JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2068-2011

镀膜玻璃生产规程

Specification for coated glass manufacture process

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国建筑用玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 255)归口。

本标准负责起草单位: 浙江中力控股集团有限公司、中国建筑玻璃与工业玻璃协会。

本标准参加起草单位:金晶(集团)有限公司、秦皇岛耀华玻璃股份有限公司、威海蓝星玻璃股份有限公司、格兰特工程玻璃(中山)有限公司、信义玻璃工程(东莞)有限公司、上海北玻镀膜技术工业有限公司、浙江东亚工程玻璃有限公司。

本标准主要起草人: 王烁、候英兰、张佰恒、李会、许武毅、李越、夏黎海、刘军波、龙霖星。 本标准为首次发布。

镀膜玻璃生产规程

1 范围

本标准规定了镀膜玻璃生产的术语和定义、分类、材料、制作、成品检验以及包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于磁控溅射镀膜玻璃和在线化学气相沉积镀膜玻璃的生产。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注目期的引用文件,仅所注目期的版本适用于本文件。凡是不注目期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 728-1998 锡锭
- GB/T 3620.1-2007 钛及钛合金牌号和化学成分
- GB/T 6382.1 平板玻璃集装器具 架式集装器及其试验方法
- GB/T 6382.2 平板玻璃集装器具 箱式集装器及其试验方法
- GB/T 20878-2007 不锈钢和耐热钢 牌号及化学成分
- GB/T 18915.1 镀膜玻璃 第1部分;阳光控制镀膜玻璃
- GB/T 18915.2 镀膜玻璃 第2部分: 低辐射镀膜玻璃
- JC/T 513 平板玻璃木箱包装

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

靶材 sputtering target

被高速荷能粒子轰击的,可沉积或反应成膜的固体材料。

3. 2

磁控溅射镀膜 magnetron sputtering coating

真空环境中,在电场及磁场的作用下,靶材被气体辉光放电产生的荷能离子轰击,粒子从其表面射出,在被镀基体表面沉积或反应成膜的工艺过程。

3. 3

镀膜前驱体 coating precursor

含有构成薄膜成分的化学物质,可通过化学反应在高温基体表面形成膜层。

3, 4

化学气相沉积镀膜 chemical vapor deposition coating

将镀膜前驱体施加到高温基体表面,在气相-固相界面发生化学反应,在基体表面沉积反应成膜的工艺过程。

3, 5

JC/T 2068-2011

工艺气体 process gas

磁控溅射过程中用于产生等离子体或发生特定化学反应的一种或几种气体。化学气相沉积过程中镀膜前驱体气体、反应气体及载体气体的总称。

3.6

镀膜反应器 coating reactor

在化学气相沉积镀膜过程中,将工艺气体喷射到基体表面的特定装置。

3. 7

阴极 cathode

在磁控溅射镀膜工艺中,承载靶材实现磁控溅射的装置。装置内包括磁性材料、冷却装置、屏蔽装置等。

3.8

可热加工的镀膜玻璃 heat treatable coated glass

指热加工后膜层性能稳定,各项指标仍符合相关国家标准或行业标准的镀膜玻璃。

4 分类

- 4.1 按产品性能分为阳光控制镀膜玻璃和低辐射镀膜玻璃。
- 4.2 按生产工艺分为离线磁控溅射镀膜和在线化学气相沉积镀膜。

5 材料

5.1 磁控溅射镀膜玻璃生产所用材料

磁控溅射镀膜玻璃生产所用材料包括玻璃、靶材、工艺气体、保护膜、干燥剂等,各种材料均应符合相应国家标准或行业标准的要求以及生产工艺要求。材料应有合格证,进口材料应有相关证明。

5.1.1 玻璃

磁控溅射镀膜玻璃可选用平板玻璃、防火玻璃、钢化玻璃、夹层玻璃、半钢化玻璃、压花玻璃、超 白浮法玻璃等作为基体材料。

5.1.2 靶材

磁控溅射镀膜工艺常用靶材可参见附录A。

5.1.3 工艺气体

工艺气体包括高纯度的氩气、氦气、氧气等。

5.1.4 其他材料

包括保护膜、干燥剂、隔离粉、珍珠棉、惰性气体等。

5.2 化学气相沉积镀膜玻璃材料

化学气相沉积镀膜玻璃生产所用材料包括玻璃、镀膜前驱体、工艺气体等。各种材料均应符合相应 国家标准或行业标准的要求,尚无相应标准的材料应符合设计要求。材料应有合格证,进口材料应有相 关证明。

5.2.1 玻璃

化学气相沉积镀膜玻璃可选用平板玻璃、超白浮法玻璃等作为材料。

5.2.2 镀膜前驱体

化学气相沉积镀膜工艺常用的镀膜前驱体可参见附录 B。

6 制作

6.1 一般要求

- 6.1.1 镀膜玻璃生产企业应具备满足生产要求的设备,并定期进行维护保养。
- 6.1.2 镀膜玻璃生产企业应具备必要的量具和检测设备,并定期进行计量检定。应具备的膜层检测设备有在线分光光度计、离线分光光度计、耐磨试验机和方块电阻测量仪。宜具备辐射率测定仪、红外分光光度计、雾度仪、台阶仪、椭偏仪等。
- 6.1.3 从事镀膜玻璃生产的作业人员,应具备相应的专业技能并经过安全操作培训,持证上岗。
- 6.1.4 镀膜玻璃的生产应具备工艺操作规程、作业指导书、安全操作规程、应急方案等。
- 6.1.5 磁控溅射镀膜的基片宜选用近期生产的玻璃,必要时应进行抛光处理。
- 6.1.6 磁控溅射镀膜玻璃生产应具备上下片台、清洗机、磁控溅射装置、生产监控、在线检测、循环冷却水系统、水处理系统等装置。
- 6.1.7 磁控溅射镀膜工艺室的基础真空度宜优于 5×10⁻³ Pa。
- 6.1.8 镀膜面官为玻璃的非锡面。
- 6.1.9 清洗用去离子水电阻宜大于 5 MΩ。

6.2 磁控溅射镀膜玻璃的制作

6.2.1 生产工艺流程

生产工艺流程见图 1。

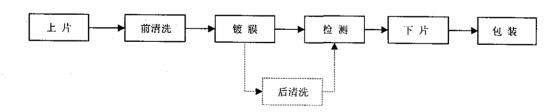


图1 磁控溅射镀膜玻璃生产工艺流程图

6.2.2 生产前检查

生产前应进行如下检查:

- a) 清洗用去离子水的电阻:
- b) 镀膜工艺室的真空度:
- c) 靶材配置;
- d) 工艺气体的种类、纯度、压力;
- e) 冷却系统的工作状态:

JC/T 2068-2011

- f) 自动上、下片台装置和清洗机的工作状态:
- g) 生产监控装置、在线检测装置的工作状态;
- h) 磁控溅射阴极的工作状态。

6.2.3 上片

上片时应对玻璃的外观质量、尺寸、厚度、锡面朝向等进行检查。

6.2.4 前清洗

清洗机的水温宜在 35℃~45℃之间,最后一道清洗水应使用去离子水,清洗后的玻璃表面无划伤、破角、水渍或残留水珠等缺陷,同时清洗玻璃的干燥风应经过滤处理,保证玻璃清洗后洁净、干燥。

6.2.5 调试

根据标样设置适当的工艺参数,并进行生产试制,当试样符合以下各项指标时方可连续生产:

- a) 可见光透射比、可见光反射比、颜色值、颜色均匀性符合产品要求;
- b) 低辐射镀膜玻璃的辐射率符合产品要求;
- c) 耐磨性能符合产品要求;
- d) 可热加工的磁控溅射镀膜玻璃应进行热加工性能评估,热加工后满足可见光透射比、可见光反射比、颜色、颜色均匀性、辐射率、耐洗刷性等要求。
- 注:中空玻璃用材料包括玻璃、间隔材料、密封材料、干燥剂等,各种材料均应符合相应国家标准或行业标准的要求,尚无相应标准的材料应符合设计要求。材料应有合格证,进口材料应有相关证明。

6.2.6 生产过程监控

- 6.2.6.1 应对工艺气体进行监控并保持稳定。
- 6.2.6.2 应监控镀膜玻璃可见光透射比、可见光反射比、颜色、颜色均匀性、辐射率的检测值。
- 6.2.6.3 应监控阴极的工作电压、电流、功率值。
- 6.2.6.4 应观察阴极辉光处于稳定状态, 出现异常应及时进行调整。
- 6.2.6.5 应监控玻璃的传送过程处于稳定状态。
- 6.2.6.6 应对产品按一定频次进行离线抽检。

6.2.7 后清洗

为检查阳光控制镀膜玻璃外观质量, 宜进行后清洗。

6.3 在线化学气相沉积镀膜玻璃的制作

6.3.1 生产工艺流程

生产工艺流程见图 2。

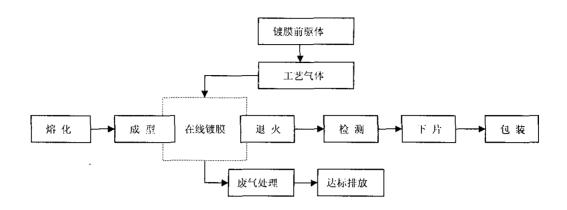


图2 在线化学气相沉积镀膜玻璃生产工艺流程图

6.3.2 检测设备

生产企业应具备浮法玻璃生产线、镀膜系统及产品质量检测设备。

6.3.3 标准样片

不同品种的镀膜玻璃应制作标准样片,测试膜层的光学、热学性能,将测试数据作为标样参数。

6.3.4 生产准备工作

生产应进行如下准备工作:

- a) 浮法玻璃原片质量应达到镀膜工艺要求;
- b) 清理镀膜反应器、工艺管道等:
- c) 调整玻璃原板宽度、温度、拉引速度、气氛、退火工艺参数:
- d) 启动工艺气体配送装置,工艺气体指标达到镀膜要求;
- e) 启动镀膜系统冷却装置;
- f) 启动工艺气体、镀膜前驱体、气幕保护气加热装置;
- g) 启动废气处理装置;
- h) 将镀膜反应器置于镀膜区工艺位置。

6.3.5 调试

- 6.3.5.1 将镀膜工艺气体导入镀膜反应器。
- 6.3.5.2 连续镀膜开始后按照一定规则取样并测试,测试数据与标样参数对比。不符合要求时,应重新调整工艺参数,直到符合要求方可作为合格产品生产。
- 6.3.5.3 镀膜所产生废气要进行无害化处理,达到国家环保要求。

6.3.6 生产过程监控

- 6.3.6.1 生产过程中要对镀膜工艺参数、锡槽工艺参数、退火工艺参数进行实时监控并做适当调整。
- 6.3.6.2 镀膜期间要周期性对镀膜反应器进行清扫。
- 6.3.6.3 对镀膜玻璃各项性能进行检测:
 - a) 颜色均匀性检测;

JC/T 2068-2011

- b) 低辐射镀膜玻璃辐射率检测或方块电阻检测;
- c) 可见光透射比检测:
- d) 耐酸性、耐碱性、耐磨性检测。
- 6.3.6.4 对镀膜玻璃外观质量进行监控。
- 6.3.7 镀膜生产停止
- 6.3.7.1 停止镀膜系统,退出镀膜反应器。
- 6.3.7.2 退出镀膜状态。

7 成品检验

镀膜玻璃的成品检验依照 GB/T 18915.1、GB/T 18915.2 的规定执行。

8 包装、标志、运输和贮存

8.1 包装

- 8.1.1 应符合 GB/T 18915.1、GB/T 18915.2、JC/T 513、GB/T 6382.1和GB/T 6382.2的规定。
- 8.1.2 包装内宜附带有该种产品的简要加工指导及使用说明书等。
- 8.1.3 磁控溅射阳光控制镀膜玻璃其镀膜面宜采用隔离粉、静电保护膜、珍珠棉等进行保护。
- 8.1.4 磁控溅射低辐射镀膜玻璃其镀膜面应采用静电保护膜或隔离粉等进行保护。每箱低辐射镀膜玻璃应采用塑料膜进行密封保护,塑料包装内应填充足量的干燥剂,必要时还可填充惰性气体进行保护。
- 8.1.5 在线化学气相沉积镀膜玻璃其镀膜面宜采用隔离粉、防霉纸、防霉液、珍珠棉等进行保护。
- 8.1.6 保护膜、干燥剂、隔离粉等保护材料在使用前应进行性能评估,保证其不对膜面产生损伤。

8.2 标志、运输和贮存

应符合 GB/T 18915.1、GB/T 18915.2 的规定。

附 录 A (资料性附录) 磁控溅射镀膜玻璃

A.1 材质

常用磁控溅射镀膜玻璃靶材包括钛(Ti)靶、不锈钢(SST)靶、银(Ag)靶、锌铝(ZnA12)靶、氧化钛(TiOx)靶、硅铝(SiA1)靶、锌锡(ZnSn50)靶、锡(Sn)靶、铌(Nb)靶、氧化锌铝(ZAO)靶、铬(Cr)靶、镍铬(NiCr)靶等,材质要求见表 A.1。

项目 名称 密度 熔点 纯度 成分 C g/cm3 执行 GB/T 3620.1-2007 中 钛(Ti) 靶 靶材纯度≥99.3% 4.5 1 668 TA2 的要求 执行 GB/T 20878-2007 中 不锈钢(SST)靶 7.85 1 371 00Cr17Ni12Mo2 的要求 银(Ag) 靶 靶材纯度≥99.97% 10.5 960 A1 含量(2±0.5)wt%, 其余 锌铝(ZnA12) 靶 靶材纯度≥99.9% 6.9 氧化钛(TiO,) 靶 靶材纯度≥99% 3.8 Al 含量为(8~12)wt%, 其余 硅铝(SiAl)靶 靶材纯度≥99.5% 2.1 1 370 Sn 含量为(50±2)wt%, 其余 锌锡(ZnSn50) 靶 靶材纯度≥99.9% 7.1 360 为 Zn 锡原料执行 GB/T 728-1998 锡(Sn) 靶 7.3 中 Sn≥99.9%的要求 靶材纯度≥99.9%的铌(Ta 铌(Nb)靶 8.5 2 468 除外) 由 2wt%的 Al₂O₃和 98wt%的 氧化锌铝(ZAO)靶 靶材纯度≥99.9% 5.5 ZnO 组成 铬(Cr) 靶 靶材纯度要求≥99.5% 7.19 1 875 镍铬(NiCr)靶 靶材纯度≥99.5% Ni (80±1) wt%, Cr (20±1) wt% 8.5 1 420 注: 特殊要求的靶材由供需双方约定。

表 A.1 靶材材质

A.2 尺寸及允许偏差

靶材外形分为圆靶和平靶两种,靶材的尺寸及其允许偏差应符合客户图纸和设计图纸的要求。

附 录 B (资料性附录) 化学气相沉积常用镀膜前驱体

B.1 单丁基三氯化锡(MBTC)

是一种有机锡卤化物的混配物,用于形成 SnO. 膜层,常温下为无色或淡黄色酸性液体,具有腐蚀性。质量要求:有机锡卤化物的混配物≥95wt%,挥发性有机物≤5wt%。

B.2 掺锑单丁基三氯化锡(MBTC:Sb)

是一种掺锑有机锡卤化物的混配物,用于形成锑掺杂 SnO₂ 膜层,常温下为无色或淡黄色酸性液体,具有强腐蚀性。

质量要求: 锑掺杂有机锡卤化物的混配物≥99wt%。

8.3 二甲基二氯化锡(DMTC)

是一种有机锡卤化物的混配物,用于形成 Sn0₂膜层, 常温下为固体, 具有强腐蚀性。质量要求: 主要成分二甲基二氯化锡≥90wt%, 一甲基三氯化锡≤10wt%。

B. 4 三氟乙酸(TFA)

用来对膜层进行掺杂,常温下为无色酸性液体,具有强腐蚀性。 质量要求:主要成分三氟乙酸≥99.9wt%。

B.5 硅酸四乙酯(TEOS)

用来形成锡硅氧化物膜层,常温下为无色液体。 质量要求:主要成分硅酸四乙酯≥99wt%。

B.6 硅烷(SiH₄)

用于形成非晶硅膜层和碳硅氧膜层,常温下是气体,遇空气自燃。 质量要求:主要成分硅烷≥99.999%。

B.7 乙烯(C₂H₄)

用于形成碳硅氧膜层,常温下是气体,易燃。 质量要求:主要成分乙烯≥99.99%。

中华人民共和国建材行业标准 镀膜玻璃生产规程

JC/T 2068-2011

中国建材工业出版社出版 建筑材料工业技术监督研究中心 (原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行。 新华书店北京发行所发行。各地新华书店经售 地矿经研院印刷厂印刷 版权所有。不得翻印

开本 880×1230 1/16 印张 0.875 字数 22 千字 2012 年 5 月第一版 2012 年 5 月第一次印刷 印数 1--400 定价 24.00元 书号:155160·060

编号:0749

网址:www.standardonjc.com 电话:(010)51164708 地址:北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编:100024 本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。



JC/T 2068-2011