文章编号:1007 - 4252(2022)06 - 0006 - 543　　DOI:10.20027/j.gncq.2022.0065

一种 SnO_2:Sb 薄膜玻璃样品的低辐射特性测试装置设计与实现

瞿小林[1,2],陈远豪[1,2],严　惠[1,2],陈　刚[1,2],肖　黎[1,3],龚恒翔[1,2,*]

(1. 重庆理工大学 理学院,重庆 400054;2. 重庆理工大学 光伏新能源应用技术与设备研究所,重庆 400054;3. 重庆理工大学 绿色能源材料技术与系统,重庆 400054)

摘要:低辐射玻璃是在玻璃表面镀上一层透明导电氧化物薄膜的玻璃,其在可见光波段有比较好的透过率,保证了采光的需求,同时对中远红外波段具有较强的反射率。文中设计和实现了一种结构简单、成本低廉、测试周期短的低辐射玻璃样品辐射特性测试装置,可简单快速对样品进行优劣判断,加快研发进程。通过对制备的 SnO_2:Sb 薄膜玻璃样品进行辐射特性分析,基本满足低辐射玻璃的性能要求。实验结果表明,在光源辐照 3 h 后,普通玻璃窗口的杜瓦瓶内温度由 21.5 ℃升高到 45.7 ℃,而 SnO_2:Sb 薄膜玻璃窗口的杜瓦瓶内温度由 21.5 ℃升高到 43.3 ℃,比普通玻璃窗口的杜瓦瓶内温度低了 2.4 ℃。在自然冷却阶段,拥有更高温度的普通玻璃窗口的杜瓦瓶更快地下降到室温。相关测试表明该装置具有一定可用性、实用性和推广性。

关键词:SnO_2:Sb 薄膜;低辐射玻璃;保温特性;辐射特性;雾化辅助 CVD 法

中图分类号:TK513.2　　**文献标志码**:A

Design and Implementation of a Low Radiation Characteristic Test Device for SnO_2 : Sb Film Glass Samples

QU Xiao - lin[1,2], CHEN Yuan - hao[1,2], YAN Hui[1,2], CHEN Gang[1,2], XIAO Ni[1,3], GONG Heng - xiang[1,2,*]

(1. School of Science, Chongqing University of Technology, Chongqing 400054, China; 2. Institute of Photovoltaic New Energy Application Technology and Equipment, Chongqing University of Technology, Chongqing 400054, China; 3. Chongqing Key Laboratory of Green Energy Material Technology and Systems, Chongqing University of Technology, Chongqing 400054, China)

Abstract: The low emissivity glass is coated with a layer of transparent conductive oxide film on the surface of the slope glass, which has a good transmittance in the visible light band, ensures the demand for lighting, and has a strong reflectivity in the middle and far infrared bands. In this paper, a low emissivity glass sample radiation characteristic test device with simple structure, low cost and short test cycle is de-

收稿日期:2022-10-31;　　**修订日期**:2022-12-16

基金项目:重庆市自然科学基金博士后科学基金(cstc2021jcyj-bshX2019);重庆理工大学教育教学改革项目(2021YB46);重庆理工大学研究生创新项目(gzlcx20223285).

作者简介:瞿小林(1998 一),男,硕士,主要研究方向为宽禁带半导体材料(gonghx@ cqut.edu.cn).

通信作者:龚恒翔(1970 一),男,博士,高级实验师,主要研究方向为宽禁带半导体材料(gonghx@ cqut.edu.cn).

signed and implemented, which can simply and quickly judge the quanlity of the sample and accelerate the development process. The radiation characteristics of the prepared SnO_2:Sb thin film glass samples were analyzed, which basically met the performance requirements of low radiation glass. The experimental results show that the temperature in the dewar of the ordinary glass window increases from 21.5 ℃ to 45.7 ℃, while the temperature in the dewar of the SnO_2:Sb film glass window increases from 21.5 ℃ to 43.3 ℃, which is 2.4 ℃ lower than the temperature in the dewar of the ordinary glass window after 3 hours of light source irradiation. In the natural cooling stage, the dewar bottle with a higher temperature ordinary glass window drops to the room temperature faster. Relevant tests show that the device has certain usability, practicality and popularization.

Key words: SnO_2:Sb Films; Low Radiation Glass; Thermal Insulation Characteristics; Radiation Characteristics; Atomization Assisted CVD Method

0 引言

节能降耗是可持续发展理念下产生的必然技术要求,在我们生产生活的方方面面都有节能降耗技术应用的场景,其中最为熟悉的就是建筑物窗户。建筑物窗户具有多种结构和功能,但最基本的功能是采光,且绝大部分都是玻璃材质的[1-9]。窗户玻璃在实现采光的同时也自然形成了室内外能量交换的一个通道,从实用角度出发,我们期待冬天室内热量尽量少地散发到室外,夏天室外热量尽量少地传导进入室内[10-16]。经过表面涂层处理的低辐射玻璃可以满足上述需求。近年来,高性能低辐射玻璃技术作为建筑物节能降耗的主要技术普遍受到重视,也有不少进入市场的实用化产品,但性能指标还有提升空间,从事低辐射玻璃相关技术的科研人员还在不断探索[17-20]。

低辐射玻璃属于建筑玻璃,其性能在可见光波段有比较好的透过率,保证了采光的需求,同时对中远红外波段具有较强的反射率,这是评判低辐射玻璃性能优劣的标准[21-23]。但在实际科研工作中,由于设备资源的差异、项目进度的时间要求、项目经费的限制和测试人员数量和水平差异等多种因素,所有试样都严格按照上述国标文件进行测试是不现实且可操作性很低的。因此,非常需要一种可以快速完成样品性能测试的低成本简易装置。

本方案提供了一种低辐射玻璃样品辐射特性测试的简易装置,能够简单快速地实现对样品的优劣判断,同时能够实现双向辐射测试,满足科研人员对于不同方向的需求测试,且装置扩展性强的特点能够帮助减少测试周期。

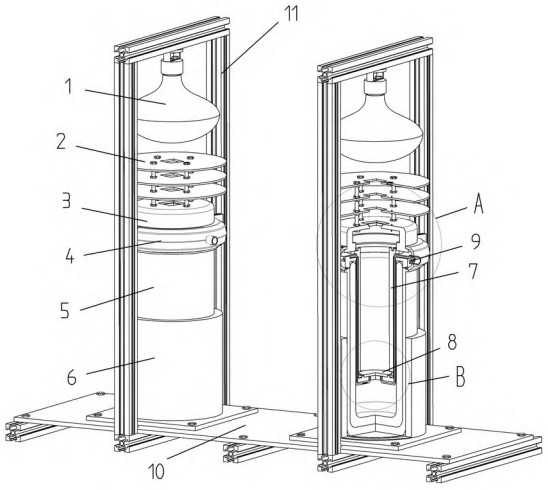
1 装置总体设计

1.1 基本原理

低辐射玻璃样品辐射特性测试装置是一种对于低辐射样品进行辐射特性测试的装置。装置核心部分主要由光阑及杜瓦瓶盖单元、支架单元、杜瓦瓶单元三部分构成。使用设备时,将待测的低辐射玻璃样品放置到杜瓦瓶盖上的方形沉孔中。打开光源,光源经过光阑平行化,通过杜瓦瓶瓶盖中的低辐射玻璃样品,照射到位于支架单元底部的吸热体上,热量通过吸热体传递到位于吸热体中的热电偶中,最后多路温度测试仪将会连续记录杜瓦瓶内温度随时间变化曲线(升温或降温)并对温度数据进行分析。

1.2 装置结构

如图 1 所示,在装置底板上设有至少两套测试单元,测试单元从上至下依次包括光源、光阑、杜瓦瓶盖、固定扣、杜瓦瓶和杜瓦瓶放置底座。光源固定在型材支架顶部,型材支架固定在底板上。杜瓦瓶放置在杜瓦瓶放置底座里,杜瓦瓶盖通过固定扣压在杜瓦瓶上方。其中光源、光阑、杜瓦瓶盖和杜瓦瓶为同轴放置。其中光阑为经过发黑处理的铝合金片,光阑的中心设有与样品大小相同的方孔,杜瓦瓶盖上设有与样品大小相同的方形沉孔。在杜瓦瓶内设有吸热体支架,吸热体支架的上端与杜瓦瓶的上端扣接。吸热体支架的底部放置有吸热体,吸热体为铜制圆柱体块,能够更好地对杜瓦瓶内部的热量进行采集,其外部覆盖有一层碳粉。吸热体支架上还分布有热电偶,热电偶的测温部位与吸热体连接,另一端与多路温度测试仪相连。



(1-光源;2-光阑;3-杜瓦瓶盖;4-固定扣;5-杜瓦瓶;6-杜瓦瓶放置底座;7-吸热体支架;8-吸热体;9-热电偶;10-底板;11-型材支架)

图 1　测试装置结构图

Fig. 1 Structure diagram of test device

1.3　测试方法

测试装置实物如图 2 所示,将薄膜样品放置在杜瓦瓶盖的方形沉孔中,使用 Philips 250 W 的灯泡作为加热光源以模拟自然界的热辐射,与薄膜样品相距 50 cm,在杜瓦瓶内部中的吸热体中设有测温热电偶实时检测,通过 EX4000 多路温度记录仪记录杜瓦瓶内部的温度随辐照时间的变化。装置具有两种测试模式能够实现双侧辐射测试。

测试模式一:首先把待测试低辐射样品安装在其中一个测试单元的方形沉孔上,并保证平直贴合。另外一个测试单元的方形沉孔上放置与样品大小相同但没有镀膜的对比试样。调整装置状态到如图所示,杜瓦瓶、杜瓦瓶盖及附属件和光源保持同轴线,开启多路温度测试仪、开启光源,连续记录温度随时间变化曲线(升温曲线)并开展后续分析工作。

测试模式二:待测低辐射样品与步骤 1 安装方式相同。差别是把两个测试单元内部的吸热体通过外部热源加热到相同温度,然后快速安装封闭杜瓦瓶,开启多路温度测试仪,记录热电偶测试温度随时间变化曲线(降温曲线)并开展后续分析工作。

第二种方法不同于第一种方法的另外一个差别是不使用光源。

图 2　测试装置示意图

Fig. 2 Schematic diagram of test device

2　SnO_2:Sb 薄膜样品辐射特性分析

2.1　SnO_2:Sb 薄膜样品光学和电学性能表征

低辐射玻璃需要的是透过率高、导电性好的薄膜样品。利用雾化辅助 CVD 法制备薄膜,HCl 含量的变化可以使光学与电学性能互相约束,为了调和光学与电学性能,用品质因数去分析薄膜的光学与电学性能。通过多次实验得出品质因数较好的 SnO_2:Sb 薄膜样品,最后使用测试装置对其进行低辐射性能的测试。

利用品质因数(FOM)对低辐射性能分析的方法如式(1)所示[14-16]。

$$FOM = T^{10}/R_S \tag{1}$$

式中:R_S——方块电阻,T——可见光平均透色率,FOM——品质因数。

不同 HCl 含量前驱体溶液所制备的 SnO_2:Sb 薄膜透射光谱如图 3 所示。由图可知,随着前驱体溶液中 HCl 含量的增加,薄膜在可见光范围 390~780 nm 的透过率逐渐降低,其平均透过率从 83%下降到 68%。由图 4 可知,HCL 为 4 mL 时样品的 FOM 最高,这个时候薄膜光学和电学性能较好。

2.2　SnO_2:Sb 薄膜样品低辐射性能表征

从上述实验结果中选取品质因数为 216 的样品进行低辐射性能的表征,表征结果如下。

低辐射镀膜玻璃性能指标在波长 390~780 nm

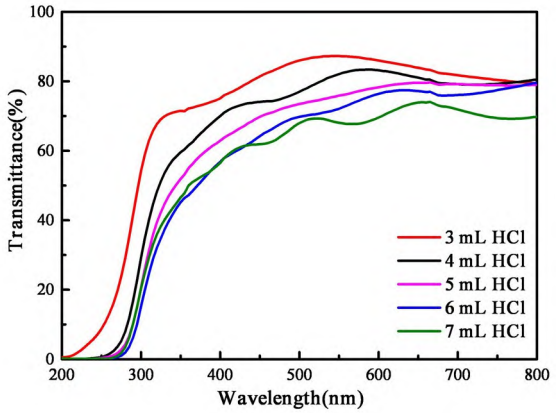


图 3 不同 HCl 含量前驱体溶液所制备的 SnO_2:Sb 薄膜透射光谱

Fig. 3 Transmission spectra of SnO_2:Sb thin films prepared from precursor solutions with different HCl contents

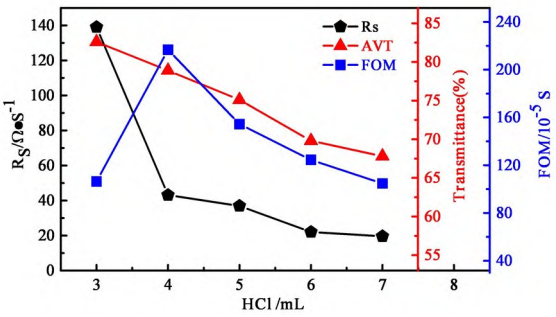


图 4 不同 HCl 含量前驱体溶液制备的 SnO_2:Sb 薄膜性能

Fig. 4 Properties of SnO_2:Sb films prepared from precursor solutions with different HCl contents

的可见光范围,透射率较大,对波长大于 2 500 nm 的中远红外区,反射率较大,反射率超过 90%,有阻止热辐射透射作用。

图 5 为 SnO_2:Sb 薄膜反射光谱,薄膜在 390~780 nm 波长范围内都表现出低反射率,其中插图为在 200~800 nm 波长范围内的透射光谱,薄膜在 390~780 nm 波长范围内表现出大于 75%的透射率,满足低辐射玻璃较好的可见光透过率和较低的可见光反射率的性能要求。

图 6 为 SnO_2:Sb 薄膜的中红外区反射光谱。可以看到在中红外区,SnO_2:Sb 薄膜在 1 500~4 000 nm 波长范围内表现出大于 94%的平均反射率,表现出一定的反射性,满足低辐射玻璃对中红外热辐射具有较强的反射率,反射率超过 90%的性能要求。

通过对 SnO_2:Sb 薄膜样品的可见光区透过率、反射率和中红外区反射率的分析,验证了样品满足低辐射玻璃的性能要求,可以采用文中装置对其进行低辐射性能的测试,通过样品辐射分析结果和文中装置测试结果进行比较,从而验证该装置是否具有可行性。

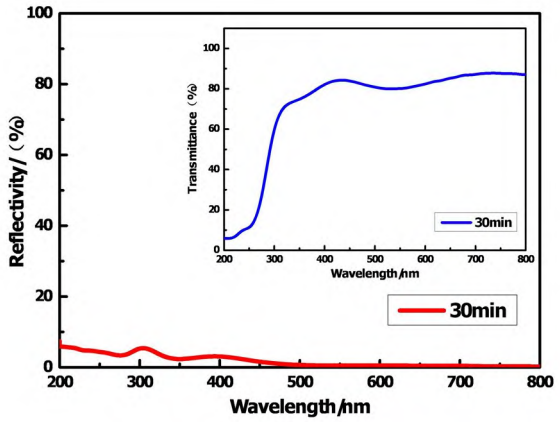


图 5 制备的 SnO_2:Sb 薄膜可见光区透射光谱和反射光谱

Fig. 5 Transmission and reflection spectra of SnO_2:Sb films in visible region

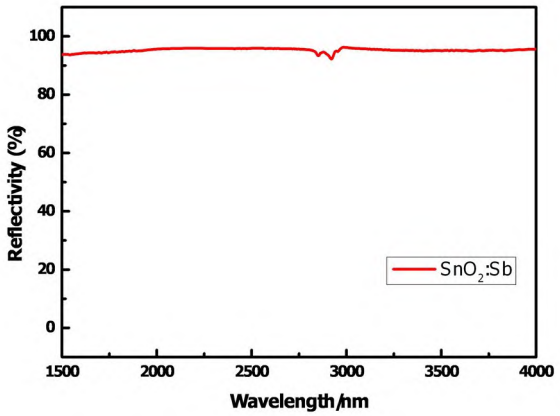


图 6 制备的 SnO_2:Sb 薄膜中红外区反射光谱

Fig. 6 Mid infrared transmission and reflection spectra ofSnO_2:Sb films prepared

3 测试结果分析

根据以上 SnO_2:Sb 薄膜样品辐射特性分析,所有制备的薄膜玻璃样品在 390~780 nm 波长范围内的透射率和 1 500~4 000 nm 波长范围内反射率基本满足低辐射玻璃的性能要求。将样品采用文中设

计的测试装置进行低辐射性能的测试,测试结果如下所示。

SnO_2:Sb 薄膜的保温隔热性能经过测试装置进行测试,杜瓦瓶内部温度随时间变化的数据如图 7 所示。由图 7(a)可知,在光源照射 3 h 后,普通玻璃通光孔杜瓦瓶(以下简称对比瓶)内的温度数据从 21.5 ℃上升为 45.7 ℃,而 SnO_2:Sb 薄膜玻璃通光孔杜瓦瓶(以下简称测试瓶)内温度数据的升高速度比较缓慢,其内部温度在照射 3 h 后从 21.5 ℃上升为 43.3 ℃,比对比瓶内温度低了 2.4 ℃,证实 SnO_2:Sb 薄膜可以阻挡热辐射射入杜瓦瓶,同时降低温度的升高速度。由图 7(b)可知,在光源辐照期间,对比瓶相比于测试瓶温度同样升高更快,但是没有光源辐照期间,温度更高的对比瓶温度能够更快地下降到室温。

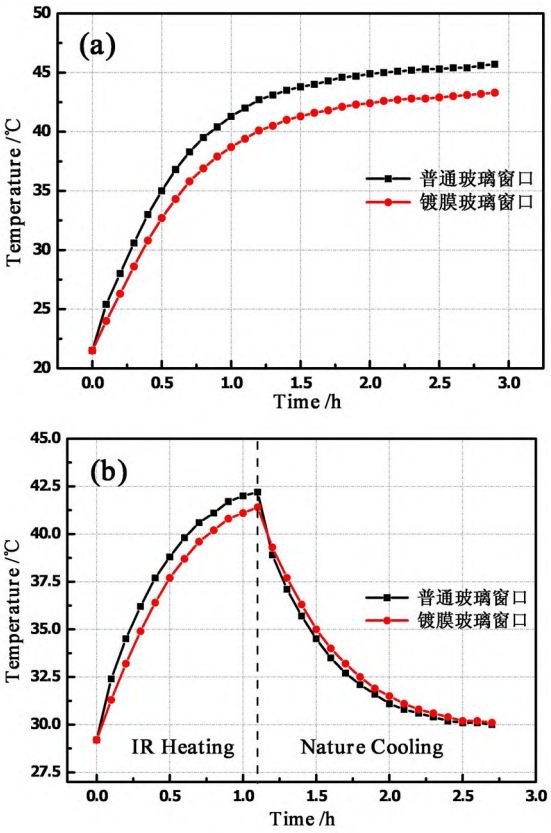


图 7　SnO_2:Sb 薄膜杜瓦瓶内温度随辐照时间变化曲线(a)持续辐照 3 h;(b)辐照 1 h 后自然冷却 1.5 h

Fig. 7 Variation curve of temperature in SnO_2:Sb film Dewar bottle with irradiation time

以上研究表明 SnO_2:Sb 薄膜具有保温隔热的特性。该结果与前面对于制备的低辐射玻璃样品 SnO_2:Sb 薄膜的辐射分析结果相互印证。验证了文中设计的测试装置能够对样品辐射特性测试的可行性。

通过以上研究表明使用低辐射玻璃样品辐射特性测试装置能够对 SnO_2:Sb 薄膜玻璃样品和未镀膜的玻璃样品的保温隔热特性进行优劣判断。通过升温和自然冷却的阶段证实了该方案可以实现双向辐射测试。

4　结束语

文中设计与实现了一种低辐射玻璃样品辐射特性测试装置,通过对普通玻璃和 SnO_2:Sb 薄膜玻璃的样品辐射特性结果分析;通过对比测试装置对样品的测试结果证实了该装置具有研究价值和可行性。文中研制出的低辐射玻璃样品辐射特性测试装置具有的优势如下:(1)装置整体结构简单且成本较低,能够降低样品测试的费用。(2)装置扩展性强,能够帮助减少测试周期;同时对多组材料进行测试,能够加快项目进度。(3)装置至少设置了两套测试单元,可以根据测试要求进行配置,同时能够对多组材料进行测试,这样能够减少环境变量对于材料测试结果的误差和影响因素。(4)装置能够实现由外向内连续记录温度随时间变化曲线(升温曲线),而且能由内向外记录热电偶测试温度随时间变化曲线(降温曲线),实现双向辐射测试,可以满足科研人员对于不同方向的需求测试。

参考文献:

[1]陈远豪, 肖　黎, 梁昌兴, 等. 基于 SnO_2:Sb 薄膜沉积工艺参数优化的支持向量回归分析 [J]. 材料导报, 2023, 11: 1-12(网络首发).

[2]上官旻杰, 赵青南, 林鸿剑, 等. 热处理对浮法玻璃和 Low-E 玻璃表面组成的影响 [J]. 硅酸盐通报, 2020, 39(05): 1639-1644.

[3]上官旻杰, 赵青南, 林鸿剑, 等. Low-E/VO_2 复合镀膜玻璃的制备与性能研究 [J]. 人工晶体学报, 2020, 49(04): 716-723.

[4]奚小波, 缪　宏, 王洪亮, 等. 封接温度对双银 Low-E 真空平板玻璃膜层光学性能的影响 [J]. 太阳能学报, 2016, 37(2): 373-378.

[5]奚小波, 缪　宏, 王洪亮, 等. 封接温度对双银 Low-e 真空平板玻璃膜层力学性能的影响 [J]. 材料热处理学

报, 2014, 35(09): 172-176.
[6]纪 贝, 黄水平, 周 骏. 椭圆偏振法测定在线 Low-E 玻璃的可见-近红外光学常数与膜厚 [J]. 光子学报, 2015, 44(05): 195-199.
[7]王永斌, 孙 震, 余 刚, 等. 可钢化单银 low-E 镀膜玻璃的耐热性能 [J]. 材料科学与工程学报, 2012, 30(1): 71-75.
[8]彭 军, 赵寿柏, 朱云瑾, 等. 节能玻璃的光谱测试 [J]. 光学仪器, 2010, 32(03): 14-17.
[9]陈 峰, 姜 宏, 赵会峰, 等. 遮阳可控性低辐射玻璃的制备及性能 [J]. 材料科学与工程学报, 2018, 36(01): 77-81.
[10]Mizukoshi K, Yamamura T, Tomioka Y, et al. Effect of TiO_2 lowermost layer on crystal orientation and electrical resistivity of glass/TiO_2/ZnO/Ag structure in Low-E glass [J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2021, 60(2): 025501 (7pp).
[11]Zengwen B B. Influence of Low-e glass on air conditioning load and building energy consumption [J]. Hv & Ac, 2005.
[12]Chang S C, Chan H T. Post-annealed Aluminum-Doped Zinc Oxide/Tin-Doped Indium Oxide Bilayer Films for Low Emissivity Glass [J]. International Journal of Electrochemical Science, 2020, 15(5): 3694-3703.
[13]De S, Higgins T M, Lyons P E, et al. Silver Nanowire Networks as Flexible, Transparent, Conducting Films: Extremely High DC to Optical Conductivity Ratios [J]. Acs Nano, 2009, 3(7): 1767-1774.
[14]Gordon, Roy G. Criteria for Choosing Transparent Conductors [J]. Mrs Bulletin, 2000, 25(08): 52-57.
[15]Haacke G J. New Figure of Merit for Transparent Conductors [J]. Journal of Applied Physics, 1976, 47(9): 4086-4089.
[16]仝玉莲, 时方晓. 低辐射膜系中(Al,Ti)N 薄膜的研究 [J]. 材料与冶金学报, 2016, 15(04): 298-303.
[17]崔永红, 张振华, 赵会峰, 等. 模拟浮法玻璃在线 CVD 制备 SnO_2:Sb 薄膜及其性能研究 [J]. 硅酸盐通报, 2016, 35(06): 1856-1860.
[18]贾绍辉, 张淮凌, 孙徐兴, 等. 表层氮化硅掺氧对单银高透 Low-E 性能的改善 [J]. 材料科学与工程学报, 2013, 31(06): 799-802+818.
[19]黄家骏. 高透型 Low-E 玻璃节能效果的模拟应用 [J]. 河南理工大学学报(自然科学版), 2013, 32(05): 639-642.
[20]徐兴红, 周灵平, 彭 坤, 等. 银膜厚度对低辐射玻璃光学性能的影响 [J]. 机械工程材料, 2013, 37(3): 49-52+57.
[21]杨静凯, 赵洪力, 董立中, 等. 钢化过程中低辐射玻璃 SnO_x:F 薄膜氧含量的变化及其影响 [J]. 燕山大学学报, 2012, 36(06): 482-485+490.
[22]杨云桦, 狄洪发. 低辐射能玻璃窗的节能研究 [J]. 太阳能学报, 2001, 03: 296-301.
[23]蔡 彬, 辛荣生, 石帅哲, 等. 银系红外低辐射膜的结构与光学性能分析 [J]. 太阳能学报, 2012, 33(11): 1863-1866.