.

<14> Kính dán an toàn bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (10) ở trên.

<15> Kính hộp bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (10) ở trên.

<16> Kính cửa sổ bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (10) ở trên, trong đó nền trong suốt này là tấm đơn.

Hiệu quả của sáng chế

Mặc dù nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế có lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, nhưng độ kết tinh của nitrua kim loại chứa trong lớp chức năng được cải thiện, và điện trở của lớp chức năng

là thấp. Kết quả là, độ dẫn điện của lớp chức năng là cao, và đặc tính chắn nhiệt của nền trong suốt có màng nhiều lớp là đủ cao.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là hình chiếu mặt cắt ngang minh họa một ví dụ về nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế.

Fig. 2 là hình chiếu mặt cắt ngang minh họa ví dụ khác về nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các định nghĩa sau đây của các thuật ngữ được sử dụng trong toàn bộ bản mô tả này bao gồm cả phần yêu cầu bảo hộ.

"Trong suốt" có nghĩa là có khả năng truyền ánh sáng.

"Biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng" được xác định như được mô tả dưới đây. Ở trường hợp trong đó lớp chức năng được tạo ra trên bề mặt của lớp cải thiện độ kết tinh, các nguyên tử cấu thành lớp cải thiện độ kết tinh và các nguyên tử cấu thành lớp chức năng được trộn với nhau, nhờ đó biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng có độ rộng nhất định theo chiều độ dày. Do đó, nồng độ của các nguyên tử theo chiều độ dày từ bề mặt của màng nhiều lớp đến bề mặt chung giữa màng nhiều lớp và nền trong suốt được phân tích bằng cách khắc axit lặp lại luân phiên bằng phún xạ ion và đo phổ học quang điện tử tia X (XPS, X-ray photoelectron spectroscopy), và trong đồ thị thu được về thời gian phún xạ và nồng độ của các nguyên tử, khoảng thời gian phún xạ trong đó cả các nguyên tử kim loại được chứa trong lớp cải thiện độ kết tinh lẫn các nguyên tử kim loại được chứa trong lớp chức năng được phát hiện (với điều kiện là phần trong đó một hoặc hai trong số nguyên tử kim loại được phát hiện khi nhiễu được loại trừ), được lấy làm biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng

"Nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng" thu được làm giá trị lớn nhất về nồng độ của các nguyên tử oxy trong khoảng thời gian phún xạ trong đó cả các nguyên tử kim loại được chứa trong lớp cải thiện độ kết tinh lẫn các nguyên tử kim loại được chứa trong lớp chức năng được phát hiện trong đồ thị về thời gian phún xạ và nồng độ của các nguyên tử ở

trên.

"Mô hình nhiễu xạ tia X của nitrit kim loại được chứa trong lớp chức năng" được đo bởi thiết bị nhiễu xạ tia X-ray (XRD, X-ray diffraction) bằng phương pháp và theo các điều kiện được mô tả trong các Ví dụ.

Độ dày của nền trong suốt và độ dày của mỗi lớp cấu thành màng nhiều lớp là độ dày hình học.

Thuật ngữ "đến" thể hiện khoảng giá trị số được sử dụng bao gồm các giá trị số trước và sau nó làm giá trị giới hạn dưới và giá trị giới hạn trên.

Giá trị "áp suất" là "áp suất tuyệt đối" trừ khi được chỉ định khác.

Fig. 1 và Fig. 2 là các hình vẽ giản lược, và các tỷ lệ kích thước của chúng là khác với các tỷ lệ kích thước thật để thuận tiện cho việc giải thích.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp

Fig. 1 là hình chiếu mặt cắt ngang minh họa một ví dụ về nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp 10 có nền trong suốt 12 và màng nhiều lớp 14 được tạo ra trên một bề mặt của nền trong suốt 12.

Màng nhiều lớp 14 có lớp điện môi thứ nhất 22, lớp cải thiện độ kết tinh 24, lớp chức năng 26 và lớp điện môi thứ hai 28 theo thứ tự này từ phía nền trong suốt 12.

Fig. 2 là hình chiếu mặt cắt ngang minh họa ví dụ khác về trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp 10 có nền trong suốt 12, màng nhiều lớp thứ nhất 16 được tạo ra trên một bề mặt của nền trong suốt 12 và màng nhiều lớp thứ hai 18 được tạo ra trên đó.

Màng nhiều lớp thứ nhất 16 có lớp điện môi thứ nhất 22, lớp cải thiện độ kết tinh 24, lớp chức năng 26 và lớp điện môi thứ hai 28 mà cũng có chức năng như lớp điện môi thứ nhất 22 đối với màng nhiều lớp thứ hai 18 theo thứ tự này từ phía nền trong suốt 12.

Màng nhiều lớp thứ hai 18 có lớp điện môi thứ nhất 22 mà cũng có chức

năng như lớp điện môi thứ hai 28 đối với màng nhiều lớp thứ nhất 16, lớp cải thiện độ kết tinh 24, lớp chức năng 26 và lớp điện môi thứ hai 28 theo thứ tự này từ phía nền trong suốt 12.

Tấm kính, nền nhựa, vân vân có thể được đề cập làm nền trong suốt, và tấm kính được ưu tiên theo quan điểm về độ bền khí quyển, độ bền ánh sáng, độ bền nhiệt, vân vân.

Thủy tinh natri-canxi, thủy tinh aluminosilicat, thủy tinh không kiềm, thủy tinh bosilicat, vân vân có thể được đề cập làm vật liệu của tấm kính, và thủy tinh natri-canxi là được ưu tiên.

Polycacbonat, nhựa acrylic, polyeste, vân vân có thể được đề cập làm vật liệu của nền nhựa.

Độ dày của nền trong suốt được xác định một cách thích hợp tùy thuộc vào các ứng dụng của nền trong suốt có màng nhiều lớp. Ở trường hợp nền trong suốt có màng nhiều lớp được sử dụng làm kính cửa sổ, độ dày của nền trong suốt này tốt hơn là từ 0,5 đến 12 mm.

Màng nhiều lớp có lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai theo thứ tự này từ phía nền trong suốt.

Màng nhiều lớp có thể có lớp chống ăn mòn giữa lớp điện môi thứ nhất và lớp cải thiện độ kết tinh trong trường hợp cần thiết và có thể có lớp chống ăn mòn giữa lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai. Các lớp chống ăn mòn này là các lớp dùng để ngăn sự khuếch tán của nitơ từ lớp điện môi thứ nhất vào trong lớp cải thiện độ kết tinh hoặc sự khuếch tán của nitơ từ lớp điện môi thứ hai vào trong lớp chức năng tại thời điểm xử lý gia nhiệt, và tốt hơn là các lớp bao gồm silic, nhôm, titan, crom, niobi, molipđen, hafini hoặc ziriconi hoặc hỗn hợp của chúng.

Ngoài ra, màng nhiều lớp có thể có lớp trên cùng được đề cập ở trên dùng để bảo vệ màng nhiều lớp trên bề mặt của lớp điện môi thứ hai mà ở xa nhất so với nền trong suốt.

Màng nhiều lớp được tạo ra trên ít nhất một bề mặt của nền trong suốt. Các màng nhiều lớp có thể được tạo ra trên cả hai bề mặt của nền trong suốt.

Ưu tiên là tạo ra ít nhất hai màng nhiều lớp, do đặc tính chắn nhiệt của nền

trong suốt có màng nhiều lớp được cải thiện thêm, và ưu tiên hơn là phủ nhiều màng nhiều lớp. Ở trường hợp trong đó nhiều màng nhiều lớp được phủ, và lớp điện môi thứ hai trong màng nhiều lớp ở phía nền trong suốt và lớp điện môi thứ nhất trong màng nhiều lớp liền kề nhau được làm bằng cùng vật liệu, đối với các lớp điện môi này, lớp đơn chất điện môi có các chức năng của cả hai lớp điện môi có thể được tạo ra.

Ở trường hợp trong đó nhiều màng nhiều lớp được phủ, ít nhất một màng nhiều lớp phải có lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, và các màng nhiều lớp còn lại có thể có lớp chức năng không chứa titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua (chẳng hạn như lớp chức năng chứa ziriconi nitrua).

Silic nitrua, nhôm nitrua, vân vân có thể được đề cập làm vật liệu của lớp điện môi thứ nhất. Silic nitrua có thể là silic nitrua được pha với bo, nhôm, titan, nickel, kẽm, molipđen, thiếc, vonfam, ziriconi hoặc niobi. Nhôm nitrua có thể là nhôm nitrua được pha với bo, silic, titan, nickel, kẽm, molipđen, thiếc, vonfam, ziriconi hoặc niobi.

Vật liệu của lớp điện môi thứ nhất tốt hơn là chứa silic nitrua được pha với nhôm ($Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$ (α ít nhất là 0,03 và nhiều nhất là 0,50, và y ít nhất là 1,0 và nhiều nhất là 2,0)) theo quan điểm về việc cải thiện độ chịu ẩm.

Lớp điện môi thứ nhất có thể chứa các tạp chất (chẳng hạn như các nguyên tử cacbon hoặc các nguyên tử oxy) không thể tránh khỏi được chứa tại thời điểm tạo màng. Lớp điện môi thứ nhất có thể là lớp đơn hoặc lớp có ít nhất hai lớp khác nhau kết hợp.

Lớp điện môi thứ nhất tốt hơn là có độ dày từ 1,5 đến 200 nm. Khi lớp điện môi thứ nhất có độ dày nhỏ nhất bằng 1,5 nm, lớp chức năng có thể không bị hư hại do oxy hoặc độ ẩm. Khi lớp điện môi thứ nhất có độ dày lớn nhất bằng 200 nm, hiệu suất sẽ là tốt.

Lớp cải thiện độ kết tinh cải thiện độ kết tinh của nitrua kim loại cụ thể được chứa trong lớp chức năng mà trực tiếp được tạo ra trên đó. Lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x (x lớn hơn 1,2 và lớn nhất là 2,0). Trong lớp cải thiện độ kết tinh,

ZrN_x tốt hơn là có mặt trong phần mà tiếp xúc với lớp chức năng.

Giá trị x trong ZrN_x là lớn hơn 1,2 và lớn nhất là 2,0. Khi x lớn hơn 1,2, thu được hiệu quả cải thiện độ kết tinh của nitrua kim loại cụ thể được chứa trong lớp chức năng. Tốt hơn nếu x ít nhất là 1,28, tốt hơn nữa ít nhất là 1,35. Giá trị giới hạn trên của x là 2 là giá trị lý thuyết của thành phần hóa học.

Giá trị x có thể được kiểm soát bằng cách kiểm soát các điều kiện tạo màng (chẳng hạn như nhiệt độ của nền trong suốt, áp suất tại thời điểm tạo màng, thành phần của khí đưa vào, công suất nguồn điện tại thời điểm tạo màng, thành phần tấm đích hoặc nhiệt độ sau xử lý gia nhiệt).

Lớp cải thiện độ kết tinh có thể chứa các tạp chất (chẳng hạn như các nguyên tử cacbon, các nguyên tử oxy hoặc các nguyên tử kim loại khác) không thể tránh khỏi được đưa vào tại thời điểm tạo màng.

Ngoài ra, nếu nồng độ của oxy ở bề mặt của lớp cải thiện độ kết tinh gia tăng, thì hiệu quả cải thiện độ kết tinh của nitrua kim loại cụ thể được chứa trong lớp chức năng được tạo ra trực tiếp trên đó suy giảm. Nếu nồng độ của oxy ở bề mặt của lớp cải thiện độ kết tinh gia tăng, thì sự liên kết giữa nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng được tạo ra trực tiếp trên đó và ZrNx được chứa trong lớp cải thiện độ kết tinh trở nên yếu, do đó hiệu quả của lớp cải thiện độ kết tinh về độ kết tinh của nitrua kim loại trở nên nhỏ. Các tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng khi nồng độ của oxy ở bề mặt của lớp cải thiện độ kết tinh nhiều nhất là 20% nguyên tử, sự liên kết giữa nitrua kim loại và ZrNx là mạnh, do đó độ kết tinh của nitrua kim loại bị ảnh hưởng mạnh bởi lớp cải thiện độ kết tinh và nhờ đó được thay đổi.

Ngoài ra, cho đến nay, người ta không biết rằng mặc dù hằng số mạng lưới của lớp cải thiện độ kết tinh là khác với hằng số mạng lưới của lớp nitrua kim loại, nhưng độ kết tinh của lớp nitrua kim loại được cải thiện. Nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng nhiều nhất là 20% nguyên tử, tốt hơn nhiều nhất là 15% nguyên tử, tốt hơn nữa nhiều nhất là 10% nguyên tử. Nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng càng thấp, thì càng được ưu tiên, và giá trị giới hạn dưới của nó là 0% nguyên tử.

Lớp cải thiện độ kết tinh tốt hơn là có độ dày từ 3 đến 30 nm, tốt hơn nữa là từ 4,5 đến 25 nm. Khi độ dày nhỏ nhất bằng giá trị giới hạn dưới của khoảng ở trên, hiệu quả cải thiện độ kết tinh của nitrua kim loại cụ thể được chứa trong lớp chức năng có thể thu được đủ. Khi độ dày lớn nhất bằng giá trị giới hạn trên của khoảng ở trên, các sự bất thường bề mặt của lớp cải thiện độ kết tinh là nhỏ, nhờ đó sự tăng trưởng tinh thể trong lớp chức năng được thúc đẩy, và có thể thu được đủ hiệu quả cải thiện độ kết tinh.

Lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, mà có chức năng phản xạ tia nhiệt (sau đây còn được gọi là "nitrua kim loại cụ thể"). Lớp chức năng tốt hơn là chứa một trong số hoặc cả titan nitrua và crom nitrua. Lớp chức năng đặc biệt tốt hơn là chứa titan nitrua với mục đích có chức năng phản xạ tia nhiệt tuyệt vời.

Lớp chức năng có thể chứa các tạp chất (chẳng hạn như các nguyên tử cacbon, các nguyên tử oxy hoặc các nguyên tử kim loại khác) không thể tránh khỏi được đưa vào tại thời điểm tạo màng.

Lớp chức năng được tạo ra trực tiếp trên và tiếp xúc với lớp cải thiện độ kết tinh.

Người ta đã biết rằng bằng cách tạo ra lớp chức năng chứa ZrN_x ($0,9<x<1,0$) trực tiếp trên lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x ($x>1,2$), độ kết tinh của ZrN_x ($0,9<x<1,0$) được chứa trong lớp chức năng được cải thiện, do cấu trúc tinh thể và các nguyên tố cấu thành ZrN_x ($x>1,2$) và ZrN_x ($0,9<x<1,0$) về cơ bản là giống nhau.

Mặt khác, dựa trên các kiến thức kỹ thuật thông thường, khó để kỳ vọng rằng độ kết tinh của nitrua kim loại không phải là ziriconi nitrua được chứa trong lớp chức năng được cải thiện, mặc dù lớp chức năng chứa nitrua kim loại ngoại trừ ziriconi nitrua được tạo ra trực tiếp trên lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x ($x>1,2$), do hằng số mạng lưới và các nguyên tố cấu thành titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua mà có cấu trúc tinh thể kiểu NaCl và hằng số mạng lưới của cấu trúc tinh thể nhiều nhất là 4,55 Å khác với hằng số mạng lưới và các nguyên tố cấu thành ziriconi nitrua (kiểu NaCl, hằng số mạng

lưới: 4,58 Å).

Tuy nhiên, ngạc nhiên là, các tác giả sáng chế đã phát hiện thấy rằng độ kết tinh của nitrua kim loại không phải là ziriconi nitrua được chứa trong lớp chức năng được cải thiện, mặc dù lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, được tạo ra trực tiếp trên lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x ($x>1,2$).

Mức độ kết tinh của nitrua kim loại cụ thể chứa trong lớp chức năng có thể được đo bằng kích thước của đỉnh của mặt phẳng (111) trong mô hình nhiễu xạ tia X của mặt phẳng mạng song song với bề mặt của lớp chức năng. Tức là, tỷ lệ (I_{111}/I_{200}) giữa cường độ được tích hợp I_{111} của đỉnh của mặt phẳng (111) trên cường độ được tích hợp I_{200} của đỉnh của mặt phẳng (200) trong mô hình nhiễu xạ tia X của nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng tốt hơn là lớn hơn 2,5, tốt hơn nữa ít nhất là 3,4, còn tốt hơn nữa ít nhất là 5,5. Khi I_{111}/I_{200} là cao, nitrua kim loại cụ thể chứa trong lớp chức năng được định hướng một cách đồng nhất, nhờ đó độ kết tinh là đủ cao, và điện trở của lớp chức năng là đủ thấp. Kết quả là, lớp chức năng có độ dẫn điện đủ cao, và nhờ đó nền trong suốt có màng nhiều lớp có đặc tính chắn nhiệt cao hơn. I_{111}/I_{200} càng cao, thì càng được ưu tiên, và giá trị giới hạn trên không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, nếu sự định hướng của mặt phẳng (111) là đủ đồng nhất, thì cường độ của đỉnh của mặt phẳng (200) là thấp không thể đo được, và nhờ đó I_{111}/I_{200} trở thành vô cực. Ngoài ra, hiệu quả của lớp cải thiện độ kết tinh để cải thiện I_{111}/I_{200} của lớp chức năng có hiệu quả ngay lập tức sau khi tạo màng nhiều lớp và còn sau khi xử lý gia nhiệt tiếp theo sự tạo màng nhiều lớp.

Hệ số tắt của lớp chức năng ở bước sóng 1500 nm tốt hơn là lớn hơn 2,8, tốt hơn nữa ít nhất là 4,1, còn tốt hơn nữa ít nhất là 5,9. Khi hệ số tắt là cao, lớp chức năng có độ dẫn điện đủ cao, và nền trong suốt có màng nhiều lớp có đặc tính chắn nhiệt cao hơn. Hệ số tắt càng cao, thì càng được ưu tiên, và giá trị giới hạn trên thông thường là 10,0.

Độ dày của lớp chức năng tốt hơn là từ 3 đến 60 nm, tốt hơn nữa là từ 10 đến 40 nm. Khi độ dày nhỏ nhất bằng giá trị giới hạn dưới của khoảng giá trị nêu trên, nền trong suốt có màng nhiều lớp có đặc tính chắn nhiệt cao hơn. Khi độ dày

lớn nhất bằng giá trị giới hạn trên của khoảng giá trị nêu ở trên, nền trong suốt có màng nhiều lớp có độ thấm ánh sáng có thể nhìn thấy được thích hợp.

Tỷ lệ giữa độ dày của lớp chức năng trên độ dày của lớp cải thiện độ kết tinh tốt hơn là từ 5 đến 10. Khi tỷ lệ của độ dày này là từ 5 đến 10, hiệu quả cải thiện độ kết tinh của lớp chức năng bằng lớp cải thiện độ kết tinh có thể thu được đủ, nhờ đó nền trong suốt có màng nhiều lớp có đặc tính chắn nhiệt cao hơn. Tỷ lệ của độ dày này tốt hơn nữa là từ 5 đến 9, đặc biệt tốt hơn là từ 5 đến 8.

Vật liệu của lớp điện môi thứ hai có thể giống như vật liệu của lớp điện môi thứ nhất, và phương án ưu tiên cũng là tương tự.

Lớp điện môi thứ hai có thể chứa các tạp chất (chẳng hạn như các nguyên tử cacbon hoặc các nguyên tử oxy) không thể tránh khỏi được đưa vào tại thời điểm tạo màng. Lớp điện môi thứ hai có thể là lớp đơn hoặc lớp có ít nhất hai lớp loại khác nhau kết hợp.

Lớp điện môi thứ hai tốt hơn là có độ dày từ 1,5 đến 200 nm. Khi độ dày nhỏ nhất bằng 1,5 nm, lớp chức năng có thể được bảo vệ khỏi hư hại do oxy hoặc độ ẩm. Khi độ dày lớn nhất bằng 200 nm, sẽ thu được hiệu suất tốt.

Một hoặc hai trong số vật liệu và độ dày của lớp điện môi thứ hai có thể giống hoặc khác với lớp điện môi thứ nhất.

Lớp trên cùng được tạo ra trong trường hợp cần bảo vệ màng nhiều lớp. Ở trường hợp trong đó lớp điện môi thứ hai cũng có chức năng như lớp bảo vệ, không cần thiết phải tạo ra lớp trên cùng.

Silic dioxit, titan nitrua, cacbon, vân vân có thể được đề cập làm vật liệu của lớp trên cùng.

Độ dày của lớp trên cùng tốt hơn là từ 1 đến 10 nm.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế được sản xuất bằng bằng cách liên tục tạo ra lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai trên bề mặt của nền trong suốt.

Phương pháp tạo màng có thể là, ví dụ, phương pháp lắng hơi vật lý (phương pháp lắng chân không, phương pháp mạ ion hoặc phương pháp phún xạ), phương pháp lắng hơi hóa học (phương pháp CVD nhiệt, phương pháp CVD plasma hoặc

phương pháp CVD quang) hoặc phương pháp phún xạ chùm ion. Phương pháp phún xạ được ưu tiên theo quan điểm là tính đồng nhất về độ dày và hiệu suất tuyệt vời.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế có thể được tiến hành xử lý gia nhiệt sau khi tạo màng nhiều lớp trên nền trong suốt. Bằng cách thực hiện xử lý gia nhiệt, có thể thu được hiệu quả cải thiện độ kết tinh của lớp chức năng và gia tăng độ dẫn điện. Quá trình xử lý gia nhiệt có thể, ví dụ, được thực hiện bằng cách duy trì màng nhiều lớp trong môi trường không khí ở nhiệt độ tốt hơn là từ 400 đến 700°C, tốt hơn nữa là từ 500 đến 700°C tốt hơn là trong khoảng thời gian từ 2 phút đến 1 giờ, tốt hơn nữa là từ 5 phút đến 1 giờ.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế có thể được sử dụng làm kính chắn nhiệt cho kính cửa sổ dùng cho các tòa nhà hoặc kính cửa sổ dùng cho xe hơi.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế có thể là được sử dụng như một tấm đơn như vốn có, làm kính dán an toàn hoặc làm kính hộp.

Kính dán an toàn có nền trong suốt thứ nhất, nền trong suốt thứ hai và lớp trung gian được tạo ra giữa các nền trong suốt này. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế có thể được sử dụng làm một hoặc hai trong số nền trong suốt thứ nhất và nền trong suốt thứ hai.

Kính hộp có nền trong suốt thứ nhất, nền trong suốt thứ hai và thanh cũ nhôm dạng khung được tạo ra để làm trung gian ở các phần ngoại vi của nền trong suốt thứ nhất và nền trong suốt thứ hai sao cho khoảng trống có thể được tạo ra giữa các nền trong suốt này. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế có thể được sử dụng làm một hoặc hai trong số nền trong suốt thứ nhất và nền trong suốt thứ hai.

Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế được mô tả ở trên có lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x (x lớn hơn 1,2 và lớn nhất là 2,0) ở dưới lớp chức năng và có nhiều nhất 20% nguyên tử là các nguyên tử oxy tập trung ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng. Do đó, mặc dù lớp chức năng được tạo ra trực tiếp ở trên để tiếp xúc với lớp cải thiện độ kết tinh chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua,

molipđen nitrua và hafini nitrua, độ kết tinh của nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng được cải thiện, và điện trở của lớp chức năng này là thấp. Kết quả là, lớp chức năng có độ dẫn điện cao, và nền trong suốt có màng nhiều lớp có đặc tính chắn nhiệt đủ cao.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả dựa vào các Ví dụ, tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các Ví dụ này.

Các Ví dụ 1 đến 10 và 14 là các Ví dụ theo sáng chế, và các Ví dụ 11 đến 13 và 15 là các Ví dụ so sánh.

Độ dày của từng lớp

Độ dày của mỗi lớp trong màng nhiều lớp được xác định từ các dung dịch có chiết suất phức và độ dày màng mà thỏa mãn tất cả máy đo elip quang phổ (được đo ở góc tới là 50°, 60° và 70° bằng "M-2000" do J.A. Woollam Co., Inc. sản xuất), phổ truyền xạ (được đo ở vùng có bước sóng là từ 250 nm đến 2500 nm bằng "U-4100", do Hitachi, Ltd. sản xuất), quang phổ phản xạ bề mặt màng (được đo ở góc tới là 5° ở vùng có bước sóng là từ 250 nm đến 2500 nm bằng "U-4100", do Hitachi, Ltd. sản xuất) và quang phổ phản xạ bề mặt kính (được đo ở góc tới là 5° ở vùng có bước sóng là từ 250 nm đến 2500 nm bằng "U-4100", do Hitachi, Ltd. sản xuất).

Đo RBS

Tỷ lệ nguyên tố giữa N trên Zr trong ziriconi nitrua hoặc ziriconi oxy nitrua cấu thành lớp cải thiện độ kết tinh, tức là giá trị x trong ZrN_x hoặc ZrN_xO_z, thu được bằng phép đo phổ tán xạ ngược Rutherford (RBS - Rutherford Backscattering Spectrometry).

Đo XPS

Sự tập trung của các nguyên tử được phân tích theo chiều độ dày từ bề mặt của màng nhiều lớp đến bề mặt chung giữa màng nhiều lớp và nền trong suốt bằng quang phổ kế quang điện quét tia X ("PHI 5000 Versa Probe", do ULVAC-PHI, INCORPORATED sản xuất) có đường kính chùm là 100 μm. Ở đây, khí agon được sử dụng làm khí khắc axit, áp suất khí là $1,5\times10^{-2}$ Pa, điện áp gia tốc là 1

kV, và đường kính chùm ion là 1×1 mm. Sự tập trung của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng thu được từ các kết quả do.

Ở trường hợp trong đó hai hoặc nhiều màng nhiều lớp được tạo ra, sự tập trung của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng trong mỗi màng nhiều lớp được đo, và giá trị nhỏ nhất được lựa chọn.

Đo XRD

Nền trong suốt có màng nhiều lớp được cắt thành các mảnh có kích thước 2,5 cm × 2,5 cm mà được sử dụng làm các mẫu dùng để đo XRD.

Thiết bị nhiễu xạ tia X để bàn ("Miniflex II", do Rigaku Corporation sản xuất) được sử dụng để đo XRD. Mẫu được thiết đặt sao cho sự nhiễu xạ theo chiều vuông góc với nền sẽ được ước lượng, và quét 2θ/θ được thực hiện ở khe phân kỳ là 1,25°, khe tán xạ là 1,25° và khe nhận là 0,3 mm trong khoảng 2θ là từ 30° đến 60°.

Sau khi hiệu chỉnh nền, cường độ được tích hợp I_{111} của đỉnh (2θ=32,9 đến 37,5 độ) xuất phát từ mặt phẳng (111) và cường độ được tích hợp I_{200} của đỉnh (2θ=38,4 đến 43,7 độ) xuất phát từ mặt phẳng (200) trong mô hình nhiễu xạ tia X của nitrua kim loại (titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua hoặc hafini nitrua) được chứa trong lớp chức năng thu được, và tỷ lệ của cường độ được tích hợp (I_{111}/I_{200}) được tính toán.

Ở trường hợp trong đó hai hoặc nhiều lớp chức năng được tạo ra, I_{111}/I_{200} của mỗi lớp chức năng thu được, và giá trị cao nhất được lựa chọn. Ở trường hợp trong đó hai hoặc nhiều trong số các lớp chức năng giống nhau được tạo ra, hoặc các đỉnh gần nhau đến mức chúng không thể bị tách riêng, tỷ lệ (I_{111}/I_{200}) của cường độ được tích hợp thu được làm giá trị tổng của nhiều lớp được lựa chọn.

Điện trở tấm

Điện trở tấm của màng nhiều lớp được đo bằng máy đo điện trở tấm không tiếp xúc ("717 Conductance Monitor", do Delcom Instruments, Inc. sản xuất).

Hệ số tắt

Hệ số tắt của lớp chức năng ở bước sóng 1500 nm thu được như sau.

Đối với nền trong suốt có màng nhiều lớp, quang phổ được đo bằng quang phổ kế (“U-4100”, do Hitachi, Ltd. sản xuất). Ngoài ra, thông tin về độ phân cực

được đo bằng elip kế quang phổ ("M-2000", do J.A. Woollam Co., Inc. sản xuất). Phổ truyền xạ thu được, các quang phổ phản xạ (bề mặt màng và bề mặt kính) và thông tin về độ phân cực được tiến hành làm phù hợp mô hình quang học để xác định hệ số tắt.

Ví dụ 1

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm (độ dài) × 100 mm (độ rộng) × 3 mm (độ dày) được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Màng nhiều lớp có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 được tạo ra trên một bề mặt của nền trong suốt, và sau đó, quá trình xử lý gia nhiệt được thực hiện ở 680°C trong khoảng 20 phút trong môi trường không khí để thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp. Các lớp tương ứng trong màng nhiều lớp được tạo ra bằng phương pháp phún xạ.

Để tạo ra lớp điện môi thứ nhất ($Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$), tấm đích Si-Al (10% khối lượng) được sử dụng, và khí được trộn giữa khí agon và khí nitơ (khí agon:khí nitơ = 3:2 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Để tạo ra lớp cải thiện độ kết tinh (ZrN_x), tấm đích Zr được sử dụng, và khí nitơ được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Để tạo ra lớp chức năng (TiN), tấm đích Ti được sử dụng, và khí được trộn giữa khí agon và khí nitơ (khí agon:khí nitơ = 5,7:1 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,3 Pa.

Để tạo ra lớp điện môi thứ hai ($Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$), tấm đích Si-Al (10% khối lượng) được sử dụng, và khí được trộn giữa khí agon và khí nitơ (khí agon:khí nitơ = 3:2 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Ví dụ 2

Để tạo ra lớp cải thiện độ kết tinh (ZrN_x), tấm đích Zr được sử dụng, và khí được trộn giữa khí nitơ và khí oxy (khí nitơ:khí oxy = 27:1 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Các độ dày của lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát

sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 3

Để tạo ra lớp cải thiện độ kết tinh (ZrN_x), tấm đích Zr được sử dụng, và khí được trộn giữa khí nitơ và khí oxy (khí nitơ:khí oxy = 40:1 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Để tạo ra lớp chức năng (CrN), tấm đích Cr được sử dụng, và khí được trộn giữa khí agon và khí nitơ (khí agon:khí nitơ = 3:2 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện. Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Các độ dày của lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 4

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm × 100 mm × 6 mm theo độ dày được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Các độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 5

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm × 100 mm × 6 mm theo độ dày được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Tấm đích Zr được sử dụng, và khí được trộn giữa khí agon và khí oxy (khí agon:khí oxy = 4,9:1 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện để tạo ra lớp chức

năng (ZrN) của màng nhiều lớp thứ nhất. Áp suất dùng để tạo màng là 0,3 Pa.

Lớp chức năng (CrN) của màng nhiều lớp thứ hai được tạo ra theo cách tương tự như trong Ví dụ 3.

Các độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 6

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm × 100 mm × 6 mm theo độ dày được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Lớp chức năng (ZrN) của màng nhiều lớp thứ nhất được tạo ra theo cách tương tự như trong Ví dụ 5.

Các độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 7

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm × 100 mm × 6 mm theo độ dày được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Tấm đích Hf được sử dụng, và khí được trộn giữa khí agon và khí oxy (khí agon:khí oxy = 4,6:1 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện để tạo ra lớp chức năng (HfN) của màng nhiều lớp thứ nhất. Áp suất dùng để tạo màng là 0,3 Pa.

Độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được

thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 8

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm × 100 mm × 6 mm theo độ dày được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Lớp cải thiện độ kết tinh của màng nhiều lớp thứ hai không được tạo ra.

Lớp chức năng (ZrN) của màng nhiều lớp thứ hai được tạo ra theo cách tương tự như trong Ví dụ 5.

Các độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 9

Tấm thủy tinh natri-canxi 100 mm × 100 mm × 8 mm theo độ dày được chuẩn bị làm nền trong suốt.

Lớp chức năng (ZrN) của màng nhiều lớp thứ hai được tạo ra theo cách tương tự như trong Ví dụ 5.

Các độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 10

Các độ dày của lớp điện môi, lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng được kiểm soát sao cho là độ dày được thể hiện trong Bảng 1 bằng cách thay đổi tốc độ tải nền. Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 9 để tạo ra màng nhiều lớp thứ nhất và màng nhiều lớp thứ hai có cấu trúc lớp được

thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 11

Lớp cải thiện độ kết tinh không được tạo ra. Lớp chức năng (CrN) được tạo ra theo cách tương tự như trong Ví dụ 3.

Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 12

Lớp cải thiện độ kết tinh không được tạo ra.

Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 13

Tấm đích Zr được sử dụng, và khí được trộn giữa khí nitơ và khí oxy (khí nitơ:khí oxy = 13:1 (Sccm)) được sử dụng làm khí phóng điện để tạo ra lớp cải thiện độ kết tinh (ZrN_xO_z). Áp suất dùng để tạo màng là 0,4 Pa.

Lớp chức năng (CrN) được tạo ra theo cách tương tự như trong Ví dụ 3.

Các công đoạn khác được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 để tạo ra màng nhiều lớp có cấu trúc lớp được thể hiện trong Bảng 1 trên một bề mặt của nền trong suốt, và nhờ đó thu được nền trong suốt có màng nhiều lớp.

Ví dụ 14

Nền trong suốt có màng nhiều lớp thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ 1, chỉ khác ở chỗ quá trình xử lý gia nhiệt ở 680°C trong khoảng 20 phút không được thực hiện.

Ví dụ 15

Nền trong suốt có màng nhiều lớp thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ 12, chỉ khác ở chỗ quá trình xử lý gia nhiệt ở 680°C trong khoảng 20 phút không được thực hiện.

Bảng 1

Ví dụ	Độ dày của tấm kính [mm]	Màng nhiều lớp thứ nhất					
		Lớp điện môi thứ nhất		Lớp cải thiện độ kết tinh		Lớp chức năng	
		Vật liệu	Độ dày [nm]	Vật liệu	Độ dày [nm]	Vật liệu	Độ dày [nm]
1	3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	ZrN_x	10	TiN	20
2	3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	ZrN_x	7	TiN	25
3	3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	ZrN_x	3	CrN	25
4	6	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	8	ZrN_x	13	TiN	16
5	6	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	ZrN_x	10	ZrN	20
6	6	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	35	ZrN_x	4	ZrN	27
7	6	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	7	ZrN_x	8	HfN	21
8	6	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	30	ZrN_x	10	TiN	35
9	8	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	2,5	ZrN_x	4,5	TiN	9,5
10	8	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	18	ZrN_x	13	TiN	17
11	3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	CrN	25
12	3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	TiN	20
13	3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	ZrN_xO_z	10	CrN	25

Bảng 1 tiếp theo

Ví dụ	Màng nhiều lớp thứ nhất		Màng nhiều lớp thứ hai							
	Lớp điện môi thứ hai		Lớp điện môi thứ nhất		Lớp cải thiện độ kết tinh		Lớp chức năng		Lớp điện môi thứ hai	
	Vật liệu	Độ dày [nm]	Vật liệu	Độ dày [nm]	Vật liệu	Độ dày [nm]	Vật liệu	Độ dày [nm]	Vật liệu	Độ dày [nm]
1	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	-	-	-	-	-	-
2	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	-	-	-	-	-	-
3	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	-	-	-	-	-	-
4	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			68	ZrN_x	6	TiN	27	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	31
5	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			45	ZrN_x	7	CrN	25	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	30
6	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			79	ZrN_x	3	TiN	21	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	35
7	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			75	ZrN_x	12	TiN	22	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	39
8	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			90	-	-	ZrN	15	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	45
9	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			9	ZrN_x	25	ZrN	15	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	20
10	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$			79	ZrN_x	7,5	ZrN	26	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	34
11	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	-	-	-	-	-	-
12	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	-	-	-	-	-	-
13	$Si_{1-\alpha}N_y \cdot Al_\alpha$	15	-	-	-	-	-	-	-	-

Các kết quả

Đối với các nền trong suốt có màng nhiều lớp của Ví dụ 1 đến Ví dụ 15, I_{111}/I_{200} của lớp chức năng thu được. Ngoài ra, đối với các nền trong suốt có màng nhiều lớp của Ví dụ 1 đến Ví dụ 13, giá trị x trong ZrN_x hoặc ZrN_xO_z mà cấu thành lớp cải thiện độ kết tinh và nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng thu được. Ngoài ra, đối với các nền trong suốt có màng nhiều lớp của Ví dụ 1 đến 3 và 11 đến 15, điện trở tấm của màng nhiều lớp thu được. Ngoài ra, đối với các nền trong suốt có màng nhiều lớp của Ví dụ 1 đến 3 và 11, hệ số tắt của lớp chức năng ở bước sóng đến 1500 nm thu được. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

Ví dụ	Giá trị x trong ZrN_x hoặc ZrN_xO_z	Nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng [% nguyên tử]	Lớp chức năng trong màng nhiều lớp thứ nhất	Lớp chức năng trong màng nhiều lớp thứ hai	Điện trở tấm của màng nhiều lớp [Ω]	Hệ số tắt của lớp chức năng ở bước sóng 1500 nm
			I_{111}/I_{200}	I_{111}/I_{200}		
1	1,63	3,2	92,0	-	39,5	7,40
14	-	-	27,5	-	44,2	-
2	1,31	18,8	4,65	-	44,8	5,98
3	1,35	12,5	2,8	-	400	2,55
4	1,61	4,8	5,77		-	-
5	1,61	4,2	(ZrN)	5,52	-	-
6	1,61	4,0	(ZrN)	3,47	-	-
7	1,61	4,0	11,9	21,4	-	-
8	1,61	4,0	16,7	(ZrN)	-	-
9	1,59	5,2	5,8	(ZrN)	-	-
10	1,59	5,2	5,8	(ZrN)	-	-
11	-	-	1,27	-	454	1,91
12	-	-	1,76	-	58,5	-
15	-	-	0	-	66,6	-
13	1,14	24,9	0,97	-	465	-

Trong số các nền trong suốt có màng nhiều lớp trong Ví dụ 1 đến 3, do nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng có độ kết tinh cao, nên màng nhiều lớp có điện trở tấm tương đối thấp, và lớp chức năng có hệ số tắt cao ở bước sóng 1500 nm. Do đó, đặc tính chắn nhiệt là đủ cao.

Các nền trong suốt có màng nhiều lớp trong Ví dụ 4 đến 10 có đặc tính chắn nhiệt cao do nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng có độ kết tinh cao.

Trong số nền trong suốt có màng nhiều lớp không có lớp cải thiện độ kết tinh trong Ví dụ 11, do nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng độ kết tinh thấp, nên màng nhiều lớp có điện trở tấm cao so với có màng nhiều lớp có cùng lớp chức năng (CrN) trong Ví dụ 3, và lớp chức năng có hệ số tắt thấp ở bước sóng 1500 nm. Do đó, đặc tính chắn nhiệt là thấp.

Trong số các nền trong suốt có màng nhiều lớp có không có lớp cải thiện độ kết tinh trong các Ví dụ 12 và 15, do nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng có độ kết tinh thấp, nên màng nhiều lớp có điện trở tấm cao so với các màng nhiều lớp có cùng lớp chức năng (TiN) trong Ví dụ 1 và Ví dụ 2. Do đó, đặc tính chắn nhiệt là thấp.

Trong số nền trong suốt có màng nhiều lớp có nồng độ cao của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng trong Ví dụ 13 cao, vì nitrua kim loại chứa trong lớp chức năng có độ kết tinh thấp, nên màng nhiều lớp có điện trở tấm cao so với màng nhiều lớp có cùng lớp chức năng (CrN) trong Ví dụ 3. Do đó, đặc tính chắn nhiệt là thấp.

Trong số nền trong suốt có màng nhiều lớp trong Ví dụ 14, do nitrua kim loại được chứa trong lớp chức năng có độ kết tinh cao, nên màng nhiều lớp có điện trở tấm tương đối thấp, và đặc tính chắn nhiệt là đủ cao, mặc dù xử lý gia nhiệt không được thực hiện.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo sáng chế hữu dụng làm kính chắn nhiệt, ví dụ, cho kính cửa sổ dùng cho các tòa nhà và kính cửa sổ dùng cho xe hơi.

Toàn bộ nội dung của đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2017-254295 nộp ngày 28 tháng 12 năm 2017 bao gồm phần mô tả, yêu cầu

bảo hộ, hình vẽ và bản tóm tắt được kết hợp vào trong bản mô tả này nhằm mục đích viện dẫn.

Danh mục các ký hiệu tham chiếu

10: nền trong suốt có màng nhiều lớp, 12: nền trong suốt, 14: màng nhiều lớp, 16: màng nhiều lớp thứ nhất, 18: màng nhiều lớp thứ hai, 22: lớp điện môi thứ nhất, 24: lớp cải thiện độ kết tinh, 26: lớp chức năng, 28: lớp điện môi thứ hai.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nền trong suốt có màng nhiều lớp, mà bao gồm nền trong suốt và màng nhiều lớp được tạo ra trên ít nhất một bề mặt của nền trong suốt này, trong đó màng nhiều lớp có lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai theo thứ tự này từ phía nền trong suốt, lớp cải thiện độ kết tinh chứa ZrN_x (trong đó x lớn hơn 1,2 và lớn nhất là 2,0), lớp chức năng chứa ít nhất một nitrua kim loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm titan nitrua, crom nitrua, niobi nitrua, molipđen nitrua và hafini nitrua, lớp chức năng được tạo ra trực tiếp trên lớp cải thiện độ kết tinh và tiếp xúc với lớp cải thiện độ kết tinh, và nồng độ của các nguyên tử oxy ở biên giữa lớp cải thiện độ kết tinh và lớp chức năng, nhiều nhất là 20% nguyên tử.

2. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm 1, trong đó tỷ lệ giữa cường độ kết hợp của đỉnh của mặt phẳng (111) với cường độ kết hợp của đỉnh của mặt phẳng (200) trong mô hình nhiễu xạ tia X của nitrua kim loại chứa trong lớp chức năng là cao hơn 2,5.

3. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lớp chức năng có hệ số tắt cao hơn 2,8 ở bước sóng 1500 nm.

4. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó lớp điện môi thứ nhất có độ dày từ 1,5 đến 200 nm, lớp cải thiện độ kết tinh có độ dày từ 3 đến 30 nm, lớp chức năng có độ dày từ 3 đến 60 nm, và lớp điện môi thứ hai có độ dày từ 1,5 đến 200 nm.

5. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó nền trong suốt này là tấm kính.

6. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, mà có ít nhất hai màng nhiều lớp trên một bề mặt của nền trong suốt.

7. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó lớp điện môi thứ nhất chứa silic nitrua được pha với nhôm.

8. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó lớp chức năng chứa một thành phần trong số titan nitrua và crom nitrua hoặc cả hai thành phần này.

9. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó tỷ lệ giữa độ dày của lớp chức năng trên độ dày của lớp cải thiện độ kết tinh là từ 5 đến 10.

10. Nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, mà có lớp trên cùng chứa ít nhất một hợp chất được lựa chọn từ nhóm bao gồm silic dioxit, titan nitrua và cacbon, trên bề mặt của màng nhiều lớp.

11. Phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, mà tạo ra lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai theo thứ tự này trên bề mặt của nền trong suốt.

12. Phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm 11, phương pháp này tạo ra lớp điện môi thứ nhất, lớp cải thiện độ kết tinh, lớp chức năng và lớp điện môi thứ hai bằng phương pháp phún xạ.

13. Phương pháp sản xuất nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm 12, trong đó sau khi tạo ra các lớp bằng phương pháp phún xạ, quá trình xử lý gia nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 700°C trong khoảng thời gian từ 2 phút đến 60 phút.

14. Kính dán an toàn bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10.

15. Kính hộp bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10.

16. Kính cửa sổ bao gồm nền trong suốt có màng nhiều lớp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó nền trong suốt này là tấm đơn.

Fig. 1

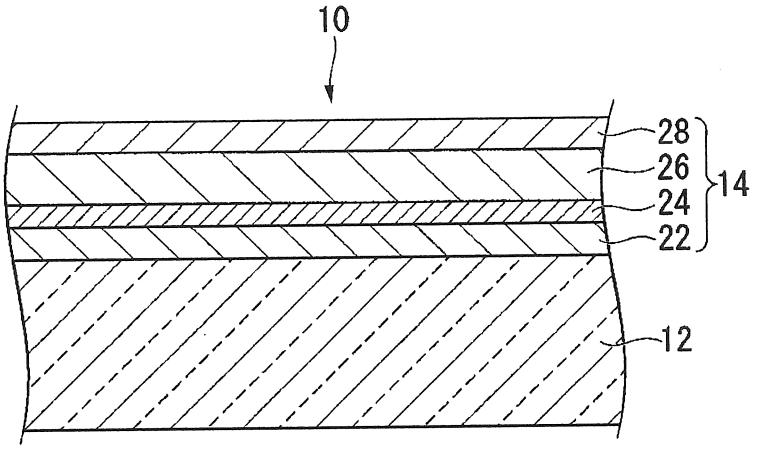
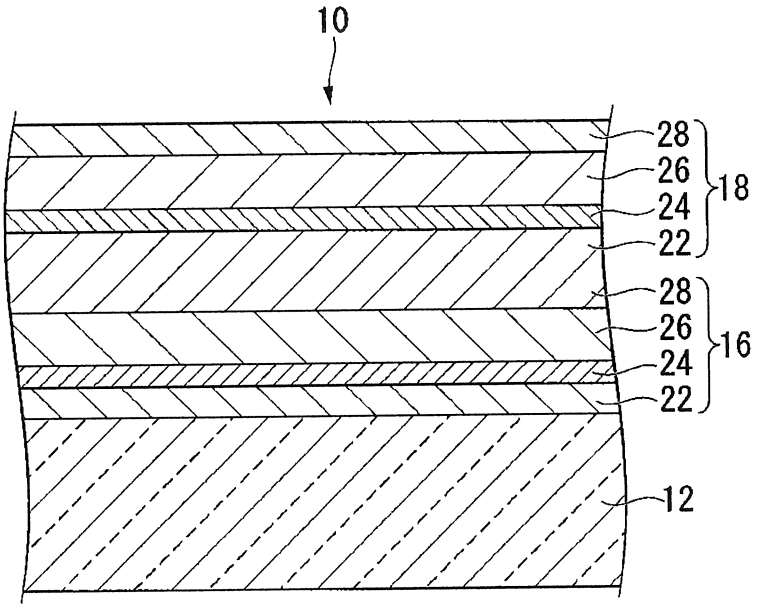
Fig. 2