

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **035260**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.05.21

(21) Номер заявки
201891840

(22) Дата подачи заявки
2017.02.07

(51) Int. Cl. **G02F 1/15** (2006.01)
B32B 7/02 (2006.01)
B32B 9/00 (2006.01)
B32B 17/06 (2006.01)
G02F 1/155 (2006.01)
H01B 5/14 (2006.01)

**(54) МНОГОСЛОЙНАЯ ПОДЛОЖКА ДЛЯ РЕГУЛИРУЮЩЕГО ОСВЕЩЕНИЕ
ЭЛЕКТРОХРОМНОГО ЭЛЕМЕНТА И СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ РЕГУЛИРУЮЩЕГО
ОСВЕЩЕНИЕ ЭЛЕКТРОХРОМНОГО ЭЛЕМЕНТА**

(31) 2016-040225

(32) 2016.03.02

(33) JP

(43) 2019.02.28

(86) PCT/JP2017/004429

(87) WO 2017/150100 2017.09.08

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**АГК ГЛАСС ЮРОП СА (ВЕ); АГК
ИНК. (JP); АГК ФЛЭТ ГЛАСС НОРС
АМЕРИКА, ИНК. (US); АГК ВИДРОС
ДО БРАЗИЛ ЛТДА. (BR)**

(72) Изобретатель:
Аошима Юки, Одака Хидефуми (JP)

(74) Представитель:
Квашнин В.П. (RU)

(56) JP-A-4267227
JP-A-200519205
JP-A-11310431
WO-A1-2006004139
JP-A-201384555

(57) Многослойная подложка для электрохромных элементов управления светом, содержащая стеклянную подложку и прозрачную проводящую пленку, причем стеклянная подложка содержит оксид кремния, оксид алюминия, оксид бора, оксиды щелочноземельных металлов и оксиды щелочных металлов в общем количестве 90 мол.% или больше, при этом содержит оксиды щелочных металлов в общем количестве 12 мол.% или меньше; при этом прозрачная проводящая пленка последовательно содержит со стороны стеклянной подложки в следующем порядке пленку оксида индия, содержащую олово, и пленку оксида олова, содержащую один или несколько элементов, выбранных из тантала, сурьмы и фтора; при этом пленка оксида индия сформирована непосредственно на стеклянной подложке и имеет коэффициент преломления меньше 0,4 и коэффициент экстинкции больше 0,4; и пленка оксида олова имеет толщину пленки больше 35 нм, но не более 150 нм.

035260
B1

035260
B1

Область техники

Настоящее изобретение, раскрытое в настоящем документе, в целом относится к слоистой подложке для регулирующего освещения электрохромного элемента и способу изготовления регулирующего освещения электрохромного элемента.

Предшествующий уровень техники

Регулирующие освещение электрохромные элементы (также называемые далее просто "регулирующими освещение элементами") содержат электрохромные слои, в которых цветное состояние и прозрачное состояние переключаются между собой в зависимости от подачи электропитания; и прозрачные проводящие пленки, которые подают электропитание на электрохромные слои. Прозрачные проводящие слои сформированы на стеклянных подложках.

Как размеры регулирующих освещение элементов, так и скорости переключения регулирующих освещение элементов требуется увеличить. Таким образом, для прозрачных проводящих пленок требуется высокая прозрачность и низкое сопротивление. Поскольку во время изготовления регулирующих освещение элементов прозрачные проводящие пленки нагреваются до температуры 350°C или выше, желательно, чтобы прозрачные проводящие пленки имели высокую прозрачность и низкое сопротивление и после нагревания.

Для прозрачных проводящих пленок для регулирующих освещение элементов обычно используются пленки на основе ZnO, легированные Ga, Al или т.п., пленки на основе In₂O₃, легированные Sn (пленки оксида индия-олова), или пленки на основе SnO₂, легированные F, Sb, Ta или т.п.

Хотя пленки на основе SnO₂ и имеют превосходное тепловое сопротивление, для снижения электрического сопротивления пленки должны быть толстыми. Однако при увеличении толщины пленки ухудшается прозрачность.

И наоборот, пленки оксида индия-олова имеют превосходную электрическую проводимость и могут быть изготовлены таким образом, чтобы иметь низкое электрическое сопротивление без ухудшения прозрачности. Однако пленки оксида индия-олова имеют низкое тепловое сопротивление, а электрическое сопротивление повышается при нагреве до температуры 350°C или выше. Причина заключается в том, что при термической обработке при наличии кислорода, кислородные дырки, согласно своим электрическим характеристикам, объединяются с атомами кислорода, и дырки исчезают.

В патентном документе 1 предложена прозрачная проводящая пленка, имеющая базовый слой, проводящий слой и устойчивый к окислению защитный слой, для элемента фотовольтаической ячейки. Для проводящего слоя используется пленка оксида индия-олова. Чтобы управлять повышением электрического сопротивления за счет нагрева пленки оксида индия-олова, для базового слоя используется оксид, который имеет энергию образования оксида меньшую, чем пленка оксида индия-олова, и имеет недостаток кислорода по сравнению с химическим эквивалентом. В частности, используют SiO_x (1,2 < x < 1,8). Когда прозрачная проводящая пленка нагревается, SiO_x поглощает кислород, тем самым контролируется окисление пленки оксида индия-олова.

Сущность изобретения

Техническая задача.

В патентном документе 1 SiO_x в базовом слое имеет меньшую энергию образования оксида, чем ИТО, и имеет большее сродство с кислородом. Таким образом, вследствие небольшого отклонения парциального давления кислорода при образовании пленки, значение X в SiO_x значительно изменяется. Изменение значения X значительно влияет на свойства пленки оксида индия-олова после нагревания и затрудняет создание прозрачной проводящей пленки стабильного качества.

Настоящее изобретение было создано с учетом такой проблемы, и целью настоящего изобретения является предоставление слоистой подложки для регулирующего освещения электрохромного элемента, которая имеет стабильную и превосходную электрическую проводимость после нагревания до температуры 350°C или выше.

Решение задачи.

Для решения этой задачи согласно одному аспекту настоящего изобретения предоставляется слоистая подложка для регулирующего освещения электрохромного элемента, содержащая стеклянную подложку и прозрачную проводящую пленку, причем стеклянная подложка содержит оксид кремния, оксид алюминия, оксид бора, оксид щелочноземельного металла и оксид щелочного металла в общем количестве 90 мол.% или больше, а также содержит оксид щелочного металла в общем количестве 12 мол.% или меньше, причем прозрачная проводящая пленка содержит пленку оксида индия, содержащую олово, и пленку оксида олова, содержащую по меньшей мере одно из тантала, сурьмы и фтора в этом порядке со стороны стеклянной подложки, причем пленка оксида индия образуется непосредственно на стеклянной подложке, при этом коэффициент преломления пленки оксида индия на длине волны 1,3 мкм составляет менее 0,4, а коэффициент экстинкции пленки оксида индия на длине волны 1,3 мкм составляет более 0,4, и толщина пленки оксида олова больше 35 нм.

Полезный эффект изобретения

Согласно настоящему изобретению предоставляется слоистая подложка для регулирующего освещения электрохромного элемента, в которой базовый слой для пленки оксида индия-олова является ненужным, а электрическая проводимость остается стабильной и превосходной после нагрева до температуры 350°C или выше.

Краткое описание чертежей

На фиг. 1 представлена схема, иллюстрирующая пример слоистой подложки для регулирующего освещения электрохромного элемента согласно одному варианту осуществления.

На фиг. 2 представлена схема, иллюстрирующая пример регулирующего освещения электрохромного элемента согласно этому варианту осуществления.

На фиг. 3 представлена блок-схема, иллюстрирующая способ изготовления регулирующего освещения электрохромного элемента согласно этому варианту осуществления.

Подробное описание предпочтительных вариантов осуществления

Далее со ссылкой на графические материалы будут описаны варианты осуществления настоящего изобретения. На каждом графическом материале такому же или соответствующему компоненту присвоен такой же или соответствующий номер, и избыточные пояснения будут опущены.

На фиг. 1 представлена схема, иллюстрирующая пример слоистой подложки для регулирующего освещения электрохромного элемента согласно одному варианту осуществления. Слоистая подложка 10 содержит стеклянную подложку 11 и прозрачную проводящую пленку 12.

Стеклянная подложка 11 содержит оксид кремния (SiO_2), оксид алюминия (Al_2O_3), оксид бора (B_2O_3), оксид щелочноземельного металла и оксид щелочного металла в общем количестве 90 мол.% или больше, и содержит оксид щелочного металла в общем количестве 12 мол.% или меньше. Оксид щелочноземельного металла предпочтительно включает по меньшей мере один, выбранный из оксида магния (MgO), оксида кальция (CaO), оксида стронция (SrO), оксида бария (BaO) и оксида цинка (ZnO). Оксид щелочного металла предпочтительно включает по меньшей мере один, выбранный из оксида натрия (Na_2O), оксида калия (K_2O) и оксида лития (Li_2O).

Когда общее количество содержания оксида щелочного металла составляет 12 мол.% или меньше, ухудшение рабочих характеристик регулирующего освещения элемента вследствие перемещений ионов щелочного металла можно контролировать. Общее количество содержания оксида щелочного металла составляет предпочтительно 8 мол.% или меньше, более предпочтительно 3 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 1 мол.% или меньше. Общее количество содержания оксида щелочного металла составляет предпочтительно 0,02 мол.% или больше, более предпочтительно 0,05 мол.% или больше, еще более предпочтительно 0,1 мол.% или больше и особенно предпочтительно 0,2 мол.% или больше.

Например, стеклянная подложка 11 содержит SiO_2 в количестве 50-100 мол.%, Al_2O_3 в количестве 0-30 мол.%, B_2O_3 в количестве 0-30 мол.%, оксид щелочноземельного металла в количестве 0-40 мол.% в сумме и оксид щелочного металла в количестве 0-12 мол.% в сумме. Общее количество содержания вышеперечисленных компонентов составляет 90 мол.% или больше. Количество содержания SiO_2 составляет предпочтительно 55 мол.% или больше, более предпочтительно 60 мол.% или больше и еще более предпочтительно 65 мол.% или больше. Количество содержания SiO_2 составляет предпочтительно 90 мол.% или меньше, более предпочтительно 85 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 80 мол.% или меньше.

Количество содержания Al_2O_3 составляет предпочтительно 2 мол.% или больше, более предпочтительно 5 мол.% или больше и еще более предпочтительно 10 мол.% или больше. Количество содержания Al_2O_3 составляет предпочтительно 25 мол.% или меньше, более предпочтительно 20 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 15 мол.% или меньше.

Количество содержания B_2O_3 составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Количество содержания B_2O_3 составляет предпочтительно 25 мол.% или меньше, более предпочтительно 20 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 15 мол.% или меньше.

Общее количество содержания оксида щелочноземельного металла составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Общее количество содержания оксида щелочноземельного металла составляет предпочтительно 35 мол.% или меньше, более предпочтительно 25 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 20 мол.% или меньше.

Количество содержания оксида магния (MgO) составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Количество содержания оксида магния (MgO) составляет предпочтительно 35 мол.% или меньше, более предпочтительно 25 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 20 мол.% или меньше.

Количество содержания оксида кальция (CaO) составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Количество содержания оксида кальция (CaO) составляет предпочтительно 35 мол.% или меньше, более предпочтительно 25 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 20 мол.% или меньше.

Количество содержания оксида стронция (SrO) составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Количество содержания оксида стронция (SrO) составляет предпочтительно 35 мол.% или меньше, более предпочтительно 25 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 20 мол.% или меньше.

Количество содержания оксида бария (BaO) составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Количество содержания оксида бария (BaO) составляет предпочтительно 35 мол.% или меньше, более предпочтительно 25 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 20 мол.% или меньше.

Количество содержания оксида цинка (ZnO) составляет предпочтительно 1 мол.% или больше, более предпочтительно 2 мол.% или больше и еще более предпочтительно 3 мол.% или больше. Количество содержания оксида цинка (ZnO) составляет предпочтительно 35 мол.% или меньше, более предпочтительно 25 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 20 мол.% или меньше.

Количество содержания оксида натрия (Na_2O) составляет предпочтительно 8 мол.% или меньше, более предпочтительно 3 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 1 мол.% или меньше. Количество содержания оксида натрия (Na_2O) составляет предпочтительно 0,02 мол.% или больше, более предпочтительно 0,05 мол.% или больше, еще более предпочтительно 0,1 мол.% или больше и особенно предпочтительно 0,2 мол.% или больше.

Количество содержания оксида калия (K_2O) составляет предпочтительно 8 мол.% или меньше, более предпочтительно 3 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 1 мол.% или меньше. Количество содержания оксида калия (K_2O) составляет предпочтительно 0,02 мол.% или больше, более предпочтительно 0,05 мол.% или больше, еще более предпочтительно 0,1 мол.% или больше и особенно предпочтительно 0,2 мол.% или больше.

Количество содержания оксида лития (Li_2O) составляет предпочтительно 8 мол.% или меньше, более предпочтительно 3 мол.% или меньше и еще более предпочтительно 1 мол.% или меньше. Количество содержания оксида лития (Li_2O) составляет предпочтительно 0,02 мол.% или больше, более предпочтительно 0,05 мол.% или больше, еще более предпочтительно 0,1 мол.% или больше и особенно предпочтительно 0,2 мол.% или больше.

Прозрачная проводящая пленка 12 сформирована на стеклянной подложке 11. Прозрачная проводящая пленка 12 подает электропитание на электрохромный слой. В электрохромном слое цветное состояние и прозрачное состояние переключаются между собой согласно подаче электропитания, что будет детально описано далее.

Прозрачная проводящая пленка 12 содержит пленку 13 оксида индия, содержащую олово (далее также именуемую как "пленка 13 оксида индия-олова"), и пленку 14 оксида олова, содержащую по меньшей мере одно из тантала, сурьмы и фтора в таком порядке со стороны стеклянной подложки 11.

Прозрачная проводящая пленка 12 должна иметь низкое поверхностное сопротивление (в единицах Ω). Поверхностное сопротивление подсчитывается делением удельного сопротивления (в единицах $\Omega \cdot \text{м}$) на толщину пленки. Когда снижается удельное сопротивление, снижается и поверхностное сопротивление. Когда толщина пленки увеличивается, поверхностное сопротивление снижается.

Удельное сопротивление обусловлено типом материала. Таким образом, в случае, когда материал является одинаковым, при увеличении толщины пленки поверхностное сопротивление снижается. Однако при увеличении толщины пленки снижается прозрачность. Для обеспечения достаточной прозрачности толщина пленки прозрачной проводящей пленки 12 составляет предпочтительно 300 нм или меньше. Аналогично, толщина пленки 13 оксида индия-олова составляет предпочтительно 170 нм или меньше.

Пленка 13 оксида индия-олова образуется непосредственно на стеклянной подложке 11. Несущая пленка между пленкой 13 оксида индия-олова и стеклянной подложкой 11 отсутствует. Коэффициент n преломления пленки 13 оксида индия-олова на длине волны 1,3 мкм (далее именуемый просто как "коэффициент n преломления") составляет меньше 0,4, а коэффициент k экстинкции на длине волны 1,3 мкм (далее именуемый просто как "коэффициент k экстинкции") составляет больше 0,4. Коэффициент n преломления составляет предпочтительно более 0,1. Коэффициент k экстинкции составляет предпочтительно менее 0,9.

Коэффициент n преломления и коэффициент k экстинкции зависят от парциального давления кислорода при формировании пленки 13 оксида индия-олова. Для того, чтобы сделать коэффициент n преломления меньше 0,4, а коэффициент k экстинкции больше 0,4, парциальное давление кислорода при формировании пленки должно быть ниже парциального давления для достижения минимального удельного сопротивления оксида индия-олова. Парциальное давление кислорода контролируют, например, путем изменения соотношения потока газообразного кислорода и газообразного аргона.

Когда коэффициент n преломления меньше 0,4, а коэффициент k экстинкции больше 0,4, что будет детально описано позже в разделе практических примеров, получается пленка 13 оксида индия-олова с превосходной электрической проводимостью, и после нагревания до температуры 350°C или выше при последующей обработке. Предполагается следующая причина.

Электрическая проводимость пленки оксида индия-олова зависит в целом от концентрации носителей или кристаллического характера. Носители включают кислородные дырки или легирующие примеси. Когда концентрация носителей увеличивается, увеличивается и электрическая проводимость. Более того, когда усиливается кристаллический характер, увеличивается электрическая проводимость. Когда пленка нагревается до температуры 350°C или выше, количество кислородных дырок уменьшается и увеличивается кристаллический характер.

В случае, когда коэффициент n преломления меньше 0,4, а коэффициент k экстинкции больше 0,4, когда при последующей обработке пленка нагревается до температуры 350°C или выше, снижение электрической проводимости из-за уменьшения количества кислородных дырок можно существенно снизить путем увеличения электрической проводимости вследствие усиления кристаллического характера. Таким образом, можно получить пленку 13 оксида индия-олова с превосходной электрической проводимостью и после нагревания.

Оксид индия-олова имеет энергию образования оксида выше таковой SiO_x , описанного в патентном документе 1, и имеет низкое сродство с кислородом. Таким образом, вследствие небольшого отклонения парциального давления кислорода при формировании пленки коэффициент n преломления и коэффициент k экстинкции ощутимо не изменяются, и можно добиться стабильного качества пленки.

Количество содержания оксида олова в пленке 13 оксида индия-олова находится в диапазоне от 1 до 20% массы и предпочтительно от 3 до 15% массы.

Способ формирования пленки 13 оксида индия-олова конкретно не ограничен, но является предпочтительно способом распыления.

Пленка 14 оксида олова защищает пленку 13 оксида индия-олова со стороны, противоположной стеклянной подложке 11, и контролирует окисление пленки 13 оксида индия-олова. Оксид олова незначительно разрушается нагреванием до температуры 350°C или выше. Более того, оксид олова имеет приблизительно ту же энергию образования оксида и приблизительно то же сродство с кислородом, что и оксид индия-олова. Таким образом, когда пленка нагревается, взаимное перемещение кислорода между оксидом олова и оксидом индия-олова является незначительным, причем оксид олова не оказывает значительного влияния на электрические характеристики и оптические свойства оксида индия-олова.

В случае, когда толщина пленки 14 оксида олова больше 35 нм, контроль за снижением электрической проводимости вследствие уменьшения количества кислородных дырок в пленке 13 оксида индия-олова, когда пленка нагревается, осуществляется путем уравнивающего увеличения электрической проводимости вследствие усиления кристаллического характера пленки 13 оксида индия-олова. Можно получить пленку 13 оксида индия-олова с превосходной электрической проводимостью и после нагревания. С другой стороны, в случае, когда толщина пленки 14 оксида олова составляет 150 нм или меньше, можно получить прозрачную проводящую пленку 12 превосходной прозрачности.

Пленка 14 оксида олова в качестве легирующей примеси содержит по меньшей мере одно из сурьмы, тантала и фтора. Для легирующей примеси с точки зрения электрической проводимости и прозрачности предпочтителен тантал. Количество содержания оксида тантала предпочтительно находится в диапазоне от 0,75 до 14% массы, более предпочтительно от 1 до 9% массы.

Способ формирования пленки 14 оксида олова конкретно не ограничен, но включает способ осаждения из газовой фазы, способ химического осаждения из газовой фазы, способ распыления и т.п.

На фиг. 2 представлена схема, иллюстрирующая пример регулирующего освещения электрохромного элемента согласно варианту осуществления. Как продемонстрировано на фиг. 2, регулирующий освещение элемент содержит первую слоистую подложку 10А, электрохромный слой 20 и вторую слоистую подложку 10В. Первая слоистая подложка 10А и вторая слоистая подложка 10В расположены по бокам электрохромного слоя 20 и подают электрическое напряжение на электрохромный слой 20. В электрохромном слое 20 цветное состояние и прозрачное состояние переключаются между собой согласно подаче электрического напряжения.

Первая слоистая подложка 10А содержит первую стеклянную подложку 11А и первую прозрачную проводящую пленку 12А. Первая прозрачная проводящая пленка 12А содержит пленку 13А оксида индия-олова и пленку 14А оксида олова в этом порядке со стороны первой стеклянной подложки 11А. Первая прозрачная проводящая пленка 12А контактирует с электрохромным слоем 20 (в частности, с окислительным окрашивающим слоем 21, который будет описан далее). Для первой слоистой подложки 10А может использоваться, например, слоистая подложка 10, изображенная на фиг. 1.

Аналогично, вторая слоистая подложка 10В содержит вторую стеклянную подложку 11В и вторую прозрачную проводящую пленку 12В. Вторая прозрачная проводящая пленка 12В содержит пленку 13В оксида индия-олова и пленку 14В оксида олова в этом порядке со стороны второй стеклянной подложки 11В. Вторая прозрачная проводящая пленка 12В контактирует с электрохромным слоем 20 (в частности, с восстановительным окрашивающим слоем 23, который будет описан далее). Для второй слоистой подложки 10В может использоваться, например, слоистая подложка 10, изображенная на фиг. 1.

Электрохромный слой 20 содержит окислительный окрашивающий слой 21, электролитный слой 22 и восстановительный окрашивающий слой 23 в этом порядке. Окислительный окрашивающий слой 21 и

восстановительный окрашивающий слой 23 расположены по бокам электролитного слоя 22, находящегося между ними.

Окислительный окрашивающий слой 21 сформирован из материала, который окрашивается согласно реакции окисления (например, оксида иридия или оксида никеля). Восстановительный окрашивающий слой 23 сформирован из материала, который окрашивается согласно реакции восстановления (например, оксида вольфрама). Электролитный слой 22 сформирован из материала, который обладает ионной проводимостью для электронов и ионной проводимости (например, оксида тантала или полимера). Электролитный слой 22 содержит небольшое количество материала, который образует положительные ионы согласно подаче электрического напряжения (например, воду или соль фонового электролита).

Когда регулирующий освещение элемент соединен с внешним источником питания, а к электрохромному слою 20 прикладывается прямое напряжение, электрический потенциал первой прозрачной проводящей пленки 12А становится выше, чем электрический потенциал второй прозрачной проводящей пленки 12В. В результате положительные ионы (например, ионы водорода или ионы лития) образуются в электролитном слое 22 и движутся к восстановительному окрашивающему слою 23. В то же время электроны движутся от окислительного окрашивающего слоя 21 к восстановительному окрашивающему слою 23 с помощью внешнего источника питания. Таким образом, восстановительный окрашивающий слой 23 приобретает цвет благодаря реакции восстановления, а окислительный окрашивающий слой 21 приобретает цвет благодаря реакции окисления, и таким образом электрохромный слой 20 переходит в окрашенное состояние.

В случае, когда приложение электрического напряжения в электрохромный слой 20 в окрашенном состоянии прекращается из-за того, что электроны не могут пройти через электролитный слой 22, электрохромный слой 20 остается в окрашенном состоянии.

В отличие от этого, когда регулирующий освещение элемент соединен с внешним источником питания, а к электрохромному слою 20 прикладывается обратное напряжение, электрический потенциал первой прозрачной проводящей пленки 12А становится ниже, чем электрический потенциал второй прозрачной проводящей пленки 12В. В результате положительные ионы движутся от восстановительного окрашивающего слоя 23 к электролитному слою 22. В то же время электроны движутся от восстановительного окрашивающего слоя 23 к окислительному окрашивающему слою 21 с помощью внешнего источника питания. Таким образом, окрашивание окислительного окрашивающего слоя 21 и окрашивание восстановительного окрашивающего слоя 23 прекращаются, и таким образом электрохромный слой переходит в прозрачное состояние.

В связи с этим, когда изготавливают регулирующие освещение элементы, которые будут подробно описаны далее, первая слоистая подложка 10А или вторая слоистая подложка 10В нагреваются до температуры 350°C или выше. Согласно варианту осуществления, поскольку слоистая подложка 10, изображенная на фиг. 1, может быть использована для первой слоистой подложки 10А или второй слоистой подложки 10В, снижение электрической проводимости можно контролировать и после нагревания. Таким образом, можно увеличить как размеры регулирующих освещение элементов, так и скорости переключений регулирующих освещение элементов.

На фиг. 3 представлена блок-схема, иллюстрирующая способ изготовления регулирующего освещение электрохромного элемента согласно варианту осуществления. Сначала предоставляют первую стеклянную подложку и вторую стеклянную подложку. Затем первую прозрачную проводящую пленку формируют на первой стеклянной подложке (этап S1), окислительный окрашивающий слой формируют на первой прозрачной проводящей пленке (этап S3) и электролитный слой формируют на окислительном окрашивающем слое (этап S5). Кроме того, второй прозрачный проводящий слой формируют на второй стеклянной подложке (этап S2), восстановительный окрашивающий слой формируют на второй прозрачной проводящей пленке (этап S4) и электролитный слой формируют на восстановительном окрашивающем слое (этап S6). Первый прозрачный проводящий слой может отличаться от второго прозрачного проводящего слоя; однако для прозрачных проводящих пленок согласно настоящему изобретению, которые будут нагреваться до температуры 350°C или выше при последующей обработке, используется пленка оксида индия, чей коэффициент преломления на длине волны 1,3 мкм составляет меньше 0,4, а коэффициент экстинкции на длине волны 1,3 мкм составляет больше 0,4. В качестве способа формирования первой прозрачной проводящей пленки и второй прозрачной проводящей пленки можно использовать широко известный способ, такой как способ распыления. Способы формирования окислительного окрашивающего слоя и восстановительного окрашивающего слоя включают способ распыления, способ осаждения из газовой фазы, мокрый способ и т.п. В варианте осуществления в процессе формирования по меньшей мере одного из окислительного окрашивающего слоя и восстановительного окрашивающего слоя используется процесс нагревания до температуры 350°C или выше. Следует отметить, что в варианте осуществления электролитный слой сформирован как над оксидным окрашивающим слоем, так и над восстановительным окрашивающим слоем. Однако электролитный слой может располагаться только над одним из указанных слоев. После формирования электролитного слоя первую стеклянную подложку и

вторую стеклянную подложку соединяют, располагая между ними электролитный слой, окислительный окрашивающий слой и восстановительный окрашивающий слой (этап S8). После этого формируют электродные слои, выполняют уплотнение (этап S9) и таким образом изготавливают регулирующий освещенные электрохромный элемент.

Примеры

Примеры 1-5 являются практическими примерами, а примеры 5-11 являются сравнительными примерами. В примерах 1-11 либо стекло "А", либо стекло "В" было использовано в качестве стекла в стеклянных подложках. Количество содержания соответствующих компонентов в стекле "А" составляло 66 мол.% оксида кремния (SiO_2), 11 мол.% оксида алюминия (Al_2O_3), 8 мол.% оксида бора (B_2O_3), 5 мол.% оксида магния (MgO), 5 мол.% оксида кальция (CaO) и 5 мол.% оксида стронция (SrO). Количество содержания соответствующих компонентов в стекле "В" составляло 71 мол.% оксида кремния (SiO_2), 1 мол.% оксида алюминия (Al_2O_3), 7 мол.% оксида магния (MgO), 8 мол.% оксида кальция (CaO) и 13 мол.% оксида натрия (Na_2O).

Способ изготовления слоистой подложки в примерах 1-6 и 10, 11.

Пленку оксида индия-олова (прозрачную проводящую пленку) толщиной 150 нм сформировали на стеклянной подложке, нагретой до 300°C , с использованием мишени оксида индия-олова, содержащей 10 вес.% SnO_2 , способом распыления. Формирование пленки выполнили с помощью разряда постоянного тока, а также с помощью газа Ar и газа O_2 , используя устройство встроенного типа с загрузочным механизмом. При формировании этой пленки количество газа O_2 в общем количестве газа установили равным 0,5% объема, что было меньше 1% объема для получения самого низкого сопротивления. После этого сформировали пленку оксида олова, содержащую Ta , толщиной пленки, указанной в таблице, с использованием мишени SnO_2 , содержащей 5 вес.% Ta_2O_5 .

Способ изготовления слоистой подложки в примерах 7, 8.

Пленку оксида индия-олова толщиной 150 нм сформировали на стеклянной подложке, нагретой до 300°C , с использованием мишени оксида индия-олова, содержащей 10 вес.% SnO_2 , способом распыления. Формирование пленки выполнили с помощью разряда постоянного тока, а также с помощью газа Ar и газа O_2 , используя устройство встроенного типа с загрузочным механизмом. При формировании этой пленки количество газа O_2 в общем количестве газа установили равным 1% объема для получения самого низкого сопротивления. После этого сформировали пленку оксида олова, содержащую Ta , толщиной пленки, указанной в таблице, с использованием мишени SnO_2 , содержащей 5 вес.% Ta_2O_5 .

(Способ изготовления слоистой подложки в примере 9)

Пленку SiO_2 толщиной 30 нм сформировали на стеклянной подложке, нагретой до 300°C , с использованием мишени SiO_2 , способом распыления с помощью высокочастотного разряда и 100% газа Ar . После этого сформировали пленку оксида индия-олова толщиной 150 нм на пленке SiO_2 , с использованием такого же способа изготовления, как в примерах 1-6 и 10-12. Затем сформировали пленку оксида олова, содержащую Ta , толщиной пленки, указанной в таблице, с использованием мишени SnO_2 , содержащей 5 вес.% Ta_2O_5 .

Измерение толщины пленки.

Толщину пленки измеряли с помощью устройства ступенчатого профилирования стилусного типа (DEKTAК 150, произведенного компанией Veeco Inc.).

Оценивание сопротивления.

Поверхностное сопротивление измеряли с использованием четырехзондового измерителя сопротивления (Loresta, произведенного компанией Mitsubishi Petrochemical Co., Ltd.).

Оценивание оптических характеристик.

Коэффициент пропускания измеряли с использованием средства измерения абсолютной отражательной способности (JASCOARM-500N, произведенного компанией JASCO Corporation) и получили средний коэффициент пропускания с длиной волны в диапазоне от 350 нм до 800 нм.

Для получения коэффициента n преломления и коэффициента k экстинкции измеряли величины двух параметров, пси (ψ) и дельта (Δ), обозначающих состояние поляризации света, с использованием устройства спектральной эллипсометрии (M-2000DI, произведенного компанией J.A. Woollam Co., Inc.). Коэффициент n преломления и коэффициент k экстинкции получили с помощью аналитического программного обеспечения WVASE32 для проведения анализа с использованием оптической модели, основанной на оптических закономерностях, таких как коэффициент Френеля или закон Снеллиуса, из величин, измеренных с использованием устройства спектральной эллипсометрии, и данных о коэффициенте пропускания с длиной волны в диапазоне от 350 до 1700 нм.

Термическая обработка.

Поскольку сложно измерить поверхностное сопротивление прозрачной проводящей пленки после ламинирования электрохромного слоя, для оценки теплового сопротивления прозрачной проводящей пленки образец нагревали до температуры нагревания, указанной в таблице, с помощью нагревательного устройства с инфракрасными лампами (RTP-6, произведенного компанией ULVAC, Inc.), и при этом наблюдали изменение сопротивления. Атмосфера нагревания при измерении теплового сопротивления яв-

лялась воздушной атмосферой.

при м.	до термической обработки								во время термиче ской обработ ки	после термиче ской обработк и
	подло жка	плен ка SiO ₂	пленка оксида индия-олова			плен ка ТГО	полностью прозрачная проводящая пленка		максима льная темпера тура (°C)	полност ью прозрачн ая проводя щая пленка
	стекл о	толщ ина плен ки (нм)	толщ ина плен ки (нм)	коэффи циент прелом ления n	коэффи циент к экстинк ции	толщ ина плен ки (нм)	поверхн остное сопроти вление (Ω)	коэффи циент пропус кания (%)		поверхн остное сопроти вление (Ω)
при м.1	A	-	150	0,364	0,5469	40	9,34	81,84	400	9,56
при м.2	A	-	150	0,364	0,5469	40	9,34	81,84	460	12,19
при м.3	A	-	150	0,359	0,5575	100	9,16	80,12	400	9,02
при м.4	A	-	150	0,359	0,5575	100	9,16	80,12	460	9,97
при м.5	A	-	150	0,350	0,5742	160	9,04	77,33	400	8,97
при м.6	A	-	150	0,366	0,4427	25	9,74	82,67	400	19,6
при м.7	A	-	150	0,469	0,3213	40	9,87	82,02	400	18,1
при м.8	A	-	150	0,427	0,4239	100	9,52	81,22	400	15,7
при м.9	B	30	150	0,392	0,4334	40	10,8	80,65	400	22,5
при м.10	B	-	150	0,382	0,5116	40	11	79,96	400	20,6
при м.11	B	-	150	0,382	0,5116	100	10,32	78,48	400	16,1

Как видно из таблицы, согласно примерам 1-5, пленка оксида индия-олова с коэффициентом n преломления меньше 0,4 и коэффициентом k экстинкции больше 0,4 была сформирована непосредственно на стеклянной подложке перед нагреванием, причем толщина пленки ТГО была больше 35 нм. Таким

образом, поверхностное сопротивление прозрачной проводящей пленки равнялось 13 Ω или меньше и после нагревания. Более того, согласно примерам 1-4, поскольку толщина пленки ТТО равнялась 150 нм или меньше, коэффициент пропускания прозрачной проводящей пленки равнялся 80% или больше до нагревания.

В отличие от этого, согласно примеру 6, поскольку толщина пленки ТТО равнялась 35 нм или меньше, поверхностное сопротивление прозрачной проводящей пленки после нагревания было высоким. Более того, согласно примеру 7, поскольку пленка оксида индия-олова с коэффициентом n преломления больше 0,4 и коэффициентом k экстинкции меньше 0,4 была сформирована непосредственно на стеклянной подложке до нагревания, поверхностное сопротивление прозрачной проводящей пленки было высоким после нагревания. Согласно примеру 8, поскольку пленка оксида индия-олова с коэффициентом n преломления больше 0,4 была сформирована непосредственно на стеклянной подложке до нагревания, поверхностное сопротивление прозрачной проводящей пленки было высоким после нагревания. Более того, согласно примерам 9-11, стекло, в котором количество содержания оксида щелочного металла больше 12 мол.%, было использовано для стеклянной подложки, поверхностное сопротивление прозрачной проводящей пленки после нагревания было высоким вследствие влияния термической усадки стеклянной подложки с высоким коэффициентом теплового расширения.

Как упоминалось выше, были описаны варианты осуществления и т. п. слоистой подложки для электрохромного элемента диммера. Настоящее изобретение не ограничивается настоящими вариантами осуществления или т. п. Различные изменения и улучшения могут быть выполнены без выхода за пределы объема настоящего изобретения.

Заявка на данное изобретение основана на и притязает на приоритет японской приоритетной заявки № 2016-040225, поданной 2 марта 2016 г., полное содержание которой включено посредством ссылки в настоящий документ.

Список ссылочных позиций:

- 10 - слоистая подложка,
- 11 - стеклянная подложка,
- 12 - прозрачная проводящая пленка,
- 13 - пленка оксида индия,
- 14 - пленка оксида олова,
- 10А - первая слоистая подложка,
- 11А - первая стеклянная подложка,
- 12А - первая прозрачная проводящая пленка,
- 10В - вторая слоистая подложка,
- 11В - вторая стеклянная подложка,
- 12В - вторая прозрачная проводящая пленка,
- 20 - электрохромный слой,
- 21 - окислительный окрашивающий слой,
- 22 - электролитный слой,
- 23 - восстановительный окрашивающий слой.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Многослойная подложка для регулирующего освещения электрохромного элемента, содержащая стеклянную подложку, содержащую оксид кремния, оксид алюминия, оксид бора, оксид щелочно-земельного металла и оксид щелочного металла в общем количестве 90 мол.% или более и оксид щелочного металла в общем количестве 12 мол.% или менее; и

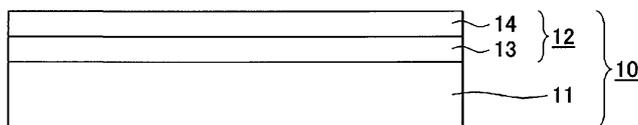
прозрачную проводящую пленку, содержащую пленку оксида индия, содержащую олово, а также пленку оксида олова, содержащую по меньшей мере одно из тантала, сурьмы и фтора, расположенных в порядке со стороны стеклянной подложки,

при этом пленка оксида индия сформирована непосредственно на стеклянной подложке и ее коэффициент преломления при длине волны 1,3 мкм составляет меньше 0,4, а ее коэффициент экстинкции при длине волны 1,3 мкм составляет больше 0,4 и толщина пленки оксида олова больше 35 нм.

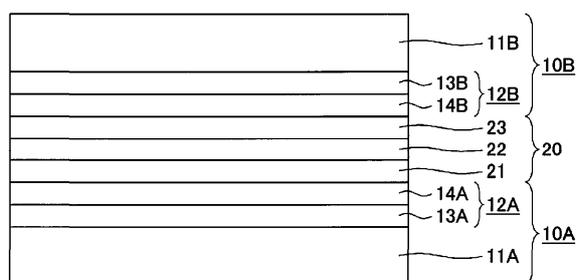
2. Многослойная подложка для регулирующего освещения электрохромного элемента по п.1, в которой толщина пленки оксида олова меньше или равна 150 нм.

3. Способ изготовления регулирующего освещения электрохромного элемента, содержащего первую стеклянную подложку и первую прозрачную проводящую пленку, образующие вместе первую многослойную подложку; окислительный окрашивающий слой, электролитный слой, восстановительный окрашивающий слой; вторую прозрачную проводящую пленку и вторую стеклянную подложку, образующие вместе вторую многослойную подложку; при этом указанные выше подложки, пленки, слои расположены в указанном выше порядке, и способ содержит нагревание до 350°C или выше по меньшей мере одной из первой многослойной подложки и второй многослойной подложки, при этом многослойную подложку для регулирующего освещения электрохромного элемента по п.1 или 2 используют в ка-

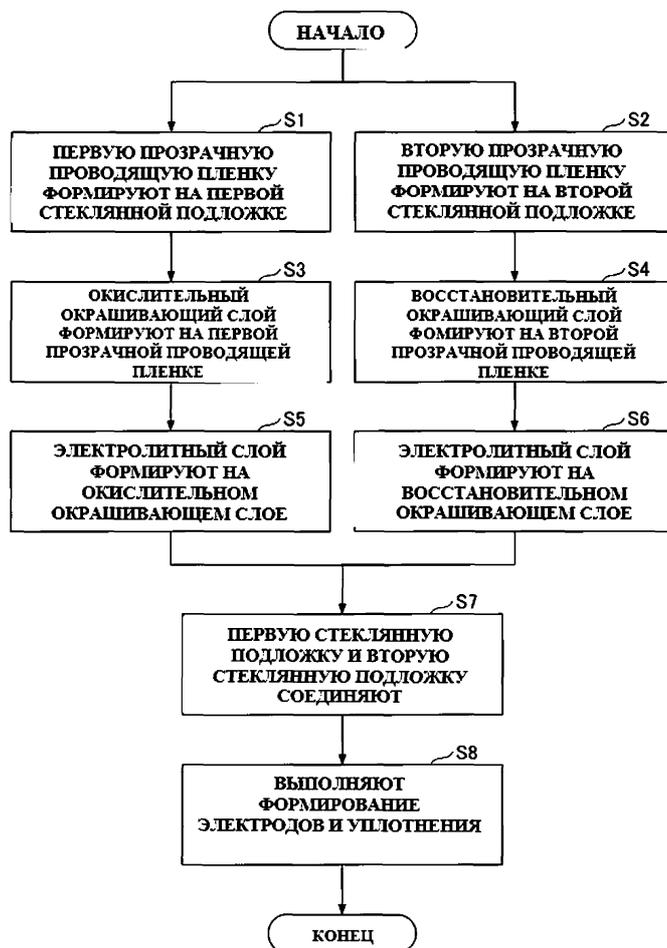
честве по меньшей мере одной из первой многослойной подложки и второй многослойной подложки, которую нагревают до 350°C или выше.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

