

Antiglare-Schichten über Sol-Gel-Techniken

M. Mennig, C. Schelle, H. Krug, H. Schmidt

Institut für Neue Materialien, Saarbrücken

EINLEITUNG

Aufgrund seiner glatten Oberfläche und der Unterschiede der Brechwerte zur Luft wird von Glas ein Teil des einfallenden Lichtes gerichtet reflektiert. Beim Einsatz von Glas in Bilderrahmen wird durch diesen Effekt der optische Gesamteindruck des dahinterliegenden Bildes beeinträchtigt. Eine relativ einfache Lösung stellt die Erhöhung der Oberflächenrauheit dar, weil dadurch die Reflexion des einfallenden Lichts durch Streuung verringert wird [1]. Die Aufrauung der Oberfläche geschieht z.B. durch Ätzen mit Flußsäure oder Auslaugen in basischen Lösungen. Zur Lösung der beim Handling mit Flußsäure auftretenden ökologischen und der damit verbundenen ökonomischen Probleme, stellte sich die Aufgabe, eine neue Antiglare-Schicht zu entwickeln, die über einen einfachen Prozeß auftragbar ist. Eine interessante Möglichkeit ist der Sol-Gel Prozeß, weil hier über ein naßchemisches Verfahren maßgeschneiderte Schichten mit einstellbarer Schichtdicke auf unterschiedlichsten Substraten (Glas, Metall, Kunststoff) erzeugt werden können. Frühere Untersuchungen [2] haben gezeigt, daß über kieselsohaltige Sol-Gel-Systeme relativ dicke Schichten rißfrei zugänglich sind. Dicke Schichten sind für die Erzeugung einer ausreichenden Streuung durch Rauheiten im μm -Bereich aber erforderlich. Daher war es das Ziel der vorliegenden Untersuchungen, SiO_2 -Schichten auf Glasoberflächen mit einer definierten Rauigkeit zu entwickeln.

GRUNDLAGEN

Untersuchungen [3] haben gezeigt, daß der Reflexionsgrad einer Oberfläche von der Oberflächenrauheit abhängt. Wie in Bild 1 gezeigt, werden durch die Rauheit der Oberfläche Phasenverschiebungen hervorgerufen, die zu einer Veränderung der Bildinformationen führen. Als direkter Zusammenhang zwischen der Phasenverschiebung σ_ϕ und des quadratischen Mittenrauhwerts σ_h der Oberfläche wurde gefunden:

$$\sigma_\phi = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \sigma_h \cdot \cos\theta$$

wobei λ die Wellenlänge des eingestrahlten Lichts und θ der Einfallswinkel sind. Eine ideal streuende Oberfläche, in der sämtliche Bildinformationen der Reflexion verloren gehen, würde somit bei einem Einfallswinkel $\theta = 0$, eine Phasenverschiebung von 2π aufweisen.

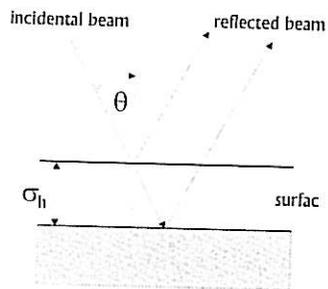


Bild 1: Die Phasenverschiebung von reflektiertem Licht aufgrund der Oberflächenrauheit σ_h in Korrelation zum Einfallswinkel θ .

Deshalb ist für den sichtbaren Bereich bei einer Wellenlänge von 400 - 800 nm ein quadratischer Mittenrauwert σ_h zwischen 400 und 800 nm erforderlich. Aufgrund dieser Abschätzung sollte ein quadratischer Mittenrauwert von ungefähr $0,8 \mu\text{m}$ für das beschichtete Substrat ausreichend sein. Auch kann durch den Brechzahlunterschied zwischen kleinen, nicht absorbierenden Partikeln und einer farblosen, transparenten Matrix die Streuung erhöht werden [4]. Deshalb wurde versucht, durch Zinnoxidpartikel ($n_D = 2,09$) in einer SiO_2 Matrix ($n_D = 1,458$) ein Beschichtungssol zu entwickeln, daß die Oberflächenrauheit erhöht.

EXPERIMENTELLES

Voruntersuchungen hatten bereits gezeigt, daß durch den Einbau von Partikeln in eine SiO_2 Matrix raue Schichten erzeugt werden können. Auch war bekannt, daß aus kolloidalen Zinnsolen Partikel durch pH-Änderungen ausgefällt werden [5]. Deshalb wurde basierend auf den Untersuchungen von Mennig et al. zur Erzeugung dicker Sol-Gel Schichten, bei denen der Wassergehalt für die Hydrolyse durch das wäßrige Kieselsol eingestellt wird, ausgehend von Methyltriethoxysilan (MTEOS), Tetraethoxysilan (TEOS) und kolloidalem, nanopartikulärem Zinnsol (Nyacol, SN15 CG) ein Beschichtungssol synthetisiert, in dem durch das Einstellen des pH-Wertes Zinnoxid Partikel ausgefällt wurden. Mit dieser Lösung wurde Flachglas besprüht, anschließend wurde diese Beschichtung bei $500 \text{ }^\circ\text{C}$ für 1h verdichtet.

ERGEBNIS

Die Schichtdicke betrug nach der Verdichtung ca. $2 \mu\text{m}$, bei einem Anteil von 13 Gew.% an Zinnoxid. Röntgenuntersuchungen der Beschichtungen zeigten, daß nach der Verdichtung kristallines Zinnoxid (Kassiterit) in einer amorphen Siliziumdioxid Matrix vorlag. In Tabelle 1 sind die gemessenen Eigenschaften des Sol-Gel beschichteten Glases im Vergleich mit einem kommerziellen Antiglare-Glas und unbeschichtetem Flachglas dargestellt.

Tabelle 1: Übersicht über die Eigenschaften des Sol-Gel beschichteten Glases im Vergleich mit kommerziellen Antiglare-Scheiben und unbeschichtetem Floatglas.

Eigenschaften	Sol-Gel antiglare Glas	kommerzielle Antiglare-Scheibe	unmodifiziertes Floatglas
Gesamttransmission	94 %	92 %	93 %
Trübung	16 %	1,5 %	0,13 %
Bildscharfe	65 %	69 %	100 %
gerichtete, wellenlängen abhängige Reflexion	3 %	6 - 7 %	8 - 9 %
quad. Mittenrauwert σ_h	$1,62 \mu\text{m}$	$1,06 \mu\text{m}$	$0,03 \mu\text{m}$

Wie man in Tabelle 1 sieht, zeigen einseitig beschichtete Flachgläser 94 % Gesamttransmission und 65 % Bildscharfe. Diese Werte liegen im gleichen Bereich wie Daten von kommerziell erhältlichen Antiglare-Scheiben. Die deutlich höhere Trübung von 16 % beim beschichteten Glas im Vergleich mit 1,5 % bei kommerziellen Antiglare-Gläsern wird durch die höhere Oberflächenrauheit σ_h des beschichteten Glases hervorgerufen. Dies stört jedoch den subjektiven optischen Eindruck von Texten und Bildern hinter einem 2 mm dicken, beschichteten Floatglas nicht, da sich die Bildscharfe mit 65 % nicht nennenswert von den kommerziellen Gläsern unterscheidet. In Bild 2 sind die gerichtete Reflexion bei einem Einfallswinkel von 7° von Sol-Gel beschichtetem Glas im Vergleich mit kommerziellen Antiglare-Glas und unbeschichtetem Floatglas dargestellt.

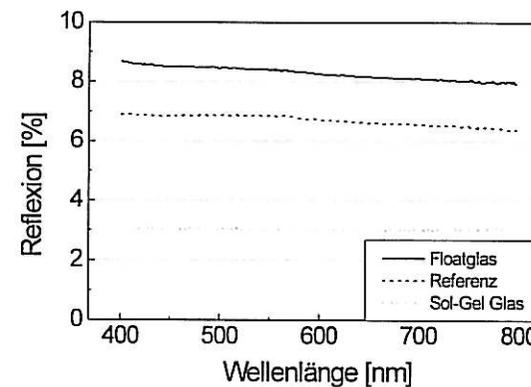


Bild 2: Gerichtete Reflexion (7°) von Sol-Gel beschichtetem Glas im Vergleich mit unmodifiziertem Floatglas und kommerziellen Antiglare-Glas (Referenz) in Abhängigkeit der benutzten Wellenlänge.

Untersuchungen zur gerichteten Reflexion bei 7° (vgl. Bild 2) zeigen, daß bei kommerziell erhältlichen Antiglare-Gläsern ebenso wie bei unbeschichtetem Floatglas der Reflexionsgrad von der Wellenlänge des eingestrahlenen Lichts abhängt. Auch beträgt der Unterschied in der Reflexion zwischen dem unbeschichtetem Glas (8 - 9 %) und der geätzten Oberfläche (6 - 7 %) nur 1,5 %. Das Sol-Gel beschichtete Glas hingegen zeigt eine wellenlängen unabhängige Reflexion von 3 %, diese ist

aufgrund der höheren Rauheit des beschichteten Glases deutlich geringer als bei dem kommerziell erhältliche Antiglare-Glas.

Die Haftung der Beschichtung auf der Glasscheibe wurde mit Gitterschnitt und Tapetest überprüft. Die Tests führten zu keinerlei Ablösung in der Beschichtung und wurden mit Klasse 0 bewertet. Ebenso konnte nach einer Überprüfung der Chemikalienbeständigkeit mit verschiedenen Lösungsmitteln (Ethanol, Aceton, 1- und 2-Propanol) und Glasreinigern keinerlei Beschädigungen in der Beschichtung beobachtet werden.

In welchem Umfang die Farben eines Bildes durch die Beschichtung verfälscht werden, wurde durch eine Überprüfung der Farbechtheit (DIN 6174) untersucht. Das Ergebnis ist in Bild 3 dargestellt.

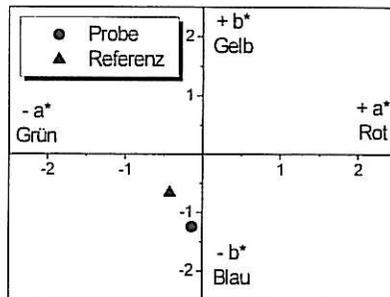


Bild 3: Untersuchung der Farbechtheit von der Sol-Gel beschichteten Probe im Vergleich mit einem geätztem Glas, dargestellt in einem a*b* Farbraum (DIN 6174).

Dabei zeigte sich, daß die beschichteten Gläser im Vergleich mit den kommerziell erhältlichen Antiglare-Gläsern weniger Grün- aber mehr Blauanteile enthalten.

Wie die Untersuchungen gezeigt haben, kann durch den Einbau von Partikeln in eine glasartige Matrix die Oberflächenrauheit von Floatglas erhöht, und dadurch die Reflexion verringert werden. Somit bieten die neu entwickelten glasartigen Sol-Gel Beschichtungen aus technischer und ökologischer Sicht eine interessante Alternative zu herkömmlichen Antiglare-Scheiben.

[1] Veredeltes Flachglas, Lieferprogramm DESAG

[2] M.Mennig, G.Jonschker und H.Schmidt, SPIE Vol. 1758, 125-134, 1992

[3] H. Krug und H. Schmidt, JTB INM Saarbrücken, 68-69, 1992

[4] H. C. van de Hulst, Light Scattering by Small Particles (John Wiley and Sons Verlag 1957)

[5] A. Frantzen, priv. Mitteilungen, INM Saarbrücken 1996